



HAL
open science

Analyse thermomécanique de l'endommagement en fatigue de stratifiés carbone/époxy: détermination de la limite d'endurance à partir d'essais d'auto-échauffement

Ophélie Westphal

► To cite this version:

Ophélie Westphal. Analyse thermomécanique de l'endommagement en fatigue de stratifiés carbone/époxy: détermination de la limite d'endurance à partir d'essais d'auto-échauffement. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole Centrale de Nantes (ECN), 2014. Français. NNT: . tel-01010897

HAL Id: tel-01010897

<https://theses.hal.science/tel-01010897>

Submitted on 20 Jun 2014

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.

Thèse de Doctorat

Ophélie WESTPHAL

*Mémoire présenté en vue de l'obtention du
grade de Docteur de l'Ecole Centrale de Nantes
sous le label de L'Université Nantes Angers Le Mans*

École doctorale : Sciences Pour l'Ingénieur, Géosciences, Architecture

Discipline : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Unité de recherche : *Institut de recherches en Génie Civil et Mécanique (GeM)*

Soutenue le 28/03/2014

Analyse thermomécanique de l'endommagement en fatigue de stratifiés carbone/époxy : Détermination de la limite d'endurance à partir d'essais d'auto- échauffement

JURY

Président :	Philippe OLIVIER , Professeur des Universités, Institut Clément Ader, Toulouse
Rapporteurs :	Marie-Christine LAFARIE-FRENOT , Professeur des Universités, Institut Pprime, Poitiers Bertrand WATTRISSE , Professeur des Universités, Laboratoire de Mécanique et Génie Civil de Montpellier
Examineurs :	François HILD , Directeur de recherche CNRS, Laboratoire de Mécanique et Technologies de Cachan Patrick ROZYCKI , Maître de conférences, Institut de recherches en Génie Civil et Mécanique, E.C. Nantes
Invité(s) :	Jean-Luc BAILLEUL , Maître de conférences H.D.R., Laboratoire de Thermocinétique de Nantes Guillaume KEMLIN , Ingénieur en Bureau d'Etudes, Chantier Naval MULTIPLAST, Vannes
Directeur de Thèse :	Laurent GORNET , Maître de conférences H.D.R., Institut de recherches en Génie Civil et Mécanique, E.C. Nantes
Co-directeur de Thèse :	Laurent STAINIER , Professeur des Universités, Institut de recherches en Génie Civil et Mécanique, E.C. Nantes

Thèse de Doctorat

Ophélie WESTPHAL

Titre : Analyse thermomécanique de l'endommagement en fatigue de stratifiés carbone/époxy : détermination de la limite d'endurance à partir d'essais d'auto-échauffement

Title: Thermomechanical analysis of damage in carbon/epoxy laminated composites under fatigue loading : determination of the endurance limit by self-heating tests

Résumé

Cette thèse porte sur l'adaptation d'essais d'auto-échauffement et d'une méthode de détermination rapide de la limite d'endurance à des stratifiés à matrice époxy renforcée de fibres de carbone haute résistance. L'intérêt pour cette méthode a débuté il y a une vingtaine d'années, mais son utilisation est restée cantonnée essentiellement aux matériaux métalliques. Elle est fondée sur la mesure de la température moyenne en surface d'éprouvette pendant une série de blocs de chargement cyclique d'amplitude croissante. Ces mesures thermiques permettent de déterminer rapidement la limite d'endurance du matériau. Des essais d'auto-échauffement ont été réalisés sur des stratifiés carbone/époxy sous des conditions de chargement de traction/traction et la limite d'endurance de chacun des stratifiés testés a été déterminée en 3 heures à partir des courbes de température. Ces limites d'endurance sont cohérentes avec les résultats de fatigue classique obtenus sur les mêmes stratifiés. L'objectif de cette étude est principalement de comprendre le lien entre l'endommagement d'un stratifié sous un chargement cyclique de quelques milliers de cycles et celui d'un stratifié dont la durée du chargement dépasse plusieurs millions de cycles. L'étude de l'endommagement a été réalisée à l'échelle du stratifié, par le suivi d'indicateurs macroscopiques comme la perte de rigidité ou la déformation résiduelle, mais également à l'échelle du pli élémentaire grâce à des analyses tomographiques. Les mécanismes d'endommagement activés durant les essais d'auto-échauffement sont identiques à ceux que l'on peut observer dans des stratifiés chargés en fatigue.

Mots clés

Composites stratifiés carbone, fatigue, endommagement, auto-échauffement, thermographie

Abstract

This thesis focuses on the adaptation of the self-heating test and the method of rapid determination of the endurance limit for high-strength carbon fiber reinforced epoxy matrix laminates. The interest in this method began twenty years ago, but its use has remained largely restricted to metallic materials. It is based on measuring the average temperature in specimen surface during a series of cyclic loading blocks of increasing amplitude. These thermal measurements are used to determine the endurance limit of the material fast. Self-heating tests were carried out on laminated carbon / epoxy under tensile loading conditions and endurance limit of each laminate tested was determined in less than 3 hours from the self-heating curves. These endurance limits are consistent with the results of classical fatigue tests obtained on the same laminate. The aim of this study is mainly to understand the link between damage in a laminate under cyclic loading of a few thousand cycles and that in a laminate whose charging time exceeds several million of cycles. The study of the damage has been done at the laminate scale, thanks to macroscopic indicators such as loss of stiffness or residual deformation, but also at the ply level thanks tomographic analysis. The damage mechanisms activated during the self-heating tests are identical to those that can be observed in laminates loaded in fatigue. An energy approach was then proposed to quantify the changes in the dissipated energy in a laminated under self-heating tests, based on thermal field measurements.

Key Words

Laminates, fatigue, damage, self-heating tests, thermography

REMERCIEMENTS

Après plusieurs mois de rédaction (je ne dirai pas le nombre exact pour ne pas faire pâlir les futurs docteurs...), on se dit que c'est fini, mais non ! Il reste la fameuse page de remerciements ! Quelques lignes seulement, mais tellement importantes. Ces quelques lignes qui vont me permettre de remercier les nombreuses personnes qui m'ont soutenu scientifiquement et humainement dans cette grande aventure qu'est la thèse.

Pourtant, les grandes aventures, ça me connaît ! « Ophélie ? Ah oui, c'est la fille qui fait des trails de 70 bornes et des raids de 400 km tous les mois... » Bon, faut pas exagérer, mais c'est vrai que j'aime les grands défis, où le corps et l'esprit vont devoir travailler ensemble pour mener le projet jusqu'au bout. Finalement, c'est un peu le leitmotiv aujourd'hui, non ? Repousser les limites. Repousser ses propres limites. C'est travailler dans un état de stress, dur pour le corps et l'esprit, mais qui procure au final une sensation hors du commun. On a frôlé quelque chose de grand, quelque chose de dangereux, quelque chose d'irréversible (un potentiel ?)... et on en est revenu avec la sensation d'être grandi. Cette thèse a été pour moi un défi sur trois ans et je suis fier de pouvoir aujourd'hui rajouter mon petit grain de sable dans l'immense dune en mouvement que forme la connaissance scientifique.

Dans cette grande aventure, j'aimerais remercier tout particulièrement mon directeur de thèse, Laurent Gornet. Il a toujours été là que ce soit lors de mes dépresses pendant la rédaction ou lorsqu'il fallait terminer un article pour une conférence la semaine où justement il avait 20 heures de cours. J'ai également envie de citer ses sms envoyés le dimanche matin, qui je l'avoue m'ont hérissé le poil en deuxième année, mais m'ont enchanté en troisième année. Merci pour ton énorme investissement (tu vas pouvoir souffler maintenant ! non ?) et ta confiance. Je pense franchement qu'un bon rapport entre le doctorant et son directeur est la clef d'une thèse réussie (sur tous les plans) ! Plus discrets mais aux remarques toujours pertinentes, je remercie grandement mes deux encadrants Patrick Rozycki et Laurent Stainier, qui ont superbement bien complété d'un point de vue scientifique mon directeur de thèse. De Patrick, je me souviens, non sans un petit sourire, du conseil que tu m'as soufflé au milieu de ma période de rédaction : « je ne devrai pas te dire ça, mais prend 3-4 jours de vacances ! Vas au Hell Fest ! ». Je te souhaite beaucoup de courage pour ton HDR ! Merci Laurent pour tes explications posées et ta sérénité, alors que je venais frapper à ton bureau toute paniquée et perdue dans mes calculs d'énergie.

Merci également à mon « encadrant thermique », Jean-luc Bailleul, du Laboratoire de Thermocinétique de Nantes, grâce auquel le deuxième chapitre de cette thèse a vu le jour, puisque pratiquement toute la caractérisation thermique a été effectuée dans son laboratoire ! J'ai particulièrement apprécié ta pédagogie lors de nos discussions.

Je remercie bien évidemment Philippe Olivier qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse. Cela m'a d'autant plus touchée que nous nous connaissions déjà. Grâce à l'accueil que vous m'aviez fait dans votre laboratoire durant mon stage de master, je sais maintenant comment on drape un stratifié proprement ! Enfin, j'espère que les quelques verres de Gewurtzraminer servis à mon pot de thèse ont fini de vous convaincre de retourner quelques

jours en Alsace ! Je remercie sincèrement Marie-Christine Lafarie-Frenot et Bertrand Wattrisse pour avoir accepté la lourde tâche de rapporteur malgré leur emploi du temps bien rempli et pour avoir formulé des questions très intéressantes (que j'ai précieusement noté). Un grand merci également à François Hild qui a su mettre de côté son origine alsacienne pour endosser l'habit de l'examineur impartial et montrer les multiples pistes d'amélioration de mon travail. J'ai quelques manuscrits crayonnés que je compte bien éplucher sérieusement dans les prochains mois ! Je vous exprime toute ma gratitude pour l'examen de mon travail et le dialogue passionnant qui s'est développé à la suite de ma présentation.

Je remercie chaudement tous les membres du laboratoire GeM avec qui j'ai eu le plaisir de travailler ou de m'aérer (et pas toujours autour d'un café !), en particulier :

- les deux gérants incontournables du CRED : Franck Pasco et Pierrick Guégan. Franck, formidable technicien, toujours souriant et prompt à m'aider à monter mon dispositif expérimental ! Les deux machines de fatigue MTS du CRED connaissent une deuxième vie grâce à toi et à la bible MTS ! J'ai encore mal au dos en pensant au démontage des mors hydrauliques ! Merci Pierrick pour m'avoir accordé ta confiance (je suis la seule doctorante à connaître le mot de passe de l'ordinateur liée à la caméra infrarouge !) et accueilli dans ton bureau après le départ de Ramzi. C'est la place parfaite pour rédiger dans la tranquillité et boire du bon thé accompagné d'une part de gâteau aux pommes.
- les thésards première génération, avec qui j'ai passé des moments festifs, j'ai nommé : Thibault (mais où est Massimo ? merci pour le coq !), Loïc (mister krav-maga et possède le premier vestige de ma vie nantaise...) et Jean-Charles (terrinerie de ragondin, c'est quand que tu soutiens ?)
- les thésards seconde génération, avec qui je passe encore des moments de folie, en particulier Romain (la machine est pas dispo ! vas-y-là !) et Maïté (cours Forrester 44 !) et j'espère que ça ne s'arrêtera pas.

Lire ma prose n'a pas dû être facile. Aussi, je remercie chaleureusement tous les relecteurs du manuscrit, qui ont gentiment accepté (même si certains ont été désignés volontaires) le rôle ingrat et caché de « traqueur de fautes », en particulier Claude Stolz.

Un grand merci à l'ensemble des membres de mon club « Sud Loire Raid Aventure » tous plus sympathiques les uns que les autres ! Courir, ça oxygène les cellules et ça ne fait pas de mal de mettre le cerveau en mode « off » de temps en temps.

Mes remerciements vont enfin à tous mes proches, en particulier Nicolas, mes parents, et ma sœur Marine pour leur soutien sans faille durant toutes ces années

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS.....	5
TABLE DES MATIERES	7
TABLE DES FIGURES.....	9
LISTE DES TABLEAUX.....	19
INTRODUCTION	21
1. La caractérisation mécanique du pli élémentaire.....	25
1 Thermodynamique des milieux continus.....	27
2 Comportement élastique quasi-statique du pli élémentaire	34
3 Endommagement des composites stratifiés	49
4 Mise en évidence des couplages thermomécaniques.....	62
5 Modélisation du comportement du pli élémentaire	72
6 Synthèse.....	79
2. La caractérisation thermique du pli élémentaire	82
1 Dilatation thermique du pli élémentaire	84
2 Capacité calorifique du composite	92
3 Conductivité thermique du pli élémentaire	102
4 Simulation numérique.....	134
5 Conclusion.....	141
3. Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles du stratifié 145	
1 Etat de l’art des méthodes expérimentales	146
2 Les essais d’auto-échauffement appliqués aux stratifiés.....	157
3 Conclusion.....	197
4. Fiabilité de la méthode et phénomènes physiques sous-jacents	203
1 Comportement en fatigue des stratifiés	205
2 Caractérisation de l’endommagement microscopique.....	243
3 Etude des phénomènes dissipatifs	255
4 Conclusion.....	280
CONCLUSION ET PERSPECTIVES	285
RÉFÉRENCES	291

TABLE DES FIGURES

Figure 1.1 : Schématisation des différentes échelles d'une structure en composite	34
Figure 1.2 : Système de coordonnées associé au pli élémentaire.....	37
Figure 1.3 : Vue d'ensemble du dispositif expérimental	40
Figure 1.4 : Soudage des jauges d'extensométrie au dos de l'éprouvette.....	40
Figure 1.5 : Courbe de traction d'un unidirectionnel 08 à température ambiante	41
Figure 1.6 : Courbe de traction d'un unidirectionnel [90]8 à température ambiante	41
Figure 1.7 : Courbe de traction d'un stratifié $[\pm 67,52]_S$ à température ambiante.....	42
Figure 1.8 : Schéma de changement de repère.....	42
Figure 1.9 : Courbe de traction d'un stratifié $[\pm 452]_S$ à température ambiante.....	43
Figure 1.10 : Mesure du module de cisaillement G_{12} sur un empilement $[\pm 452]_S$ à température ambiante	44
Figure 1.11 : Courbe contrainte –déformation pour la stratification $[0/90/0/90]_S$	44
Figure 1.12 : Courbe de charge-décharge à différentes vitesses pour une stratification $[\pm 452]_S$	46
Figure 1.13 : Essais de charge-décharge en traction sur stratification $[\pm 452]_S$. Evolution de la contrainte macroscopique avec la déformation plastique permanente.....	47
Figure 1.14 : Essais de charge-décharge en traction sur stratification $[\pm 452]_S$. Evolution de la contrainte avec l'accumulation de déformation plastique pour différentes vitesses de chargement	48
Figure 1.15 : Constitution des stratifiés à fibres longues.....	49
Figure 1.16 : La décohésion fibre/matrice	50
Figure 1.17 : Réponse macroscopique d'une stratification $[\pm 45]_S$ en traction (charge/décharge).....	51
Figure 1.18 : Développement de la fissuration transverse	52
Figure 1.19 : Délaminage	52
Figure 1.20 : Développement de la fissuration transverse	53
Figure 1.21 : Les différents mécanismes d'endommagement dans un stratifié (Revest, 2011)	54
Figure 1.22 : Courbe de charge-décharge obtenue à partir d'un essai sur stratification $[0]_8$...	55
Figure 1.23 : Calcul du module de cisaillement G_{12} et de la déformation plastique résiduelle ϵ_{12p} à partir d'un essai de charge-décharge sur stratification $[\pm 45]_S$	56
Figure 1.24 : Evolution de la variable d'endommagement d_{12} en fonction de la contrainte en cisaillement pour une stratification $[\pm 45]_S$	57
Figure 1.25 : Déformation plastique en fonction de la déformation totale	58
Figure 1.26 : Courbe de charge-décharge pour une stratification $[\pm 67,52]_S$, exprimée dans la base d'orthotropie du pli élémentaire.....	58
Figure 1.27 : Courbe de charge-décharge pour un stratifié $[\pm 67,52]_S$. Le module transverse correspond à la pente de la droite passant par les points $\sigma_{22} = 0 MPa$ et $\sigma_{22} = 20 MPa$...	59
Figure 1.28 : Evolution du module transverse en fonction de la contrainte transverse, dans la base d'orthotropie du pli élémentaire. Résultats tirés d'un essai de charge-décharge sur un stratifié $[\pm 67,52]_S$	59

Figure 1.29 : Courbe de charge-décharge d'un stratifié [0/90/0/90]S.....	60
Figure 1.30 : Evolution du module d'Young de la stratification [0/90/0/90]S en fonction de la contrainte axiale. Résultat tiré de l'analyse de la courbe de charge-décharge en Figure 1.29.	60
Figure 1.31 : Evolution de la déformation plastique résiduelle en fonction de la déformation totale pour une stratification [$\pm 67,52$]S, exprimée dans la base d'orthotropie du pli élémentaire	61
Figure 1.32 : Evolution de la déformation plastique résiduelle en fonction de la déformation totale pour une stratification [0/90/0/90]S.....	61
Figure 1.33 : Illustration des couplages thermomécaniques	62
Figure 1.34 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation durant un essai de traction monotone sur une stratification [90]8.....	63
Figure 1.35 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation durant un essai de traction monotone sur une stratification [$\pm 67,52$]S.....	64
Figure 1.36 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation durant un essai de traction monotone sur une stratification [± 452]S.....	65
Figure 1.37 : Mise en évidence de la thermoélasticité sur une stratification [± 452]S.....	65
Figure 1.38 : Courbe contrainte-déformation pour une stratification [0/90/0/90]S	66
Figure 1.39 : Evolution de la contrainte et de la température en fonction du temps pour un essai de charge-décharge en traction sur stratification [$\pm 67,52$]S	68
Figure 1.40 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation pendant un cycle de charge-décharge sur stratification quasi-isotrope [$\pm 45/90/0$]S, pour une contrainte maximale de 100 MPa.....	69
Figure 1.41 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation pendant un cycle de charge-décharge sur stratification quasi-isotrope [$\pm 45/90/0$]S, pour une contrainte maximale de 350 MPa.....	69
Figure 1.42 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation pendant un cycle de charge-décharge sur stratification quasi-isotrope [$\pm 45/90/0$]S, pour une contrainte maximale de 550 MPa.....	70
Figure 1.43 : Comparaison essai – simulation. Courbe contrainte-déformation exprimée dans la base d'orthotropie du pli élémentaire pour la stratification [± 452]S.....	78
Figure 2.1 : Système de coordonnées associé au pli élémentaire.....	84
Figure 2.2 : Dispositif expérimental pour la mesure des dilatations thermiques du pli élémentaire	85
Figure 2.3 : Positionnement des différentes jauges sur l'éprouvette de stratification unidirectionnelle et l'éprouvette de référence en aluminium.....	86
Figure 2.4 : Schématisation du défaut d'alignement de la grille des jauges avec la direction de mesure souhaitée	90
Figure 2.5 : Evolution des déformations thermiques du stratifié 0°8 et de la jauge seule avec la température.....	90
Figure 2.6 : Micrographies de composites (Herakovitch, 2012).....	93
Figure 2.7 : Points de vue microscopique à gauche (normalisation avec lc) et macroscopique à droite (normalisation avec Lc).	95
Figure 2.8 : Schéma du système interne d'un appareil de DSC.....	97

Figure 2.9 : Machine de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) pour la détermination de la chaleur spécifique de la résine époxy	98
Figure 2.10 : Evolution de la variation d'enthalpie et de la température en fonction du temps	99
Figure 2.11 : Evolution de la capacité calorifique de la résine époxy R367-2 en fonction de la température.....	100
Figure 2.12 : Illustration de la « Unit Cell Method », méthode permettant de retrouver les propriétés de conductivités transverses d'un matériau hétérogène par la méthode des éléments finis à partir de la reconstruction d'un Volume Élémentaire Représentatif de la microstructure réelle (Thomas, 2008)	104
Figure 2.13 : Dispositif expérimental pour la mesure des conductivités thermiques	105
Figure 2.14 : Schéma du dispositif.....	106
Figure 2.15 : Evolution des températures aux trois points de mesure dans le cas d'un essai sur stratifié [0°]18. Les tracés vert et bleu correspondent à l'évolution des températures en surface de l'assemblage composite. Le tracé rouge correspond à l'évolution de température relevée par le thermocouple au sein de l'assemblage.	109
Figure 2.16 : Représentation de la configuration d'essai	113
Figure 2.17 : Algorithme de Gauss-Newton (Thomas, 2008).....	116
Figure 2.18 : Conductivités dans l'épaisseur pour la stratification [0]18 estimées lors des phases de montée et descente en température	120
Figure 2.19 : Evolution de la température des trois thermocouples durant la phase de descente en température de l'échantillon de stratification [0]18.....	121
Figure 2.20 : Evaluation de la sensibilité pour un vecteur des conductivités avec 12 composantes dans le cas de l'essai sur stratifié [90]18 en phase de chauffage. Chaque courbe colorée est rattachée à un paramètre ou composante du vecteur des conductivités et permet de définir la température à laquelle le paramètre est identifiable.	122
Figure 2.21 : Conductivités dans l'épaisseur pour la stratification [90]18 estimées lors des phases de montée et descente en température	124
Figure 2.22 : Evaluation de la sensibilité pour un vecteur des conductivités avec 12 composantes dans le cas de l'essai sur stratifié [90]18 en phase de chauffage.....	125
Figure 2.23 : Evaluation de la sensibilité pour un vecteur des conductivités avec 12 composantes dans le cas de l'essai sur stratifié [90]18 en phase de refroidissement.....	126
Figure 2.24 : Erreurs relatives en fonction du numéro des paramètres d'estimation.....	126
Figure 2.25 : Conductivités dans l'épaisseur estimées pour trois stratifications différentes du pli élémentaire	129
Figure 2.26 : Evaluation de la sensibilité pour un vecteur des conductivités avec 9 composantes dans le cas de l'essai sur stratifié [$\pm 45/90/0$]S en phase de chauffage	131
Figure 2.27 : Volume Élémentaire Représentatif constitué de 5 fibres de carbone avec matrice époxyde et repère associé.....	135
Figure 2.28 : Le VER est dans le plan (y,z)(cf. Figure 2.27) . Visualisation des composantes du gradient de la température locale normalisé, $\partial\theta/\partial x$ et $\partial\theta/\partial y$: (a-b) pour un chargement périodique généré $\partial T/\partial x$ et (c-d) pour un chargement périodique généré $\partial T/\partial y$	138

Figure 2.29 : Le VER est dans le plan (y,z)(cf. Figure 2.27) . Visualisation des composantes du gradient de la température locale normalisé, $\partial\theta/\partial x$ et $\partial\theta/\partial y$: (a-b) pour un chargement périodique généré $\partial T/\partial x$ et (c-d) pour un chargement périodique généré $\partial T/\partial y$	140
Figure 3.1 : Courbes S-N tracées à partir de résultats de fatigue obtenus sur une stratification [0/90]3S de carbone T800H et époxy sous deux niveaux de rapport de charge $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$ (Kawai & Koizumi, 2007)	147
Figure 3.2 : Diagramme d'équiprobabilité de rupture d'un composite unidirectionnel de carbone T700S et époxy sous sollicitations cycliques à 0° du sens des fibres. X_a et X_m représentent respectivement l'amplitude de contrainte et la contrainte moyenne des chargements étudiés.(Kawai & Teranuma, 2012).....	147
Figure 3.3 : Résultat typique d'essais de fatigue sur échantillons métalliques non troués, avec délimitations approximatives des zones dites de fatigue oligocyclique (ou fatigue à faible nombre de cycle) et de fatigue à grand nombre de cycle (Schijve, 2003). Courbe normée par rapport à la contrainte de rupture statique.	148
Figure 3.4 : Exemple de détermination de la limite d'endurance par la méthode des probits (Rabbe, et al., 2000)	151
Figure 3.5 : Méthode empirique permettant d'estimer la limite d'endurance moyenne à partir d'essais d'auto-échauffement. Les résultats sont obtenus par (Doudard, 2003) sur un acier dual-phase DP60.	155
Figure 3.6 : Diagramme de Haigh contenant des configurations amplitude de contrainte-temps sous différents niveaux de contrainte moyenne : C-C (Compression-Compression), T-C (Traction-Compression), T-T (Traction-Traction).....	158
Figure 3.7 : Dispositif expérimental pour les essais de suivi thermique.....	160
Figure 3.8 : Image thermique obtenue et fenêtre de calcul de la température moyenne en surface d'éprouvette	161
Figure 3.9 : Représentations schématiques de l'historique du chargement lors d'un essai d'auto-échauffement (a) à contrainte moyenne constante et (b) à rapport R constant.....	163
Figure 3.10 : Evolution typique de la température pendant un bloc de chargement. Eprouvette de stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ testée sous chargement cyclique à rapport de charge $R = 0,1$, bloc de chargement $\sigma_{xx} = 194,6 \pm 156,2 MPa$	164
Figure 3.11 : Champ de température observé durant un bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement sur une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$	165
Figure 3.12 : Courbe d'auto-échauffement obtenue pour un essai d'auto-échauffement effectué sur la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ sous une contrainte moyenne $\sigma_{xx} = 50 MPa$	166
Figure 3.13 : Interprétation de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne $\sigma_{xx} = 50 MPa$	166
Figure 3.14 : Courbe d'auto-échauffement obtenue pour un essai d'auto-échauffement effectué sur la stratification [0/90/0/90]S sous une contrainte moyenne $\sigma_{xx} = 335 MPa$	167
Figure 3.15 : Courbes d'auto-échauffement obtenues pour deux essais d'auto-échauffement effectué sur la stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$ sous une contrainte moyenne $\sigma_{xx} = 35 MPa$	168
Figure 3.16 : Courbe d'auto-échauffement obtenue pour un essai d'auto-échauffement effectué sur la stratification [+45 - 45/90/0]S sous une contrainte moyenne $\sigma_{xx} = 250 MPa$ et jusqu'à rupture de l'éprouvette.....	169

Figure 3.17 : Dernière image thermographique du bloc de chargement de contrainte maximale $\sigma_{max} = 446 MPa$ (correspondant au huitième point expérimental sur la Figure 3.16)	170
Figure 3.18 : Dernière image thermographique du bloc de chargement de contrainte maximale $\sigma_{max} = 462 MPa$ (correspondant au neuvième point expérimental sur la Figure 3.16).....	171
Figure 3.19 : Dernière image thermographique du bloc de chargement de contrainte maximale $\sigma_{max} = 481 MPa$ (correspondant au dixième point expérimental sur la Figure 3.16)	171
Figure 3.20 : Courbe d'auto-échauffement obtenue pour un essai d'auto-échauffement effectué sur la stratification $[+45 - 45/90/0]S$ sous une contrainte moyenne $\sigma_{xx} = 250 MPa$	172
Figure 3.21 : Courbes d'auto-échauffement obtenues pour des essais d'auto-échauffement effectués sur la stratification $[(\pm 45)_2]S$ sous deux niveaux de contrainte moyenne, $\sigma_{xx} = 50 MPa$ et $\sigma_{xx} = 60 MPa$	173
Figure 3.22 : Evolution de la température moyenne stabilisée en fonction de l'amplitude de contrainte pour la stratification $[(\pm 45)_2]S$ testée sous deux niveaux de contrainte moyenne, $\sigma_{xx} = 50 MPa$ et $\sigma_{xx} = 60 MPa$	174
Figure 3.23 : Evolution de l'aire de l'hystérésis en fonction de la contrainte maximale apparente pour deux éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]S$ testées à deux niveaux de contrainte moyenne différents, $\sigma_{xx} = 50 MPa$ et $\sigma_{xx} = 60 MPa$. L'aire de l'hystérésis est exprimée en millijoule par unité de volume.	174
Figure 3.24 : Evolution de l'aire de l'hystérésis en fonction de l'amplitude de contrainte pour deux éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]S$ testées à deux niveaux de contrainte moyenne différents, $\sigma_{xx} = 50 MPa$ et $\sigma_{xx} = 60 MPa$. L'aire de l'hystérésis est exprimée en millijoule par unité de volume.	175
Figure 3.25 : Courbes d'auto-échauffement obtenues pour la stratification $[0/90/0/90]S$ testée sous trois contraintes moyennes différentes.....	176
Figure 3.26 : Courbes d'auto-échauffement obtenues pour des éprouvettes de stratification quasi-isotrope $[+45/90/-45/0]S$, sous chargements cycliques à rapport $R = 0,1$ et $R = 0,5$. Les essais ont été menés jusqu'à rupture des éprouvettes.	177
Figure 3.27 : Evolution de la variable d'endommagement et de la déformation plastique résiduelle durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[(\pm 45)_2]S$ sous un chargement à $\sigma_{xx} = 50 MPa$	178
Figure 3.28 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[(\pm 45)_2]S$ sous contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 50 MPa$	178
Figure 3.29 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la variable d'endommagement durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[0/90/0/90]S$ à contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 335 MPa$. Les marqueurs non remplis signifient que la variable d'endommagement n'évolue plus.	181
Figure 3.30 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle en fonction de la contrainte maximale appliquée, durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[0/90/0/90]S$ à contrainte moyenne constante	181
Figure 3.31 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la variable d'endommagement durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification quasi-isotrope $[+45 - 45/90/0]S$	182

Figure 3.32 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle en fonction de la contrainte maximale appliquée, durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification quasi-isotrope [+45 – 4590/0]S	183
Figure 3.33 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle en fonction de la contrainte maximale appliquée, durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification [+4590 – 45/0]S à rapport $R = 0,5$	184
Figure 3.34 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle en fonction de la contrainte maximale appliquée, durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification [+4590 – 45/0]S à rapport $R = 0,5$	184
Figure 3.35 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle durant des essais d'auto-échauffement sous rapport $R = 0,1$ et $R = 0,5$ sur stratification [+4590 – 45/0]S	185
Figure 3.36 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la variable d'endommagement durant des essais d'auto-échauffement sous rapport $R = 0,1$ et $R = 0,5$ sur stratification [+4590 – 45/0]S.....	185
Figure 3.37 : Réponses thermiques de deux essais d'auto-échauffement sur une stratification [0/90/0/90]S testée sous une contrainte macroscopique moyenne constante de 335 MPa.	186
Figure 3.38 : Réponses thermiques de deux essais d'auto-échauffement sur une stratification [(±45)2]S testée sous une contrainte macroscopique moyenne constante de 50 MPa.....	187
Figure 3.39 : Analyse empirique de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification [(±45)2]S sous un chargement à contrainte moyenne constante	189
Figure 3.40 : Confrontation entre les essais classiques de fatigue et la limite d'endurance fournie par la méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement proposée pour la stratification [(±45)2]S.....	189
Figure 3.41 : Analyse empirique de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification quasi-isotrope [+45 – 4590/0]S sous une contrainte moyenne $\sigma_{xx} = 250 MPa$	190
Figure 3.42 : Confrontation entre les essais classiques de fatigue et la limite d'endurance fournie par la méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement proposée pour la stratification [+45 – 4590/0]S	191
Figure 3.43 : Analyse empirique de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification quasi-isotrope [+45/90/–45/0]S sous un chargement à rapport $R = 0,5$	191
Figure 3.44 : Confrontation entre les essais classiques de fatigue et la limite d'endurance fournie par la méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement proposée pour la stratification [+4590 – 45/0]S testée sous un chargement à rapport de charge constant $R = 0,5$	192
Figure 3.45 : Analyse empirique de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification quasi-isotrope [+45/90/–45/0]S testée sous un chargement à rapport de charge constant $R = 0,1$	192
Figure 3.46 : Confrontation entre les essais classiques de fatigue et la limite d'endurance fournie par la méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement proposée pour la stratification [+4590 – 45/0]S testée sous un chargement à rapport de charge constant $R = 0,1$	193
Figure 3.47 : Disposition des thermocouples sur l'ensemble machine+ éprouvette.....	195

Figure 3.48 : Disposition des thermocouples à l'arrière de l'éprouvette	195
Figure 3.49 : Courbes d'auto-échauffement obtenues à partir de mesures thermiques issues d'une caméra infrarouge et de thermocouples. Essais d'auto-échauffement sur une stratification [0/90/0/90]S sous contrainte moyenne constante égale à 335 MPa.....	196
Figure 3.50 : Détermination de la limite d'endurance estimée de la stratification [0/90/0/90]S à partir des courbes issues de mesures par caméra infrarouge et par thermocouples. ..	196
Figure 3.51 : Illustration schématique du réseau de fissures présent dans les stratifications de carbone TR50 et époxy R367-2 étudiées en auto-échauffement. Ces fissures sont complétées par d'autres mécanismes d'endommagement, comme de la plasticité au sein de la résine. La création, la progression et le frottement de ces fissures sont des sources internes de chaleur.	199
Figure 4.1 : Calcul de l'aire d'une boucle d'hystérésis décrite par un stratifié.....	207
Figure 4.2 : Tenue en fatigue de la stratification (± 45)2S testée sous deux niveaux de contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 50 \text{ MPa}$ et $\sigma_{xx} = 60 \text{ MPa}$. Les puces vides matérialisent les éprouvettes non rompues.....	209
Figure 4.3 : Illustration du phénomène de striction observé sur les éprouvettes de stratification (± 45)2S testées en fatigue	210
Figure 4.4 : Mise en évidence du renforcement des éprouvettes de stratification (± 45)2S soumises à des chargements cycliques sous une contrainte moyenne apparente $\sigma_{xx} = 50 \text{ MPa}$	211
Figure 4.5 : Evolution du comportement sous sollicitations cycliques de la stratification (± 45)2S pour des conditions de chargements $\sigma_{xx} = 50 \pm 26,42 \text{ MPa}$	211
Figure 4.6 : Influence de l'amplitude de contrainte sur la variable d'endommagement macroscopique D_{xx} d'une stratification (± 45)2S testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 50 \text{ MPa}$. Zoom sur l'intervalle $0 < N < 300000$ cycles.....	213
Figure 4.7 : Influence de l'amplitude de contrainte sur la variable d'endommagement macroscopique D_{xx} d'une stratification (± 45)2S testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 50 \text{ MPa}$	214
Figure 4.8 : Influence de l'amplitude de contrainte sur la déformation plastique résiduelle d'une stratification (± 45)2S testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 50 \text{ MPa}$	215
Figure 4.9 : Aire de la boucle d'hystérésis décrite par les éprouvettes de stratification (± 45)2S testées sous une contrainte moyenne constante 50 MPa et sous différentes amplitudes de contrainte. Zoom sur l'intervalle $0 < N < 1,5.10^5 \text{ cycles}$	216
Figure 4.10 : Variations de température moyenne en surface d'éprouvettes de stratification (± 45)2S testées sous différentes amplitudes de chargement cyclique pour une contrainte moyenne de 50 MPa. Zoom sur l'intervalle $0 < N < 2.10^5 \text{ cycles}$	217
Figure 4.11 : Evolution de la température moyenne en surface et de la variable d'endommagement D_{xx} d'une éprouvette de stratification (± 45)2S soumise à un chargement de fatigue à contrainte moyenne apparente 50 MPa et d'amplitude 26 MPa. L'essai a été arrêté à 1,7.10 ⁶ cycles.	218
Figure 4.12 : Evolution de la température moyenne en surface et de la déformation plastique ϵ_p d'une éprouvette de stratification (± 45)2S soumise à un chargement de fatigue à	

contrainte moyenne apparente 50 MPa et d'amplitude 26 MPa. L'essai a été arrêté à 1,7.106 cycles.....	219
Figure 4.13 : Tenue en fatigue de la stratification 0900/90S testées sous une contrainte moyenne apparente $\sigma_{xx} = 335 \text{ MPa}$	220
Figure 4.14 : Photographie illustrant la rupture des fibres à 0° et le décollement des fibres en surfaces d'éprouvette dans un stratifié 0900/90S soumis à un chargement cyclique de fatigue	221
Figure 4.15 : Evolution du module et de la déformation résiduelle d'un stratifié 0900/90S soumis à un chargement de fatigue $\sigma_{xx} = 335 \pm 267 \text{ MPa}$	221
Figure 4.16 : Résultats de fatigue pour la stratification $[\pm 45/90/0]_S$ testée sous une contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 250 \text{ MPa}$	222
Figure 4.17 : (a) Influence de l'amplitude de contrainte ou de la contrainte maximale sur la variable d'endommagement macroscopique D_{xx} d'une stratification $\pm 45/90/0$ testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 250 \text{ MPa}$. (b) Zoom sur l'intervalle $0 < N < 300000$ cycles.	224
Figure 4.18 : (a) Influence de l'amplitude de contrainte sur la déformation résiduelle ε_p d'une stratification $\pm 45/90/0$ testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 250 \text{ MPa}$. (b) Zoom sur l'intervalle $0 < N < 300000$ cycles.....	225
Figure 4.19 : Evolution de la variation de température en surface d'éprouvette et de la variable d'endommagement D_{xx} pour un stratifié quasi-isotrope $\pm 45/90/0$ testé en fatigue sous un chargement à amplitude constante $\sigma_{xx} = 250 \pm 193 \text{ MPa}$	226
Figure 4.20 : Evolution de la variation de température en surface d'éprouvette et de l'aire des boucles d'hystérésis pour un stratifié quasi-isotrope $\pm 45/90/0$ testé en fatigue sous un chargement à amplitude constante $\sigma_{xx} = 250 \pm 193 \text{ MPa}$	227
Figure 4.21 : Résultats de fatigue pour la stratification $[+4590 - 45/0]_S$ testée sous rapport de charge $R = 0,1$ et $R = 0,5$	228
Figure 4.22 : Influence de contrainte maximale sur la variable d'endommagement D_{xx} de stratifiés $[+4590 - 45/0]_S$ testés sous chargement cyclique à rapport de charge $R = 0,5$	229
Figure 4.23 : Influence de contrainte maximale sur la déformation résiduelle ε_p de stratifiés $[+4590 - 45/0]_S$ testés sous chargement cyclique à rapport de charge $R = 0,5$	230
Figure 4.24 : Evolution de la variable d'endommagement D_{xx} de stratifiés quasi-isotropes $[+4590 - 45/0]_S$ testés sous un rapport de charge de $R = 0,5$	230
Figure 4.25 : Mise en évidence de l'existence de différents mécanismes d'endommagement, fonction de la contrainte maximale appliquée, et de leur progression dans les stratifiés $[+4590 - 45/0]_S$ testés sous un rapport de charge de $R = 0,5$	231
Figure 4.26 : Illustration schématique des fissurations transverses dans les plis à 45° et de la croissance des fissures de délaminage sous : (a) contrainte maximale élevée, (b) contrainte maximale faible. (Aghazadeh Mohandesi & Majidi, 2009).....	231
Figure 4.27 : Comparaison des variations de température moyenne en surface d'éprouvette durant un essai de fatigue classique avec celle enregistrée sur un bloc de chargement d'amplitude identique durant un essai d'auto-échauffement. Les lignes pointillées représentent la température moyenne stabilisée atteinte sur un bloc d'auto-échauffement de 3000 cycles. Résultats pour des stratifiés $(\pm 45)_2S$	233

Figure 4.28 : Positionnement des blocs de chargement correspondants aux amplitudes de contrainte testées en fatigue classique et reportés sur la Figure 4.27, durant l'essai d'auto-échauffement sur stratifié $(\pm 45)2S$	233
Figure 4.29 : Représentation schématique des évolutions du chargement, de l'endommagement et de la température d'un stratifié durant un essai d'auto-échauffement et un essai de fatigue classique à même niveau de contrainte moyenne.....	235
Figure 4.30 : Evolution de la variable d'endommagement D_{xx} (a) et de la déformation résiduelle (b) d'un stratifié quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]S$ testé en fatigue à très grand nombre de cycles sous un chargement cyclique $\sigma_{xx} = 250 \pm 121 MPa$, et niveaux d'endommagement atteints à la suite des blocs de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement sur la même stratification.	237
Figure 4.31 : Evolution de la variable d'endommagement D_{xx} (a) et de la déformation résiduelle (b) d'un stratifié $(\pm 45)2S$ testé en fatigue à très grand nombre de cycles sous un chargement cyclique $\sigma_{xx} = 50 \pm 19 MPa$, et niveaux d'endommagement atteints à la suite des blocs de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement sur la même stratification.	239
Figure 4.32 : Découpe des échantillons étudiés par tomographie à rayons X au centre des éprouvettes stratifiées.....	245
Figure 4.33 : Principe de mesure et d'analyse d'un microtomographe à rayons X	246
Figure 4.34 : Représentation de l'histoire du chargement du stratifié $(\pm 45)2S$ analysé par tomographie à rayons X et dont le résultat est présenté dans la Figure 4.35. L'intersection des deux asymptotes matérialise la limite d'endurance du stratifié, qui est ici de 69 MPa.	248
Figure 4.35 : Vue en coupe dans le plan (13) d'un stratifié $(\pm 45)2S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement dans son intégralité, comme indiqué sur la Figure 4.34.	248
Figure 4.36 : Vue en coupe dans le plan (12) d'un stratifié $(\pm 45)2S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement dans son intégralité, comme indiqué sur la Figure 4.34.	249
Figure 4.37 : Représentation de l'histoire du chargement du stratifié $(\pm 45)2S$ analysé par tomographie à rayons X et dont le résultat est présenté dans la Figure 4.38. La zone hachurée comprend les blocs de chargements que l'éprouvette n'a pas effectués. L'intersection des deux asymptotes matérialise la limite d'endurance du stratifié, qui est ici de 69 MPa.	250
Figure 4.38 : Vue en coupe dans le plan (13) d'un stratifié $(\pm 45)2S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement jusqu'au chargement $\sigma_{xx} max = 82 MPa$, comme indiqué sur la Figure 4.37.....	250
Figure 4.39 : Vue en coupe dans le plan (13) d'un stratifié $(\pm 45)2S$ ayant subi un essai de fatigue sous amplitude constante, de contrainte maximale $\sigma_{xx} max = 82 MPa$	251
Figure 4.40 : Représentation de l'histoire du chargement du stratifié $[\pm 45/90/0]S$ analysé par tomographie à rayons X et dont le résultat est présenté dans la Figure 4.35. L'intersection des deux asymptotes matérialise la limite d'endurance du stratifié, qui est ici de 371 MPa.	252
Figure 4.41 : Vue en coupe selon le plan (13) d'un stratifié $[\pm 45/90/0]S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement jusqu'au chargement maximum, comme indiqué sur la Figure 4.40. ...	252
Figure 4.42 : Représentation de l'histoire du chargement du stratifié $[\pm 45/90/0]S$ analysé par tomographie à rayons X et dont le résultat est présenté dans la Figure 4.43. La zone hachurée comprend les blocs de chargements que l'éprouvette n'a pas effectué. L'intersection des deux asymptotes matérialise la limite d'endurance du stratifié, qui est ici de 371 MPa.	253

Figure 4.43 : Vue en coupe selon le plan (13) d'un stratifié $[\pm 45/90/0]_S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement jusqu'au chargement maximum, comme indiqué sur la Figure 4.42...	253
Figure 4.44 : Identification de la constante thermique du système après le bloc de chargement $\sigma_{xx} = 50 \pm 27,70 \text{ MPa}$ pour le stratifié $(\pm 45)_2S$ testé en auto-échauffement.....	256
Figure 4.45 : Représentation schématique de l'évolution de la boucle d'hystérésis durant un bloc de chargement cyclique. L'aire de la boucle donne l'énergie totale absorbée par le matériau.....	259
Figure 4.46 : Représentation schématique des mécanismes de dissipation thermique par convection, conduction et rayonnement durant un bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement.....	260
Figure 4.47 : Evolution de la puissance dissipée par conduction, convection et rayonnement durant un bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement sur stratifié $[0900/90]_S$. Chargement $\sigma_{xx} = 335 \pm 300 \text{ MPa}$	262
Figure 4.48 : Evolution de l'énergie thermique liée à l'endommagement E_{endo} calculée par bilan énergétique et à partir du modèle de comportement durant un essai d'auto-échauffement sur stratifiés (a) $[(\pm 45)_2]_S$, (b) $[0900/90]_S$, (c) quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$	266
Figure 4.49 : Conditions aux limites du problème de conduction thermique	267
Figure 4.50 : Modèle géométrique discrétisé employé pour les simulations thermiques	269
Figure 4.51 : Plaque avec répartition quadratique de la température dans l'épaisseur	269
Figure 4.52 : Evolution du coefficient de convection h en fonction de la température de surface du stratifié dans les deux cas d'étude et en théorie. Résultat issu de l'essai d'auto-échauffement sur la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\sigma_{xx} = 50 \text{ MPa}$	272
Figure 4.53 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\sigma_{xx} = 250 \text{ MPa}$	273
Figure 4.54 : Evolution du coefficient de convection h en fonction de la température de surface du stratifié dans les deux cas d'étude et en théorie. Résultat issu de l'essai d'auto-échauffement sur la stratification quasi-isotrope $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\sigma_{xx} = 50 \text{ MPa}$	274
Figure 4.55 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\sigma_{xx} = 50 \text{ MPa}$. La courbe simulée est obtenue en utilisant l'évolution théorique de $h(T)$ avec la température de surface de l'éprouvette.....	274
Figure 4.56 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification $[0900/90]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\sigma_{xx} = 335 \text{ MPa}$	275
Figure 4.57 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification quasi-isotrope $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous un rapport $R = 0,1$	277
Figure 4.58 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification quasi-isotrope $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous un rapport $R = 0,5$	277
Figure 4.59 : Tracé de deux évolutions différentes de la déformation élastique et de leur dérivée associée sur un bloc quelconque d'un essai d'auto-échauffement. L'énergie dissipée par endommagement est calculée par l'aire sous la courbe $12\sigma\epsilon$	278

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Classification des variables de modélisation.....	30
Tableau 2 : Paramètres obtenus en fonction du stratifié testé	37
Tableau 3 : Caractéristiques de la fibre de carbone TR50. Les propriétés sont exprimées dans le système de coordonnées associé au pli élémentaire, présenté en Figure 1.2 (Source : Toray).	38
Tableau 4 : Caractéristiques de la résine Structil R367-2 (Source : Multiplast).....	38
Tableau 5 : Propriétés mécaniques déterminées expérimentalement pour le pli élémentaire de TR50/résine R367-2	45
Tableau 6 : Paramètres d'identification du modèle d'endommagement après optimisation avec un algorithme génétique. Ils ont été identifiés à partir d'essais sur stratifications [0]8, [$\pm 67,52$]S et [± 452]S. Le travail d'optimisation par algorithme génétique a été réalisé par Alina Krasnobrizha, dont la thèse est intitulée « Thermomechanical simulation of heterogeneous anisotropic materials : self-heating and fatigue limit of laminates » et sera probablement soutenue en fin d'année 2014.	78
Tableau 7 : Incertitudes absolues sur les mesures. Ces valeurs sont employées pour le calcul de l'incertitude sur la valeur des coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire.....	89
Tableau 8 : Coefficients d'expansion thermique du pli élémentaire de TR50/R367-2. On remarquera que la valeur moyenne obtenue dans le sens longitudinal est de l'ordre de grandeur de l'erreur sur le positionnement angulaire.....	91
Tableau 9 : Capacités calorifiques des constituants et du pli élémentaire de carbone TR50 et résine époxy R367-2. Aucune donnée constructeur n'est disponible pour la résine utilisée.	101
Tableau 10 : Programme en température appliqué aux plaques chauffantes	108
Tableau 11 : Propriétés physiques du matériau nécessaires à la détermination des conductivités thermiques.....	109
Tableau 12 : Dimensions des échantillons des différentes stratifications testées	110
Tableau 13 : Configuration des différents essais, schéma du flux thermique dans l'épaisseur et coefficients de conductivité thermique estimés à l'échelle du stratifié et du pli élémentaire	112
Tableau 14 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [0]18 en phase de chauffage.....	119
Tableau 15 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [0]18 en phase de refroidissement.....	119
Tableau 16 : Vecteur des paramètres de conductivités dans le cas de l'essai sur le stratifié [0]18 en phase de chauffage	122
Tableau 17 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [90]18 en phase de chauffage. Les valeurs inscrites en bleu ont une erreur relative inférieure à 10%.....	123
Tableau 18 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [90]18 en phase de refroidissement. Les valeurs inscrites en bleu ont une erreur relative inférieure à 10%.....	123
Tableau 19 : Vecteur des paramètres de conductivités dans le cas de l'essai sur le stratifié [90]18 en phase de chauffage.....	125

Tableau 20 : Vecteur des paramètres de conductivités dans le cas de l'essai sur le stratifié [90]18 en phase de refroidissement.....	126
Tableau 21 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [0]18. Les conductivités écrites en bleu ont des erreurs relatives inférieures à 5%.....	128
Tableau 22 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié $[\pm 45]_9$. Les conductivités écrites en bleu ont des erreurs relatives inférieures à 5%.....	128
Tableau 23 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié $[\pm 45/90/0]_{4S}$. Les conductivités écrites en bleu ont des erreurs absolues inférieures à 5%.....	129
Tableau 24 : Vecteur des paramètres de conductivités dans l'épaisseur dans le cas de l'essai sur le stratifié $[\pm 45/90/0]_S$ en phase de chauffage.....	131
Tableau 25 : Composantes principales du tenseur des conductivités du pli élémentaire, estimées expérimentalement dans la plage de température 20-120°C.....	132
Tableau 26 : Propriétés de conductivité de la fibre et de la matrice fournies comme données d'entrée au calcul Eléments Finis et propriétés simulées du pli élémentaire homogénéisé de carbone/époxy.....	138
Tableau 27 : Propriétés de conductivité du stratifié 0/90/0n sain et fissuré.....	140
Tableau 28 : Conditions de chargement moyen étudiées en fonction des stratifications. σ_{xx} correspond à la contrainte moyenne apparente appliquée à l'échelle macroscopique.....	159
Tableau 29 : Limites d'endurance du pli élémentaire déterminées à partir des essais d'auto-échauffement.....	194
Tableau 30 : Caractéristiques des mesures effectuées par tomographie à rayons X sur les échantillons composés de fibres de carbone TR50 et résine époxy R367-2.....	247
Tableau 31 : Résultats des analyses par simulation numérique des conditions aux limites sur le flux dans un problème de conduction thermique avec terme source pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$	271
Tableau 32 : Facteurs multiplicateurs des termes sources associés aux stratifiés quasi-isotropes testés par auto-échauffement sous rapports de charge constants.....	276
Tableau 33 : Energie dissipée par endommagement calculée pour les deux progressions de la déformation élastique proposées sur la Figure 4.59.....	278

INTRODUCTION

La perception des ingénieurs du phénomène de fatigue est tellement liée au comportement de matériaux métalliques homogènes et isotropes que la tendance a souvent été de traiter les composites renforcés de fibres comme tels. Les essais expérimentaux employés pour étudier le comportement en fatigue des composites sont ainsi les mêmes que ceux des métaux et l'interprétation des résultats de ces tests est souvent gouvernée par des idées provenant de connaissances sur la rupture des matériaux métalliques. Cependant, dans le cas des composites stratifiés, on ne peut attester de l'existence d'un mécanisme universel par lequel un chargement cyclique conduit inévitablement à la rupture du stratifié.

La fatigue dans les matériaux métalliques débute souvent par l'initiation d'une microfissure et sa propagation intermittente jusqu'à rupture catastrophique du matériau. Dans le cas de la fatigue à grand nombre de cycle, les propriétés du matériau loin de la fissure ne peuvent que très peu changer pendant la sollicitation. Le principal effet de la fatigue à faible contrainte est simplement de durcir lentement le métal. Ainsi, d'une façon générale, plus un matériau est rigide, plus il résistera à la fatigue. Cette affirmation a été injustement transposée au cas des composites, car il est très souvent admis que les composites, et plus spécifiquement les composites renforcés de fibres de carbone ne souffrent pas de la fatigue. Une affirmation d'autant plus critiquable que leur comportement en fatigue est de plus en plus étudié. L'idée qui est généralement sous-entendue derrière cette affirmation est que les déformations dans les composants soumis à des niveaux de chargement conventionnels sont beaucoup trop faibles pour initier un quelconque mécanisme d'endommagement local qui aurait pu causer des dégradations sous des chargements répétés.

L'utilisation des composites stratifiés renforcés de fibres de carbone à des niveaux de déformation très bas conduit alors à deux importants paradoxes ; le premier et le plus évident est que l'on utilise seulement une petite fraction du potentiel de ces matériaux hautes performances. Des coefficients de sécurité excessifs sont appliqués lors de la conception des pièces et cette façon de dimensionner les structures en composites est d'autant plus déplorable qu'elle n'est pas économique. Le second paradoxe concerne le caractère anisotrope des composites, que nous exploitons pour concevoir des structures toujours plus légères et performantes. Un champ de contrainte qui mène seulement à une faible déformation dans la direction principale des fibres peut malheureusement induire des déformations normales aux fibres ou au niveau de l'interface fibre/matrice assez importantes pour causer des dégradations que nous appellerons endommagements de fatigue. Par conséquent, la conception d'un composite stratifié ne peut pas ignorer les phénomènes de fatigue liés aux dégradations matricielles.

De façon classique, on détermine les propriétés à la fatigue à grand nombre de cycles d'un matériau à partir d'essais cycliques sur des éprouvettes de fatigue. Chaque éprouvette est soumise à un chargement périodique en contrainte et on enregistre le nombre de cycles qui conduit à la rupture de l'échantillon (si elle a lieu). A partir de ces résultats, on peut construire la courbe de Wöhler ou courbe S-N (contrainte maximale en fonction du nombre de cycle à rupture) du matériau étudié. Cette stratégie présente le désavantage de nécessiter un grand

nombre d'éprouvettes si on veut caractériser de façon fiable tous les aspects dispersifs que l'on rencontre inévitablement en fatigue. Ainsi la méthode d'identification de toutes ces influences est un frein à leurs études car chronophage et gourmande en matière première. Pour remédier à ce problème, un certain nombre d'équipes de recherches (Luong, 1995) (Krapez, et al., 2000) (La Rosa & Risitano, 2000) (Chrysochoos & Louche, 2000) ont proposé, depuis une dizaine d'années, une méthode empirique basée sur la mise en œuvre d'essais d'auto-échauffement pour déterminer la limite d'endurance moyenne de matériaux métalliques. Un essai d'auto-échauffement consiste à appliquer une séquence de blocs de chargement cycliques à une éprouvette et à observer l'évolution de la température stabilisée de l'échantillon sur chaque bloc de chargement. Dans le cas des aciers, il est généralement observé qu'après un certain niveau de chargement, proche de la limite d'endurance moyenne du matériau, la température stabilisée croît de manière significative. Cette méthode ne nécessite donc qu'une seule éprouvette et donne accès à une bonne estimation de la limite d'endurance moyenne pour ce type de matériaux. La méthode de détermination rapide de la limite d'endurance est activement étudiée depuis une quinzaine d'années sur divers matériaux, comme les alliages métalliques (Giancane, et al., 2009), les élastomères (Le Saux, et al., 2010) et plus récemment les composites chargés fibres courtes (Jegou, et al., 2013). L'objectif principal de ce travail est de tester et d'adapter cette méthode à des composites stratifiés à matrice époxy renforcés de fibres de carbone, constitués d'une superposition de plis élémentaires unidirectionnels selon diverses orientations. La démarche consiste alors à étudier le comportement de plusieurs stratifications afin d'aboutir au comportement du pli élémentaire. L'enjeu majeur de l'étude réside dans l'utilisation d'une méthode fondée sur une mesure à l'échelle de la structure pour caractériser la dégradation en fatigue d'un matériau « discontinu », dégradation qui peut apparaître sous des formes diverses et variées à l'échelle microscopique comme mésoscopique dans le matériau. Cette méthode est décrite au cours des chapitres suivants.

Ce mémoire s'articule autour de quatre chapitres. Le premier chapitre est consacré à la caractérisation mécanique en quasi-statique du pli élémentaire de carbone/époxy unidirectionnel haute résistance et à l'identification des paramètres du modèle de comportement du pli élémentaire (modèle d'endommagement). Après une revue bibliographique sur les mécanismes d'endommagement des composites stratifiés, les résultats d'essais quasi-statiques et de charge-décharge sur différentes stratifications sont présentés. Un modèle élastoplastique endommageable est implanté sous Matlab et un algorithme d'optimisation permet de retrouver ses paramètres. Des confrontations essais/simulations sont présentées. Le dispositif expérimental des essais quasi-statiques comportant une caméra infrarouge, une partie de ce chapitre est consacrée aux différents couplages thermomécaniques du pli élémentaire mis en évidence lors des essais quasi-statiques.

Les variations de température lors des essais quasi-statiques résultent d'une génération de chaleur, elle-même liée à une dissipation interne créée par l'endommagement du matériau. Pour que l'intégration de l'équation de la chaleur avec un terme source correspondant à la dissipation intrinsèque puisse rendre compte des effets thermiques, il faut connaître les caractéristiques thermiques du matériau étudié. Le chapitre 2 est consacré à la caractérisation thermique du pli élémentaire. Des essais expérimentaux ont permis de déterminer le tenseur

des conductivités, les coefficients de dilatation thermique et la capacité calorifique du pli élémentaire. Pour clore ce second chapitre, l'effet d'une fissure intralaminare sur les propriétés de conductivité d'un stratifié est également évalué par simulation numérique.

Dans le troisième chapitre, nous présentons rapidement différentes méthodes expérimentales de détermination de la limite d'endurance d'un matériau avant d'aborder en détail les essais d'auto-échauffement ; nous rappelons le principe des essais d'auto-échauffement et discutons de la procédure expérimentale adaptée à l'étude de stratifiés carbone/époxy. Ces essais sont menés sur différentes stratifications du pli élémentaire, pour des chargements cycliques de traction/traction uniquement. Ces derniers sont réalisés en respectant une contrainte moyenne apparente constante ou un rapport de charge constant. Les courbes d'auto-échauffement obtenues pour l'ensemble de la campagne expérimentale sont tracées et une analyse de ces courbes est proposée de façon à déterminer la limite d'endurance des stratifiés, en s'appuyant sur la progression de l'endommagement.

Tester une méthode expérimentale de détermination rapide de la limite d'endurance nécessite de pouvoir vérifier sa fiabilité. L'objectif du quatrième chapitre est d'étudier la cohérence de la méthode d'analyse empirique des courbes d'auto-échauffement. La première partie de ce chapitre étudie les essais classiques de fatigues réalisés sur l'ensemble des stratifications testées au préalable par auto-échauffement. L'étude de l'allure des courbes classiques S-N à grand nombre de cycle permet de conclure sur la cohérence de la méthode fondée sur les essais d'auto-échauffement. La progression de l'endommagement des stratifiés testés en fatigue est également analysée puis comparée aux niveaux d'endommagement atteints durant un essai d'auto-échauffement. L'objectif de cette comparaison est de s'informer sur la possibilité de retrouver par auto-échauffement l'état d'endommagement obtenu en fatigue à très grand nombre de cycle sous une amplitude constante. Elle est poursuivie en deuxième partie de ce chapitre, grâce à l'analyse tomographique d'éprouvettes testées par auto-échauffement et fatigue classique. Le but est de déterminer et comparer les types d'endommagements microscopiques présents dans les différentes stratifications testées à grand nombre de cycle de ceux observables dans les éprouvettes soumises aux tests courts. Cette étude permet de plus de justifier la signature thermique des diverses stratifications testées et notamment de trouver une explication aux emballements de température observés sur les courbes d'auto-échauffement. La dernière partie de ce chapitre présente deux approches pour étudier l'énergie d'endommagement sous sollicitations cycliques d'auto-échauffement. La première approche se base sur un bilan énergétique effectué sur chaque bloc d'auto-échauffement tandis que la deuxième approche consiste à calculer la dissipation intrinsèque des stratifiés en s'appuyant sur le modèle de comportement élastoplastique endommageable présenté au premier chapitre. Cette dissipation intrinsèque sert ensuite de terme source dans l'équation de la chaleur pour reconstruire les courbes d'auto-échauffement par simulation numérique.

Pour conclure, les avantages et limites des essais d'auto-échauffement sont discutés afin de rendre cette méthode expérimentale robuste pour les matériaux composites de nouvelles générations.

Ce chapitre porte sur la caractérisation du comportement sous sollicitations quasi-statiques du pli élémentaire constitué de fibres de carbone TR50 et résine époxy R367-2. Des essais de traction monotone et de charge-décharge sont effectués sur plusieurs stratifications du pli élémentaire de façon à déterminer ses propriétés élastiques et à rupture ainsi que la progression de l'endommagement dans ses directions principales. Le comportement du pli élémentaire est approché par un modèle élastoplastique endommageable. Filmés avec une caméra infrarouge, les essais de charge-décharge permettent également d'introduire les notions de dissipation et de couplage thermomécanique.

Sommaire

1	Thermodynamique des milieux continus.....	27
1.1	Enoncés fondamentaux de thermodynamique	27
1.2	Méthode de l'état local.....	30
1.3	Eléments de thermique.....	32
2	Comportement élastique quasi-statique du pli élémentaire	34
2.1	Echelles représentatives des stratifiés	34
2.2	Méthodologie de caractérisation du modèle	35
2.3	Caractérisation des propriétés d'élasticité du pli élémentaire.....	37
2.4	Influence de la vitesse de chargement sur le comportement en cisaillement	45
3	Endommagement des composites stratifiés.....	49
3.1	Mécanismes d'endommagement.....	49
3.2	Caractérisation de l'endommagement dans le sens des fibres	55
3.3	Caractérisation de l'endommagement en cisaillement	55
3.4	Caractérisation de l'endommagement transverse aux fibres	58
4	Mise en évidence des couplages thermomécaniques.....	62
4.1	Introduction.....	62
4.2	Essais de traction monotone.....	62
4.3	Essais de charge-décharge	67
5	Modélisation du comportement du pli élémentaire.....	72
5.1	Introduction de l'endommagement dans un modèle.....	72
5.2	Enoncé du modèle élastoplastique endommageable.....	73
5.3	Identification des paramètres du modèle	77
6	Synthèse.....	79

Ce chapitre est consacré à la caractérisation expérimentale du comportement mécanique du pli élémentaire de résine époxy renforcée de fibres de carbone haute résistance.

Avant de décrire son comportement sous chargement quasi-statique, nous rappelons dans un premier temps quelques généralités sur la thermodynamique des milieux continus qui permet d'assurer une certaine cohérence dans le développement de lois de comportement en imposant le respect des principes thermodynamiques.

Dans un second temps, nous nous penchons sur les essais nécessaires pour caractériser les propriétés dans le plan du pli élémentaire dont le comportement est approché par une loi de comportement élastoplastique endommageable. Les propriétés mécaniques dans le plan du pli élémentaire sont déterminées à partir d'essais quasi-statiques (la vitesse de déplacement de la traverse est de 2 millimètres/minute) réalisés sur une base canonique d'identification, constituée principalement de trois stratifications du pli élémentaire : $[0]_8$, $[\pm 45]_5$ et $[\pm 67,5]_5$. L'ensemble des essais mécaniques présentés dans cette étude utilise des éprouvettes standard de traction dont l'épaisseur n'excède pas trois millimètres. L'hypothèse de contrainte plane est valide. Nous avons donc choisi de ne pas déterminer les propriétés dans l'épaisseur du stratifié ; dans la suite de l'étude, on attribuera un comportement isotrope transverse au pli élémentaire.

L'étude portant sur le comportement en fatigue, c'est-à-dire sous des chargements cycliques, nous avons trouvé pertinent de nous intéresser également au comportement dynamique du pli élémentaire dans la gamme de vitesse de déformation balayée ($\dot{\epsilon} < 7,2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$). Dans ce but, des essais à différentes vitesses de chargement ont été réalisés sur une stratification $[\pm 45]_5$. Nous avons choisi de travailler sur cette stratification pour mettre en évidence le comportement en cisaillement du pli élémentaire, direction la plus sensible aux phénomènes de fatigue en dehors de la direction transverse. En effet, plus la direction de la sollicitation s'écarte de la direction des fibres, plus les propriétés mécaniques de la résine jouent un rôle prépondérant dans la tenue du stratifié. Les résultats ont permis de qualifier l'importance du comportement visqueux lié à la résine.

Nous présentons ensuite les résultats d'essais de charge-décharge réalisés sur les stratifications d'identification. Ces résultats permettent de tracer l'évolution de la raideur macroscopique de l'éprouvette ainsi que de la déformation anélastique. L'endommagement, que nous avons choisi de caractériser à l'aide de ces deux grandeurs, peut être tracé pour chaque stratification. Enfin, l'évolution de l'endommagement du pli élémentaire est obtenue après changement d'échelle dans les trois directions du plan.

L'ensemble des essais mécaniques quasi-statiques présentés dans ce chapitre a été instrumenté avec une caméra infrarouge. Le tracé simultané de l'évolution de la déformation ou de la contrainte et de la température moyenne en surface d'éprouvette a révélé l'importance des couplages thermomécaniques existants dans ce matériau. Lorsque le matériau est encore sain, seule la thermoélasticité est visible. Puis, les premières fissurations matricielles dissipant de l'énergie, on note un couplage entre endommagement et température. Ces essais nous ont également permis de déterminer plus précisément la limite d'élasticité du

matériau. Certains résultats obtenus sur stratifiés seront exprimés dans le repère global (c'est-à-dire le repère du stratifié en question) et non dans le repère local qui est habituellement employé lorsque l'objectif est de décrire le comportement du pli élémentaire. Le choix du repère global s'explique dans la suite des travaux pour le développement d'une méthode de détermination rapide de la limite d'endurance que l'on souhaite applicable à toutes stratifications. Les résultats bruts permettent d'identifier le modèle retenu par la suite.

Nous consacrons la dernière partie de ce chapitre à la modélisation du comportement mécanique du pli élémentaire soumis à des sollicitations quasi-statiques. Le modèle élastoplastique endommageable utilisé (Le Dantec, 1989) (Rozycki, 2000) est énoncé puis une démarche d'identification et d'optimisation des paramètres du modèle est proposée. La comparaison entre les résultats expérimentaux et les simulations numériques rend finalement compte de la fiabilité mécanique du modèle retenu.

1 Thermodynamique des milieux continus

L'objet de ce paragraphe est de définir le cadre thermodynamique des processus irréversibles classiquement utilisé pour la mise en place des équations gouvernant l'évolution des propriétés mécaniques. Ce formalisme est particulièrement bien adapté à l'élaboration de lois de comportement (Lemaitre & Chaboche, 1990) (Chaboche, 1996) (Voyiadjis & Kattan, 1999) (Besson, et al., 2001).

Le formalisme présenté ici s'inscrit dans le cadre de la Mécanique des Milieux Continus, qui constitue la base des méthodes modernes de calcul de structures. Ainsi, bien que le matériau réel fasse apparaître des discontinuités physiques aux différentes échelles de la microstructure, celles-ci ne sont pas traduites explicitement, mais leur effet est introduit au niveau homogénéisé du Volume Élémentaire Représentatif (VER) du matériau. Grâce à cette description, le modèle de comportement peut être intégré dans des codes de calculs par éléments finis et permet ainsi de mener des calculs non-linéaires prenant en compte les différents mécanismes de dégradations de pièces réelles. Des méthodes de régularisation doivent être mises en œuvre afin de faire apparaître un volume interne caractéristique et de mener des simulations objectives jusqu'à la phase ultime de la rupture. Nous nous plaçons dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus à variables internes qui constitue un cadre théorique permettant de décrire le comportement élastique, inélastique, viscoplastique et endommagé des matériaux solides.

Le formalisme présenté ici s'articule autour de deux lois fondamentales et de l'introduction d'un potentiel thermodynamique et d'un potentiel de dissipation.

1.1 Enoncés fondamentaux de thermodynamique

1.1.1 Premier principe de thermodynamique : conservation de l'énergie

La première loi fondamentale de la thermodynamique concerne la conservation de l'énergie. Tout domaine D du matériau S possède une énergie interne E définie par la relation 1.1.

$$E = \int_D \rho e \, dV \quad 1.1$$

Elle est la somme de l'énergie interne spécifique (par unité de masse) e sur son volume. L'énergie cinétique du domaine D est donnée par l'expression 1.2, dans laquelle \vec{v} est la vitesse du matériau considéré.

$$E_c = \frac{1}{2} \int_D \rho \vec{v} \cdot \vec{v} \, dV \quad 1.2$$

A chaque instant t , le domaine D voit une modification de son énergie thermique. Soit Q le taux de chaleur reçue par le domaine D . Il comprend deux termes, la chaleur créée par le volume D par des actions à distance extérieures à D (rayonnement, chauffage inductif par exemple) et la chaleur reçue par conduction au travers de la frontière ∂D de D :

$$Q = \int_D r \, dV - \int_{\partial D} \vec{q} \cdot \vec{n} \, dS \quad 1.3$$

où r représente la source volumique de chaleur, \vec{q} le vecteur flux de chaleur et \vec{n} la normale extérieure au domaine. Le premier principe de la thermodynamique postule qu'à chaque instant, la variation d'énergie interne et cinétique, l'énergie totale, est égale à la somme de la puissance des efforts extérieurs appliqués au système et de la chaleur reçue.

$$\frac{d}{dt}(E + E_c) = P_{ext} + Q \quad 1.4$$

En remarquant que la puissance des quantités d'accélération $P_{acc} = \frac{d}{dt}E_c$ et en utilisant la relation $P_{ext} = P_{acc} - P_{int}$ du principe des puissances virtuelles, l'équation de conservation de l'énergie devient :

$$\frac{d}{dt}E = -P_{int} + Q \quad 1.5$$

avec $P_{int} = - \int_D \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}} \, dV$ la puissance réelle des efforts intérieurs.

En utilisant le théorème de flux-divergence (ou théorème de Green-Ostrogradski), on obtient la forme intégrale :

$$\frac{d}{dt} \int_D \rho e \, dV = \int_D \rho \dot{e} \, dV = \int_D \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\epsilon}} \, dV + \int_D (r - \text{div } \vec{q}) \, dV \quad 1.6$$

Cette égalité étant vérifiée quel que soit le domaine D , la forme locale dans l'hypothèse des petites perturbations, en découle immédiatement :

$$\rho \dot{e} = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + r - \text{div } \vec{q} \quad 1.7$$

1.1.2 Second principe de thermodynamique : entropie

Pour formaliser le second principe de la thermodynamique, il est nécessaire d'introduire deux nouvelles variables, la température du matériau T et l'entropie S du domaine. L'entropie est homogène à une énergie par unité de température et mesure le "désordre" des particules. La température T est une grandeur scalaire positive et absolue (T mesure l'agitation atomique, l'énergie cinétique du mouvement Brownien des atomes). Elle peut être définie à partir de l'entropie spécifique s qui correspond à la quantité d'énergie qu'il faut apporter à 1 kg d'un système pour élever sa température d'un degré¹ :

$$S = \int_D \rho s \, dV \quad 1.8$$

Le second principe de la thermodynamique postule que le taux de production d'entropie est toujours supérieur ou égal aux taux de chaleur reçue divisée par la température (l'égalité signifiant réversibilité) :

$$\frac{dS}{dt} \geq \int_D \frac{r}{T} \, dV - \int_{\partial D} \frac{\vec{q} \cdot \vec{n}}{T} \, dS \quad 1.9$$

La forme locale 1.11, dans laquelle \dot{s}_i^* exprime le taux positif de production irréversible d'entropie, est obtenue par application du théorème de la divergence.

$$\dot{s}_i^* = \rho \dot{s} + \text{div } \frac{\vec{q}}{T} - \frac{r}{T} \geq 0 \quad 1.10$$

En remplaçant r par son expression obtenue à partir de l'équation 1.7 du premier principe de la thermodynamique, le bilan en entropie se réécrit sous la forme suivante :

$$\boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \rho(T\dot{s} - \dot{e}) - \frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad 1.11$$

L'introduction du potentiel thermodynamique énergie libre spécifique d'Helmholtz $\Psi = e - Ts$, conduit à la relation 1.12 connue sous le nom d'inégalité de Clausius-Duhem et qui joue un rôle très important pour la formulation des lois de comportement.

$$\boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho(\dot{\Psi} + s\dot{T}) - \frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad 1.12$$

Cette inégalité fait apparaître deux termes distincts, $\boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho(\dot{\Psi} + s\dot{T})$ et $-\frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T}$, sur lesquels nous reviendrons dans le paragraphe suivant, qui sont la dissipation intrinsèque (ou mécanique) et la dissipation thermique.

¹ Cette définition de l'entropie fait l'hypothèse que toutes les autres variables d'état sont figées.

1.2 Méthode de l'état local

La méthode de l'état local permet d'établir un modèle de comportement d'un matériau à partir de la proposition du potentiel thermodynamique de Helmholtz $\Psi(\varepsilon, T, V_k)$ ou de son dual $\Psi^*(\sigma, s, A_k)$. Les potentiels prennent en compte à l'aide de variables internes V_k les mécanismes physiques que l'on souhaite modéliser. Les lois d'évolution des variables internes sont établies à partir d'un potentiel de dissipation $\varphi(V_k, \vec{q})$ ou de son dual $\varphi^*(A_k, \vec{g}_q)$, en posant $\vec{g}_q = -\frac{\overline{\text{grad}}(T)}{T}$ (Lemaitre & Chaboche, 1990).

1.2.1 Variables d'état

Le choix de n'utiliser que le premier gradient dans la relation 1.12 conduit à introduire la méthode de l'état local présentée dans (Germain, 1973) (Stolz, 1987) (Lemaitre, et al., 1999) (Coirier, 2001) et qui peut se formuler : "l'état thermodynamique d'un système matériel est déterminé en un point et à instant donné par la connaissance des valeurs d'un certain nombre de variables appelées variables d'état à cet instant et en ce point". Ces variables "d'état" se scindent en variables observables : les inconnues principales ou éventuellement secondaire du problème (ε, T) et les variables internes, non directement mesurables, et directement liées aux phénomènes dissipatifs. Ces dernières peuvent être de natures différentes mais sont rassemblées sous la forme du vecteur des variables internes V_k par souci de commodité. Afin d'assurer l'objectivité des solutions jusqu'à la phase ultime de la rupture, des limiteurs de localisation sont classiquement utilisés (Allix & Deü, 1997) (Marguet, 2007).

Chacune des variables d'état se voit affecter une variable duale dans l'espace des forces thermodynamiques (vecteur des forces thermodynamique A_k). À un instant donné, le produit scalaire $\dot{V}_i \cdot A_i$ fournit la puissance dissipée par le phénomène irréversible associé. Le Tableau 1 fait le bilan des différentes grandeurs thermodynamiques définissant l'état d'une particule (Lemaitre, et al., 1999).

Variables d'état		Variables associées
Observables	Internes	
ε		σ
T		s
	V_k	A_k

Tableau 1 : Classification des variables de modélisation

1.2.2 Energie libre

Le potentiel thermodynamique, énergie libre spécifique d'Helmholtz dont l'existence est postulée afin de pouvoir reproduire les essais thermomécaniques, est une fonction des variables d'état : $\Psi = \Psi(\varepsilon, T, V_k)$. Pour être acceptable d'un point de vue thermodynamique, il doit être concave par rapport à la température et convexe par rapport à la variable observable ε . En introduisant Ψ dans l'inégalité de Clausius- Duhem, définie par la relation 1.12, on obtient l'équation 1.13.

$$\left(\boldsymbol{\sigma} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}\right) : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho \left(\frac{\partial \Psi}{\partial T} + s\right) \dot{T} - \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{V}_k} \cdot \dot{\mathbf{V}}_k - \frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad 1.13$$

Cette dernière relation devant être vérifiée pour toutes transformations de la matière, soit quels que soient le tenseur des taux de déformation $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}$ et le taux de variation de la température \dot{T} , les deux premières lois d'état sont obtenues :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\sigma} &= \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}} \\ s &= -\frac{\partial \Psi}{\partial T} \end{aligned} \quad 1.14$$

Par analogie, les autres forces thermodynamiques, duales de \mathbf{V}_k , sont définies par les relations suivantes, qui complètent les lois d'état :

$$\mathbf{A}_k = \rho \frac{\partial \Psi}{\partial \mathbf{V}_k} \quad 1.15$$

Les forces thermodynamiques sont maintenant connues comme étant des fonctions des variables d'état. Il reste à déterminer l'évolution des variables internes qui, contrairement aux variables d'état observables, ne sont pas connues a priori. Pour décrire les processus dissipatifs, en particulier l'évolution des variables internes, il faut introduire un formalisme complémentaire ; c'est l'objet du potentiel de dissipation φ ou de son dual φ^* .

1.2.3 Dissipation intrinsèque et dissipation thermique

Compte-tenu des lois d'état, l'inégalité de Clausius-Duhem se réduit à l'expression de la dissipation qui doit être positive :

$$\Delta = -\mathbf{A}_k \cdot \mathbf{V}_k - \frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \geq 0 \quad 1.16$$

On remarque que la dissipation est formée d'une somme de produits de variables forces par les variables flux. Le premier terme est appelé dissipation intrinsèque (ou dissipation mécanique). Elle est dissipée par l'élément de volume sous forme de chaleur.

$$\Delta_{int} = -\mathbf{A}_k \cdot \mathbf{V}_k \quad 1.17$$

Le dernier terme est la dissipation thermique par conduction :

$$\Delta_{th} = -\frac{\vec{q} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}(T)}{T} \quad 1.18$$

Il suffit que ces deux termes soient individuellement positifs ou nuls pour respecter l'inégalité de Clausius-Duhem, ce qui démontre que le flux de chaleur \vec{q} est de sens opposé au gradient de température $\overrightarrow{\text{grad}}(T)$.

1.2.4 Potentiel de dissipation et lois d'évolution

Pour établir les lois d'évolution des variables internes, on postule l'existence d'un potentiel de dissipation $\varphi = \varphi(\dot{\mathbf{V}}_k, \vec{q})$ ou d'un potentiel de dissipation complémentaire $\varphi^* = \varphi^*(\mathbf{A}_k, \vec{g}_q)$. Ce dernier est fonction des variables forces thermodynamiques associées aux variables internes. On définit alors les lois d'évolution par les relations suivantes :

$$\dot{\mathbf{V}}_k = -\frac{\partial \varphi^*}{\partial \mathbf{A}_k} \quad 1.19$$

$$\frac{\vec{q}}{T} = -\frac{\partial \varphi^*}{\partial \overrightarrow{grad}(T)} \text{ ou } \vec{q} = -\frac{\partial \varphi^*}{\partial \vec{g}_q}$$

Ainsi, la description complète de la loi de comportement se résume à la détermination des deux potentiels Ψ et φ^* . On démontre alors que si les potentiels vérifient certaines hypothèses (convexité,...), l'inégalité de Clausius-Duhem est automatiquement vérifiée.

1.3 Eléments de thermique

Dans cette partie, nous présentons l'équation de la chaleur qui constitue la base théorique des essais d'auto-échauffement réalisés et présentés dans le chapitre 3 de ce manuscrit.

1.3.1 Loi de Fourier

La loi de diffusion de la chaleur, ou loi de Fourier, est une relation linéaire entre le flux de chaleur \vec{q} et le gradient de température $\overrightarrow{grad} T$.

$$\vec{q} = -\mathbf{k} \overrightarrow{grad} T \quad 1.20$$

1.3.2 Équation de la chaleur

L'équation de la chaleur se déduit de l'expression locale de la conservation de l'énergie écrite en fonction du potentiel énergie libre $\Psi = e - Ts$:

$$\rho \dot{\Psi} + \rho T \dot{s} + \rho s \dot{T} = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + r - \text{div } \vec{q} \quad 1.21$$

L'expression de \dot{s} se déduit de l'Équation 1.21.

$$\rho c \dot{T} + \text{div } \vec{q} = r + \Delta_{int} + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon} \partial T} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \rho T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial \mathbf{V}_k \partial T} \cdot \dot{\mathbf{V}}_k \quad 1.22$$

où $c = -T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2}$ est la capacité calorifique (ou chaleur spécifique) à déformation et variations internes constantes², le terme $\rho c \dot{T}$ représente l'accumulation d'énergie thermique (fonction de

² Dans cette équation, la capacité calorifique est classiquement définie à déformation constante. Dans la suite des travaux, la capacité calorifique est mesurée expérimentalement à pression constante. Celle-ci est plus facilement mesurable que la capacité calorifique à volume constant qui pourtant devrait être employée dans l'équation. Dans le cas des solides, la différence entre la capacité calorifique à pression constante et la capacité calorifique à

la capacité calorifique du matériau) et le terme $div \vec{q}$ représente les pertes de chaleur par conduction. Le membre de droite de l'Equation 1.22 est le terme source que l'on peut décomposer en plusieurs contributions :

- r qui correspond aux sources volumiques de chaleur d'origine externe ;
- Δ_{int} qui représente la dissipation intrinsèque associée aux irréversibilités mécaniques (viscosité, plasticité, endommagement, etc.) qui est homogène à une source de chaleur volumique ;
- $\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial \epsilon \partial T} : \dot{\epsilon}$ qui représente le terme de couplage entre déformation et température (comprenant le couplage thermoélastique) ;
- $\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} \cdot \dot{V}_k$ qui est le terme de couplage thermomécanique associé aux variables internes (couplage endommagement-température ou viscosité-température par exemple) ;

Ces différents termes peuvent être identifiés à partir de campagnes expérimentales adéquates.

2 Comportement élastique quasi-statique du pli élémentaire

Dans cette partie, nous caractérisons expérimentalement le comportement élastique et à rupture du pli élémentaire. Pour ce faire, nous avons réalisé une série d'essais quasi-statiques principalement sur trois empilements ou stratifications symétriques différentes. Chaque stratification présente un comportement macroscopique différent en raison de l'orientation particulière des plis. Il est souvent sous-entendu que l'échelle macroscopique est celle servant à décrire le matériau structural, c'est-à-dire le matériau de base employé en calcul de structures. Néanmoins, si on cherche à caractériser le pli élémentaire ou les constituants (fibre ou matrice), on peut également parler, à ces échelles-là, de comportement macroscopique, du moment que l'on s'intéresse à un élément de volume représentatif du matériau à l'échelle considérée.

Après avoir rappelé la loi de comportement élastoplastique endommageable choisie pour caractériser le pli élémentaire isotrope transverse, nous exposerons les résultats des essais sur stratifiés et en déduirons les propriétés élastiques et à rupture du pli élémentaire.

2.1 Echelles représentatives des stratifiés

Les composites sont par nature hétérogène. Il existe plusieurs échelles représentatives du matériau (Figure 1.1), dont les termes ou les définitions varient suivant le domaine. Pour le physico-chimiste, la gamme d'échelle considérée ira de l'échelle moléculaire, cible de l'endommagement thermique par exemple (coupure de chaînes, réticulations, restructurations moléculaires) à l'échelle macroscopique de la matrice. Cette échelle est généralement considérée pour le mécanicien comme microscopique : c'est l'échelle des constituants (fibre, interface, matrice), considérée comme homogène, et l'échelle macroscopique, quant à elle, peut correspondre à celle de la structure.

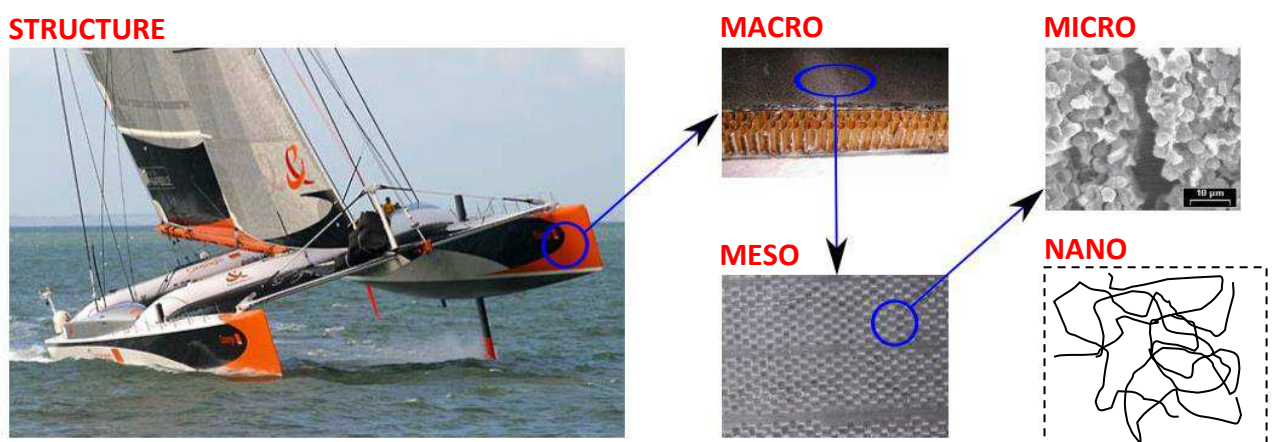


Figure 1.1 : Schématisation des différentes échelles d'une structure en composite

De manière générale, la construction et la résolution de la relation contrainte/déformation du stratifié peuvent être élaborées aux différentes échelles caractéristiques du composite (micro, méso et macro).

Il est ainsi possible :

- d'établir les lois de comportement de chaque constituant et de reconstruire le comportement du pli par des méthodes de changements d'échelles.
- d'établir les lois de comportement de chaque pli et de reconstruire le comportement du stratifié par une théorie des stratifiés.
- d'établir et de résoudre la loi macroscopique de comportement du stratifié.

Il y a toujours des avantages et des inconvénients à privilégier telle ou telle échelle pour obtenir in fine le comportement du matériau (Schieffer, 2003).

La plupart des modèles permettant d'établir le comportement des composites à matrice organique sont établis à l'échelle du pli élémentaire. Cette échelle est souvent la plus pertinente car, à l'aide d'une théorie des stratifiés adaptée, il est alors possible de déterminer l'état de contrainte et de déformation de chaque pli, pour un stratifié quelconque. Ce type d'approche mésoscopique est essentiellement phénoménologique c'est-à-dire fondée sur l'expérience. Une difficulté récurrente est de déterminer de manière fiable les propriétés du pli élémentaire. Lorsque cette étape délicate d'identification est effectuée, il est alors possible de prévoir le comportement d'un stratifié quelconque. Néanmoins, la moindre modification dans les matériaux constitutifs ou même un changement dans le procédé d'élaboration conduit à recommencer la phase d'identification du comportement du pli élémentaire.

Il peut alors paraître plus judicieux de se tourner vers l'échelle inférieure, celle des constituants. On augmente alors le caractère prédictif du modèle mais on augmente aussi le temps nécessaire à la résolution et on multiplie les difficultés de caractérisation.

Le choix de l'échelle adaptée pour reconstruire le comportement du stratifié dépend du degré de précision ou de fiabilité et de la rapidité de résolution recherchée. Dans cette étude, nous avons fait le choix de reconstruire le comportement mésoscopique (du pli élémentaire) à partir du comportement de divers stratifiés, formant une base canonique d'identification.

2.2 Méthodologie de caractérisation du modèle

Le passage de l'échelle du pli à celle du stratifié est réalisé à l'aide de la Théorie Classique des Stratifiés. Elle représente une technique de changement d'échelle qui permet d'estimer le comportement en membrane et en flexion plane d'un stratifié quelconque à partir de la connaissance du comportement du pli élémentaire (Gay, 1991) (Herakovitch, 2012). Cette technique est donc utilisée pour connaître le comportement global du stratifié soit pour évaluer localement les déformations et les contraintes de manière à vérifier qu'elles conservent des valeurs admissibles (Decolon, 2000).

Dans notre étude, les empilements étudiés sont tous symétriques, ce qui implique qu'il n'y a pas de couplage entre efforts de membrane et flexion. Les propriétés effectives des stratifiés symétriques sont identifiées à partir d'une série d'essais expérimentaux durant lesquels le stratifié subit des chargements spécifiques.

L'utilisation du modèle de pli élémentaire permet de simuler le comportement jusqu'à la phase ultime de la rupture d'un stratifié quelconque de carbone TR50/époxy R367-2. Le

comportement retenu est un modèle élastoplastique endommageable pour stratifiés. Celui-ci est détaillé dans le dernier paragraphe de ce chapitre page 73.

Pour identifier et distinguer les principaux paramètres du modèle (affectés d'indices liés au repère du pli élémentaire, présenté en Figure 1.2), il est possible d'isoler certains comportements qui interviennent d'une façon prépondérante et indépendante. Pour cela, il est nécessaire, au préalable, d'effectuer des essais de traction uniaxiale et de solliciter des empilements avec des orientations de fibres particulières. Le modèle nécessite l'entrée de données concernant le pli élémentaire :

- dans le domaine élastique
 - E_{11} le module d'Young longitudinal
 - E_{22} le module d'Young transverse
 - G_{12} le module de cisaillement
 - ν_{12} le coefficient de Poisson
- au niveau de l'endommagement
 - loi d'évolution de d_{22} , endommagement transverse, variable interne associée à la force thermodynamique Y_{22} (Y_0 et Y_R)
 - loi d'évolution de d_{12} , endommagement lié au cisaillement, variable interne associée à la force thermodynamique Y_{12} (Y_0 et Y_C)
- au niveau de la plasticité (plus précisément inélasticité)
 - loi d'évolution de ε_{22}^p , déformation plastique transverse
 - loi d'évolution de ε_{12}^p , déformation plastique en cisaillement
 - loi d'évolution de p , déformation plastique cumulée, variable interne associée à la force thermodynamique R
 - R_0 , le seuil de plasticité

Les essais réalisés sur les différentes stratifications doivent permettre d'identifier les caractéristiques élastiques $E_{11}^0, E_{22}^0, G_{12}^0, \nu_{12}^0$ et de visualiser les évolutions des variables d'endommagement $d_{12}(\sigma_{22}, \sigma_{12})$ et $d_{22}(\sigma_{22}, \sigma_{12})$ et de plasticité $\varepsilon_{22}^p, \varepsilon_{12}^p$ et $p(\varepsilon_{22}^p, \varepsilon_{22}^p, a_0)$. Le Tableau 2 présente les paramètres du modèle obtenus pour chaque essai de traction réalisé sur différents stratifiés du pli élémentaire.

Les essais sur stratification $[0]_8$ permettent de définir les caractéristiques du pli dans le sens des fibres, à savoir E_{11}, ν_{12} et σ_{11}^R . Le comportement de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ permet d'identifier les paramètres d'endommagement et de plasticité lié au cisaillement (G_{12} et évolution de d_{12} , évolution de ε_{12}^p). Le comportement en traction transverse et le comportement couplé cisaillement-traction transverse du pli élémentaire ($E_{22}, d_{22}, \varepsilon_{22}^p$) peuvent être estimés respectivement à partir des essais sur stratifications $[90]_8$ et $[(\pm 67,5)_2]_S$.

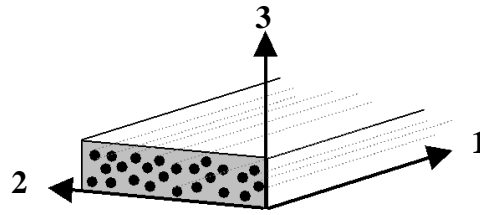


Figure 1.2 : Système de coordonnées associé au pli élémentaire

	Traction sur $[0^\circ]_8$	Traction sur $[(\pm 45)_2]_s$	Traction sur $[90]_8$	Traction sur $[(\pm 67,5)_2]_s$
Paramètres obtenus	E_{11}^0	G_{12}^0	E_{22}^0	Y_{22R}
	ν_{12}^0	Y_{12C}	Y_{22C}	Contrôle de Y_{12C} et Y_{22C}
	ϵ_{11R}	Y_{12O}	Y_{22O}	Contrôle de Y_{12O} et Y_{22O}
		Y_{12R}	b	Contrôle de $\dot{\epsilon}_{12}^p$ et $\dot{\epsilon}_{22}^p$
		d_{12max}	$\dot{\epsilon}_{22}^p$	
		$\dot{\epsilon}_{12}^p$	a	

Tableau 2 : Paramètres obtenus en fonction du stratifié testé

2.3 Caractérisation des propriétés d'élasticité du pli élémentaire

2.3.1 Le pli élémentaire TR50/R367-2

❖ Caractéristiques des constituants

Un matériau composite stratifié est un empilement de plis unidirectionnels dont le choix des orientations dépend de l'application industrielle et des performances souhaitées. Chaque pli est composé de trois constituants :

- Les fibres, dont le rôle est de reprendre les efforts. Leur comportement est élastique linéaire. Cette étude se limite au cas de composites à fibres longues de carbone TR50 dont les caractéristiques mécaniques sont présentées dans le Tableau 3.
- La matrice qui permet non seulement la cohésion du matériau mais aussi le transfert des contraintes dans le pli, d'une fibre à l'autre et d'un pli à l'autre dans le stratifié. Elle confère au stratifié son comportement viscoélastique (Schieffer, et al., 2002) (Kumar & Talreja, 2003) (Blassiau, et al., 2006) (Laurin, et al., 2007). La résine époxy R367-2 appartient à la catégorie des thermostables, polymères fortement réticulés à structure tridimensionnelle. A haute densité de pontage, la résine employée est un matériau fragile. Les caractéristiques mécaniques de l'époxy R367-2 données par le fournisseur sont reportées dans le Tableau 4.
- L'interface, couche très mince, permettant la cohésion entre la fibre et la matrice.

Fibre TR50			
masse volumique	ρ	1850	kg/m ³
diamètre	\emptyset	0,007	mm
module longitudinal	E_{11}	255500	MPa
module transversal	E_{22}	18000	MPa
module transversal	E_{33}	18000	MPa
module de cisaillement	G_{12}	13780	MPa
module de cisaillement	G_{23}	6890	MPa
module de cisaillement	G_{31}	13780	MPa
coefficient de Poisson	ν_{12}	0,2	
coefficient de Poisson	ν_{23}	0,25	
coefficient de Poisson	ν_{31}	0,2	
contrainte à rupture en traction longitudinale	σ_{11UTS}	3640	MPa
contrainte à rupture en compression longitudinale	σ_{11UCS}	2750	MPa
contrainte à rupture en cisaillement	τ_{12UTS}	1793	MPa

Tableau 3 : Caractéristiques de la fibre de carbone TR50. Les propriétés sont exprimées dans le système de coordonnées associé au pli élémentaire, présenté en Figure 1.2 (Source : Toray).

Epoxy R367-2			
masse volumique	ρ	1200	kg/m ³
module d'Young	E	8100	MPa
module de cisaillement	G	1168	MPa
coefficient de Poisson	ν	0,37	
contrainte à rupture en traction	σ_{UTS}	85	MPa
contrainte à rupture en compression	σ_{UCS}	138	MPa
contrainte à rupture en cisaillement	τ_{UCS}	47	MPa

Tableau 4 : Caractéristiques de la résine Structil R367-2 (Source : Multiplast)

❖ La base canonique d'étude

Le choix du nombre de plis a été fixé à huit. L'épaisseur moyenne du stratifié obtenue s'élève à 2,2 millimètres. Pour cette étude, nous avons choisi d'utiliser les séquences d'empilement suivantes :

- cinq stratifications d'identification : $[0]_8$, $[(\pm 67,5)_2]_S$, $[0/90/0/90]_S$, $[90]_8$ et $[(\pm 45)_2]_S$
- deux stratifications de validation : $[+45/-45/90/0]_S$ et $[+45/90/-45/0]_S$

2.3.2 Elaboration des éprouvettes

Les différents empilements ont été élaborés par drapage manuel puis cuits par la technique de bûche à vide dans les locaux du chantier naval Multiplast (Bernay, 1992). Le cycle de cuisson est défini comme suit : montée en température à 2°C/min jusqu'à 120°C suivie d'un palier de minimum 2h à 120°C. Aucune post-cuisson n'a été effectuée.

L'ensemble des éprouvettes testées est muni de talons non progressifs en sergé verre. Ces derniers sont de longueur nominale 50 millimètres et font la largeur des éprouvettes. Ils ont été collés sur les plaques après cuisson au pistolet avec une colle époxy à polymérisation rapide (15 minutes). Pour les stratifications unidirectionnelles $[0^\circ]_8$, la colle employée est une colle époxy de type pâte bi-composant pour applications structurales qui doit être polymérisée sous vide pendant 8 heures.

Les plaques obtenues pour chaque stratification ont ensuite été découpées afin d'obtenir des éprouvettes rectangulaires de dimensions nominales 250 x 20 millimètres (norme NF EN ISO 527-5). Les éprouvettes de stratification unidirectionnelle $[0^\circ]_8$ ont été redécoupées de façon à obtenir une largeur nominale de 17 millimètres. A ces dimensions, les éprouvettes de stratification $[0^\circ]_8$ ont pu être menées jusqu'à rupture sur les machines utilisées.

2.3.3 Dispositif expérimental

Les essais mécaniques de type traction quasi-statique et de charge-décharge ont été réalisés sur une machine hydraulique de fatigue MTS 801. L'ensemble des essais présentés dans ce chapitre ont été réalisés à déplacement imposé, à une vitesse de 2mm/min, excepté les phases de maintien à force nulle qui ont été effectuées à force imposée. Ces phases ont nécessité les réglages manuels des coefficients PID de la servovalve pour chaque stratification.

La mesure des déformations est assurée par des jauges bidirectionnelles d'extensométrie HBM 1-XY91-3/350 collées sur la face arrière des éprouvettes (Figure 1.4). La dimension de la grille est de trois millimètres. Pour certains essais, une caméra infrarouge CEDIP est placée perpendiculairement à la surface de l'éprouvette et à un mètre de la scène (Figure 1.3).

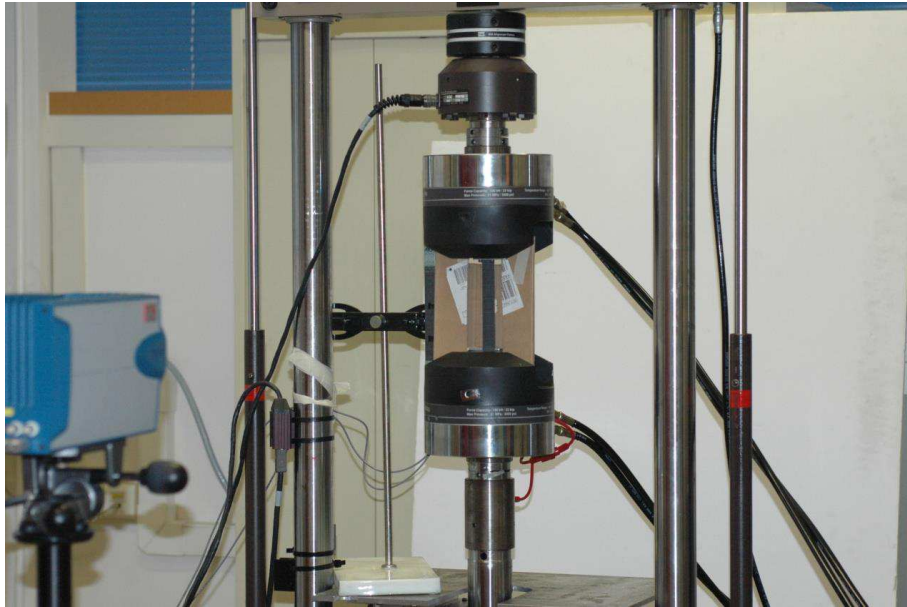


Figure 1.3 : Vue d'ensemble du dispositif expérimental

Un carton a été placé autour de l'éprouvette dans le but de limiter les variations de température de l'éprouvette dues au rayonnement des objets environnants.

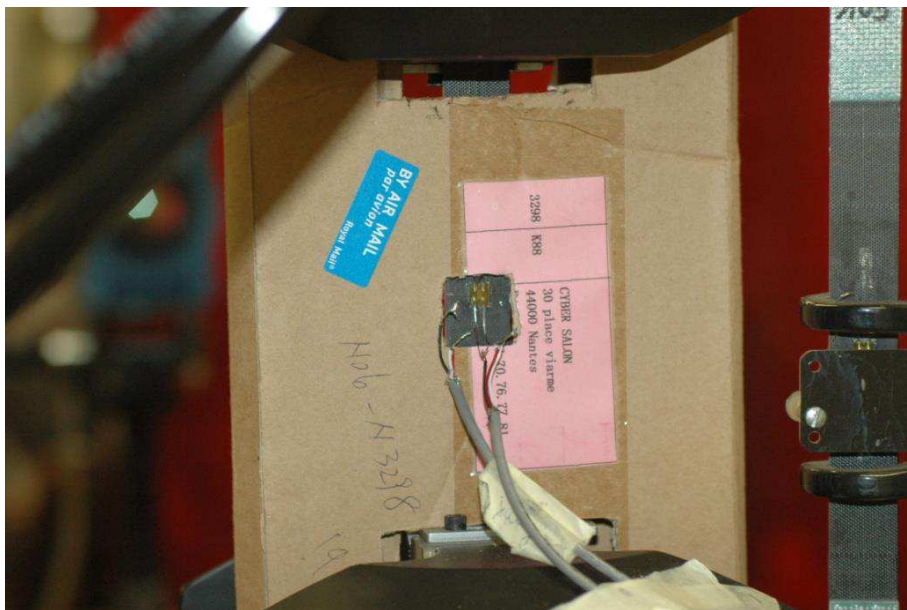


Figure 1.4 : Soudage des jauges d'extensométrie au dos de l'éprouvette

2.3.4 Caractérisation des propriétés élastiques et à rupture

Le module d'Young E_{11} et le coefficient de Poisson ν_{12} sont mesurés sur trois essais de traction monotone sur un stratifié unidirectionnel $[0]_8$. La vitesse de déplacement de la traverse est fixée à 2 mm/min. La Figure 1.5 représente la courbe contrainte-déformation jusqu'à rupture dans le système de coordonnées du pli élémentaire (Figure 1.2).

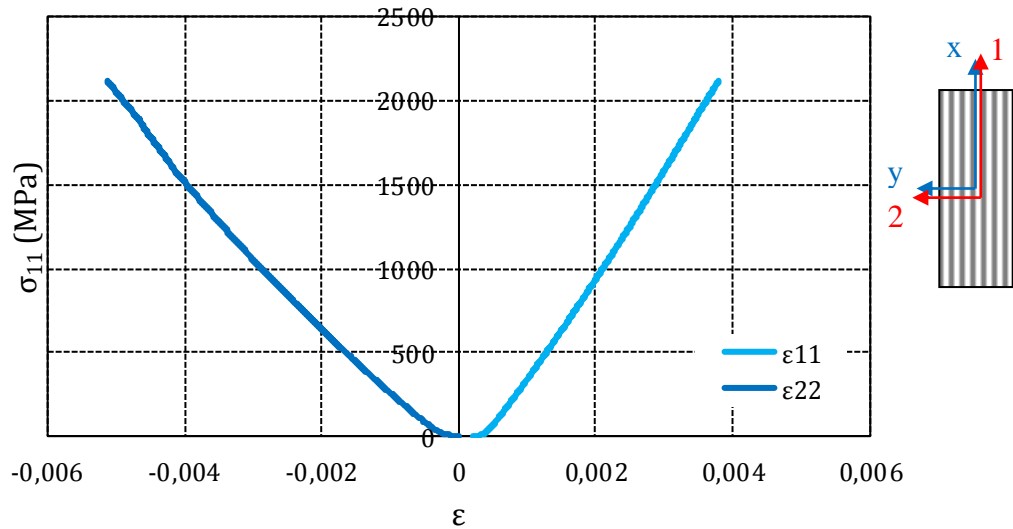


Figure 1.5 : Courbe de traction d'un unidirectionnel $[0]_8$ à température ambiante

Le module d'élasticité transverse E_{22} est mesuré sur trois essais de traction monotone sur un unidirectionnel $[90]_8$ et comparé à trois essais identiques effectués sur une stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$. Les courbes contrainte-déformation sont visibles sur les Figure 1.6 et Figure 1.7 ci-dessous.

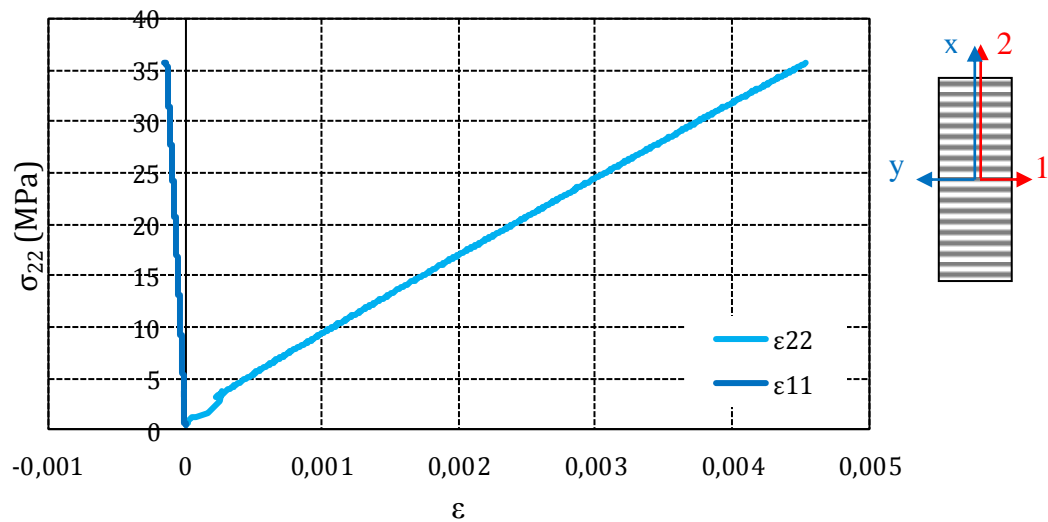


Figure 1.6 : Courbe de traction d'un unidirectionnel $[90]_8$ à température ambiante

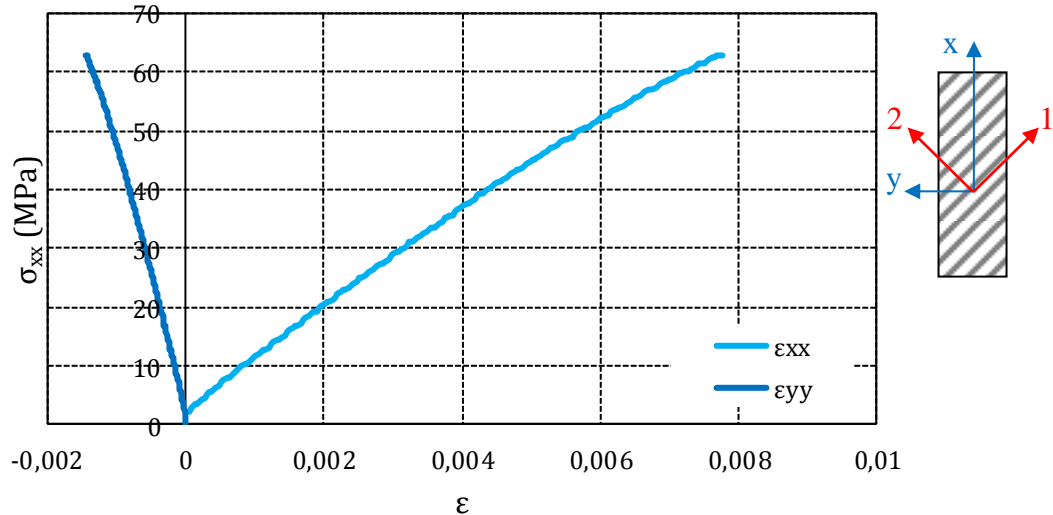


Figure 1.7 : Courbe de traction d'un stratifié $[(\pm 67,5)_2]_S$ à température ambiante

Les déformations et les contraintes dans le repère d'orthotropie des plis à $+67,5^\circ$ ou $-67,5^\circ$ peuvent être définis en utilisant la relation de changement de repère (Figure 1.8, Équations 1.23 et 1.24).

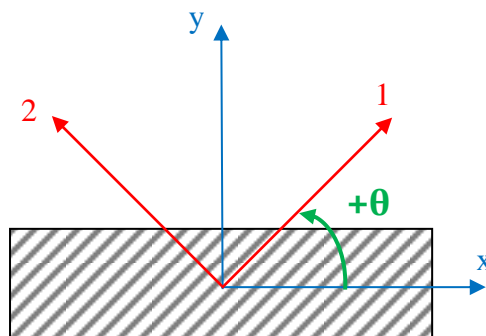


Figure 1.8 : Schéma de changement de repère

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos^2\theta & \sin^2\theta & -\sqrt{2}\cos\theta\sin\theta \\ \sin^2\theta & \cos^2\theta & \sqrt{2}\cos\theta\sin\theta \\ \sqrt{2}\cos\theta\sin\theta & -\sqrt{2}\cos\theta\sin\theta & \cos^2\theta - \sin^2\theta \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xy} \end{Bmatrix} \quad 1.23$$

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos^2\theta & \sin^2\theta & -\sqrt{2}\cos\theta\sin\theta \\ \sin^2\theta & \cos^2\theta & \sqrt{2}\cos\theta\sin\theta \\ \sqrt{2}\cos\theta\sin\theta & -\sqrt{2}\cos\theta\sin\theta & \cos^2\theta - \sin^2\theta \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sqrt{2}\sigma_{xy} \end{Bmatrix} \quad 1.24$$

Sachant que la contrainte mesurée lors de l'essai est une contrainte moyenne et grâce aux Équations 1.23 et 1.24, la relation entre les variables globales et locales est donc donnée par l'Équation 1.25.

$$\begin{aligned} \sigma_{22} &\approx 0,84 \sigma_{xx} & \text{et} & & \varepsilon_{22} &= \varepsilon_{xx} * \cos^2 67,5^\circ + \varepsilon_{yy} * \sin^2 67,5^\circ \\ \sigma_{12} &\approx -0,36 \sigma_{xx} & \text{et} & & 2\varepsilon_{12} &= 2 * \cos 67,5^\circ \sin 67,5^\circ * (\varepsilon_{yy} - \varepsilon_{xx}) \end{aligned} \quad 1.25$$

De façon similaire, la relation entre les variables globales et locales pour un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ se déduit des équations de changement de repère 1.23 et 1.24 appliquées à un pli orienté à $+45^\circ$ (Équation 1.26). Le module de cisaillement initial G_{12} du pli élémentaire est obtenu à partir des résultats de trois essais de traction monotone sur une stratification $[(\pm 45)_2]_S$ (Figure 1.10).

$$\begin{aligned} \sigma_{12} &= \frac{\sigma_{xx}}{2} \\ 2\varepsilon_{12} &= \varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy} \end{aligned} \quad 1.26$$

La Figure 1.9 représente l'évolution de la contrainte avec la déformation dans le repère global du stratifié tandis que la Figure 1.10 représente l'évolution de la contrainte avec la déformation en cisaillement, dans la base d'orthotropie du pli élémentaire. Le calcul du module de cisaillement du pli élémentaire G_{12} est effectué sur la plage de déformation $0,0005 < 2\varepsilon_{12} < 0,0025$ (ASTM D3039/D3039M-08). La stratification montre en effet un comportement rapidement non linéaire, suivi d'un « plateau plastique »³ ou de fluage, durant lequel la déformation de l'éprouvette augmente sous un effort constant. Il peut provenir d'un phénomène de glissement associé à de la décohésion fibre/matrice. Il apparait pour une déformation en cisaillement comprise entre 0,05 et 0,075. Au-delà de cette valeur, on observe un phénomène de durcissement ou d'écrouissage du stratifié (Figure 1.10), imputé à la réorientation des fibres.

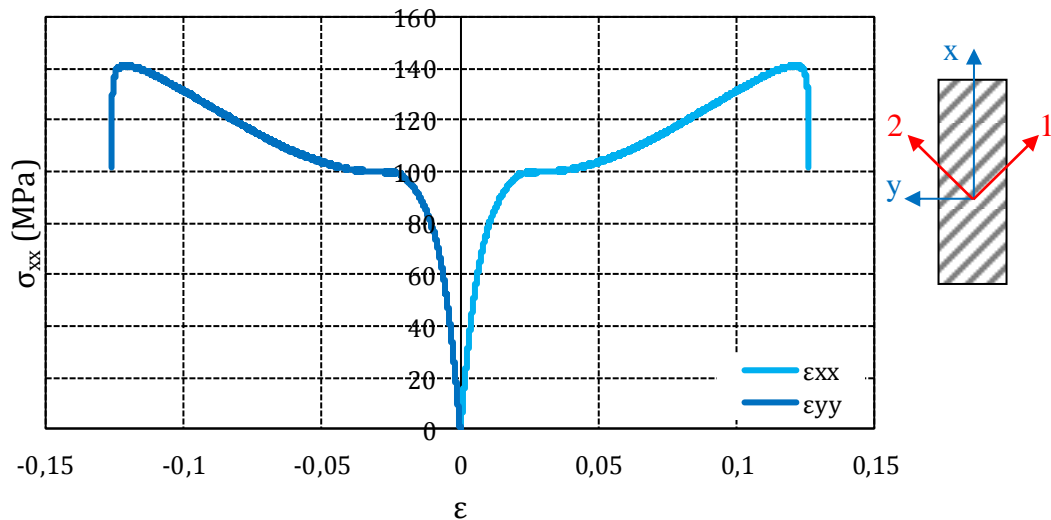


Figure 1.9 : Courbe de traction d'un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ à température ambiante

³ Dans cette étude, le terme plastique fait référence à la fois aux phénomènes de glissements à l'interface fibre/matrice mais également à l'écrouissage de la résine, résultant en une déformation permanente, qualifiée de plastique. La plasticité dont on parle n'a rien à voir avec la plasticité des métaux.

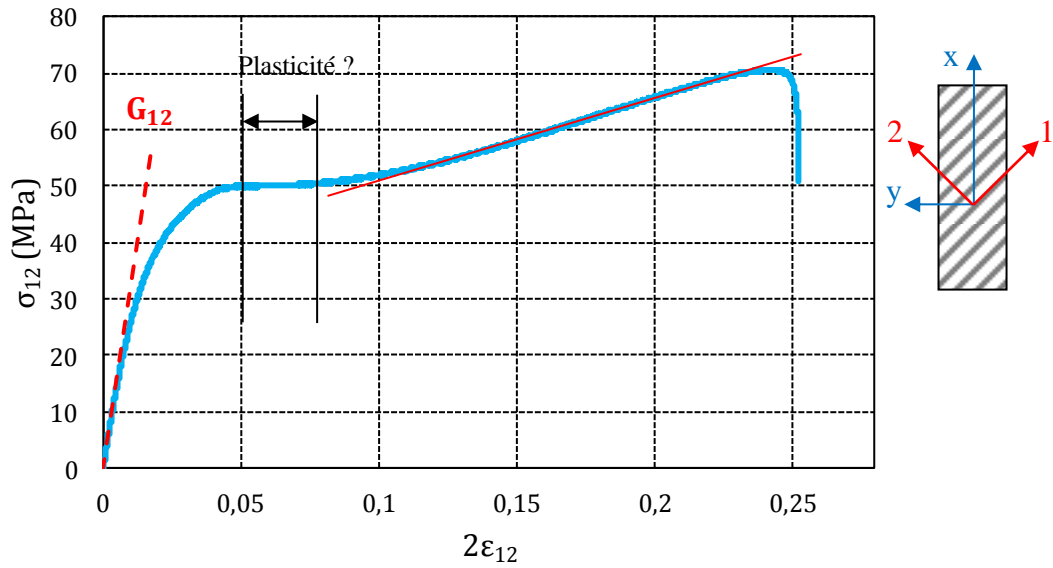


Figure 1.10 : Mesure du module de cisaillement G_{12} sur un empilement $[(\pm 45)_2]_S$ à température ambiante

Des essais de traction monotone ont également été effectués sur d’autres stratifications, de façon à valider les propriétés mécaniques du pli élémentaire obtenues à partir d’essais sur stratifications d’identification. La Figure 1.11 illustre la réponse macroscopique d’une stratification $[0/90/0/90]_S$ soumise à un essai de traction avec une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min.

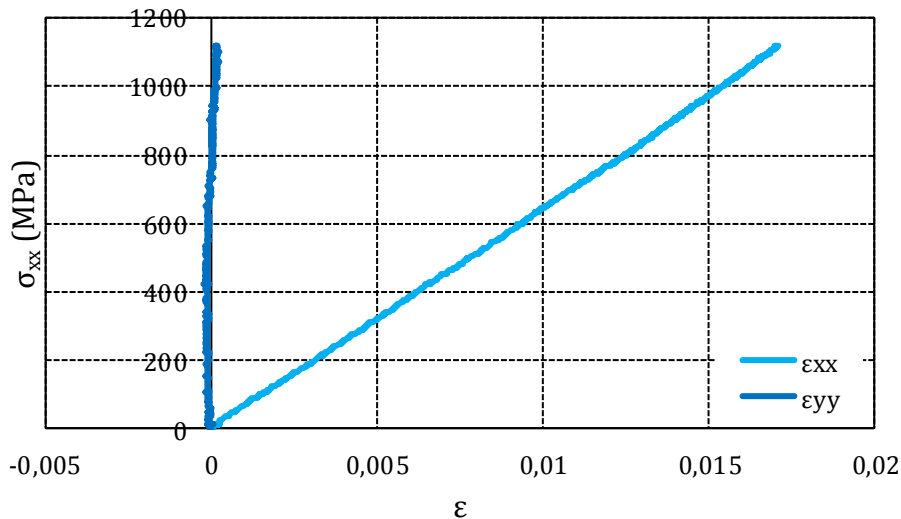


Figure 1.11 : Courbe contrainte –déformation pour la stratification $[0/90/0/90]_S$

L’ensemble de ces essais de traction monotone nous ont permis d’identifier les propriétés mécaniques et à rupture du pli élémentaire de carbone TR50 et époxy R367-2. Ces propriétés sont résumées dans le Tableau 5 en page suivante.

E_{11}	110780	MPa
E_{22}	7400	MPa
G_{12}	3200	MPa
ν_{12}	0,31	
$\sigma_{11 \text{ UTS}}$	2270	MPa
$\sigma_{12 \text{ UTS}}$	74	MPa
$\sigma_{22 \text{ UTS}}$	64	MPa
$\epsilon_{11 \text{ UTS}}$	1,6	%
$\epsilon_{12 \text{ UTS}}$	13	%
$\epsilon_{22 \text{ UTS}}$	0,8	%

Tableau 5 : Propriétés mécaniques déterminées expérimentalement pour le pli élémentaire de TR50/résine R367-2

2.4 Influence de la vitesse de chargement sur le comportement en cisaillement

Le comportement en cisaillement du pli élémentaire est sensible à la fatigue, tout comme la direction transverse aux fibres ou toutes autres directions lorsque la direction de sollicitation s'éloigne de l'axe des fibres (Lafarie-Frenot, et al., 2001) (Kawai & Honda, 2008). Il nous semble alors pertinent de s'intéresser au comportement du matériau sous différentes vitesses de chargement. La réponse sous ces vitesses de chargement rend compte du comportement du matériau sollicité sous différents taux de déformation et donc de l'impact qu'aura l'augmentation de la fréquence ou de l'amplitude de contrainte sur le comportement sous chargement répété du pli élémentaire. En définitif, étudier la réponse de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ sous différentes vitesses de chargement nous permet de savoir quel modèle de comportement est le plus adapté à notre matériau.

Des essais cycliques de charge-décharge à vitesse de déplacement imposée sont effectués à température ambiante en augmentant l'amplitude de contrainte. Quatre vitesses de déplacement de la traverse sont testées : 2 mm/min, 20 mm/min, 200 mm/min et 500 mm/min. Le dispositif expérimental employé pour ces essais est le même que décrit en première partie (Figure 1.3). Sous un déplacement imposé de 500 mm/min, le taux de déformation de l'éprouvette est proche des taux de déformation atteints par cette même stratification durant les essais classiques de fatigue présentés au chapitre 4 de ce manuscrit.

Les éprouvettes employées sont de géométrie standard (NF EN ISO 527-5). Elles sont munies de jauges d'extensométrie biaxiales et une caméra infrarouge enregistre le champ de température en surface d'éprouvette durant les essais. Entre chaque cycle de charge-décharge, une pause de 5 minutes à force nulle est imposée afin que le système retrouve son état d'équilibre thermique. De cette façon, nous avons pu comparer les réponses thermiques à différents niveaux de chargement et à différentes vitesses de chargement (les résultats sont partiellement présentés dans le paragraphe « Mise en évidence des couplages thermomécaniques » de ce chapitre).

L'évolution de la contrainte macroscopique σ_{xx} avec la déformation dans le sens de la sollicitation ε_{xx} pour quatre vitesses de chargement est présentée en Figure 1.12.

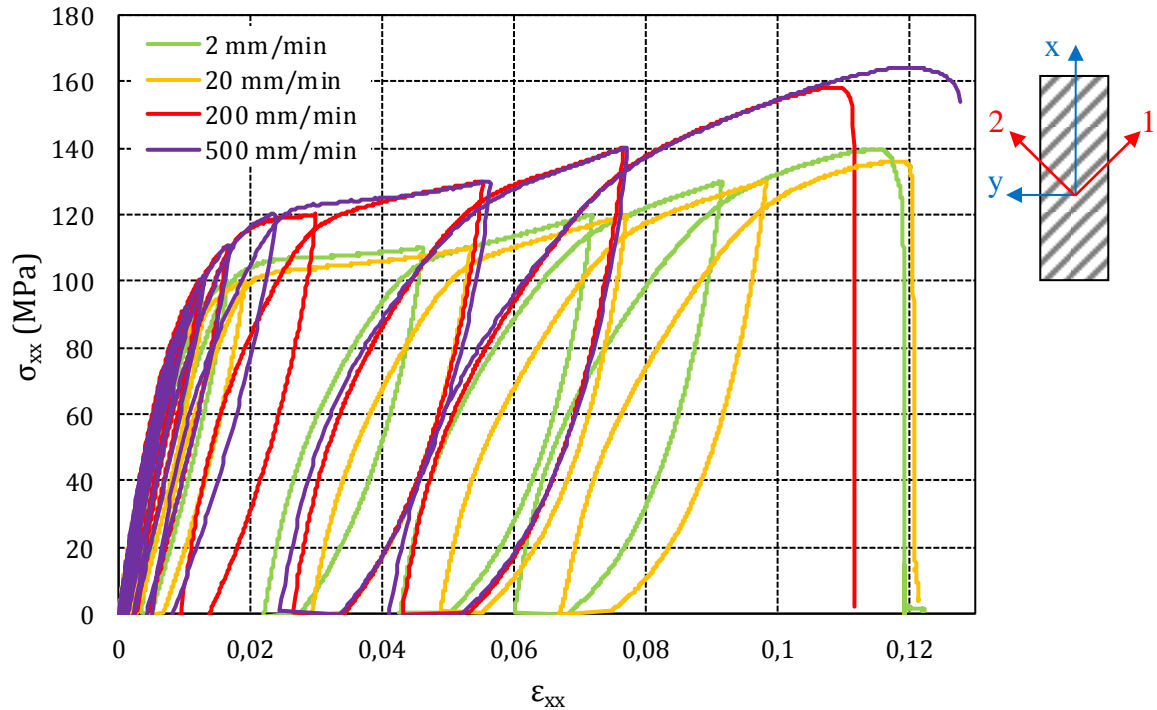


Figure 1.12 : Courbe de charge-décharge à différentes vitesses pour une stratification $[(\pm 45)_2]_S$

Les essais de charge-décharge montrent le comportement hystérétique du matériau et ceci quelle que soit la vitesse de chargement. Les hystérésis correspondent à une énergie mécanique dissipée. Une partie de la déformation plastique est recouverte durant les phases de maintien à force nulle : un phénomène de « retour » à un état moins déformé est observé à contrainte nulle et temps longs, ce qui est un aspect typique d'un comportement élasto-visco-anélastique. De plus, la partie réversible de la déformation est d'autant plus importante que la vitesse de chargement est élevée. Il existe donc un couplage entre l'endommagement, la plasticité et les effets de vitesse.

Nous pouvons également remarquer qu'en augmentant la vitesse de chargement, la raideur et la résistance de la stratification sont accrues. Ce phénomène peut s'expliquer par l'écroutissage de la résine ou éventuellement une réorientation des fibres dans le sens de la sollicitation. La deuxième hypothèse est plausible dans le cas d'un chargement répété ou cyclique (ce phénomène est d'ailleurs observé lors des essais classiques de fatigues), mais beaucoup moins lorsque la sollicitation est monotone.

On définit dans ce travail la déformation plastique comme la déformation résiduelle, facilement mesurable ; elle correspond à la déformation permanente⁴ de l'éprouvette après chaque phase de maintien à force nulle. La Figure 1.13 montre l'évolution de la contrainte macroscopique σ_{xx} en fonction de la déformation plastique permanente dans la base globale ε^p pour les quatre vitesses de déformation testées. On l'appelle classiquement la courbe d'écroutissage monotone.

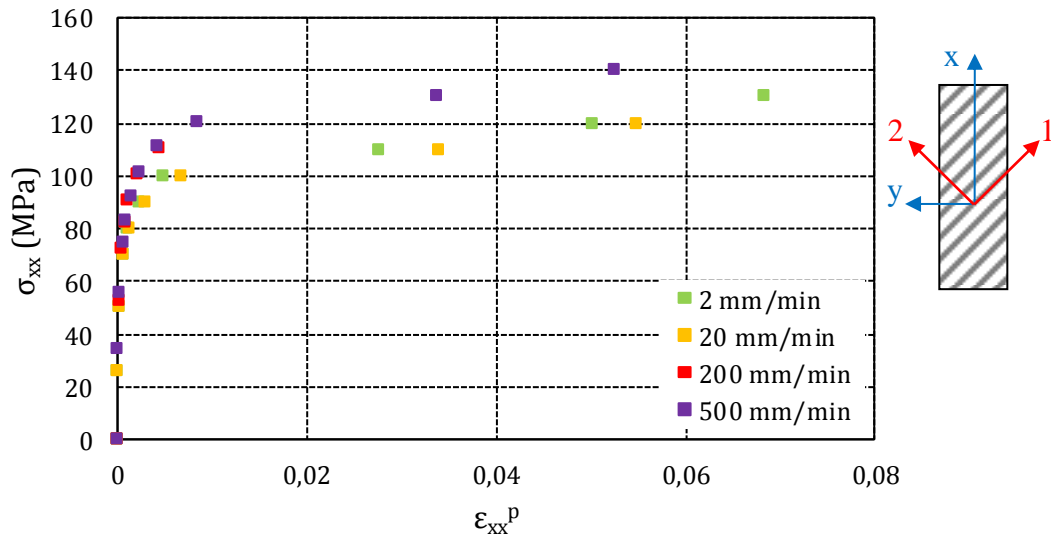


Figure 1.13 : Essais de charge-décharge en traction sur stratification $[(\pm 45)_2]_S$. Evolution de la contrainte macroscopique avec la déformation plastique permanente

La Figure 1.13 montre des évolutions similaires de la contrainte macroscopique avec la déformation plastique permanente pour chacun des essais effectués à différentes vitesses de chargement. Les mesures expérimentales pour les quatre essais sont parfaitement superposées jusqu'à ce que la contrainte atteigne 90 MPa. A partir de cette valeur, la déformation permanente évolue avec la contrainte en moyenne deux fois plus vite pour les essais à 2 et 20 mm/min. Aucun facteur multiplicateur unique ne peut relier la vitesse de chargement à la contrainte ; les stratifications testées à 200 et 500 mm/min décrivent une réponse pratiquement identique. En outre, les résultats des stratifications testées à 2mm/min et 20 mm/min sont très proches (Figure 1.13).

Une accumulation progressive de déformation plastique est observée pour l'ensemble des essais (Figure 1.14). Pour cette étude, l'accumulation de déformation plastique p est définie par la Relation 1.27.

$$p(t) = \int_0^t \left| \frac{d\varepsilon_{xx}^p}{dt} \right| dt \quad 1.27$$

⁴ Dans la suite de l'étude, la déformation permanente correspond à la partie non recouverte dans le temps imparti de la déformation anélastique. La durée de maintien à force nulle varie d'une étude à l'autre.

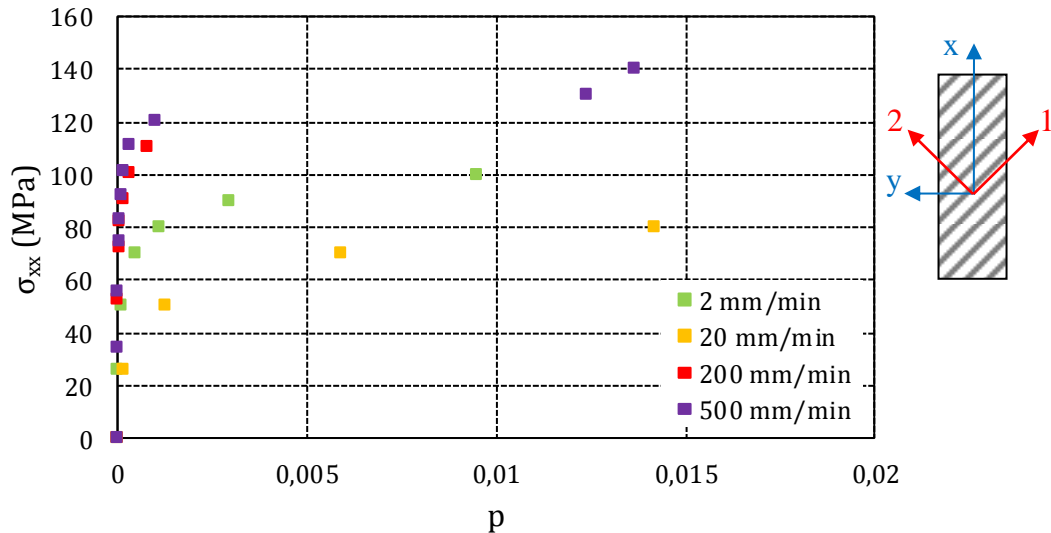


Figure 1.14 : Essais de charge-décharge en traction sur stratification $[(\pm 45)_2]_S$. Evolution de la contrainte avec l'accumulation de déformation plastique pour différentes vitesses de chargement

Au regard des résultats, les essais en cisaillement du pli élémentaire à différentes vitesses de chargement montrent finalement que le comportement en cisaillement du pli élémentaire est dépendant de la vitesse de chargement. L'étude montre en outre que le comportement en cisaillement du pli élémentaire pour des vitesses de chargement de 200 et 500 mm/min est identique. Ces vitesses de chargement engendrent des taux de déformations très proches de ceux atteints par les éprouvettes de même stratification testées en fatigue et en auto-échauffement (se référer au Chapitre 3).

Au terme de cette étude, le comportement en cisaillement du pli élémentaire peut être qualifié de viscoplastique ou élasto-viscoplastique. La dépendance de la réponse à la vitesse de déformation dans cette direction provient pour l'essentiel du comportement de la résine. Dans le cas d'une modélisation du pli élémentaire à l'échelle des constituants (microscopique), le comportement de la résine pourra donc être modélisé avec une loi viscoplastique à écrouissage. Les résultats et conclusion de cette étude diffèrent de ceux que l'on peut trouver dans la littérature sur la résine époxy, dans laquelle on lui attribue un comportement élastoplastique (Costa Mattos & Abreu Martins, 2013).

3 Endommagement des composites stratifiés

Dans cette partie, nous rappelons dans un premier temps les principaux mécanismes d'endommagement dans un composite stratifié en distinguant l'endommagement aux diverses échelles, celles des constituants, du pli unidirectionnel et enfin celle du stratifié. Nous nous intéressons ensuite à quantifier expérimentalement l'endommagement de stratifications d'identification soumises à des essais de traction monotone par le biais de deux grandeurs mesurables : le module d'Young et la déformation plastique dans le sens de la sollicitation. L'endommagement du pli élémentaire est caractérisé à partir de la connaissance de l'évolution de ces indicateurs macroscopiques.

3.1 Mécanismes d'endommagement

3.1.1 Introduction

De par leur composition, le comportement des composites stratifiés à fibres longues est extrêmement complexe à appréhender. Les deux éléments de base du pli élémentaire, la fibre et la matrice (Figure 1.15), ont des propriétés très différentes.

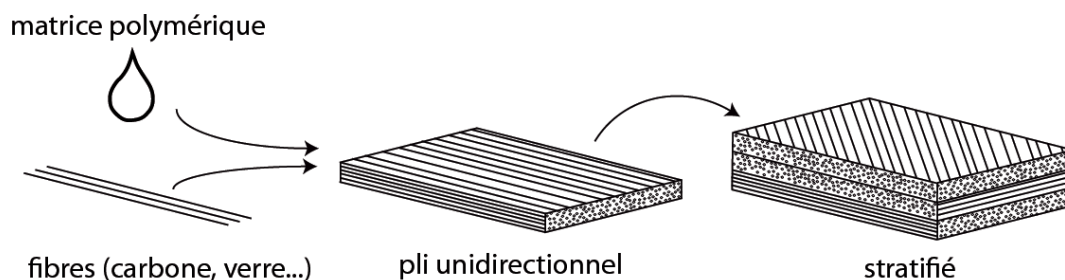


Figure 1.15 : Constitution des stratifiés à fibres longues

Alors que le renfort assure la raideur du composite, la matrice polymérique, plus accommodante, permet d'assurer des transferts de charge entre renforts, diminuant ainsi la fragilité globale de l'assemblage composite. De plus, elle présente des déformations « plastiques » (irréversibles) et visqueuses très dépendantes de la température, du niveau d'hygrométrie, du nombre de cycles... D'autre part, la présence de très nombreuses fibres dans l'épaisseur d'un pli introduit un nombre très important d'interfaces. Chacune d'elle est un lieu privilégié de rupture potentielle. Ajouté à cela, l'empilement successif de différents plis unidirectionnels à différents angles introduisant à nouveau des interfaces, il en résulte un comportement global très complexe, piloté par les dégradations intervenant au niveau de ces interfaces (fibre/matrice ou pli/pli). Ces dégradations sont depuis longtemps étudiées à travers de nombreuses études expérimentales mettant en évidence leurs mécanismes physiques menant à la rupture du stratifié. Nous donnons ci-après une présentation succincte des différents mécanismes d'endommagement apparaissant aux différentes échelles.

3.1.2 Mécanismes d'endommagement

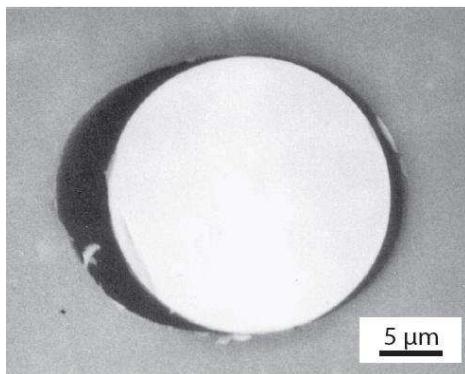
Le terme « endommagement » est utilisé pour décrire les changements de propriétés du matériau dans les sens d'une dégradation (diminution de la résistance mécanique). Dans le cas

des composites stratifiés à matrice organique, il est nécessaire de s'intéresser à la fois aux effets du dommage sur les propriétés élastiques mais également sur le comportement visqueux.

Les mécanismes d'endommagement ou dégradations dont il est question ici correspondent à des ruptures, à une échelle plus ou moins grande. Pour de faibles sollicitations, les premières d'entre elles apparaissent à l'échelle des fibres, et lorsque le chargement s'intensifie, des fissures à l'échelle des plis unidirectionnels vont se former.

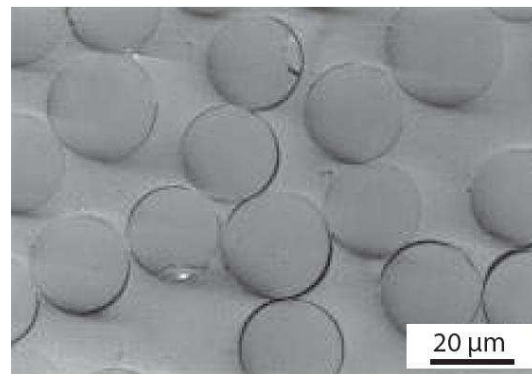
❖ Dégradations à l'échelle de la fibre

La première phase dans la phénoménologie des dégradations correspond à des décohésions entre les fibres et la matrice (Figure 1.16). Mises en évidence dans différents travaux (Gamstedt & Sjoegren, 1999; Sjoegren & Berglund, 2000; Hoover, et al., 1997; Harrison & Bader, 1983; Lagattu & Lafarie-Frenot, 2000), elles sont réparties de manière plus ou moins homogène dans les plis unidirectionnels. Leur présence résulte des concentrations de contrainte apparaissant dans la matrice, autour des fibres, menant à une perte d'adhésion entre fibre et matrice. Leur nombre augmente avec l'intensité du chargement, et provoque une baisse de la rigidité de la zone concernée. Ce phénomène s'observe particulièrement bien sur les plis sollicités en cisaillement, pour lesquels ces dégradations peuvent devenir très critiques.



(a)

*Décohésion entre une fibre et la matrice
environnante (Gamstedt & Sjoegren, 1999)*



(b)

*Répartition de décohésions fibre/matrice
(Gamstedt & Sjoegren, 1999)*

Figure 1.16 : La décohésion fibre/matrice

Un deuxième type de dégradation se produit au niveau de l'interface entre plis unidirectionnels. On appelle ce phénomène le délaminage diffus, car comme la décohésion fibre/matrice, ces ruptures se produisent à petite échelle et se répartissent sur les interfaces. Elles provoquent également une baisse de rigidité de l'interface, qui entraîne une diminution de la rigidité globale du stratifié.

La Figure 1.17 montre la réponse d'un stratifié $[\pm 45]_S$ avant toute microfissuration transverse. La baisse de rigidité observée lors des charge/décharge, caractérisée par une chute de la pente moyenne est due à la multiplication de ces décohésions fibre/matrice et délaminages diffus. C'est d'ailleurs ce type de constatation macroscopique qui a mené à la

recherche d'un mécanisme à petite échelle, préalable aux fissures à l'échelle du pli. Dans ce cas particulier, l'absence de plis à 0° permet un développement important des phénomènes diffus, il devient donc aisé d'observer les conséquences de ces phénomènes d'un point de vue macroscopique. Ces dégradations diffuses, malgré le fait qu'elles contribuent largement à la modification des caractéristiques mécaniques du stratifié, ne suffisent pas à expliquer les chutes brutales et importantes de rigidité, ainsi que la rupture finale des stratifiés. D'autres phénomènes plus sévères apparaissent à la suite de ces premières dégradations.

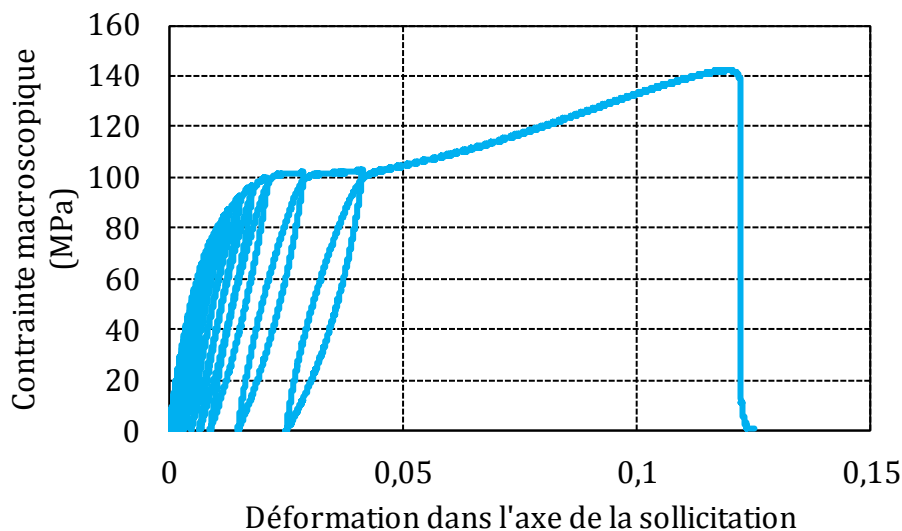


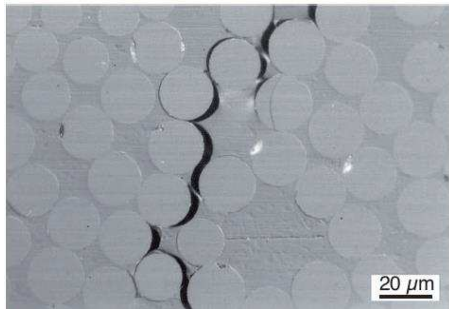
Figure 1.17 : Réponse macroscopique d'une stratification $[\pm 45]_S$ en traction (charge/décharge)

❖ Dégradations à l'échelle du pli

Microfissuration transverse et délaminage

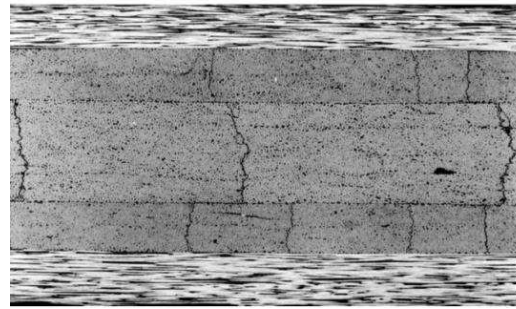
Lorsque le chargement s'accroît, une localisation des dégradations va se produire. Le premier mécanisme qui intervient est la fissuration transverse. Cela correspond au niveau microscopique, à la rupture de la matrice située entre les fibres, causée par les concentrations de contrainte générées par les irrégularités géométriques. Ainsi, les décohésions fibre/matrice vont se rejoindre, pour former une fissure à l'échelle supérieure, comme il est montré en Figure 1.18, c'est ce que l'on appelle la phase de coalescence. Elles vont complètement traverser l'épaisseur du pli de manière instable et se propager sur une longueur plus ou moins grande dans la largeur du stratifié, parallèlement à la direction des fibres. Leur nombre va augmenter avec l'amplitude de la sollicitation, jusqu'à un niveau de saturation. Cette saturation coïncide avec le développement du délaminage qui devient prioritaire d'un point de vue énergétique par rapport à la microfissuration. La Figure 1.18 montre le réseau de fissures transverses d'un pli à 90° après traction. Dans ce cas, toutes les fissures se sont propagées de manière instable dans la largeur du pli. D'autre part, il est à noter que ces fissures vont s'établir suivant un schéma quasi-périodique pour des densités de fissures élevées (Gorris, 2012). De même que pour les dégradations diffuses, ces fissures transverses vont provoquer une baisse de rigidité des zones concernées et donc du stratifié entier. Cependant, dans le cas du stratifié $[0/90]_S$, la rigidité du pli à 0° étant très supérieure à celle du pli à 90° , la chute de

rigidité globale du composite sera très faible, à la différence d'un stratifié $[\pm 45]_S$ en traction, qui lui subira une chute très importante de la rigidité globale à cause des fissures transverses. Cette chute intervient très tard, au moment de la percolation, c'est à dire de l'apparition et du développement catastrophique des fissures (intra et inter laminaires).



(a)

Jonction entre les différentes zones de décohésion fibre/matrice (Sjoegren & Berglund, 2000)

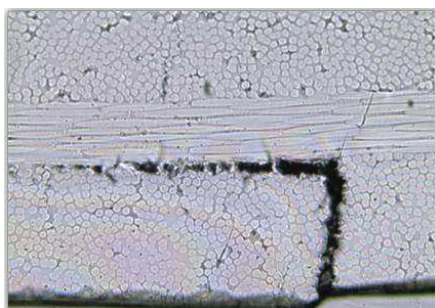


(b)

Fissurations transverses dans les plis à 90° d'une stratification $[0/90]$ (Thionnet, et al., 2002)

Figure 1.18 : Développement de la fissuration transverse

La Figure 1.19 montre comment une microfissure transverse va générer du délaminage. Au sommet de la fissure transverse, au niveau de l'interface entre deux plis unidirectionnels, des concentrations de contraintes vont se produire. Cette partie étant plus faible, cela va générer une fissure interlaminaire appelée délaminage local. Cette zone fissurée, dans le cas des stratifiés $[0/90]_S$, va rester confinée aux abords de la microfissure qui l'a générée. En relâchant localement les contraintes, ce délaminage va participer à la saturation du taux de microfissuration observable dans ce cas. En revanche, dans d'autres cas, celui des stratifications $[\pm 45]_S$ notamment, ce délaminage va se propager de manière catastrophique sur de très grandes distances. On parlera alors de macro-délaminage, qui est en partie responsable de la rupture générale du stratifié (Figure 1.19 (b)).



(a)

Délaminage initié en tête de fissure dans un stratifié $[0/90]$ (Okabe, et al., 2008)



(b)

Plaque quasi-isotrope trouée en traction, rupture par macro-délaminage (Wisnom & Hallett, 2009)

Figure 1.19 : Délaminage

Rupture sens fibre

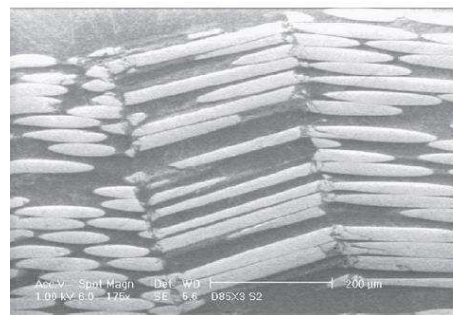
Un autre mode de dégradation provoquant la rupture finale du stratifié est la rupture dans le sens des fibres. Ceci est particulièrement évident dans le cas des plis sollicités dans le sens des fibres, en traction comme en compression. Les observations expérimentales montrent de fortes différences de contrainte à rupture entre les cas de traction et de compression. La contrainte à rupture en compression peut être deux ou trois fois plus petite qu'en traction. Dans le cas où les fibres sont chargées en traction, la matrice est très peu sollicitée, l'effort est repris presque intégralement par les fibres, et lorsque le chargement atteint le niveau de résistance de celles-ci, une rupture très nette peut être observée (Figure 1.20).

En revanche, dans le cas de la compression, le phénomène est bien plus complexe. En effet, de par leur géométrie, les fibres sont sensibles au flambage. Tant que la matrice environnante reste saine, le confinement des fibres permet à ces dernières de supporter la sollicitation. Cependant à partir d'un certain seuil, la matrice va commencer à se dégrader et permettre aux fibres de flamber. Ceci va avoir pour conséquence de charger d'autant plus la matrice pour former finalement des kink-bands (Grandidier, et al., 2012) (Figure 1.20). Suivant les cas, la fibre peut rompre en flexion, ou bien rester intacte. Cependant, la destruction de la matrice environnante fera perdre à la zone concernée une grande partie de ses propriétés mécaniques. De nombreux travaux ont montré l'influence forte de l'alignement imparfait des fibres (Argon, 1976). Cette imperfection provient du processus de fabrication du stratifié. D'autre part, la nature de la matrice, dont le comportement est plastique, joue un rôle prépondérant sur le déclenchement des kink-bands. Il est également à noter qu'une sollicitation multiaxiale, couplant compression et cisaillement, va jouer sur l'alignement des fibres et donc avoir une très forte influence sur le développement des instabilités (Vogler, et al., 2001) (Yerramalli & Waas, 2003).



(a)

Rupture fibre en traction (Zhao & Takeda, 2000)



(b)

Rupture fibre en compression : kink-band (Yerramalli & Waas, 2003)

Figure 1.20 : Développement de la fissuration transverse

La Figure 1.21 récapitule de façon schématique l'ensemble des dégradations intervenant au sein des stratifiés.

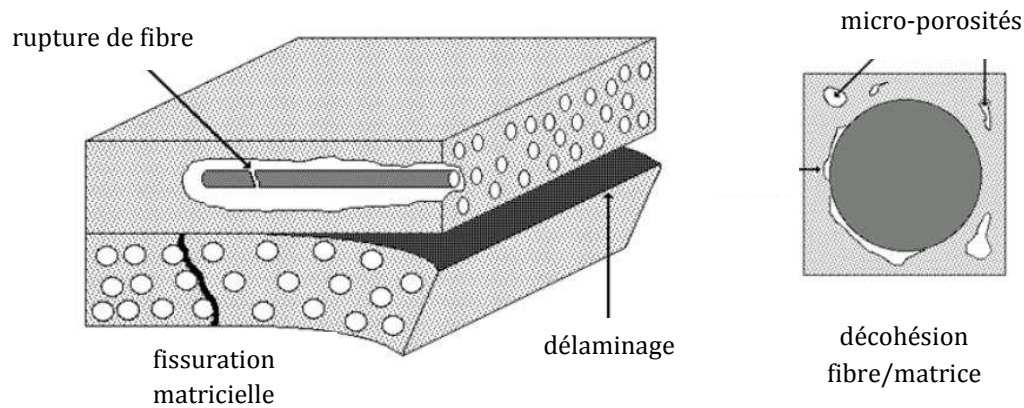


Figure 1.21 : Les différents mécanismes d'endommagement dans un stratifié (Revest, 2011)

❖ Dégradation à l'échelle du stratifié

L'endommagement des composites stratifiés relève d'un processus complexe du fait de la multiplicité des mécanismes qui entrent en jeu lors du phénomène de dégradation du matériau. Cependant, ces mécanismes peuvent être mis en évidence séparément par un choix judicieux de la stratification. En particulier, l'empilement $[0/90]_S$ permet l'étude des mécanismes fondamentaux : l'endommagement des couches à 90° par fissuration transverse, l'endommagement des plis à 0° par rupture de fibres ainsi que les couplages et/ou les interactions entre les deux phénomènes (délaminages).

En règle générale, les stratifiés développent des fissures qui se propagent dans les plis les plus désorientés par rapport à la direction de chargement. L'expérience montre qu'il existe un état ultime (saturation) de cette fissuration comme un arrangement régulier de l'espace inter-fissures. Ce processus d'endommagement est responsable de la diminution de la raideur et, dans une certaine mesure, de la résistance du matériau. Des décohésions fibre/matrice accompagnent souvent la fissuration transverse, mais il est toutefois quasiment impossible de les distinguer, puisque ces défauts ont la même orientation. La conséquence, la plus immédiate de ces fissures et la plus nocive pour la pièce, est l'apparition potentielle de ruptures de fibres qui surviennent dans les plis situés à proximité des pointes de fissures.

Un autre mode d'endommagement majeur apparaissant dans les stratifiés est la fissuration entre deux plis (ou délaminage) qui peut être amorcée par la présence même des fissures traversant les plis. Ce type d'endommagement est considéré comme grave car il peut séparer les couches du stratifié et à terme rompre les fibres (flambage des plis à 0° en compression). Cet endommagement est aussi lié à la discontinuité du champ de contraintes, aux contraintes hors plan (composantes selon l'épaisseur) et de cisaillement à l'intérieur du stratifié, à la présence de défauts initiaux ou créés par le chargement et aux effets de bords. Les effets de bord sont particulièrement importants dans les interactions entre fissuration transverse et délaminage.

3.2 Caractérisation de l'endommagement dans le sens des fibres

L'endommagement dans le sens des fibres du pli élémentaire a été caractérisé expérimentalement à partir du suivi de l'endommagement d'une stratification $[0^\circ]_8$ soumise à un essai de traction monotone à charge croissante.

La Figure 1.22 représente la réponse de la stratification dans le système de coordonnées du pli élémentaire (Figure 1.2).

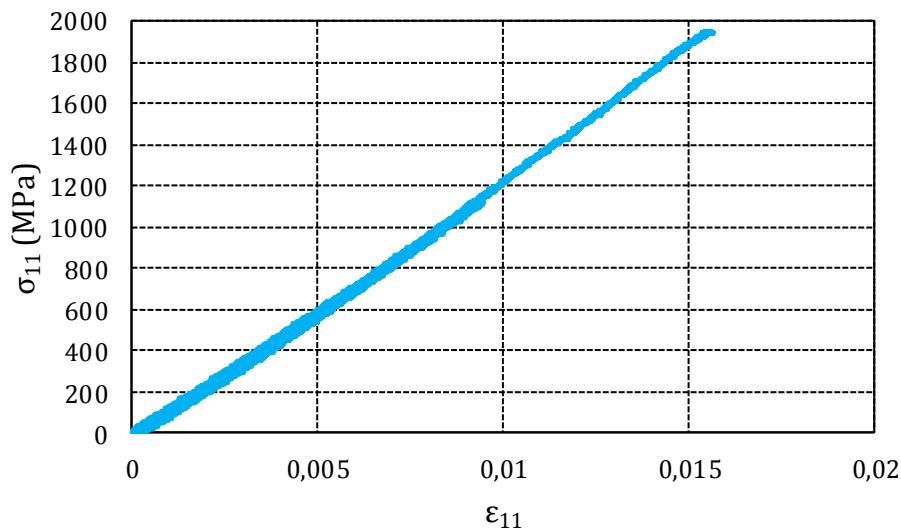


Figure 1.22 : Courbe de charge-décharge obtenue à partir d'un essai sur stratification $[0]_8$

Aucune perte de raideur n'est observée jusqu'à rupture brutale de l'éprouvette, synonyme de rupture des fibres du stratifié. Dans certains cas au contraire, nous pouvons remarquer une légère augmentation du module du stratifié, expliquée par un réalignement des fibres dans le sens de la sollicitation. Aucune déformation permanente n'a été relevée expérimentalement.

3.3 Caractérisation de l'endommagement en cisaillement

L'endommagement en cisaillement du pli élémentaire a été caractérisé à partir d'un essai de traction monotone à charge croissante réalisé sur une stratification $[\pm 45]_S$. La vitesse de déplacement de la traverse est fixée à 2 mm/min. La Figure 1.23 représente la réponse en cisaillement du pli élémentaire dans son système de coordonnées. A partir de cette courbe contrainte-déformation en cisaillement, nous pouvons nous intéresser à l'évolution du module de cisaillement avec le chargement. Pour cela, on relève les pentes des droites visibles sur la Figure 1.23.

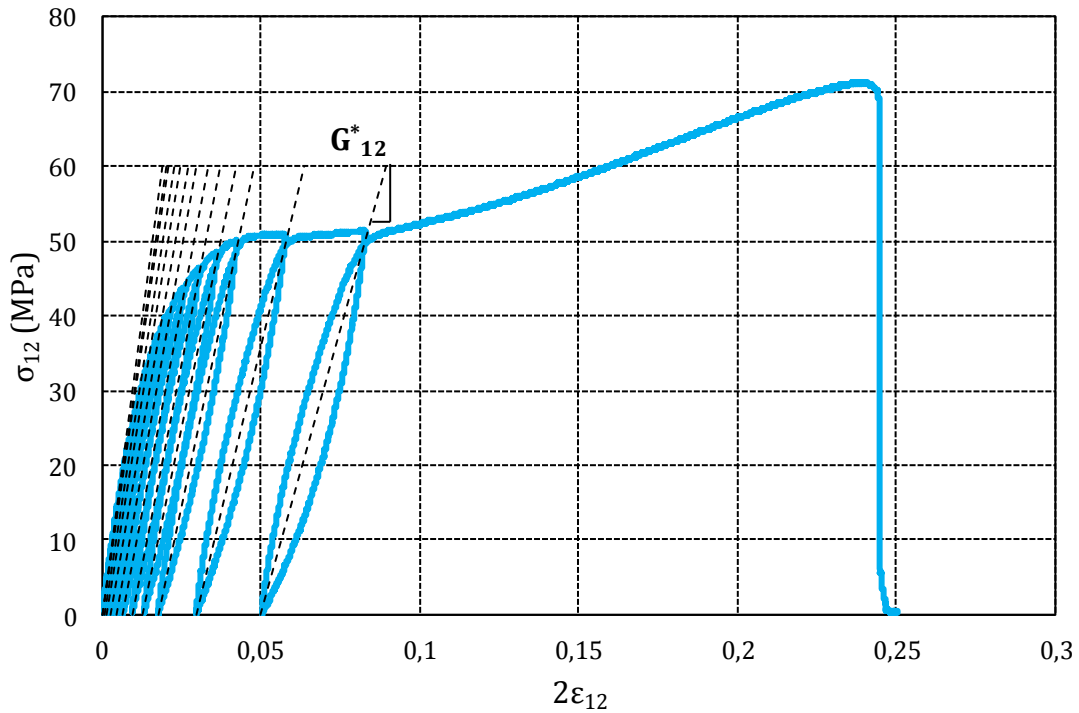


Figure 1.23 : Calcul du module de cisaillement G_{12} et de la déformation plastique résiduelle ε_{12}^p à partir d'un essai de charge-décharge sur stratification $[\pm 45]_S$

On introduit une variable d'endommagement d_{12} , liée à la perte de raideur en cisaillement du pli élémentaire par la Relation 1.28, dans laquelle G_{12}^0 est le module en cisaillement du matériau sain et G_{12}^* le module en cisaillement du matériau endommagé.

$$d_{12} = 1 - \frac{G_{12}^*}{G_{12}^0} \quad 1.28$$

Au regard de la Relation 1.28, la variable d'endommagement d_{12} reflète les modifications des propriétés mécaniques en cisaillement liées au phénomène de fissuration transverse de la matrice (Le Dantec, 1989) (Renard, et al., 1992). Elle ne peut que croître ou se stabiliser entre 0 et 1.

La Figure 1.24 représente l'évolution de l'état d'endommagement en cisaillement du pli élémentaire, représenté par la variable d_{12} , en fonction de la contrainte. L'évolution de la variable d_{12} signale une perte de rigidité du stratifié croissante avec le chargement appliqué. Les points expérimentaux semblent suivre une évolution en trois pentes croissantes successives, délimitées par les valeurs de contraintes 0, 20 MPa et 49 MPa. La verticalité des points en fin de graphe signale la rupture imminente du matériau.

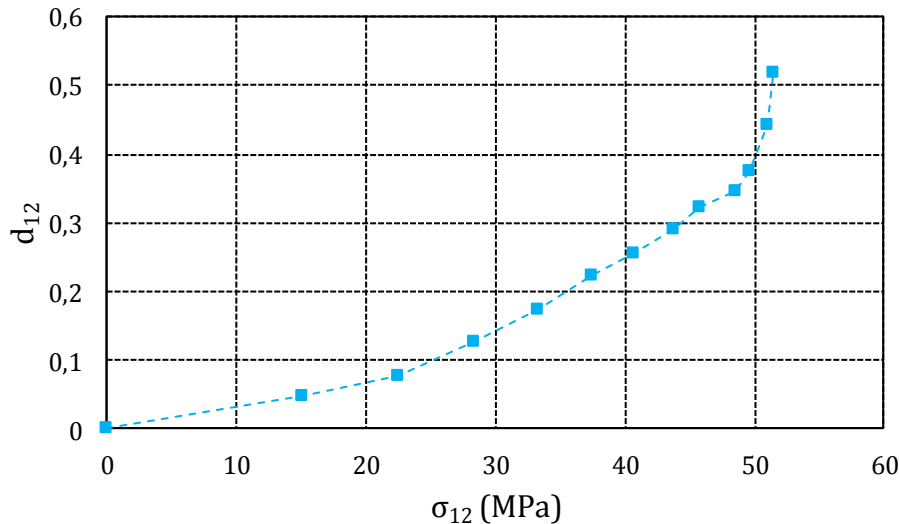


Figure 1.24 : Evolution de la variable d'endommagement d_{12} en fonction de la contrainte en cisaillement pour une stratification $[\pm 45]_s$

La courbe contrainte-déformation en Figure 1.23 nous fait également remarquer la présence d'une déformation résiduelle de l'éprouvette. Les phénomènes physiques qui en sont responsables peuvent être soit l'initiation et la croissance de zones de microplasticité au sein de la matrice et à l'interface fibre-matrice (Costa Mattos & Abreu Martins, 2013; Boutaous, et al., 2006) soit le rééquilibrage du champ de contraintes résiduelles qui évolue avec l'endommagement (Stolz, 1987).

On introduit la déformation plastique en cisaillement ε_{12}^p comme la différence entre la déformation totale et la déformation élastique :

$$\varepsilon_{12}^p = \varepsilon_{12}^{totale} - \varepsilon_{12}^e = \varepsilon_{12}^{totale} - \frac{\sigma_{12}}{G_{12}^*} \quad 1.29$$

L'évolution de la distorsion plastique en fonction de la distorsion totale est tracée en Figure 1.25. La distorsion est définie comme le double de la déformation en cisaillement.

$$\gamma_{12} = 2\varepsilon_{12} \quad 1.30$$

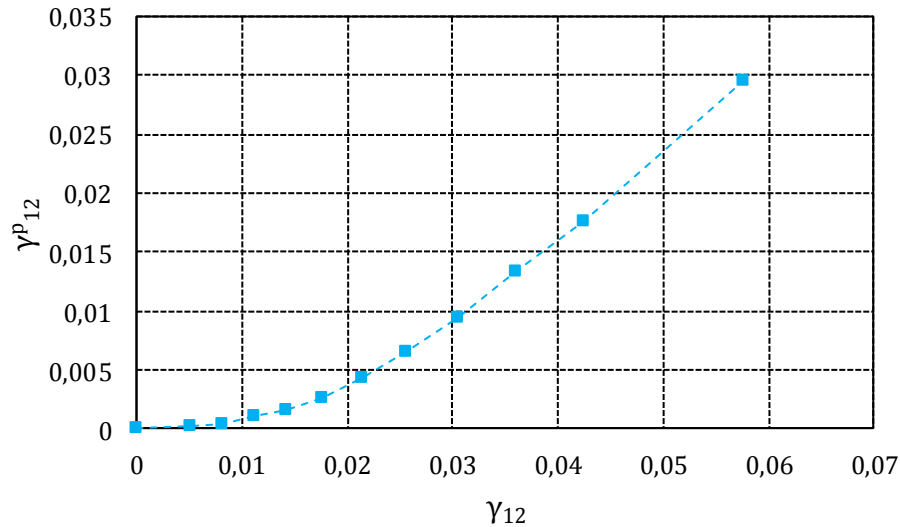


Figure 1.25 : Déformation plastique en fonction de la déformation totale

3.4 Caractérisation de l'endommagement transverse aux fibres

L'évolution de l'endommagement transverse aux fibres a été étudiée à partir des résultats d'essais de charge-décharge en traction sur les stratifications $[(\pm 67,5)_2]_S$ et $[0/90/0/90]_S$. La Figure 1.26 représente la courbe contrainte-déformation dans la base d'orthotropie du pli élémentaire de la stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$ et la Figure 1.29 celle de la stratification $[0/90/0/90]_S$. Nous pouvons clairement observer, sur la Figure 1.26, que le comportement transversalement aux fibres est très proche d'une réponse élastique fragile.

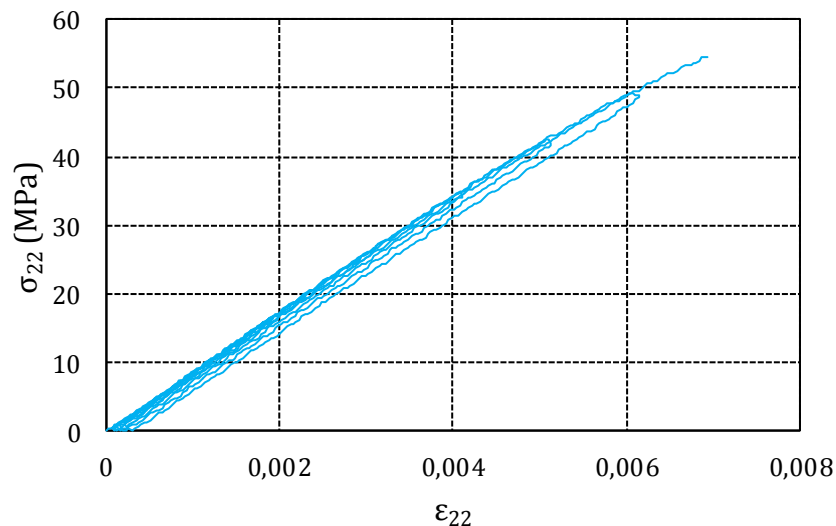


Figure 1.26 : Courbe de charge-décharge pour une stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$, exprimée dans la base d'orthotropie du pli élémentaire

La Figure 1.28 représente l'évolution du module transversal E_{22} avec la contrainte exprimée dans la base d'orthotropie du pli élémentaire. Nous pouvons remarquer qu'il n'y a pas de

réelle perte de rigidité du stratifié avec le chargement. La même observation peut être faite pour la stratification $[0/90/0/90]_S$ en Figure 1.30.

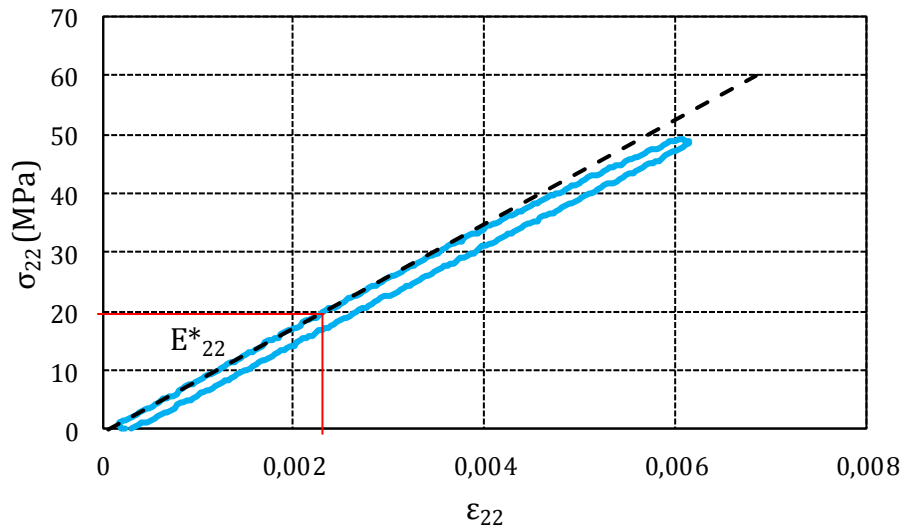


Figure 1.27 : Courbe de charge-décharge pour un stratifié $[(\pm 67,5)_2]_S$. Le module transverse correspond à la pente de la droite passant par les points $\sigma_{22} = 0$ MPa et $\sigma_{22} = 20$ MPa.

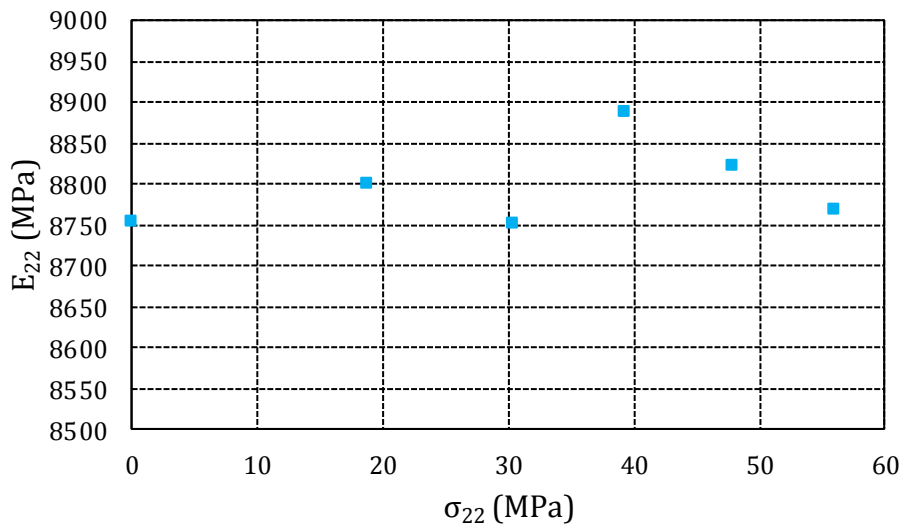


Figure 1.28 : Evolution du module transverse en fonction de la contrainte transverse, dans la base d'orthotropie du pli élémentaire. Résultats tirés d'un essai de charge-décharge sur un stratifié $[(\pm 67,5)_2]_S$.

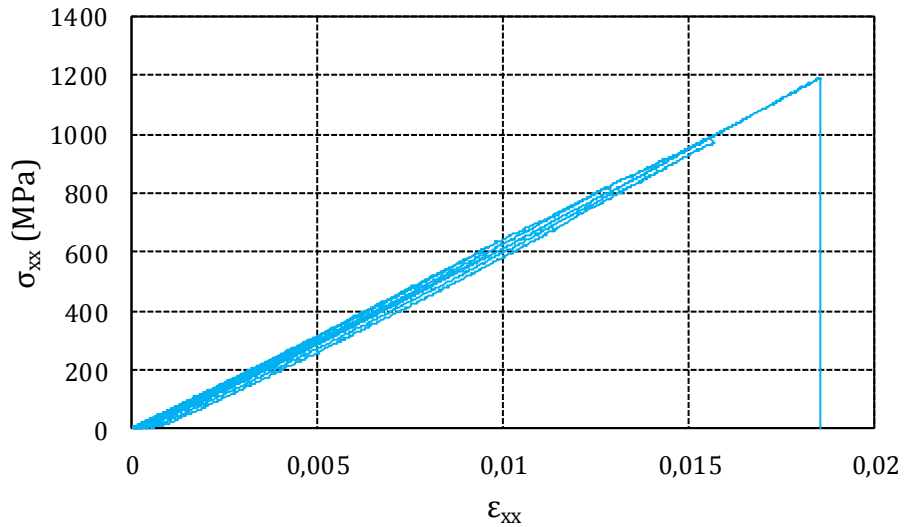


Figure 1.29 : Courbe de charge-décharge d'un stratifié $[0/90/0/90]_S$

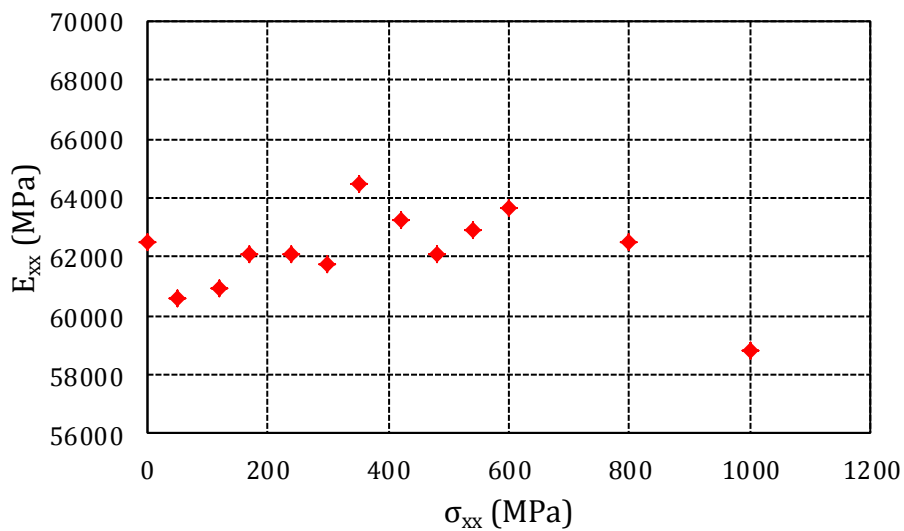


Figure 1.30 : Evolution du module d'Young de la stratification $[0/90/0/90]_S$ en fonction de la contrainte axiale. Résultat tiré de l'analyse de la courbe de charge-décharge en Figure 1.29.

Les essais de charge-décharge sur stratifiés $[(\pm 67,5)_2]_S$ et $[0/90/0/90]_S$ ont également permis de déterminer l'évolution de la déformation plastique résiduelle en fonction du chargement. Les Figure 1.31 et Figure 1.32 représentent l'évolution de la déformation plastique résiduelle dans le sens de la sollicitation pour les stratifiés $[(\pm 67,5)_2]_S$ et $[0/90/0/90]_S$.

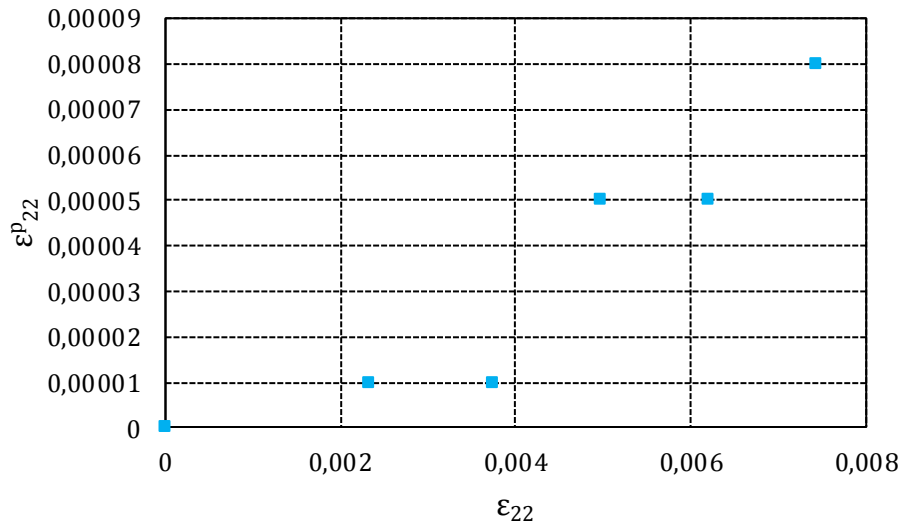


Figure 1.31 : Evolution de la déformation plastique résiduelle en fonction de la déformation totale pour une stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$, exprimée dans la base d'orthotropie du pli élémentaire

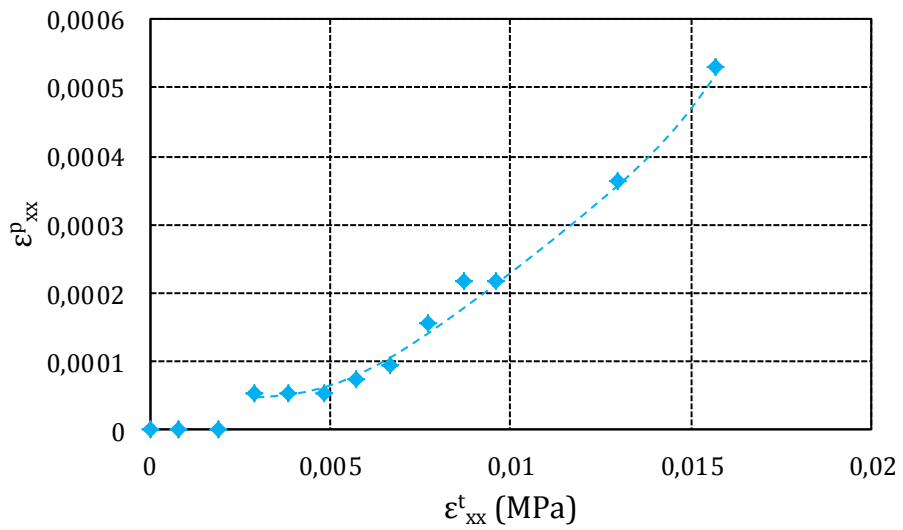


Figure 1.32 : Evolution de la déformation plastique résiduelle en fonction de la déformation totale pour une stratification $[0/90/0/90]_S$

4 Mise en évidence des couplages thermomécaniques

4.1 Introduction

La Figure 1.33 ci-dessous montre une représentation schématique des interactions entre les problèmes thermique et mécanique.

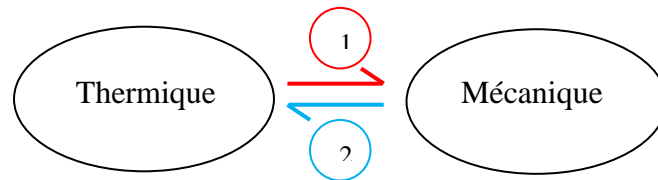


Figure 1.33 : Illustration des couplages thermomécaniques

L'influence de la température sur la mécanique (sens 1) est donnée par la dépendance de la loi de comportement mécanique à la température. Inversement, l'influence de la mécanique sur la thermique est donnée par l'intermédiaire des sources de chaleur provenant de la déformation de la structure (sens 2). Ce couplage sera illustré dans le chapitre 3 par l'intermédiaire de l'auto-échauffement sous sollicitations cycliques et nous proposons dans ce paragraphe d'évoquer certains phénomènes thermiques caractéristiques des stratifiés renforcés par des fibres de carbone utilisés sous chargements quasi-statiques.

Des essais de traction monotone et de charge-décharge ont été menés sur plusieurs stratifications du pli élémentaire. Ces essais sont identiques à ceux destinés à caractériser les propriétés mécaniques et l'endommagement sous chargement quasi-statique du pli élémentaire, présentés dans les paragraphes intitulés « Caractérisation des propriétés élastiques et à rupture » en page 40 et « Caractérisation de l'endommagement » en pages 55 - 58 de ce chapitre. Le dispositif expérimental est présenté dans le paragraphe « Dispositif expérimental » en page 39. Le suivi de la température des éprouvettes en cours d'essai se fait grâce à une caméra infrarouge positionnée perpendiculairement à un mètre d'une des faces de l'éprouvette (Figure 1.3). Les variations de température de l'éprouvette testée sont calculées à partir de l'état d'équilibre thermique du système dans son ensemble, correspondant au champ de température de l'éprouvette à la première image thermique enregistrée. L'essai et l'enregistrement des images thermiques ne sont déclenchés que 10 minutes après le positionnement de l'éprouvette dans les mors. Cette durée est supérieure au temps nécessaire pour que l'équilibre thermique soit atteint, quelle que soit la stratification étudiée.

La caméra a été préalablement calibrée pour un enregistrement en plein fenêtrage dans une gamme de température 5-65°C.

4.2 Essais de traction monotone

La Figure 1.34 représente l'évolution de la contrainte et de la température moyenne d'une éprouvette de stratification $[90^{\circ}]_8$ lors d'un essai de traction monotone. L'évolution de la température moyenne est parfaitement contraire à celle de la contrainte : lorsque la contrainte

augmente, la température en surface de l'éprouvette diminue. L'endommagement de l'éprouvette restant pratiquement nul jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette, le matériau suit une loi de comportement thermoélastique.

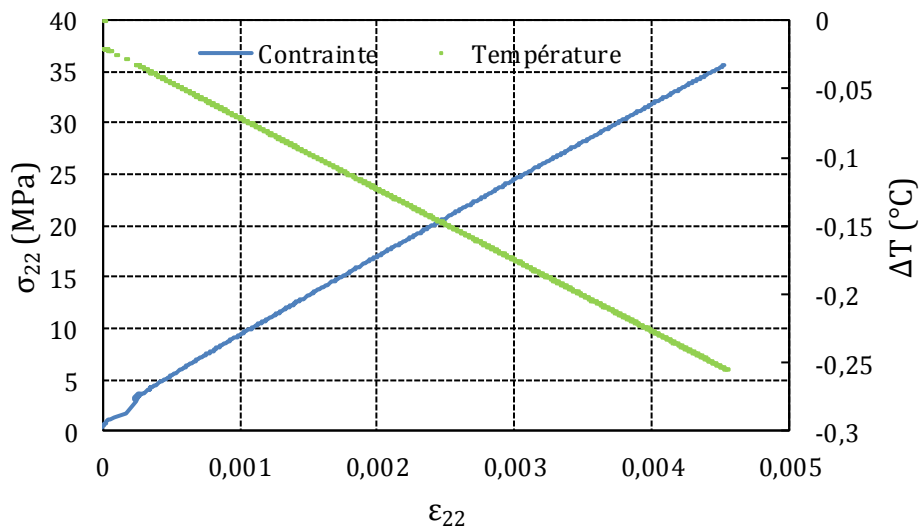


Figure 1.34 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation durant un essai de traction monotone sur une stratification $[\pm 67,5]_8$

La stratification $[(\pm 67,5)_2]_8$ a un comportement légèrement anélastique. Celui-ci est mis en évidence par les mesures thermiques réalisées pendant un essai de traction monotone (Figure 1.35) ; la courbe de contrainte ne montre pas de décroché, cependant la température ne suit pas une évolution parfaitement linéaire. Alors que globalement la température décroît avec la déformation, deux légères et ponctuelles stabilisations de la température sont visibles sur la Figure 1.35 lorsque $\epsilon = 0,001$ et $\epsilon = 0,005$. Elles signalent sans doute des échauffements locaux en surface d'éprouvette, que l'on peut associer à des fissurations matricielles locales. Ces endommagements locaux ne produisent pas suffisamment de chaleur pour contrer le phénomène de thermoélasticité : la température moyenne continue de décroître jusqu'à rupture de l'échantillon.

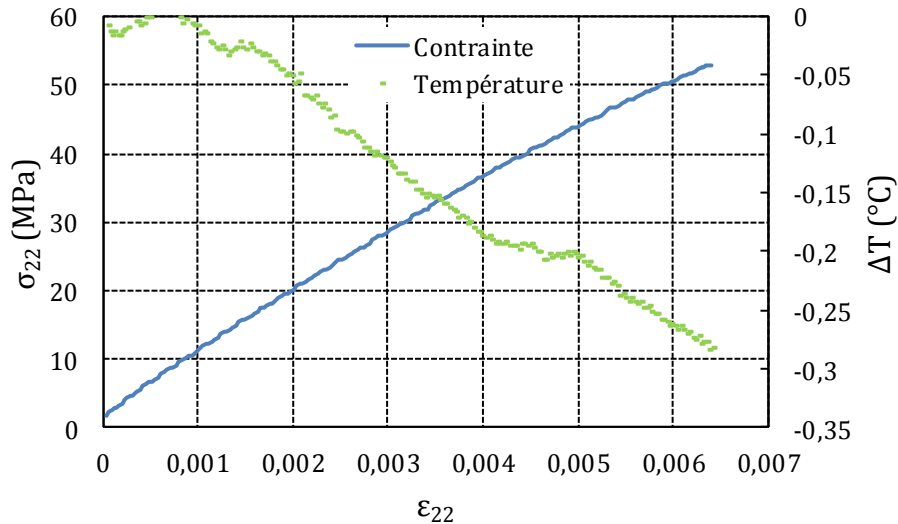


Figure 1.35 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation durant un essai de traction monotone sur une stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$

La Figure 1.36 illustre l'évolution de la contrainte et de la température moyenne en fonction de la déformation pour une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ soumise à un essai de traction monotone. Alors que la contrainte augmente, la température décroît faiblement (Figure 1.37) puis augmente de façon pratiquement linéaire jusqu'à la rupture de la stratification. Comme observé sur la stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$, la température ne suit pas l'évolution de contrainte, mais met en évidence les changements de comportement du matériau avec la déformation. On remarque notamment que le plateau « plastique », apparaissant pour une contrainte d'environ 50 MPa, n'affecte pas la linéarité de la courbe de température.

Cet essai permet de déterminer précisément la limite d'élasticité transverse du pli élémentaire ; il s'agit de la contrainte pour laquelle la température se stabilise avant d'augmenter, l'augmentation étant liée à la dégradation.

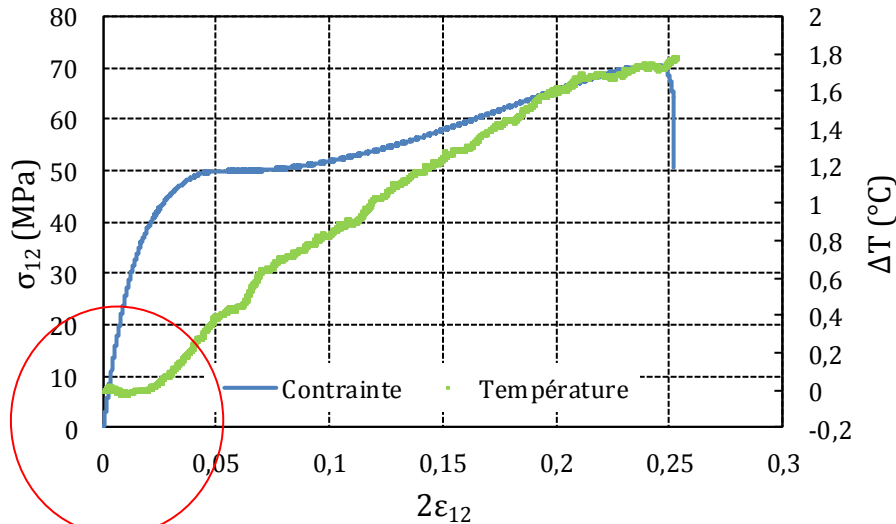


Figure 1.36 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation durant un essai de traction monotone sur une stratification $[(\pm 45)_2]_S$

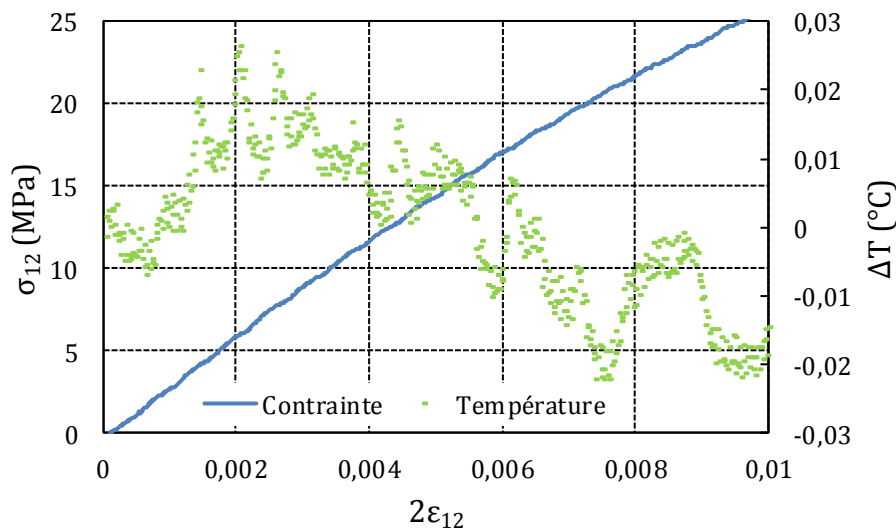


Figure 1.37 : Mise en évidence de la thermoélasticité sur une stratification $[(\pm 45)_2]_S$

La Figure 1.38 illustre l'évolution de la contrainte et de la température moyenne en fonction de la déformation pour une éprouvette de stratification $[0/90/0/90]_S$ soumise à un essai de traction monotone. Dans ce cas, alors que le comportement mécanique semble être purement élastique, on observe une diminution, stabilisation puis augmentation de la température moyenne en surface d'éprouvette. Le changement de réponse thermique de la stratification signale l'introduction d'un endommagement dans la structure. Cet endommagement est probablement la rupture des plis à 90° , rupture que l'on peut qualifier de progressive étant donné les nombreux pics de température que l'on observe en début de courbe. La rupture des plis à 90° n'affecte pas la tenue de la structure, ce qui explique que la courbe de contrainte ne montre aucun changement de pente. Cependant, elle induit des frottements entre les plis

rompus et les plis sains à 0° , frottements qui pourraient expliquer l'augmentation continue de la température jusqu'à rupture des plis à 0° .

Nous mettrons à nouveau en évidence ce couplage entre frottement entre plis à 90° et 0° et échauffement de la stratification $[0/90/0/90]_S$ lors d'essais d'auto-échauffement présentés en chapitre 3.

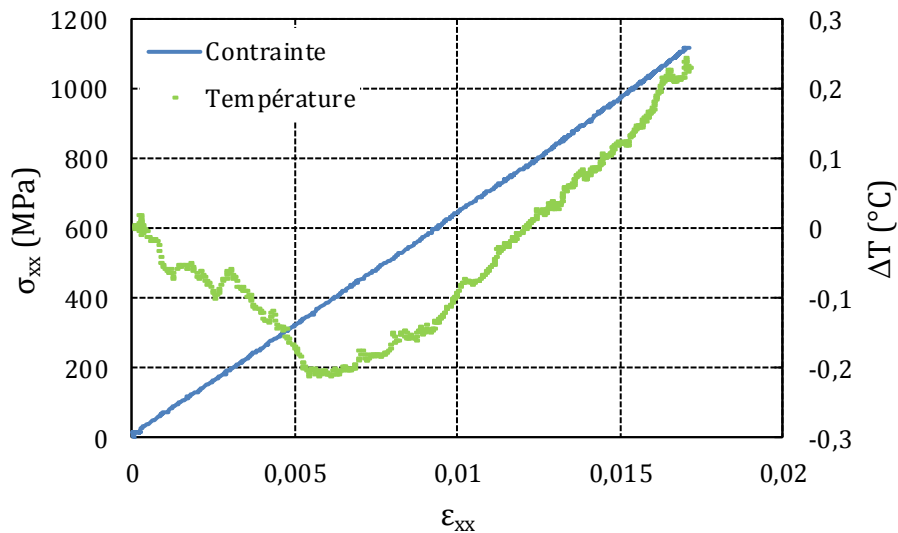


Figure 1.38 : Courbe contrainte-déformation pour une stratification $[0/90/0/90]_S$

La loi de comportement thermoélastique (Équation 1.31) s'obtient à partir de la loi de Hooke classique $\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{C}\boldsymbol{\varepsilon}$ et de l'expression de la déformation thermique pour un matériau orthotrope $\boldsymbol{\varepsilon}^{th} = \boldsymbol{\alpha}(T - T_0)$.

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{C}(\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}^{th}) \quad 1.31$$

L'Expression 1.32 définit l'équation de la chaleur en thermoélasticité. Elle contient un terme source provenant de l'effet thermoélastique.

$$\rho c \dot{T} - \lambda \Delta T = \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}^e \partial T} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^e \quad 1.32$$

$$\text{En tridimensionnel, } \Delta = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$$

Dans notre cas d'étude, si la vitesse de déformation est suffisamment faible pour pouvoir négliger les phénomènes de conduction et convection devant les vitesses de variation de la température liées au couplage thermomécanique (transformation adiabatique), on obtient la variation de température ΔT exprimée dans l'Équation 1.33.

$$\Delta T = -T_0 \frac{\alpha}{\rho c_p} \Delta \sigma \quad 1.33$$

Cette équation permet de quantifier la variation de température ΔT résultant de l'effet thermoélastique d'une éprouvette sollicitée en traction uniaxiale à une variation de contrainte $\Delta \sigma$. (Lindhagen & Berglund, 1997) s'appuient sur celle-ci pour justifier les variations de température observées sur des stratifiés à matrice époxy renforcés de diverses fibres lors d'essais de traction uniaxiale. Cependant, nous avons remarqué durant nos essais de traction monotone avec mesures thermiques sur les stratifications purement thermoélastiques qu'un chargement suivi d'une décharge ne conduit pas systématiquement à une variation de température nulle de l'éprouvette. Cela signifie que le régime n'est pas adiabatique, il y a des échanges de chaleur entre l'environnement et l'éprouvette, et notamment entre les mors de la machine et l'éprouvette. Le comportement du stratifié étant supposé parfaitement thermoélastique, la différence de température provient de phénomènes de transfert de chaleur. Le dispositif expérimental employé limitant les apports de chaleur par rayonnement et convection avec l'environnement (boite en carton), l'apport de chaleur provient principalement d'échange par conduction avec les mors de la machine.

Nous avons choisi par la suite de corriger les évolutions de température en prenant en compte les évolutions de température des mors haut et bas de la machine de traction. Cette démarche a déjà été adoptée dans les travaux de (Doudard, 2003) (Poncelet, et al., 2007). A partir d'une image enregistrée par la caméra à l'instant t , on relève la température moyenne à la surface de la zone utile de l'éprouvette $T(t)$, la température du mors haut $T_h(t)$ et la température du mors bas $T_b(t)$. La variation de température moyenne $\Delta T(t)$ est calculée à partir des valeurs relevées pour chaque pixel compris dans la zone utile de l'éprouvette. Ces trois mesures permettent de calculer les variations de température moyenne du stratifié grâce à l'Équation 1.34 ci-dessous, en supposant un état de température uniforme dans l'éprouvette :

$$\Delta T(t) = T(t) - T(0) - \frac{T_h(t) + T_b(t)}{2} + \frac{T_h(0) + T_b(0)}{2} \quad 1.34$$

$T(0)$, $T_h(0)$ et $T_b(0)$ correspondent respectivement à la température moyenne initiale en surface de l'éprouvette, la température initiale du mors haut et la température initiale du mors bas.

Nous utilisons cette expression pour le calcul des variations de températures des éprouvettes soumises aux essais de charge-décharge en traction, présentées dans le paragraphe suivant.

4.3 Essais de charge-décharge

La Figure 1.39 représente l'évolution de la contrainte et de la température en fonction du temps pour une éprouvette de stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$ soumise à un essai de charge-décharge en traction. Les variations de température sont parfaitement contraires à celles de la contrainte, le comportement est purement thermoélastique jusqu'à rupture brutale de la stratification.

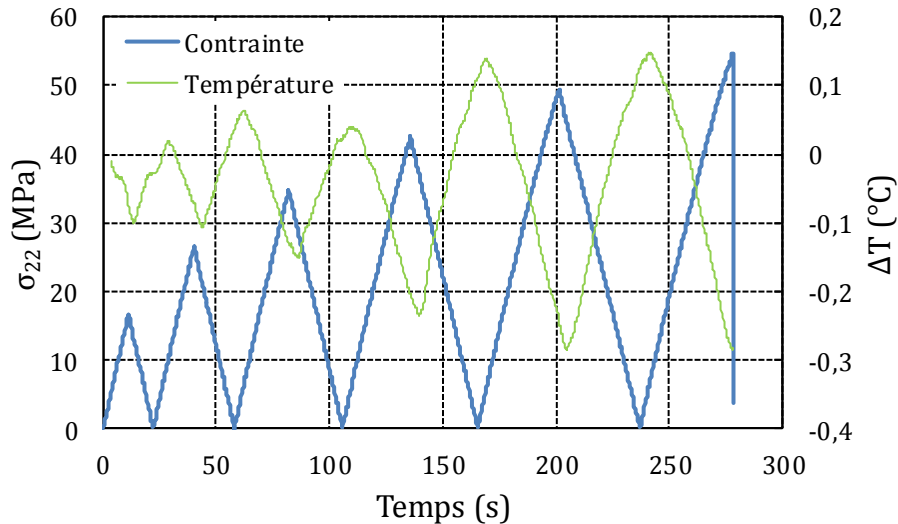


Figure 1.39 : Evolution de la contrainte et de la température en fonction du temps pour un essai de charge-décharge en traction sur stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$

Des essais de charge-décharge à différents niveaux de contrainte ont également été effectués sur des éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ et quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$. Les résultats pour trois cycles de charge-décharge particulièrement intéressants de la stratification quasi-isotrope sont présentés en Figure 1.40, Figure 1.41 et Figure 1.42.

Nous observons que dès les premiers cycles (la contrainte maximale atteint 100 MPa, Figure 1.40), la réponse thermique de la stratification ne suit pas une loi purement thermoélastique. Une partie de l'énergie mécanique fournie est dissipée sous forme de chaleur. Cette dissipation apparaît lorsque le chargement sort du domaine purement élastique du matériau et que des déformations plastiques sont générées. Son origine physique est expliquée par la microfissuration de la matrice amorphe et la création de zones de réarrangement des macromolécules de la matrice (responsables de l'écroutissage de la matrice et du stratifié) (Chatain, 1993).

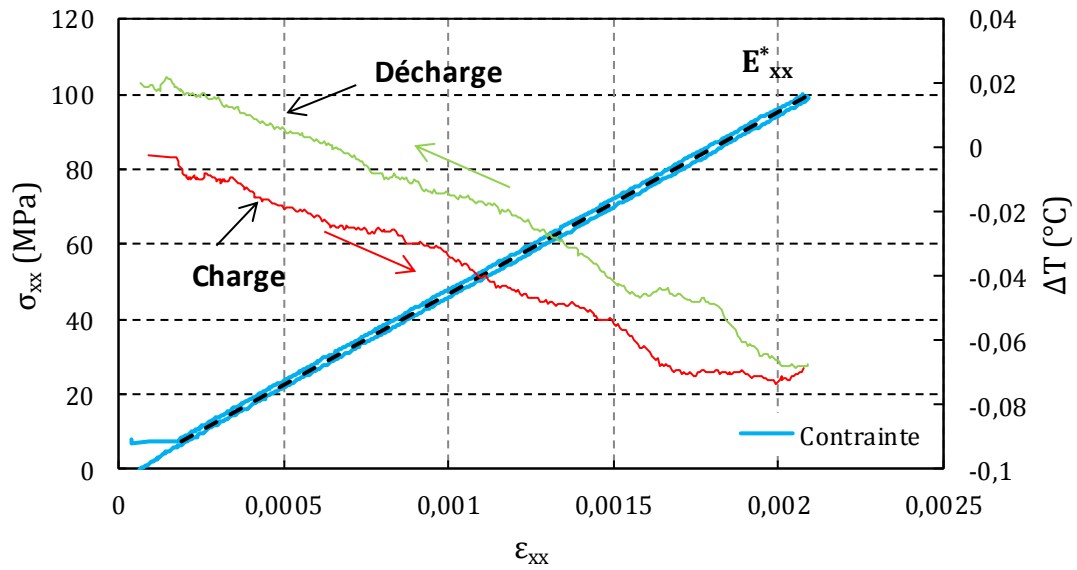


Figure 1.40 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation pendant un cycle de charge-décharge sur stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$, pour une contrainte maximale de 100 MPa

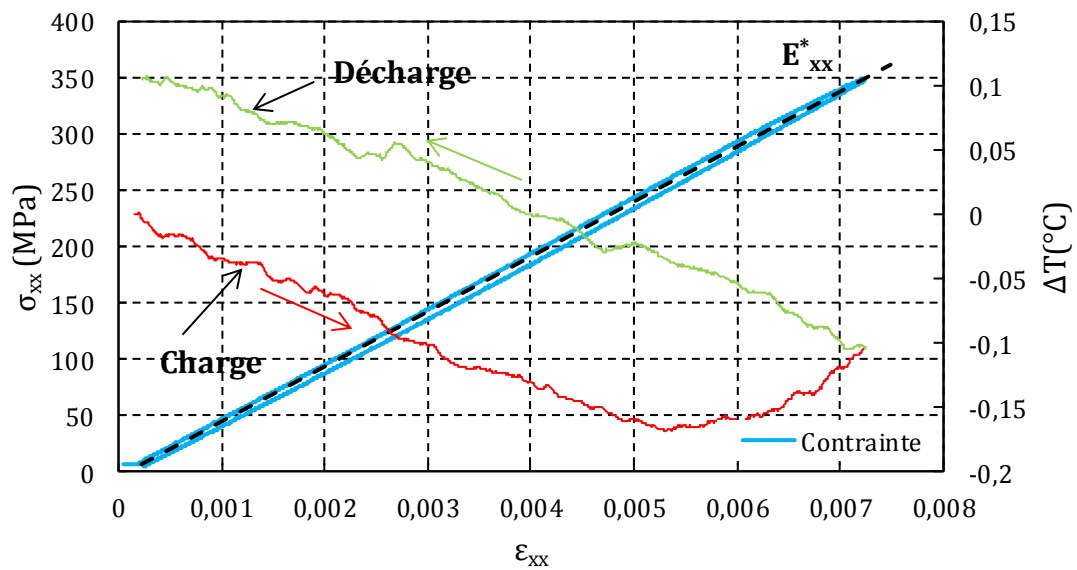


Figure 1.41 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation pendant un cycle de charge-décharge sur stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$, pour une contrainte maximale de 350 MPa

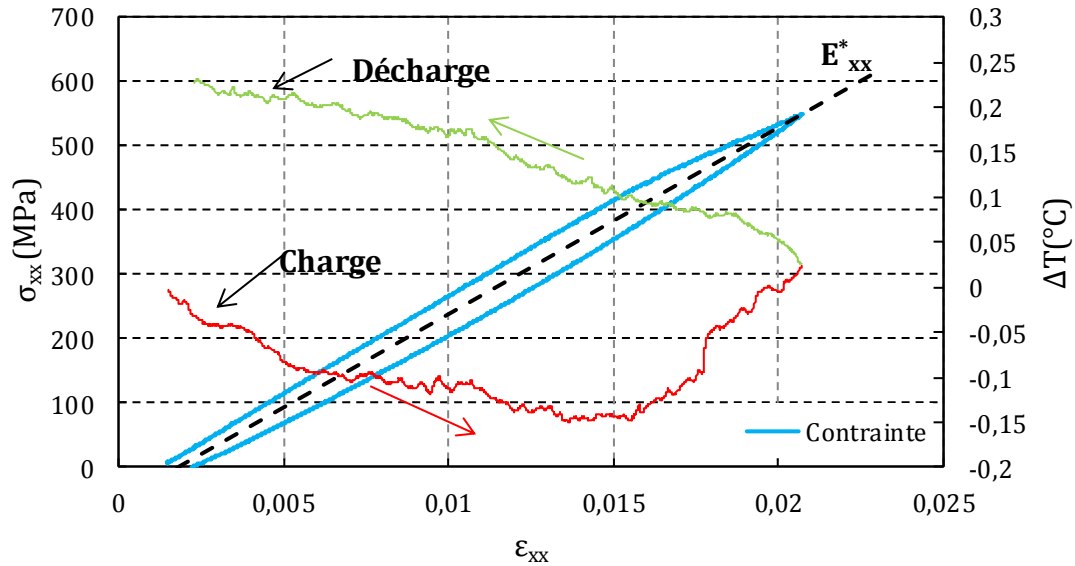


Figure 1.42 : Evolution de la contrainte et de la température avec la déformation pendant un cycle de charge-décharge sur stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_s$, pour une contrainte maximale de 550 MPa

Sur les Figure 1.41 et Figure 1.42, nous observons que le comportement thermoélastique du stratifié, caractérisé par une baisse de température alors que la contrainte augmente, est suivi d'une phase de thermoplasticité. La thermoplasticité débute lorsque la température de l'éprouvette augmente avec la contrainte. Pendant la déformation plastique, l'énergie mécanique fournie se décompose en une énergie dissipée en chaleur et une énergie stockée dans le matériau. Beaucoup de travaux se sont intéressés à quantifier cette fraction d'énergie stockée (Liu & Qi, 2010) (Launay, et al., 2011). Les techniques consistent généralement à mesurer l'élévation de température ΔT d'une éprouvette et le travail mécanique fourni. En supposant la transformation adiabatique, la variation de température ΔT permet de déterminer l'énergie dissipée en chaleur (Équation 1.35).

$$\rho c_p dT = W_p - E_s \quad 1.35$$

avec W_p le travail mécanique fourni pour passer d'une déformation nulle à une déformation plastique ε^p et E_s l'énergie stockée pendant cet intervalle. $W_p - E_s$ représente l'énergie dissipée. Lorsque la transformation n'est pas adiabatique, la fraction f de l'énergie fournie stockée dans le matériau est alors exprimée par :

$$f = 1 - \frac{\rho c_p dT}{W_p - E_s} \quad 1.36$$

Une technique expérimentale qui permet d'estimer les sources de chaleur générées par le processus de déformation a été développée par (Chrysochoos & Peyroux, 1998) (Chrysochoos & Louche, 2000; Louche & Chrysochoos, 2001; Naderi, et al., 2012). À partir d'un champ de

température mesuré par thermographie infrarouge (évolution de la température en fonction de l'espace et du temps), et de l'équation de la chaleur, les sources d'énergie dissipée sont déterminées. Cette méthode permet de prendre en compte la conduction thermique. La répartition spatiale de ces sources d'énergie dissipée est très intéressante dans l'étude des phénomènes de localisation de la déformation (Chrysochoos & Louche, 2000; Louche & Chrysochoos, 2001; Clienti, et al., 2010). Cette information d'ordre énergétique peut également être utilisée pour établir des lois de comportement (Le Saux, et al., 2010). Elle permet de mieux quantifier l'énergie mécanique dissipée en chaleur et donc d'avoir une description plus précise du comportement thermomécanique.

Lors des phases de décharge des stratifications testées, la dissipation d'énergie est nulle et la température ré-augmente de façon linéaire.

Les essais de traction en charge-décharge effectués sur différentes stratification du pli élémentaire ont permis de mettre en évidence les couplages thermomécaniques existants dans le matériau : ces couplages lient la température à la déformation élastique (thermoélasticité) et à la déformation plastique (thermoplasticité) ou à l'endommagement. Cette étude nous a permis d'introduire la notion d'énergie fournie, dissipée et stockée et l'intérêt de quantifier ces énergies pour caractériser le comportement du matériau sous charge.

5 Modélisation du comportement du pli élémentaire

Les parties précédentes de ce chapitre nous permettent de mettre en avant plusieurs aspects du comportement mécanique des composites stratifiés TR50/R367-2 sous sollicitations quasi-statiques et dynamiques basses vitesses.

La campagne expérimentale réalisée permet tout d'abord de justifier le développement des lois de comportement à l'échelle mésoscopique. A cette échelle, le pli élémentaire possède un comportement orthotrope.

Les études sur l'endommagement de composites stratifiés soumis à des sollicitations de traction montrent que trois cas de chargement sont à considérer : traction dans le sens des fibres, traction transversalement aux fibres, cisaillement en traction sur éprouvettes avec fibres orientées à 45° par rapport à la direction de la charge.

Plusieurs mécanismes de dégradation sont à prendre en compte de manière globale, mais homogénéisée à l'échelle mésoscopique, à savoir la chute des modules d'élasticité et la présence de déformations irréversibles en cisaillement.

De plus, la réponse en cisaillement est dépendante de la vitesse de déformation (Figure 1.12).

L'approche classique retenue pour décrire le comportement macroscopique du pli élémentaire sous sollicitations quasi-statiques est un modèle élastoplastique endommageable s'inscrivant dans un cadre thermodynamique. Ce modèle ne prend pas en compte l'influence de la vitesse de chargement sur le comportement en cisaillement du pli élémentaire. Les paramètres d'identification du modèle sont obtenus par optimisation entre résultats expérimentaux et numériques.

5.1 Introduction de l'endommagement dans un modèle

Les formulations thermodynamiques des lois de comportement sont généralement développées dans le cadre de la mécanique de l'endommagement continu (Continuum Damage Mechanics ou CDM) en adoptant une démarche macroscopique qui considère le milieu endommagé comme continu (Kachanov, 1958; Chaboche, 1993; Chaboche, et al., 1998).

Sur le plan physique, la nature des mécanismes d'endommagement est différente suivant les matériaux : initiation et propagation de cavités, micro-vides, micro-fissures ou décohésion entre les constituants. Même sur le plan mathématique, ces défauts ne peuvent être représentés par des variables identiques. On distingue classiquement l'endommagement isotrope et l'endommagement anisotrope. Pour l'endommagement isotrope, on utilise une seule variable qui affecte de la même manière toutes les composantes du tenseur d'élasticité. Une description plus complète peut être réalisée (Ladeveze, 1986) en distinguant effets volumiques et effets de cisaillement. Pour l'endommagement anisotrope, les variables sont, d'une manière générale des tenseurs. Ces tenseurs peuvent être d'ordre 0 (variable scalaire), d'ordre 2 (comme les tenseurs des contraintes et des déformations) et d'ordre 4 (comme les tenseurs d'élasticité). Sur le plan physique, le choix de l'ordre du tenseur correspondra à des mécanismes d'endommagement différents.

- Les variables scalaires ne contenant pas d'aspect directionnel, il est nécessaire que l'endommagement ait des directions connues et fixes. Ainsi, pour utiliser les variables scalaires, il est nécessaire que le matériau présente des axes privilégiés d'endommagement, ces axes sont liés à la microstructure du matériau.
- Les variables tensorielles d'ordre 2 ou 4, qui présentent par nature un aspect directionnel, doivent être utilisées lorsque l'orientation du dommage dépend du chargement et non de la microstructure. Elles permettent de décrire, en plus de l'aspect directionnel, des anisotropies induites. Bien que les variables tensorielles d'ordre 4 soient plus générales que celles d'ordre 2, elles sont rarement utilisées dans les modélisations pour des raisons d'identification.

Dans le cas des stratifiés à matrice polymère (comme dans notre cas d'étude), il est couramment admis que la fissuration a lieu de manière privilégiée dans la direction parallèle aux fibres. Nous représenterons l'endommagement par un tenseur d'ordre 2, dont l'écriture tensorielle est donnée dans la base d'orthotropie du pli élémentaire sollicité en contrainte plane :

$$\mathbf{D} = \begin{bmatrix} d_{11} & 0 & 0 \\ 0 & d_{22} & 0 \\ 0 & 0 & d_{12} \end{bmatrix} \quad 1.37$$

Dans notre étude, l'évaluation quantitative des composantes du tenseur d'endommagement passe par la mesure de la variation du module d'élasticité, reflet du couplage déformation-endommagement c'est-à-dire de la modification des caractéristiques mécaniques.

5.2 Enoncé du modèle élastoplastique endommageable

Le modèle élastoplastique endommageable proposé est directement inspiré des travaux de Jean Lemaitre (Lemaitre, 1985), repris par Eric Le Dantec (Le Dantec, 1989) et Pierre Ladevèze (Ladeveze, et al., 2000) pour une application sur des composites stratifiés puis par Anne Schieffer (Schieffer, 2003) qui a intégré le comportement visqueux. Il est développé dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversible pour des applications isothermes et sous l'hypothèse d'un état de contrainte plane ($\sigma_{33} = 0$).

Le pli élémentaire a un comportement isotrope transverse par rapport à la direction des fibres. Pour un état de contrainte plane, l'énergie de déformation élastique est donnée par :

$$2W_e = \frac{\sigma_{11}^2}{E_{11}} + \frac{\sigma_{22}^2}{E_{22}} - \frac{2\nu_{12}\sigma_{11}\sigma_{22}}{E_{11}} + \frac{\sigma_{12}^2}{G_{12}} \quad 1.38$$

Les déformations élastiques dans la base d'orthotropie du pli sont données par :

$$\begin{cases} \varepsilon_{11}^e = \frac{1}{E_{11}}(\sigma_{11} - \nu_{12}\sigma_{22}) \\ \varepsilon_{22}^e = \frac{1}{E_{22}}(\sigma_{22} - \nu_{21}\sigma_{11}) \\ \varepsilon_{12}^e = \frac{\sigma_{12}}{G_{12}} \end{cases} \quad 1.39$$

L'endommagement, qui apparaît sous la forme de microfissurations de la matrice parallèlement aux fibres, est modélisé à l'échelle mésoscopique comme une dégradation des coefficients de la matrice raideur dans la loi de comportement (Linhone, 1995; Rozycki, 2000). Cette approche a l'avantage de découpler, dans le calcul, les endommagements de leurs duales thermodynamiques, les taux de restitution d'énergie Y .

$$\begin{cases} E_{11} = E_{11}^0 \\ E_{22} = E_{22}^0(1 - d_{22}) \\ G_{12} = G_{12}^0(1 - d_{12}) \end{cases} \quad 1.40$$

Le potentiel thermodynamique peut être exprimé comme la somme d'une énergie récupérable W_e et d'une énergie irrécupérable W_p :

$$\begin{aligned} \rho\psi &= \rho\psi(\varepsilon^e, D, p, \beta) = W_e(\varepsilon^e, D) + W_p(p) \\ &= \frac{1}{2} \boldsymbol{\varepsilon}^e : \mathbf{C}(D) : \boldsymbol{\varepsilon}^e + \frac{\beta}{m+1} p^{m+1} \end{aligned} \quad 1.41$$

L'énergie irrécupérable $W_p(p)$ est défini comme l'énergie de déformation plastique, qui dépend de la déformation plastique cumulée p et de la variable β liée à l'évolution du seuil d'endommagement. Dans l'Équation 1.41, ρ correspond à la masse volumique, p à la déformation plastique cumulée et β et m sont des paramètres matériaux associés à un écrouissage isotrope non linéaire. Dans cette relation, la déformation élastique ε_{11}^e est égale à la déformation totale, les fibres bloquant l'écoulement plastique. Ce n'est pas le cas en cisaillement où $\varepsilon_{12}^e = \varepsilon_{12}^t - \varepsilon_{12}^p$, ε_{12}^p étant la déformation plastique de cisaillement. En effet, la plasticité provient de la matrice et de l'interface fibre/matrice. Nous n'avons pas observé d'écoulement plastique dans la direction des fibres. Cet écoulement est faible mais existe transversalement aux fibres, soit $\varepsilon_{22}^p \neq 0$. Ainsi, le modèle intègre l'écoulement en cisaillement et transversalement aux fibres.

Le comportement élastique d'un élément de volume endommagé est « affaibli » par rapport à un élément sain (non endommagé et sans contrainte résiduelle). Le fait que la dérivée seconde du potentiel thermodynamique est non nul (Équation 1.42) indique un couplage d'état entre l'élasticité et l'endommagement (Marquis, 1989).

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial D \partial \varepsilon} = \frac{\partial^2 \psi}{\partial \varepsilon \partial D} \neq 0 \quad 1.42$$

Ce couplage est employé pour mesurer indirectement les variables d'endommagement par leur influence sur les variations de rigidité.

Le potentiel thermodynamique permet de définir les relations d'état ainsi que les variables thermodynamiques associées aux variables internes (Équation 1.43).

$$\begin{cases} Y_{22} = -\rho \frac{\partial \psi}{\partial d_{22}} = -\rho \frac{\partial W_e}{\partial d_{22}} = \frac{1}{2} E_{22}^0 (\varepsilon_{22}^e + \nu_{12} \varepsilon_{11})^2 \\ Y_{12} = -\rho \frac{\partial \psi}{\partial d_{12}} = -\rho \frac{\partial W_e}{\partial d_{12}} = G_{12}^0 \langle \varepsilon_{12}^t - \varepsilon_{12}^p \rangle_+^2 \\ R = \rho \frac{\partial \psi}{\partial p} = \rho \frac{\partial W_p}{\partial p} = \beta p^m \end{cases} \quad 1.43$$

Elles donnent les expressions des taux de restitution d'énergie Y_{ij} et de la variable d'écroutissage R duale de la déformation plastique cumulée p . On introduit Y_m une fonction dépendante des variables thermodynamiques qui définit le seuil de non-endommagement, associée à l'endommagement de la matrice (Équation 1.44). Elle permet de mémoriser l'endommagement.

$$Y_m = \max(\sqrt{Y_{12} + bY_{22}}) \quad 1.44$$

Pour décrire les processus dissipatifs, en particulier l'évolution des variables internes, il est nécessaire d'avoir un formalisme supplémentaire. C'est la raison pour laquelle il est nécessaire de choisir un pseudo-potentiel de dissipation Φ . Cette fonction convexe, à valeur scalaire continue, est telle que :

$$\Phi \geq 0 \text{ et } \Phi(0) = 0 \quad 1.45$$

Communément, la dissipation intrinsèque Δ_{int} , est désignée par :

$$\Delta_{int} = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p - R\dot{p} + Y\dot{d} \quad 1.46$$

En supposant le découplage au sein de la dissipation intrinsèque, de la dissipation relative à la plasticité et de la dissipation due à l'endommagement, il vient alors :

$$\begin{cases} \Delta_p = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p - R\dot{p} \\ \Delta_d = Y\dot{d} \end{cases} \quad 1.47$$

Afin de respecter le second principe, la dissipation intrinsèque, et donc la somme de la dissipation plastique et de la dissipation liée à l'endommagement, doit être positive. Cette positivité des dissipations Δ_p et Δ_d est assurée en écrivant que $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p$ et \dot{p} (respectivement \dot{d}) appartiennent au sous-gradient de Φ_p (respectivement Φ_d). Ces deux pseudo-potentiels Φ_p et Φ_d sont construits comme étant les fonctions indicatrices des convexes formés par deux fonctions seuils f_p et f_d , qui définissent les domaines d'élasticité et de non-endommagement. En effet, si une fonction $f(x)$ est convexe et que l'ensemble tel que $f(x) \leq 0$ forme un convexe fermé (C) , l'indicatrice de ce convexe est de la forme :

$$\begin{cases} \Delta_{int}(x) = 0 & \text{si } x \in (C) \\ \Delta_{int}(x) = +\infty & \text{si } x \notin (C) \end{cases} \quad 1.48$$

L'indicatrice est dès lors convexe et positive et si de plus, l'origine appartient au convexe alors le choix de cette indicatrice, comme pseudo-potential de dissipation, établit des conditions suffisantes pour assurer la positivité de la dissipation.

Les lois complémentaires sont données à l'aide de la propriété de normalité. Par commodité, ces lois sont exprimées sous la forme de lois d'évolution des variables internes : la transformée de Legendre-Fenchel permet de définir le pseudo-potential Φ^* dual du pseudo-potential Φ par rapport aux variables internes (la propriété de normalité est toujours conservée au cours de cette transformation). Si les variables internes $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^p$ ou \dot{p} appartiennent au sous-gradient du pseudo-potential de dissipation plastique, il existe alors un multiplicateur positif $\dot{\lambda}_p$ tel que :

$$\begin{cases} \dot{\varepsilon}_{22}^p = \dot{\lambda}_p \frac{\partial f_p}{\partial \sigma_{22}} \\ \dot{\varepsilon}_{12}^p = \dot{\lambda}_p \frac{\partial f_p}{\partial \sigma_{12}} \end{cases} \quad \text{et} \quad \left\{ \begin{array}{l} \dot{p} = -\dot{\lambda}_p \frac{\partial f_p}{\partial R} \end{array} \right. \quad 1.49$$

Le multiplicateur scalaire $\dot{\lambda}_p$ est déterminé par la condition de cohérence $f_p = \dot{f}_p = 0$.

On préfère définir l'évolution de l'endommagement à partir d'un potentiel visqueux à seuil $\dot{d}_{ij} = f(Y_m)$, $ij = \{12, 22\}$. Celle-ci est choisie sous la forme linéaire suivante :

$$\begin{cases} \dot{d}_{22} = \frac{\langle Y_m - Y_{22}^0 \rangle_+}{Y_{22}^c} \text{ si } Y_{22} < Y_{22}^R, d_{22} = 1 \text{ sinon;} \\ \dot{d}_{12} = \frac{\langle Y_m - Y_{12}^0 \rangle_+}{Y_{12}^c} \text{ si } Y_{12} < Y_{12}^R, d_{12} = 1 \text{ sinon;} \end{cases} \quad 1.50$$

Les paramètres Y_i^0 , Y_i^c et Y_i^R , ($i = 22, 12$) représentent les taux de restitution d'énergie critique qui servent à contrôler respectivement : l'initiation de l'endommagement, la vitesse d'évolution de l'endommagement et enfin la rupture (Maire & Chaboche, 1997). Dans ce cas, l'évolution des variables d_{12} et d_{22} en fonction de leur duale est supposée linéaire (sur la base de considérations expérimentales).

La loi de comportement est complètement déterminée à l'aide des équations, de la donnée de la fonction seuil f_p et de la densité volumique d'énergie libre. L'introduction de la plasticité se fait par la définition d'un potentiel de dissipation ici assimilé à la surface de charge de plasticité (plasticité associée). Comme énoncé précédemment, la modélisation de la plasticité ne prend en compte que les écoulements en cisaillement et transverse. L'endommagement est introduit dans le critère de plasticité par l'intermédiaire des termes de contrainte effective $\frac{\sigma}{1-d}$.

$$f_p(\sigma, R, d) = \sqrt{\left[\frac{\sigma_{12}}{1-d_{12}}\right]^2 + a^2 \left[\frac{\sigma_{22}}{1-d_{22}}\right]^2} - R(p) - R_0 \quad 1.51$$

avec R_0 le seuil initial de plasticité. Le facteur a^2 introduit dans l'expression du critère de plasticité joue le rôle d'un coefficient de pondération puisqu'il permet de mesurer l'importance de la contrainte de cisaillement par rapport à la contrainte transverse.

Le multiplicateur de plasticité $\dot{\lambda}_p$, vérifiant les conditions de Kuhn et Tucker et déterminé à partir de la condition de cohérence au cours de l'écoulement plastique $f_p = \dot{f}_p = 0$, est exprimé par la relation 1.52 dans laquelle $C(D)$ correspond à la matrice de rigidité du pli élémentaire endommagé (Rozycki, 2000).

$$\dot{\lambda}_p = \frac{\dot{f}_p}{\frac{\partial f_p}{\partial \sigma} : C(D) : \frac{\partial f_p}{\partial \sigma} + \frac{\partial R}{\partial p}} \quad 1.52$$

La déformation plastique cumulée est donnée par :

$$\dot{p} = (2\varepsilon_{12}^p)^2 + \frac{1}{a^2} (\varepsilon_{22}^p)^2 \quad 1.53$$

5.3 Identification des paramètres du modèle

L'identification des paramètres du modèle a été réalisée via un code de calcul développé sous Matlab. Le modèle permet de reproduire fidèlement le comportement mécanique sous chargement quasi-statique du pli élémentaire. Les échanges thermiques ne sont pas modélisés. Du point de vue des échanges thermomécaniques, la source de dissipation liée aux boucles d'hystérésis n'est pas modélisée (Figure 1.43) ainsi que les échanges thermoélastiques.

La Figure 1.43 correspond à la courbe réponse d'un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ obtenue pour le jeu de paramètres référencé en Tableau 6. Sur ce graphe, nous pouvons retrouver les points expérimentaux et la courbe réponse issue de la simulation.

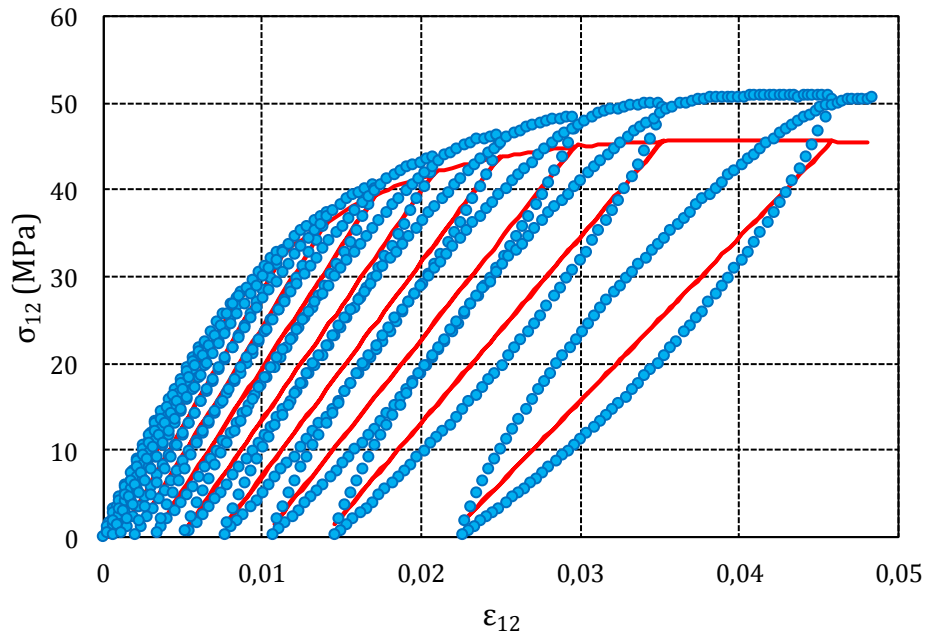


Figure 1.43 : Comparaison essai – simulation. Courbe contrainte-déformation exprimée dans la base d’orthotropie du pli élémentaire pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$

● Expérimental — Simulation

	Paramétrage optimisé
E11 (MPa)	107835
E22 (MPa)	8307
G12 (MPa)	3737
v12 (-)	0,32
Y22_C (sqrt(Pa))	4687
Y22_0 (sqrt(Pa))	236
Y12_C (sqrt(Pa))	1928
Y12_0 (sqrt(Pa))	190
Y12_R (sqrt(Pa))	687
m (-)	0,38
beta (MPa)	633
Sig11_R (MPa)	1425
R0 (MPa)	13
a2 (-)	0,71
b (-)	0,1

Tableau 6 : Paramètres d’identification du modèle d’endommagement après optimisation avec un algorithme génétique. Ils ont été identifiés à partir d’essais sur stratifications $[0]_8$, $[(\pm 67,5)_2]_S$ et $[(\pm 45)_2]_S$. Le travail d’optimisation par algorithme génétique a été réalisé par Alina Krasnobrizha, dont la thèse est intitulée « Thermomechanical simulation of heterogeneous anisotropic materials : self-heating and fatigue limit of laminates » et sera probablement soutenue en fin d’année 2014.

6 Synthèse

Dans ce premier chapitre, nous nous sommes intéressés au comportement en traction sous chargements quasi-statiques de stratifiés à matrice époxy R367-2 renforcés fibres de carbone haute résistance TR50. A l'aide de la théorie des stratifiés, nous avons reconstruit le comportement du pli élémentaire, que nous avons modélisé par une loi de comportement élastoplastique endommageable.

Outre la caractérisation du comportement mécanique du pli élémentaire sous chargement statique, le travail exposé dans ce premier chapitre s'est voulu être un premier pas dans l'analyse des phénomènes dissipatifs au sein du matériau et sera approfondi dans le troisième et quatrième chapitre du manuscrit. L'équilibre énergétique du matériau à tout instant nécessite des échanges énergétiques qui font intervenir les différentes échelles de la matière. L'instrumentation des essais avec une caméra infrarouge nous a permis de mettre en évidence les couplages thermomécaniques (entre dissipation thermique et dissipation mécanique) existants au sein du matériau.

Dans un premier temps, le phénomène de thermoélasticité a été étudié à partir des enregistrements infrarouges réalisés durant les essais de traction monotone. Ces derniers ont servi à mieux appréhender la limite d'élasticité de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ et à confirmer le caractère fragile des stratifiés $[(\pm 67,5)_2]_S$ et $[90]_8$.

Dans un second temps, le suivi des variations de température durant des essais de charge-décharge est venu compléter l'analyse de l'endommagement. L'absence de perte de rigidité et de déformation plastique durant les essais sur stratification unidirectionnelle $[0]_8$ s'est traduite par une réponse thermique parfaitement linéaire. À l'inverse, les stratifications accusant une perte de rigidité et une augmentation de déformation plastique avec le chargement voient leur température augmenter dès lors que le chargement sort du domaine d'élasticité linéaire. Cette réponse thermique reflète une dissipation de chaleur, d'autant plus importante que l'état d'endommagement du matériau est élevé.

Ces premiers résultats invitent à une modélisation non-isotherme du comportement du pli élémentaire. Cette modélisation doit nécessairement passer par une caractérisation des propriétés thermiques du matériau.

Ce chapitre porte sur la caractérisation des propriétés thermiques du pli élémentaire constitué de fibres de carbone TR50 et résine époxy R367-2. Trois dispositifs expérimentaux nous permettent successivement d'accéder aux coefficients de dilatation thermique et de conductivité thermique dans les directions principales du pli élémentaire ainsi qu'à la capacité calorifique à pression constante.

Sommaire

1	Dilatation thermique du pli élémentaire	84
1.1	Dispositif expérimental.....	85
1.2	Procédure d'analyse des essais	86
1.3	Résultats.....	90
1.4	Bilan.....	91
2	Capacité calorifique du composite	92
2.1	Homogénéisation et passage micro-méso.....	92
2.2	Méthode de mesure de la capacité thermique par DSC	96
2.3	Procédure et dispositif expérimental.....	98
2.4	Mesure de la capacité calorifique de la résine seule	99
2.5	Bilan.....	100
3	Conductivité thermique du pli élémentaire	102
3.1	Homogénéisation des propriétés de conductivités thermiques	102
3.2	Dispositif expérimental et procédures	105
3.3	Théorie	113
3.4	Résultats.....	118
3.5	Bilan.....	131
4	Simulation numérique.....	134
4.1	Homogénéisation thermique	134
4.2	Analyse numérique des propriétés de conduction du pli élémentaire sain	137
4.3	Analyse numérique des propriétés de conduction du pli élémentaire fissuré.....	139
5	Conclusion.....	141

Ce chapitre est consacré à la détermination des propriétés thermiques du pli élémentaire constitué de fibres de carbone TR50 et de résine époxy. Sous la notion de propriétés thermiques nous entendons les grandeurs physiques qui vont nous permettre de relier les phénomènes thermiques aux phénomènes mécaniques à l'échelle mésoscopique, à savoir les coefficients de dilatation thermique, les coefficients de conductivité thermique et la capacité calorifique à pression constante du pli élémentaire isotrope transverse. La détermination de ces grandeurs utilise trois techniques de caractérisation différentes, toutes trois basées sur l'étude de la variation d'une propriété physique particulière en fonction de la température.

La première partie de ce chapitre s'intéresse à la mesure des coefficients de dilatation thermique, que nous déterminons par le suivi de la déformation du matériau en fonction de la température. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes de stratification unidirectionnelle et les mesures sont effectuées lorsque celles-ci ont atteint un état d'équilibre thermique. Nous déterminons les coefficients de dilatation thermique dans le sens des fibres et transversalement aux fibres du pli élémentaire pour des températures allant de 20 à 80°C. Les températures relevées en surface d'éprouvette lors des essais d'auto-échauffement (présentés au chapitre 3) sont comprises dans cette plage de température.

La seconde partie de ce chapitre s'appuie sur la technique de calorimétrie différentielle à balayage (DSC pour Differential Scanning Calorimetry), que nous utilisons pour mesurer la capacité calorifique à pression constante de la résine époxy seule. La grandeur mesurée en fonction de la température est le flux de chaleur entre l'échantillon de résine pure et son environnement. La vitesse de variation de la température est programmée à 5°C/min. La valeur de la capacité calorifique à pression constante du pli élémentaire dans la plage de température 20-120°C est ensuite obtenue par homogénéisation, connaissant la fraction volumique de fibres et la capacité calorifique des fibres de carbone TR50 employées.

La troisième partie de ce chapitre détaille le dispositif expérimental et les résultats obtenus concernant la détermination des composantes du tenseur de conductivité du pli élémentaire isotrope transverse. Le dispositif expérimental employé permet d'identifier un modèle de propagation de la chaleur unidimensionnel. Un programme en température est imposé aux extrémités d'un assemblage composite et on enregistre la température au sein du matériau. Les équations de la thermique sont discrétisées par différences finies. Le modèle qui en découle est résolu par une méthode inverse, basée sur l'introduction et la minimisation d'une fonction critère, relative à l'écart entre température mesurée et température calculée par le modèle, dépendante des coefficients de conductivité à déterminer. La sensibilité du modèle à l'estimation des paramètres est par ailleurs explicitée pour chaque essai. Par cette méthode, nous déterminons les coefficients de conductivités dans le plan du pli élémentaire. Nous avons également caractérisé la conductivité dans l'épaisseur de plusieurs stratifications.

Cette troisième partie introduit l'influence d'une fissure mésoscopique sur la conductivité thermique selon l'épaisseur d'un stratifié [0/90/0] qui est étudiée par simulation numérique dans la dernière partie de ce chapitre.

1 Dilatation thermique du pli élémentaire

Sous les effets conjugués de contraintes et de variations de température, les déformations globales « thermomécaniques » du pli élémentaire sont obtenues au moyen de la loi de comportement de Hooke-Duhamel modifiée pour un matériau isotrope transverse sous un état de contraintes planes, dans le repère local du pli élémentaire (Équation 2.1).

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_{11}} & -\frac{\nu_{21}}{E_{11}} & 0 \\ -\frac{\nu_{21}}{E_{11}} & \frac{1}{E_{22}} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{2G_{12}} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sqrt{2}\tau_{12} \end{Bmatrix} + \Delta T \begin{Bmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ 0 \end{Bmatrix} \quad 2.1$$

Dans cette équation, les coefficients α_1 et α_2 sont respectivement les coefficients de dilatation thermique dans le sens des fibres et dans le sens transverse aux fibres du pli élémentaire.

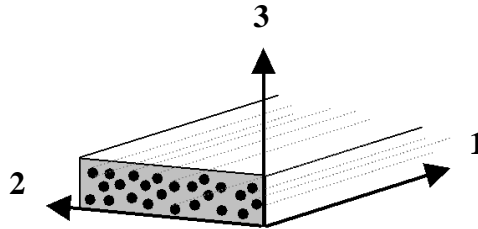


Figure 2.1 : Système de coordonnées associé au pli élémentaire

Comme attendu pour cette loi, la déformation totale est la somme d'une déformation élastique et d'une déformation d'origine thermique :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{totale} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{th}, \quad \boldsymbol{\varepsilon}^{th} = \begin{Bmatrix} \varepsilon_1^{th} \\ \varepsilon_2^{th} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12}^{th} \end{Bmatrix} \quad 2.2$$

Cette loi est telle que :

- si l'on impose une déformation nulle, la contrainte d'origine thermique est $\boldsymbol{\sigma} = -\mathbf{C}\boldsymbol{\varepsilon}^{th}$ pour laquelle \mathbf{C} correspond à la matrice de rigidité apparente du matériau.
- si la déformation est libre (contrainte nulle) alors la déformation est $\boldsymbol{\varepsilon}^{th}$.

Nous nous appuyons sur cette dernière affirmation pour mesurer les coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire.

Détaillons la démarche et les essais réalisés pour déterminer les coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire dans le plan. Cela revient à mesurer le coefficient de dilatation thermique dans le sens des fibres α_1 et dans le sens transversal aux fibres α_2 . Nous ne nous sommes pas intéressés au coefficient de dilatation thermique dans l'épaisseur du pli élémentaire.

1.1 Dispositif expérimental

Les essais ont été réalisés au laboratoire de Génie civil et Mécanique (GeM) de Nantes, dans une étuve régulée en température.



Figure 2.2 : Dispositif expérimental pour la mesure des dilatations thermiques du pli élémentaire

Le matériel utilisé pour la détermination des coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire est le suivant :

- 1 éprouvette de stratification $[0^\circ]_8$ (d'épaisseur nominale 2 millimètres)
- 1 éprouvette d'aluminium
- 3 thermocouples de type K
- 4 jauges uniaxiales d'extensométrie Vishay, référencées CEA-06-250UW-350 (taille de grille : 4,57mm), montées en quart de pont.
- 1 Spider 8 avec 4 voies d'acquisition
- 1 centrale d'acquisition pour thermocouples

Sur une face de l'éprouvette composite sont collées 3 jauges d'extensométrie. Les jauges sont collées à 0° , 90° , et 45° par rapport à l'axe longitudinal de l'éprouvette ce qui permet de recueillir finalement le coefficient de dilatation thermique dans le sens des fibres, dans le sens transverse et à 45° du sens des fibres dans le plan. Cette jauge à 45° permet de rectifier les erreurs de positionnement des deux premières.

Un thermocouple est collé sur cette même face de l'éprouvette, de façon à connaître la température en surface de l'éprouvette où sont relevées les déformations.

Une éprouvette en aluminium joue le rôle de l'éprouvette de référence, dont le coefficient de dilatation est bien connu sur l'échelle de température $20-100^\circ\text{C}$. Une jauge uniaxiale est collée sur l'éprouvette en aluminium ainsi qu'un thermocouple.

Un troisième thermocouple permet de mesurer la température ambiante dans l'étuve.

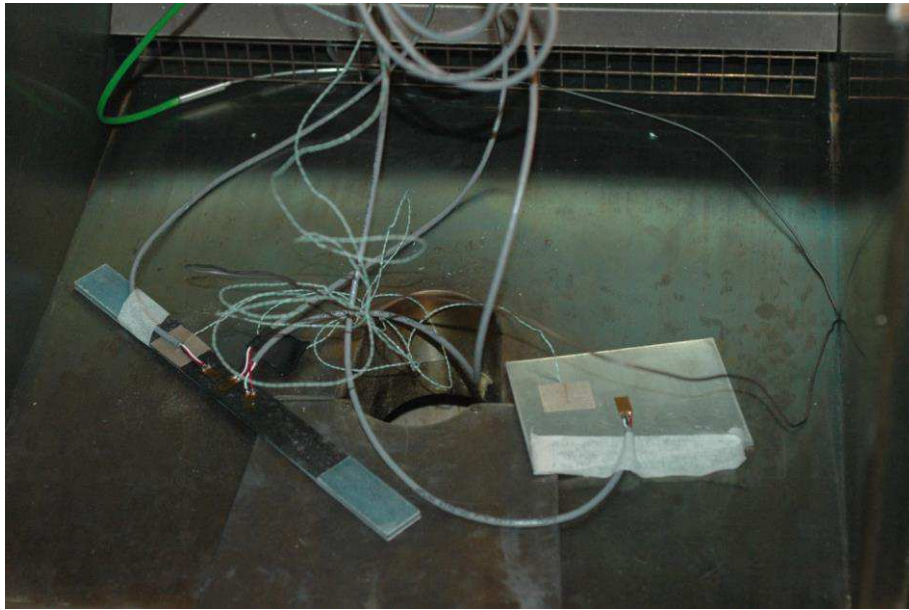


Figure 2.3 : Positionnement des différentes jauges sur l'éprouvette de stratification unidirectionnelle et l'éprouvette de référence en aluminium

Les éprouvettes sont placées dans une étuve. On effectue une montée en température de 20°C à 80°C par paliers de 10°C. Les paliers laissent le temps aux éprouvettes de se mettre au régime d'équilibre thermique. La durée des paliers est fixée à 30 minutes. Les déformations dans le plan et les températures de l'éprouvette et de l'ambiante sont enregistrées durant chacun des paliers en température.

La fréquence d'échantillonnage est fixée à 1 seconde.

Le calcul du nombre de Biot ($Bi = hL/\lambda \approx 2 \cdot 10^{-2} \ll 1$, h coefficient de transfert thermique par convection, L longueur caractéristique c'est-à-dire épaisseur de l'éprouvette, λ coefficient de conductivité thermique du composite dans l'épaisseur) permet d'affirmer que la température en surface de l'éprouvette est égale à la température à cœur (la température est uniforme dans l'épaisseur de l'éprouvette), ce qui entraîne que les déformations enregistrées par les jauges en surfaces sont égales aux déformations globales subies par le stratifié.

Nous n'avons pas effectué de post-cuisson de l'éprouvette stratifiée avant essai. Cependant, notre procédure d'analyse suppose que les éprouvettes de caractérisation sont exemptes de contraintes internes résiduelles, qui proviennent généralement de l'étape de cuisson du matériau.

1.2 Procédure d'analyse

Le stratifié unidirectionnel $[0]_8$ n'étant pas contraint, les déformations dans le plan s'expriment comme le produit des dilatations thermiques du stratifié par la variation de température (Équation 2.3).

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{xx}^{th} \\ \varepsilon_{yy}^{th} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xy}^{th} \end{pmatrix} = \Delta T \begin{pmatrix} \alpha_{xx} \\ \alpha_{yy} \\ 0 \end{pmatrix} \quad 2.3$$

avec ε_{xx}^{th} et α_{xx} respectivement la déformation et la dilatation thermique selon l'axe de l'éprouvette, ε_{yy}^{th} et α_{yy} respectivement la déformation et la dilatation dans le plan et perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette et $\sqrt{2}\varepsilon_{xy}^{th}$ la déformation en cisaillement plan.

Les déformations subies par le stratifié sont égales aux déformations subies par chacun des plis le constituant, exprimées dans le même repère. Ainsi, en utilisant la théorie des plaques stratifiées minces, nous pouvons écrire que les déformations du pli élémentaire dans son repère local sont égales à celles que l'on mesure avec les jauges sur le stratifié unidirectionnel $[0^\circ]_B$, que nous pouvons alors directement relier aux coefficients de dilatations thermiques du pli élémentaire (Équation 2.4).

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{xx}^{th} \\ \varepsilon_{yy}^{th} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xy}^{th} \end{pmatrix} = \Delta T \begin{pmatrix} \alpha_1 \\ \alpha_2 \\ 0 \end{pmatrix} \quad 2.4$$

$$\alpha_{xx} = \alpha_1$$

$$\alpha_{yy} = \alpha_2$$

Avant de débiter l'essai, la valeur de déformation indiquée par les jauges dépend à la fois de la température ambiante mais également des conditions de collage de la jauge. Les jauges enregistrent en effet à ce moment-là une déformation « totale ». La déformation thermique de l'éprouvette, induite par la variation de température ΔT , est égale à la différence entre la déformation totale initiale (à $T = T_a$) et la déformation totale à la température T (équation 2.5). En effet, les jauges sont collées à température ambiante.

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{xx}^{th}(T) \\ \varepsilon_{yy}^{th}(T) \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xy}^{th}(T) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx}(t, T) \\ \varepsilon_{yy}(t, T) \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xy}(t, T) \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx}(t=0, T=T_a) \\ \varepsilon_{yy}(t=0, T=T_a) \\ \sqrt{2}\varepsilon_{xy}(t=0, T=T_a) \end{pmatrix} \quad 2.5$$

$$= \Delta T \begin{pmatrix} \alpha_1(T) \\ \alpha_2(T) \\ 0 \end{pmatrix}$$

Les jauges Vishay employées sont des jauges spécifiques pour les matériaux métalliques. Le coefficient de dilatation de la grille de mesure est fourni par le constructeur et égal à $\alpha_{jauges} = 10,8 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. C'est une manière d'effectuer une compensation en température et de s'assurer de n'enregistrer que les déformations mécaniques.

Durant l'essai en température, les mesures des jauges collées sur l'éprouvette stratifiée sont affectées d'un biais lié à la dilatation des jauges elles-mêmes suivant le comportement thermoélastique des aciers et non du matériau de l'échantillon étudié.

Pour corriger ce biais, nous avons également enregistré la déformation d'une plaque en alliage d'aluminium dont l'évolution du coefficient de dilatation thermique avec la température est bien connue (entre 20°C et 100°C , $\alpha_{alu} = 23,8 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$). La déviation des valeurs de déformation avec la température a été déterminée en comparant les valeurs mesurées

(déformation brute enregistrée pour la plaque d'aluminium) et calculées (produit du coefficient de dilatation de l'aluminium par la variation de température), selon l'Équation 2.6 :

$$\delta(T_1 \rightarrow T_2) = \varepsilon_{alu}(T_2) - \varepsilon_{alu}(T_1) - (T_2 - T_1) * \alpha_{alu}(T_1 \rightarrow T_2) \quad 2.6$$

avec $\delta(T_1 \rightarrow T_2)$ la déviation des valeurs de jauges entre les températures T_1 et T_2 (déformation thermique de la jauge), $\varepsilon_{alu}(T_2)$ la déformation totale mesurée par la jauge à la température T_2 et $\varepsilon_{alu}(T_1)$ la déformation totale mesurée par la jauge à la température T_1 .

Les coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire ont été déterminés en soustrayant la déformation des jauges à la déformation totale mesurée pour le stratifié (Équations 2.7 et 2.8).

$$\alpha_1(T_1 \rightarrow T_2) = \frac{\varepsilon_{xx}(T_2) - \varepsilon_{xx}(T_1) - \delta(T_1 \rightarrow T_2)}{T_2 - T_1} \quad 2.7$$

$$\alpha_2(T_1 \rightarrow T_2) = \frac{\varepsilon_{yy}(T_2) - \varepsilon_{yy}(T_1) - \delta(T_1 \rightarrow T_2)}{T_2 - T_1} \quad 2.8$$

Dans ces équations, $\alpha_1(T_1 \rightarrow T_2)$ et $\alpha_2(T_1 \rightarrow T_2)$ sont les coefficients de dilatation thermique longitudinal et transversal du pli élémentaire entre les températures T_1 et T_2 , $\varepsilon_{xx}(T_2)$ et $\varepsilon_{yy}(T_2)$ les déformations dans l'axe et perpendiculairement à l'axe de l'éprouvette à la température T_2 et $\delta(T_1 \rightarrow T_2)$ la déformation thermique des jauges seules entre la température T_1 et T_2 calculée grâce à l'Équation 2.6.

L'incertitude de mesure $\Delta\delta(T_1 \rightarrow T_2)$ relative à la déviation $\delta(T_1 \rightarrow T_2)$ est calculée par l'Équation 2.9 détaillée ci-dessous.

$$\Delta\delta(T_1 \rightarrow T_2) = 2 * \Delta\varepsilon_{jauge} + 2 * \Delta T_{thermocouple} * \alpha_{alu}(T_1 \rightarrow T_2) \quad 2.9$$

Afin de calculer les incertitudes de mesures sur les valeurs des coefficients de dilatation thermique, il faut tout d'abord exprimer les coefficients $\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2)$ ($i = \{1,2\}$) comme un quotient d'une grandeur A sur une grandeur B (Équation 2.10).

$$\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2) = \frac{A}{B}$$

avec

$$A = \varepsilon_{jj}(T_2) - \varepsilon_{jj}(T_1) - \delta(T_1 \rightarrow T_2) \quad 2.10$$

$$B = T_2 - T_1$$

$$(i, j) = \{1, x\} \cup \{2, y\}$$

L'incertitude de mesure absolue $\Delta\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2)$ sur la valeur du coefficient de dilatation thermique $\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2)$ du pli élémentaire dans la direction i est ensuite calculée par les Équations 2.11 - 2.14. Dans ces équations, $\Delta\varepsilon_{jauge}$ désigne l'incertitude absolue sur la valeur

de déformation relevée par une jauge, $\Delta\delta$ désigne l'incertitude absolue sur la déviation, dont le calcul est explicité par l'Équation 2.9, et $\Delta T_{thermocouple}$ l'incertitude de mesure sur les valeurs de température relevées par un thermocouple.

$$\frac{\Delta\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2)}{\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2)} = \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A_i}\right)^2 + \left(\frac{\Delta B}{B}\right)^2} \quad 2.11$$

$$\frac{\Delta A}{A_i} = \frac{2 * \Delta\varepsilon_{jauge} + \Delta\delta}{\varepsilon_{ii}(T_2) - \varepsilon_{ii}(T_1) - \delta(T_1 \rightarrow T_2)} \quad 2.12$$

$$\frac{\Delta B}{B} = \frac{2 * \Delta T_{thermocouple}}{T_2 - T_1} \quad 2.13$$

$$\Delta\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2) = \frac{\Delta\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2)}{\alpha_i(T_1 \rightarrow T_2)} * \alpha_i(T_1 \rightarrow T_2) \quad 2.14$$

Le Tableau 7 suivant répertorie les diverses valeurs d'incertitudes absolues employées pour les calculs. Les incertitudes de mesures sur les valeurs de déformations et de température sont déduites respectivement des tolérances fournies par le constructeur pour les jauges et de la capacité d'enregistrement du boîtier d'acquisition des thermocouples.

Désignation	Valeur	Unité
$\Delta\varepsilon_{jauge}$	2.10^{-5}	SI
$\Delta T_{thermocouple}$	0,2	°C

Tableau 7 : Incertitudes absolues sur les mesures. Ces valeurs sont employées pour le calcul de l'incertitude sur la valeur des coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire

Lors du collage des jauges d'extensométrie sur le stratifié, un défaut d'alignement de la grille avec la direction de mesure souhaitée peut être introduit. Une illustration du phénomène est présentée en Figure 2.4. Sur cette figure, β désigne l'erreur entre un axe x de la base d'orthotropie du stratifié et l'axe x' de la grille de mesure de la jauge d'extensométrie. Cette erreur est difficile à évaluer, cependant une courte étude nous permet d'affirmer qu'un désalignement de 1° introduit une variation du coefficient de dilatation thermique dans la direction de mesure de $2,1.10^{-5}$.

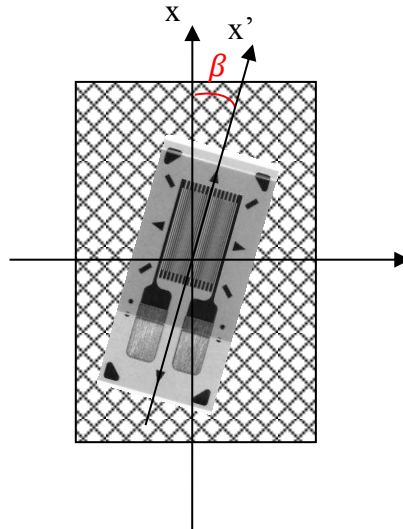


Figure 2.4 : Schématisation du défaut d'alignement de la grille des jauges avec la direction de mesure souhaitée

1.3 Résultats

La Figure 2.5 représente l'évolution des déformations thermiques du stratifié $[0^\circ]_8$ dans le sens longitudinal, transversal et à 45° dans le plan en fonction de la température ainsi que la déformation thermique de la jauge seule. Cette dernière est calculée à l'aide de la relation 2.6 présentée dans le paragraphe précédent à partir de la déformation du matériau référence qu'est l'alliage d'aluminium.

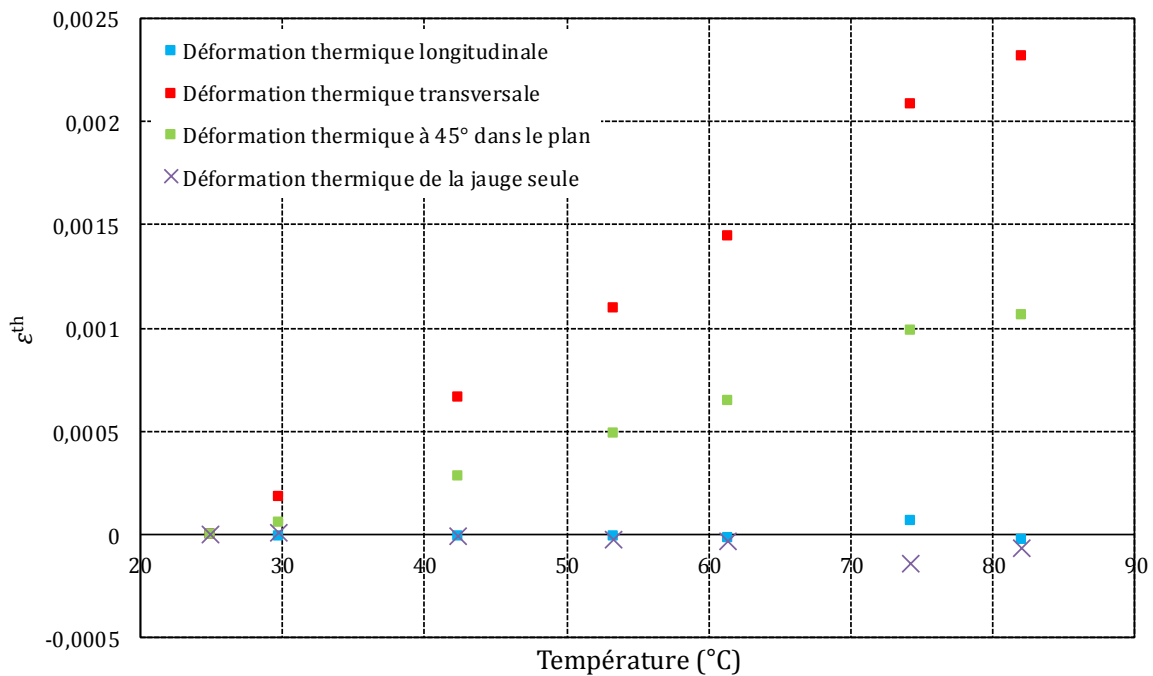


Figure 2.5 : Evolution des déformations thermiques du stratifié $[0^\circ]_8$ et de la jauge seule avec la température

Le coefficient de dilatation thermique moyen du pli élémentaire dans le sens des fibres est pratiquement nul ; nous avons relevé une valeur moyenne de $2,1 \cdot 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ entre 25 et 75°C. Le coefficient d'expansion thermique moyen du pli élémentaire dans le sens transverse (à 90° du sens des fibres) s'élève à $4,5 \cdot 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ entre 25 et 75°C.

Le coefficient de dilatation thermique moyen à 45° du sens des fibres dans le plan est à peu près égal à la moitié de la différence entre la valeur à 0° et la valeur à 90°, soit aux alentours de $1,9 \cdot 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ entre 25 et 75°C. Ce résultat permet de souligner la cohérence des valeurs relevées dans les deux directions principales du pli élémentaire.

Les légères discontinuités observées aux alentours de 80°C sont sans doute dues à une modification du comportement de la colle. En effet, le comportement de celle-ci est garanti jusqu'à 75°C uniquement.

1.4 Bilan

Dans cette première partie du chapitre 2, nous détaillons les essais expérimentaux mis en place dans le but de déterminer les coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire de fibres de carbone TR50 et résine époxy R367-2. Le Tableau 8 ci-dessous récapitule les valeurs expérimentales obtenues à partir de ces essais.

Désignation	Valeur moyenne ($^\circ\text{C}^{-1}$)	Incertitude absolue ($^\circ\text{C}^{-1}$)
$\alpha_1(25^\circ - 75^\circ)$	$2,1 \cdot 10^{-7}$	0,4
$\alpha_2(25^\circ - 75^\circ)$	$4,1 \cdot 10^{-5}$	1,7

Tableau 8 : Coefficients d'expansion thermique du pli élémentaire de TR50/R367-2. On remarquera que la valeur moyenne obtenue dans le sens longitudinal est de l'ordre de grandeur de l'erreur sur le positionnement angulaire.

A partir des coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire, nous sommes capables de calculer par homogénéisation les coefficients de dilatation thermique effectifs d'un stratifié, constitué de l'empilement de plusieurs plis élémentaires éventuellement orientés (Decolon, 2000).

2 Capacité calorifique du composite

Déterminer expérimentalement la capacité calorifique d'un matériau composite est assez complexe (Bailleul, et al., 1996; Thomas, et al., 2008). En effet, la répartition des flux de chaleur dans le composite est très hétérogène et ceci d'autant plus que les constituants de ce matériau possèdent des propriétés thermiques éloignées, ce qui est indéniablement le cas pour les composites stratifiés que nous étudions. Les fibres de carbone sont très conductrices et ont généralement des propriétés thermiques anisotropes (Kriz & Stinchcomb, 1979), tandis que la résine époxy est plutôt faiblement conductrice et isotrope d'un point de vue de ses propriétés thermiques.

Dans un premier temps, nous avons réalisé des mesures de capacité calorifique du composite à partir d'essais sur machine DSC en utilisant des échantillons de composite cuit. Deux sortes d'échantillons avaient été testées : un échantillon solide découpé directement dans un stratifié unidirectionnel cuit et un échantillon sous forme de poudre, réalisé après broyage manuel du stratifié. Dans ces deux cas, l'inconvénient majeur était que nous n'étions pas capables de quantifier le taux de fibre en masse contenu dans l'échantillon étudié.

Au vu de la disparité des résultats obtenus sur les échantillons composites, nous avons ensuite choisi de déterminer séparément la capacité thermique de la résine et celle des fibres. La capacité thermique de la résine seule a été déterminée à partir d'essais sur machine DSC en phase anisotherme tandis que la capacité thermique des fibres a été choisie égale à celle donnée par le fournisseur. La capacité calorifique du pli élémentaire a ensuite été calculée par homogénéisation en milieu périodique.

Cette partie présente les essais réalisés pour déterminer la capacité thermique de la résine en fonction de la température.

2.1 Homogénéisation des transferts thermiques dans les composites

Dans cette partie, nous rappelons la théorie des transferts thermiques en régime instationnaire dans un matériau composite à deux constituants. L'objectif est de faire le lien entre les champs de température et les flux de chaleur à l'échelle des constituants et ceux définis à l'échelle du pli élémentaire. Nous présentons le cas où le comportement des constituants est linéaire.

Pour obtenir une description macroscopique équivalente, nous utilisons la méthode des développements asymptotiques (Auriault, et al., 2009) et nous supposons le milieu périodique. Le contact est supposé parfait entre les phases du composite.

2.1.1 Quelques mots sur l'homogénéisation périodique

Cette méthode est largement utilisée pour des matériaux à microstructures parfaitement ordonnée, c'est-à-dire lorsqu'elle admet un schéma périodique répétitif.

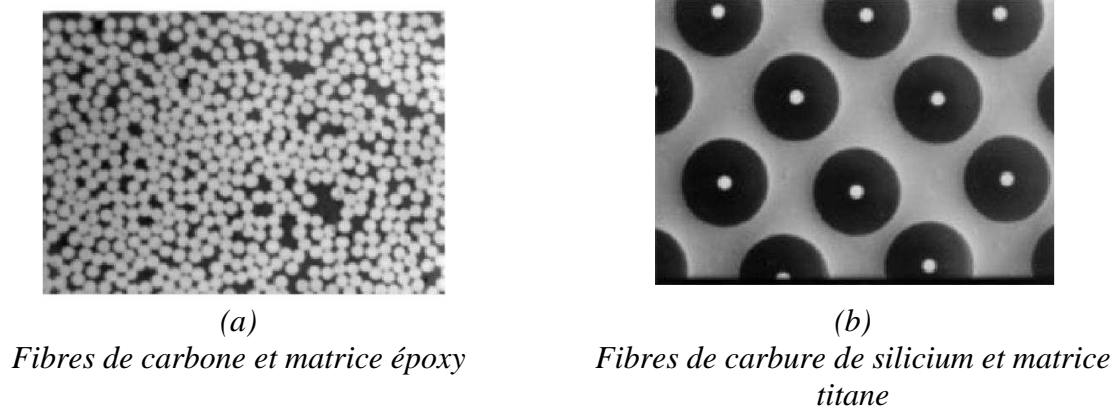


Figure 2.6 : Micrographies de composites (Herakovitch, 2012)

Pour les milieux hétérogènes périodiques, l'étude du comportement thermique du motif élémentaire appelé cellule élémentaire est suffisante pour connaître le comportement macroscopique homogénéisé. L'obtention des tenseurs de localisation passe par la résolution d'un ensemble de problèmes de conductivité correspondant à des chargements thermiques élémentaires sur la cellule élémentaire. Ce sont les conditions aux limites qui assurent la périodicité des champs de température et de déformation sur l'ensemble du matériau. Cette méthode permet d'obtenir l'expression exacte des tenseurs de localisation mais demande une résolution numérique. Ensuite, les tenseurs de localisation et d'influence sont obtenus par des moyennes successives sur les sous-volumes retenus dans la modélisation finale. La solution numérique devient vite coûteuse en temps pour un volume élémentaire avec un grand nombre de sous-volumes.

La méthode d'homogénéisation thermique périodique par éléments finis fournit de bons résultats lorsque la distribution des fibres est régulière, ce qui est le cas par exemple pour un composite silicium/titane, mais beaucoup moins lorsque la distribution des fibres dans la matrice est aléatoire (Figure 2.6). Dans ce cas, on utilise généralement des méthodes analytiques issues des problèmes d'homogénéisation pour milieux à microstructure aléatoire, dans lesquels la distribution des phases est assimilée à une représentation inclusionnaire (méthode de la distribution diluée, schéma auto-cohérent, modèle de Mori Tanaka) (Auriault, et al., 2009). Ces méthodes sont issues de la solution du problème de l'inclusion d'Eshelby. Elles se simplifient dans le cas de matériaux composites pour lesquels l'orientation et la géométrie des renforts est la même. La solution du problème d'homogénéisation fait alors intervenir deux sous-volumes seulement, chacun correspondant à une phase : la fibre est noyée dans un milieu infini dont les caractéristiques mécaniques dépendent de la méthode choisie. Le tenseur d'élasticité tridimensionnel du pli élémentaire est alors obtenu à partir des propriétés élastiques des constituants, de la fraction volumique de fibres et du tenseur d'Eshelby, qui dépend de la forme de l'inclusion et peut être explicité analytiquement dans certains cas (Stolz, 1998).

Dans les travaux suivants, nous avons choisi d'établir le comportement thermique effectif en régime instationnaire d'un pli élémentaire constitué d'une microstructure périodique.

2.1.2 Formulation du problème thermique instationnaire

Le matériau composite, constitué de fibre et de résine, est périodique de Volume Élémentaire Représentatif (VER) Ω , la résine occupant le volume Ω_r et les fibres le volume Ω_f . Leur interface est Γ . En régime instationnaire, l'équation de transfert thermique dans chacun des constituants $\alpha = r, f$ s'écrit comme l'Équation 2.15.

$$\text{div}_X(\lambda_\alpha \mathbf{grad}_X T_\alpha) = \rho_\alpha C_\alpha \frac{\partial T_\alpha}{\partial t} \quad 2.15$$

où X est la variable d'espace physique. Les conductivités sont supposées constantes et isotrope pour la résine $\lambda_r = \lambda_r \mathbf{I}$ et isotrope transverse pour les fibres λ_f . Dans la suite, on notera λ_f la conductivité des fibres dans le sens transverse. Les masses volumiques ρ_α et les capacités calorifiques massiques C_α seront aussi supposées constantes. En considérant des transferts thermiques en régime harmonique, avec une température de la forme $T_\alpha(X)e^{i\omega t}$ où T est fonction de la variable d'espace X seule, le problème 2.15 conduit au système suivant :

$$\begin{aligned} \text{div}_X(\lambda_r \mathbf{grad}_X T_r) &= \rho_r C_r i\omega T_r \quad \text{dans } \Omega_r \\ \text{div}_X(\lambda_f \mathbf{grad}_X T_f) &= \rho_f C_f i\omega T_f \quad \text{dans } \Omega_f \end{aligned} \quad 2.16$$

avec sur Γ (interface fibre/matrice) la continuité des températures et des flux normaux :

$$\begin{aligned} T_r - T_f &= 0 \quad \text{sur } \Gamma \\ (\lambda_f \mathbf{grad}_X T_f - \lambda_r \mathbf{grad}_X T_r) \cdot \mathbf{n} &= 0 \quad \text{sur } \Gamma \end{aligned} \quad 2.17$$

où \mathbf{n} est la normale unitaire extérieure à la résine.

2.1.3 Homogénéisation en milieu périodique

Nous utilisons maintenant une méthode basée sur les développements asymptotiques pour obtenir la description macroscopique (ou mésoscopique, puisque notre but est de déterminer les propriétés effectives du pli élémentaire à partir de celles de ses constituants) effective du comportement. On introduit des variables sans dimension $x^* = X/L_c$ et $y^* = X/l_c$ dans le système constitué des Équations 2.16 et 2.17. L_c représente une longueur caractéristique du volume de matériau considéré (macroscopique) et l_c une longueur caractéristique du VER (Figure 2.7).

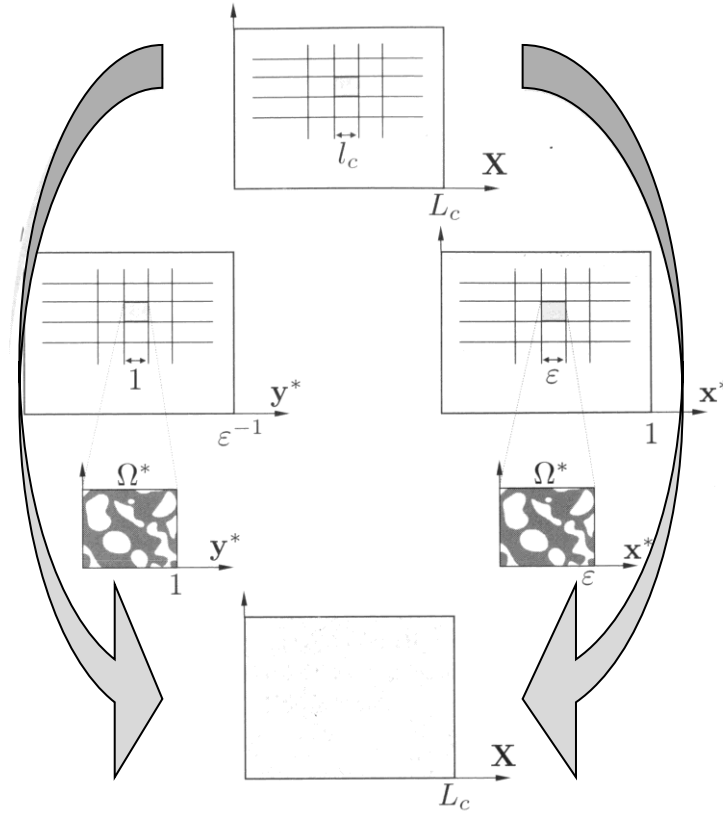


Figure 2.7 : Points de vue microscopique à gauche (normalisation avec l_c) et macroscopique à droite (normalisation avec L_c).

La description sous forme adimensionnelle s'écrit comme l'Équation 2.18.

$$\operatorname{div}_{x^*}(\lambda_r^* \mathbf{grad}_X T_r^*) = \rho_r^* C_r^* i \omega^* T_r^* \quad \text{dans } \Omega_r^* \quad 2.18$$

$$\operatorname{div}_{x^*}(\lambda_f^* \mathbf{grad}_X T_f^*) = \rho_f^* C_f^* i \omega^* T_f^* \quad \text{dans } \Omega_f^* \quad 2.19$$

$$T_r^* - T_f^* = 0 \quad \text{sur } \Gamma^* \quad 2.20$$

$$(\lambda_r^* \mathbf{grad}_{x^*} T_r^* - \lambda_f^* \mathbf{grad}_{x^*} T_f^*) \cdot \mathbf{n} = 0 \quad \text{sur } \Gamma^* \quad 2.21$$

Les inconnues T_r^* et T_f^* sont recherchées sous la forme suivante :

$$\begin{aligned} T_r^*(x^*, y^*) &= T_r^{*(0)}(x^*, y^*) + \varepsilon T_r^{*(1)}(x^*, y^*) + \varepsilon^2 T_r^{*(2)}(x^*, y^*) + \dots \\ T_f^*(x^*, y^*) &= T_f^{*(0)}(x^*, y^*) + \varepsilon T_f^{*(1)}(x^*, y^*) + \varepsilon^2 T_f^{*(2)}(x^*, y^*) + \dots \end{aligned} \quad 2.22$$

où les champs $T_\alpha^{*(i)}$ sont Ω^* -périodiques en y^* et avec $y^* = \varepsilon^{-1} x^*$. La méthode consiste à introduire ces développements dans le système 2.18-2.21 sans dimension et à identifier les puissances de ε . Ainsi, les Équations 2.18-2.19 à l'ordre ε^{-2} , 2.20 à l'ordre ε^0 et 2.21 à l'ordre ε^{-1} permettent d'établir le problème aux limites sur le VER pour les champs Ω^* -périodiques $T_r^{*(0)}$ et $T_f^{*(0)}$. Les Équations 2.18-2.19 à l'ordre ε^{-1} , 2.20 à l'ordre ε^1 et 2.21 à l'ordre ε^0 permettent d'établir le problème aux limites sur le VER pour les champs Ω^* -périodiques $T_r^{*(1)}$ et $T_f^{*(1)}$. Les Équations 2.18-2.19 à l'ordre ε^0 , 2.20 à l'ordre ε^2 et 2.21 à

l'ordre ε^1 permettent d'établir le problème aux limites sur le VER pour les champs Ω^* -périodiques $T_r^{*(2)}$ et $T_f^{*(2)}$.

A l'aide de l'ensemble de ces descriptions, on obtient la description macroscopique suivante (Auriault, et al., 2009).

$$\text{div}_{x^*}(\lambda^{eff*} \mathbf{grad}_{x^*} T^{*(0)}) = (\rho^* C^*)^{eff} i\omega^* T^{*(0)} \quad 2.23$$

Le comportement macroscopique (ici, il s'agit du comportement du pli élémentaire) est donné au premier ordre d'approximation par le comportement de $T^{*(0)}(x^*, y^*)$. Dans l'Équation 2.23, λ^{eff*} correspond au tenseur de conductivité thermique effective adimensionnel et le produit scalaire $(\rho^* C^*)^{eff}$ est défini par :

$$(\rho^* C^*)^{eff} = \langle \rho C \rangle = \frac{1}{|\Omega^*|} \left(\int_{\Omega_r^*} \rho_r^* C_r^* d\Omega^* + \int_{\Omega_f^*} \rho_f^* C_f^* d\Omega^* \right) \quad 2.24$$

En retournant aux variables dimensionnelles, le modèle macroscopique s'écrit :

$$\text{div}_x(\lambda^{eff} \mathbf{grad}_x T) = \langle \rho C \rangle \frac{\partial T}{\partial t} \quad 2.25$$

Les champs mésoscopiques sont définis comme la moyenne volumique de leurs homologues sur le VER où $\langle \rho C \rangle$ représente la moyenne de ρC sur le VER Ω . Pour obtenir la masse volumique effective ρ , le bon choix est de réaliser une moyenne volumique sur le VER Ω (Équation 2.26). Lorsque les propriétés sont constantes par phase, on écrit :

$$\langle \rho \rangle = \langle \rho(x) \rangle_\Omega = \frac{1}{\Omega} \int_\Omega \rho(x) dx = (1 - V_f) \rho_r + V_f \rho_f \quad 2.26$$

V_f : taux volumique de fibre à l'échelle macroscopique

De façon similaire, la capacité calorifique massique effective C_p est définie comme la moyenne massique de son homologue sur le VER (Équation 2.27).

$$\langle C_p \rangle = \langle C_p(x) \rangle_\Omega = \frac{1}{\Omega} \int_\Omega C_p(x) dx = (1 - M_f) C_{pr} + M_f C_{pf} \quad 2.27$$

M_f : taux massique de fibre à l'échelle macroscopique

Cette expression sera utilisée pour déterminer la capacité calorifique effective du pli élémentaire à partir de celle de la matrice et de la fibre, mesurées séparément.

2.2 Méthode de mesure de la capacité thermique par DSC

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est la méthode la plus commune pour mesurer la capacité calorifique d'un matériau. Un exemple du système de compensation de flux

présent dans les appareils de DSC est proposé en Figure 2.8. Celui-ci est composé d'un four dans lequel deux emplacements sont conçus pour déposer dans l'une la capsule de référence (vide) et dans l'autre la capsule contenant un échantillon du matériau d'étude. Les deux capsules sont identiques, ainsi la différence de flux de chaleur est uniquement due à l'échantillon.

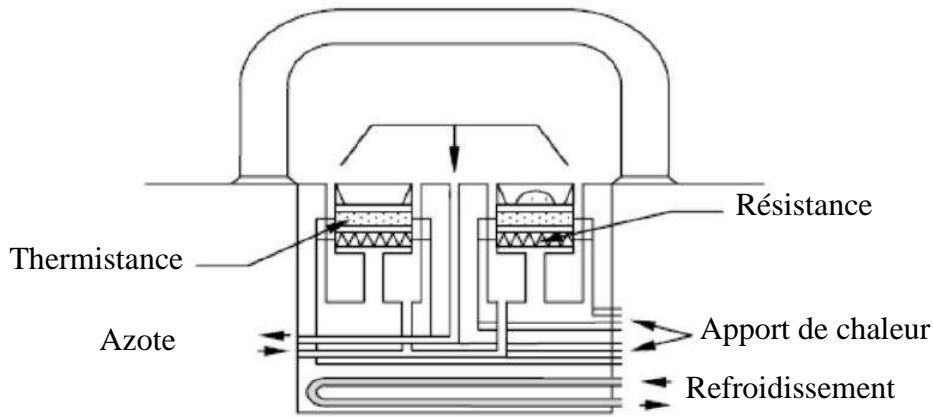


Figure 2.8 : Schéma du système interne d'un appareil de DSC

Chaque cellule de mesure est composée d'une résistance chauffante commandée par un système de contrôle et par une thermistance qui mesure la température à l'interface. Le principe de la DSC repose sur une compensation de puissance. La puissance délivrée est régulée de façon à ce que la température de la cellule de référence soit égale à celle de la cellule contenant le matériau d'étude. Le signal enregistré $\Phi(t)$ est proportionnel à la différence de chaleur fournie aux deux cellules (Bailleul, et al., 1996) (Thomas, 2008).

$$\Phi(t) \# \frac{dH}{dt} = a \frac{dQ}{dt} + F_0(T, \frac{dT}{dt}) \quad 2.28$$

où H est l'enthalpie de l'échantillon, F_0 est une fonction modélisant les pertes de chaleur, dépendante de la température et de la cinétique thermique imposée, et dQ/dt représente la quantité de chaleur fournie à l'échantillon. Ainsi,

$$\frac{dQ}{dt} = mc_p \frac{dT}{dt} \quad 2.29$$

Etant donné que l'échantillon suit un programme en température imposée, dT/dt est connue à un facteur multiplicateur a près. Une étape d'étalonnage de l'appareil DSC permet d'identifier a et F_0 .

Si l'échantillon est assez petit pour être considéré isotherme, et si aucune transformation de phase n'apparaît à la température considérée, la capacité calorifique de l'échantillon étudié est donnée par une forme très simple de l'équation de la chaleur (équation 2.30) (Bailleul, et al., 1996).

$$\Phi(t) = mc_p \frac{dT}{dt} \quad 2.30$$

On peut remarquer que la détermination de la capacité calorifique peut uniquement être obtenue pendant les phases de croissance ou décroissance de la température, c'est-à-dire en phases anisothermes.

La principale difficulté lors de la mesure de la capacité calorifique d'un matériau composite avec un appareil de DSC réside dans la taille de l'échantillon. Généralement, les échantillons employés sont petits (quelques milligrammes), ainsi il peut être difficile d'obtenir un échantillon représentatif du composite (en termes de fraction massique de fibre par exemple). Des appareils de DSC ont été améliorés pour supporter des échantillons de masses plus importantes (autour de 100 mg). Cependant, dans ce cas, la question de l'état de température isotherme de l'échantillon peut se poser.

2.3 Procédure et dispositif expérimental

Les essais ont été réalisés au Laboratoire de Thermocinétique de Nantes (LTN) sur une DSC TA Q200. La chaîne de mesure comprend l'appareil de DSC Q200 équipé de deux têtes de mesure (cellule), d'un module d'analyse constitué d'un ordinateur et d'un logiciel d'analyse, d'une microbalance et d'une imprimante.



Figure 2.9 : Machine de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) pour la détermination de la chaleur spécifique de la résine époxy

L'échantillon est scellé dans une capsule hermétique, la référence est une capsule vide. Les flux de chaleur exothermiques sont mesurés durant l'ensemble du cycle en température mais seules les montées et descentes en température seront utilisées pour mesurer la capacité calorifique de l'échantillon. En effet, l'échantillon servant à mesurer la capacité calorifique étant cuit, les périodes isothermes ne sont pas intéressantes puisqu'aucune transformation de phase n'est attendue (Garnier & Danes, 1994; McHugh, et al., 2010).

L'échantillon de résine est obtenu en grattant un morceau de préimprégné non cuit. L'échantillon de résine est ensuite pesé et suit un cycle en température identique au cycle de cuisson subi par le composite lors de sa mise en œuvre. Cette cuisson permet d'atteindre le niveau de réticulation maximal de la résine que l'on peut avoir dans les stratifiés testés. En réalité, la cinétique de réticulation de la résine dans le composite est influencée par la présence des fibres et par conséquent le taux de réticulation atteint en production industrielle peut être différent de celui observé pour un échantillon de résine pure.

Le même échantillon subit ensuite un cycle de température permettant de mesurer sa capacité calorifique ; ce cycle de température comprend une montée en température de 10°C à 50°C à la vitesse de 5°C/min, un palier isotherme à 50°C puis une redescente à 10°C à la vitesse de -5°C/min.

2.4 Mesure de la capacité calorifique de la résine seule

La Figure 2.10 rapporte le cycle de température effectué ainsi que la variation d'enthalpie enregistrée.

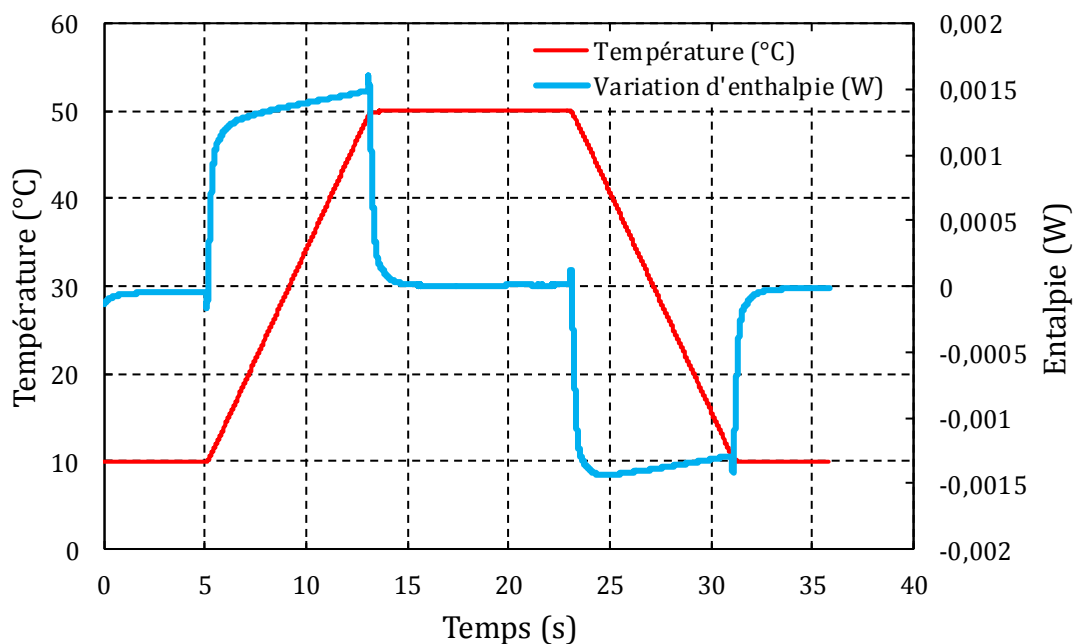


Figure 2.10 : Evolution de la variation d'enthalpie et de la température en fonction du temps

Sur la Figure 2.11 sont reportées les mesures de capacité calorifique en fonction de la température.

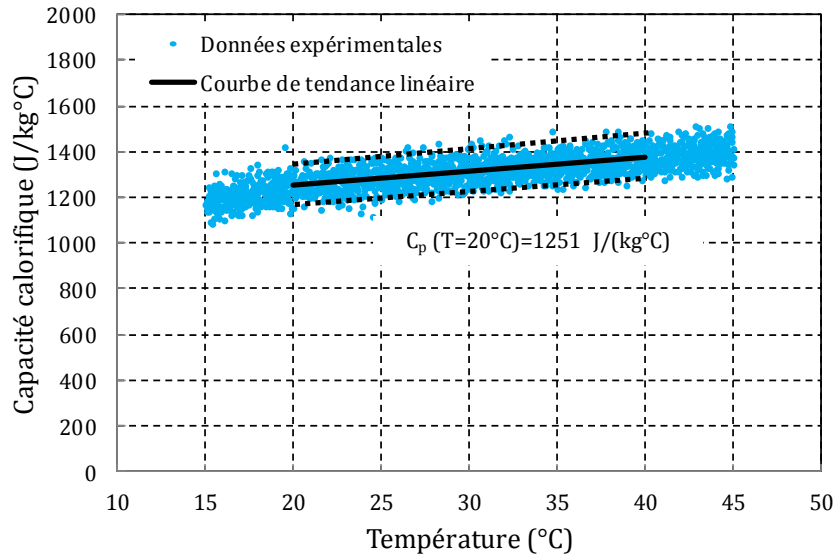


Figure 2.11 : Evolution de la capacité calorifique de la résine époxy R367-2 en fonction de la température

2.5 Bilan

Dans cette partie, nous avons détaillé l'approche expérimentale nous permettant d'estimer la capacité calorifique $c_{p,résine}(T)$ de la résine époxy R367-2 employée dans le pli élémentaire. Les mesures ont été effectuées par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sur un échantillon de résine cuit. L'échantillon, prélevé sur un pli élémentaire non cuit, a d'abord été soumis à un cycle de cuisson dans l'appareil de DSC identique au cycle industriel subi par le composite, afin d'atteindre un taux de réticulation que nous supposons identique à celui du composite cuit. Il a ensuite subi un second cycle en température durant lequel les flux de chaleur ont été enregistrés. L'évolution de la température et des flux échangés par les deux capsules de l'appareil de DSC ont permis enfin d'estimer la capacité calorifique de l'échantillon durant la phase non-isotherme. Les résultats montrent une dépendance de la capacité calorifique de la résine à la température.

La capacité calorifique massique du pli élémentaire (ou du composite) à la température T , $c_{p,composite}(T)$, est donnée par l'équation 2.31, issue de l'équation 2.27.

$$c_{p,composite}(T) = c_{p,fibre}(T) * M_f + c_{p,résine}(T) * (1 - M_f) \quad 2.31$$

Dans cette équation, $c_{p,fibre}(T)$ et $c_{p,résine}(T)$ représentent respectivement la capacité calorifique massique des fibres et la capacité calorifique massique de la résine à la température T et M_f le taux massique de fibres du pli élémentaire. Le Tableau 9 ci-dessous récapitule les valeurs de capacité calorifique de la résine seule, déterminée expérimentalement, des fibres et du pli élémentaire, déterminée par la loi des mélanges.

% de fibre en masse	M_f	62%
Capacité calorifique fibre	$c_{p,fibre}(T) (J.kg^{-1}.^{\circ}C^{-1})$	$c_{p,fibre}(T = 20^{\circ}C) = 740$ (constructeur)
Capacité calorifique résine	$c_{p,résine}(T) (J.kg^{-1}.^{\circ}C^{-1})$	$c_{p,résine}(T = 20^{\circ}C) = 1251$
Capacité calorifique du pli	$c_{p,pli}(T) (J.kg^{-1}.^{\circ}C^{-1})$	$c_{p,pli}(T = 20^{\circ}C) = 934$

Tableau 9 : Capacités calorifiques des constituants et du pli élémentaire de carbone TR50 et résine époxy R367-2. Aucune donnée constructeur n'est disponible pour la résine utilisée.

3 Conductivité thermique du pli élémentaire

L'objectif de cette partie est la caractérisation du tenseur des conductivités thermiques effectives du pli élémentaire isotrope transverse. Cette caractérisation nécessite de mesurer en premier lieu les conductivités à l'échelle macroscopique sur un stratifié afin de pouvoir ensuite, par homogénéisation inverse, en déduire les conductivités à l'échelle mésoscopique. L'échelle macroscopique est en effet celle d'observation expérimentale par excellence, celle la plus adaptée pour les mesures expérimentales dans le sens où les mécanismes physiques étudiés fluctuent selon une échelle spatiale très grande devant les hétérogénéités.

Un premier paragraphe rappelle l'écriture des tenseurs de conductivité du matériau homogénéisé aux échelles mésoscopique et macroscopique et la théorie de changement d'échelle largement employée dans cette partie. De façon classique, les propriétés de conductivité permettent de relier les flux de chaleur qui traversent un stratifié aux répartitions spatio-temporelles de température observées en son sein. Ce couplage est exprimé par une forme particulière de l'équation de la chaleur, l'équation de Fourier. Le dispositif expérimental employé pour déterminer les coefficients de conductivité de stratifiés orthotrope sera présenté dans le second paragraphe. Sous certaines hypothèses, connaissant les répartitions temporelles et spatiales de températures dans les stratifiés, il est possible de déterminer les coefficients de conductivité par une méthode de résolution inverse de l'équation de la chaleur. Le problème direct ainsi que le problème inverse en diffusion de la chaleur sont formulés dans le troisième paragraphe avant de détailler la résolution du problème inverse par une méthode de moindres carrés non linéaires fondée sur l'algorithme de Gauss-Newton. Cinq stratifiés différents sont testés et la résolution du problème thermique pour chaque essai permet d'évaluer les composantes du tenseur des conductivités thermiques d'un stratifié unidirectionnel. Les résultats de l'ensemble des essais sont présentés dans le quatrième paragraphe.

3.1 Homogénéisation des propriétés de conductivités thermiques

Nous nous sommes intéressés à déterminer le tenseur des conductivités thermiques effectives du pli élémentaire, que l'on peut exprimer comme par :

$$A_{(0123)}^{pli} = \begin{bmatrix} \lambda_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_{33} \end{bmatrix} \quad 2.32$$

avec λ_{11} et λ_{22} les conductivités dans le plan et λ_{33} la conductivité selon l'épaisseur du pli élémentaire. Ces notations suivent le système de coordonnées du pli élémentaire présenté dans la Figure 2.1. La direction (03) est considéré comme la direction transverse, c'est-à-dire la direction selon l'épaisseur du stratifié. Concernant les deux autres directions, (01) est la direction des fibres et (02) la direction transverse aux fibres dans le plan.

Classiquement, la conduction introduit une relation de proportionnalité entre le vecteur flux de chaleur \vec{q} et le gradient de température $\overrightarrow{grad} T$ sous la forme de l'équation de Fourier (Équation 2.33).

$$\vec{q} = -\Lambda_{(0123)}^{pli} \overrightarrow{grad} T; \vec{q} = \begin{cases} q_1 = \vec{q} \cdot \vec{x}_1 \\ q_2 = \vec{q} \cdot \vec{x}_2 \\ q_3 = \vec{q} \cdot \vec{x}_3 \end{cases}; \overrightarrow{grad} T = \begin{cases} \frac{\partial T}{\partial x_1} \\ \frac{\partial T}{\partial x_2} \\ \frac{\partial T}{\partial x_3} \end{cases} \quad 2.33$$

Les composantes du tenseur des conductivités du pli élémentaire ont été déduites de mesures effectuées sur plusieurs stratifications. La conductivité dans l'épaisseur du pli élémentaire λ_{33} a été déterminée en moyennant les résultats obtenus sur trois stratifications différentes. La conductivité thermique dans le sens des fibres λ_{11} a été déterminée à partir de mesures effectuées sur une stratification unidirectionnelle $[0^\circ]_{18}$. La conductivité thermique dans le sens transversal aux fibres dans le plan λ_{22} a été déterminée à partir de mesures effectuées sur une stratification unidirectionnelle $[90^\circ]_{18}$.

Pour les matériaux composites stratifiés, comme noté dans le chapitre 1, on distingue généralement trois échelles d'étude : l'échelle de la fibre, l'échelle du pli élémentaire et l'échelle du stratifié (ou de la structure). L'approche classique d'homogénéisation consiste à découper l'homogénéisation en deux étapes.

La première permet de déterminer les propriétés effectives du pli élémentaire à partir des propriétés de la matrice et de la fibre et de l'arrangement des fibres. Le tenseur des conductivités effectives du pli élémentaire dans son propre système de coordonnées peut s'écrire comme dans la relation 2.32. Généralement, on trouve dans la littérature que la conductivité transversale est égale à la conductivité dans l'épaisseur. Cela implique que la distribution des fibres dans le plan (Oyz) est homogène. Cependant, cette hypothèse doit être vérifiée. Pour la conductivité thermique effective du pli élémentaire dans la direction des fibres, la loi des mélanges est généralement utilisée et fournit de bons résultats.

Concernant la conductivité thermique effective du pli élémentaire selon les deux autres directions (c'est-à-dire λ_{22} et λ_{33}), l'estimation devient plus complexe, du fait de la forte dépendance de la solution à la répartition spatiale des composants. Une façon de traiter le problème est de borner la solution par Voigt et Reuss ou Hashin-Shtrikman (Auriault, et al., 2009) mais généralement ils sont trop basiques pour fournir de bons résultats. Les modèles analytiques reposant sur la notion d'inclusion (Maxwell, 1873) (Rayleigh, 1892) (Eshelby, 1957) fournissent généralement de bons résultats pour de faibles fractions volumiques de fibres, mais les modèles numériques construits sur l'homogénéisation périodique à partir de l'analyse d'images microstructurales restent beaucoup plus précis, puisqu'ils s'appuient sur l'arrangement réel des fibres (Figure 2.12).

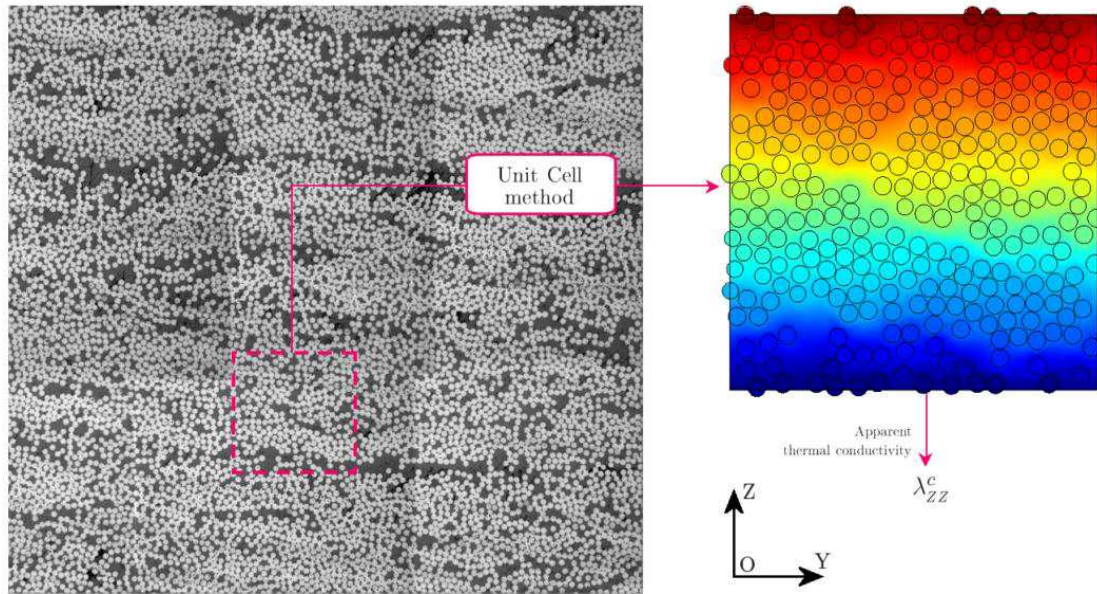


Figure 2.12 : Illustration de la « Unit Cell Method », méthode permettant de retrouver les propriétés de conductivités transverses d'un matériau hétérogène par la méthode des éléments finis à partir de la reconstruction d'un Volume Élémentaire Représentatif de la microstructure réelle (Thomas, 2008)

Notre but dans un premier temps étant de passer des propriétés de stratifiés aux propriétés du pli élémentaire, nous ne nous sommes pas intéressés à cette étape d'homogénéisation.

A partir des propriétés effectives du pli élémentaire, les propriétés thermiques du composite stratifié dans son ensemble sont estimées en utilisant un développement analytique basique. Il s'agit de la seconde étape d'homogénéisation. Le tenseur des conductivités thermiques du pli dans le système de coordonnées du composite (O, x, y, z) s'écrit :

$$\Lambda_{(Oxyz)}^{pli\ i} = \begin{bmatrix} \lambda_{xx,i} & \lambda_{xy,i} & 0 \\ \lambda_{xy,i} & \lambda_{yy,i} & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_{zz,i} \end{bmatrix} \quad 2.34$$

Il se calcule à partir du tenseur des conductivités effectives du $i^{\text{ème}}$ pli défini dans son propre système de coordonnées $(O, 1,2,3)$ et de θ_i son orientation (Équation 2.35).

$$\Lambda_{(Oxyz)}^{pli\ i} = \begin{bmatrix} \lambda_{11,i} \cos^2 \theta_i + \lambda_{22,i} \sin^2 \theta_i & (\lambda_{22,i} - \lambda_{11,i}) \cos \theta_i \sin \theta_i & 0 \\ (\lambda_{22,i} - \lambda_{11,i}) \cos \theta_i \sin \theta_i & \lambda_{22,i} \cos^2 \theta_i + \lambda_{11,i} \sin^2 \theta_i & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_{33,i} \end{bmatrix} \quad 2.35$$

Le tenseur des conductivités thermiques du composite est ensuite construit par analogie électrique (Kulkarni & Brady, 1997) (Équation 2.42).

$$\Lambda_{(Oxyz)}^{strat} = \begin{bmatrix} \frac{\sum_{i=1}^N e_i \lambda_{xx,i}}{\sum_{i=1}^N e_i} & \frac{\sum_{i=1}^N e_i \lambda_{xy,i}}{\sum_{i=1}^N e_i} & 0 \\ \frac{\sum_{i=1}^N e_i \lambda_{xy,i}}{\sum_{i=1}^N e_i} & \frac{\sum_{i=1}^N e_i \lambda_{yy,i}}{\sum_{i=1}^N e_i} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\sum_{i=1}^N e_i}{\sum_{i=1}^N (e_i / \lambda_{zz,i})} \end{bmatrix} \quad 2.36$$

lorsque le composite consiste en l'empilement de N plis d'épaisseur e_i .

Dans le paragraphe suivant, nous exposons le dispositif expérimental ainsi que la campagne d'essais réalisés pour déterminer les composantes du tenseur des conductivités effectives du pli élémentaire de carbone TR50 et résine époxy R367-2. Les essais sont réalisés sur plusieurs échantillons de stratifications différentes, les conductivités des stratifiés sont estimées par méthode inverse (Maillet, et al., 2010), puis les propriétés de conductivités du pli élémentaire sont déduites par la formule 2.36.

3.2 Dispositif expérimental et procédures

3.2.1 Dispositif expérimental

Les essais ont été réalisés au Laboratoire de Thermocinétique de Nantes (LTN) sur une machine développée par Matthieu Thomas (Thomas, 2008) (Figure 2.13).



Figure 2.13 : Dispositif expérimental pour la mesure des conductivités thermiques

Le dispositif expérimental consiste en deux éprouvettes cylindriques identiques du composite à étudier comprises entre deux plaques thermo-régulées. Deux thermocouples sont installés en surface de l'assemblage et un thermocouple au son sein, comme indiqué sur la Figure 2.14 ci-après. L'ensemble des thermocouples utilisés sont de type K (Chrome-Alumel/Aluminium-Alumel).

Une fine couche de pâte conductrice est appliquée entre les deux échantillons cylindriques dans le but d'assurer la continuité du flux de chaleur dans le composite. Théoriquement, on peut assimiler de cette façon les deux échantillons cylindriques à une unique éprouvette dont la température à cœur est connue par le biais du thermocouple central. L'alignement vertical des thermocouples dans l'assemblage permet de mesurer le gradient de température dans l'épaisseur du matériau.

Afin de diminuer les résistances de contact entre le matériau des plaques thermo-régulées et l'échantillon, on badigeonne également les interfaces de contact avec de la pâte conductrice.

Pour prévenir les pertes de chaleur latérales, de larges bandes de laine minérale sont installées sur le pourtour des échantillons.

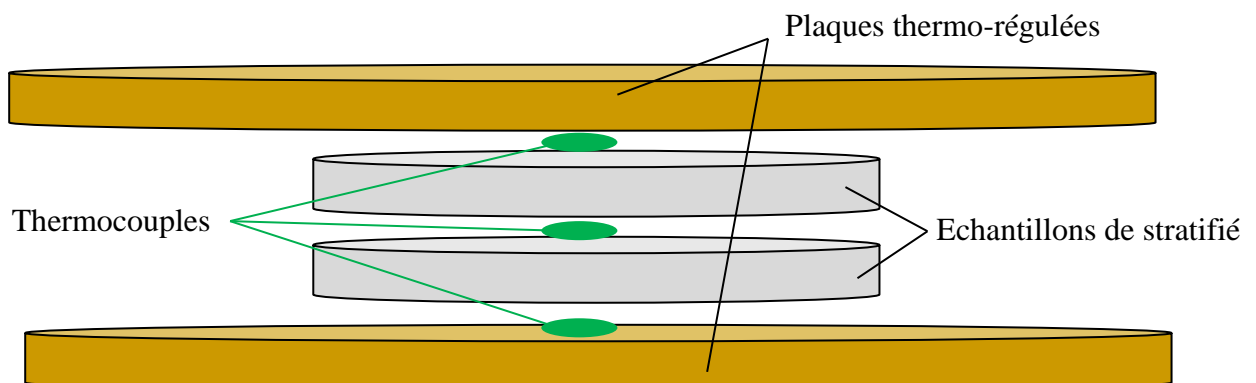


Figure 2.14 : Schéma du dispositif

Les thermocouples fournissent une variation de tension ΔU , qui est une fonction linéaire de la variation de température ΔT selon l'Équation 2.37.

$$\Delta T = k(\Delta U) \quad 2.37$$

Pour les thermocouples de type K, la fonction k est affine :

$$\begin{aligned} k(\Delta U) &= A * \Delta U + B \\ A &= 24600 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{V}^{-1} \\ B &= 0,388 \text{ } ^\circ\text{C} \end{aligned} \quad 2.38$$

où les coefficients A et B sont déterminés à partir d'abaques.

Le système d'acquisition employé est un multimètre Agilent 34401A équipé d'une carte 20 voies multiplexées. Il est relié à un ordinateur et l'acquisition est contrôlée par un logiciel Bench Link Data Logger.

Afin de pouvoir comparer les évolutions thermiques dans l'épaisseur de l'assemblage, il est nécessaire de connaître la température initiale au niveau des trois thermocouples et de maintenir cette température de référence $T_{réf}$ stable durant l'essai, dans le but de limiter les éventuelles dérives dans les mesures de température enregistrées par les thermocouples. Pour se faire, les extrémités des thermocouples sont reliées avec des fils de cuivre à un bloc massif d'aluminium. Ce bloc est installé dans une boîte isolée thermiquement et sous vide. La température interne de la boîte est mesurée par une sonde de platine (Pt 100) et utilisée comme température de référence $T_{réf}$. Ensuite, les mesures de tension permettent de déterminer les températures aux différents points de mesures (Équation 2.39).

$$T = k(\Delta U) + T_{réf} \quad 2.39$$

3.2.2 Procédures

Les expériences se déroulent par étapes successives :

- Usinage des échantillons cylindriques à partir d'une plaque composite de stratification choisie et fabrication des thermocouples.
- Disposition de pâte conductrice sur les faces des éprouvettes et sur les plaques chauffantes de la machine.
- Installation des thermocouples au centre des faces des éprouvettes et mise en place de l'assemblage composite entre les deux plaques thermo régulées. Connexion des thermocouples au système d'acquisition. Dès que les thermocouples indiquent un équilibre thermique du système, l'expérience peut commencer.
- A $t = 0$, le programme en température est lancé. Un flux de chaleur se dissipe dans le matériau et les évolutions de température selon l'épaisseur sont enregistrées par les thermocouples.
- A $t = t_{fin}$, l'acquisition des données s'arrête et celles-ci sont stockées dans un fichier résultat.
- Le fichier résultat est ensuite utilisé comme donnée d'entrée pour la détermination des propriétés thermiques effectives de l'éprouvette composite, grâce à une méthode inverse en conduction de la chaleur.

Le programme de température assigné aux plaques thermo-régulées est décrit dans le Tableau 10. Le choix de la cinétique thermique durant les phases de montée et descente en température a fait l'objet d'un compromis ; la chaleur dissipée ne doit pas être élevée afin d'éviter une élévation trop brutale de la température de l'échantillon. En effet, les estimations du coefficient de conductivité sont réalisées à la température de mesure expérimentale. Si la température augmente trop rapidement en raison d'un flux excitateur trop élevée, il n'est plus possible d'assurer que l'estimation soit réalisée à la température mesurée. De plus, si le flux excitateur est trop faible, l'augmentation de température mesurée par les thermocouples est

aussi faible. Le rapport signal sur bruit devient faible et l'erreur sur l'estimation devient par conséquent importante.

	Intitulé de l'étape	Durée	Température	Remarque
A	Maintien à température initiale	25 min	25°C	Le but de cette première étape est d'effectuer l'équilibre thermique du système.
B	Montée en température	Taux : 5°C/min	Temp. initiale : 25°C Temp. finale : 90°C	
C	Palier en température	20 min ou moins	90°C	
D	Descente en température	Jusqu'à retrouver 25°C	Temp. initiale : 90°C Temp. finale : 25°C	

Tableau 10 : Programme en température appliqué aux plaques chauffantes

La Figure 2.15 représente l'évolution des températures mesurées sur les faces inférieure, supérieure et au sein de l'assemblage composite dans le cas d'un essai sur stratifié $[0^\circ]_{18}$. On remarque quatre phases d'évolution de la température qui correspondent aux quatre étapes du programme de température suivi par les plaques chauffantes et détaillées dans le Tableau 10.

L'identification du coefficient de conductivité dans l'épaisseur des échantillons s'appuie sur la réponse thermique durant les phases de montée (B) et de descente en température (D). Cette double identification nous permet de vérifier la cohérence des résultats obtenus. L'intervalle de température pour lequel le coefficient de conductivité peut être estimé est délimité par ces deux phases.

Nous reviendrons en détail sur le calcul des coefficients de conductivité dans le paragraphe consacré au modèle de résolution du problème discrétisé de conduction de la chaleur.

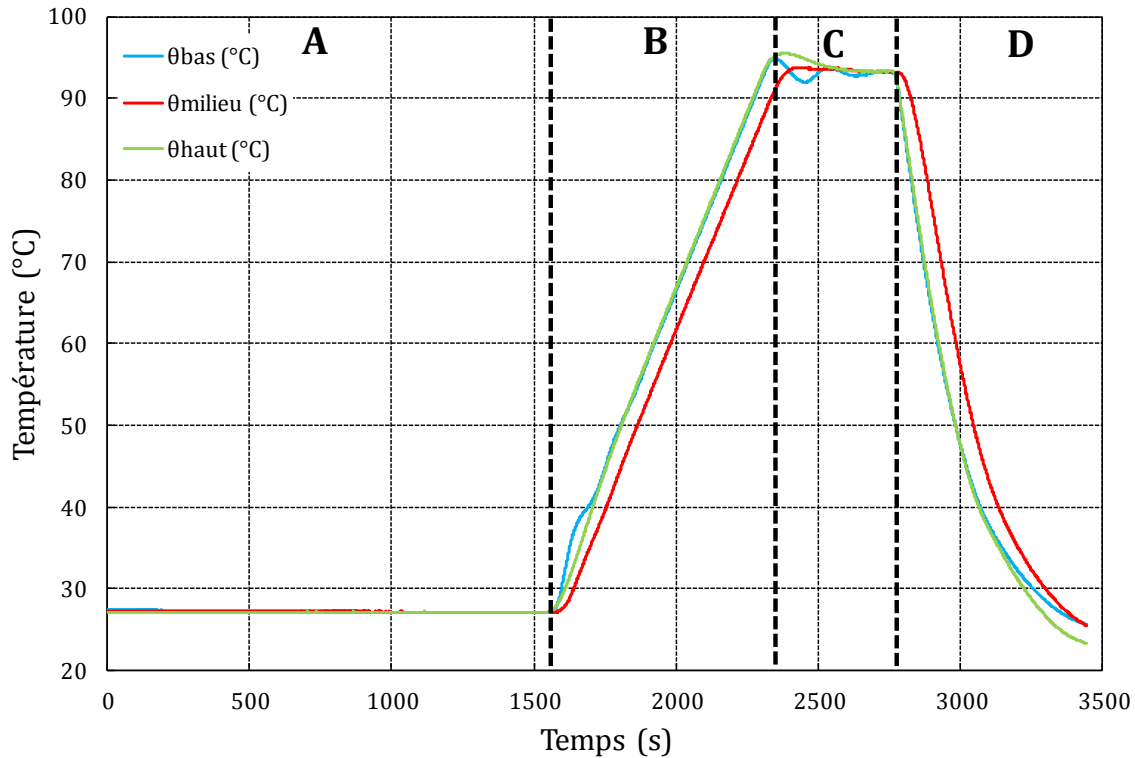


Figure 2.15 : Evolution des températures aux trois points de mesure dans le cas d'un essai sur stratifié $[0^\circ]_{18}$. Les tracés vert et bleu correspondent à l'évolution des températures en surface de l'assemblage composite. Le tracé rouge correspond à l'évolution de température relevée par le thermocouple au sein de l'assemblage.

Le Tableau 11 récapitule les propriétés physiques du matériau du pli élémentaire, utilisées pour l'étude.

Densité	ρ ($kg.m^{-3}$)	1521
Chaleur spécifique	c_p (T) ($J.kg^{-1}.^\circ C^{-1}$)	c_p (T = 20°C) = 934

Tableau 11 : Propriétés physiques du matériau nécessaires à la détermination des conductivités thermiques

L'objectif des essais est de déterminer le tenseur des conductivités thermiques du pli élémentaire de TR50/époxy orthotrope. Pour cela, des essais ont tout d'abord été menés sur deux stratifications différentes de façon à déterminer les conductivités dans le plan du pli élémentaire. Sa conductivité dans l'épaisseur a été obtenue en moyennant les résultats obtenus sur trois autres stratifications.

Pour chaque configuration d'essai, une méthode inverse est employée pour obtenir les coefficients de conductivité des composites testés. Le problème direct de conduction de la chaleur est résolu de manière approchée par le biais d'un modèle unidirectionnel. Pour chacune des stratifications testées, l'identification des coefficients de conductivités consiste à

minimiser le critère des moindres carrés fondé sur la différence entre les observations (températures mesurées) et les valeurs calculées (modèle) aux mêmes points.

3.2.3 Essais

Cinq essais sont réalisés sur le dispositif décrit précédemment. Pour l'ensemble des essais, la configuration du dispositif permet de mesurer les températures en trois points placés verticalement au centre de l'assemblage composite. Par conséquent, la résolution du problème direct de conduction de la chaleur (que l'on peut qualifier d'unidimensionnel, l'épaisseur des échantillons étant faible par rapport aux autres dimensions) nous permet d'accéder au coefficient de conductivité dans l'épaisseur de chacun des assemblages testés. Nous détaillerons la procédure d'estimation de ce paramètre dans le paragraphe suivant.

Comme détaillé dans le Tableau 13, trois essais ont été effectués respectivement sur une stratification quasi-isotrope $[(\pm 45/90/0)]_{4S}$, une stratification croisée $(\pm 45)_{18}$ et une stratification unidirectionnelle $[0^\circ]_{18}$ dans le but de mesurer le coefficient de conductivité selon l'épaisseur λ_{zz} de ces assemblages. Un essai a été effectué sur un assemblage d'échantillons de stratification $[0^\circ]_{18}$, permettant de mesurer le terme de conductivité thermique λ_{yy} du stratifié puis d'en déduire la conductivité thermique dans le sens transversal aux fibres du pli élémentaire λ_{22} . Un essai a été effectué sur un assemblage d'échantillons de stratification $[90^\circ]_{18}$, permettant enfin de mesurer le terme de conductivité thermique λ_{xx} du stratifié puis d'en déduire la conductivité thermique dans le sens longitudinal aux fibres du pli élémentaire λ_{11} .

Le Tableau 12 renseigne sur les dimensions des différents échantillons cylindriques utilisés pour l'identification du tenseur des conductivités du pli élémentaire. Le Tableau 13 récapitule les différents essais réalisés, la géométrie des éprouvettes, les termes mesurés ainsi que les coefficients de conductivités du pli élémentaire que les essais permettent respectivement d'estimer.

Stratifications	Nombre de plis élémentaires	Dimensions ($\pm 0,02 \cdot 10^{-3} \text{m}$)	Epaisseur de l'échantillon ($\pm 0,02 \cdot 10^{-3} \text{m}$)
$[0^\circ]_{18}$	18	$\emptyset = 120,00 \cdot 10^{-3}$	$5,80 \cdot 10^{-3}$
$(\pm 45)_9$	18	$\emptyset = 120,00 \cdot 10^{-3}$	$5,80 \cdot 10^{-3}$
$[(\pm 45/90/0)]_{4S}$	24	$\emptyset = 120,00 \cdot 10^{-3}$	$7,40 \cdot 10^{-3}$
$[0^\circ]_{18}$	18	$50,00 \cdot 10^{-3} * 120,00 \cdot 10^{-3}$	$6,23 \cdot 10^{-3}$
$[90^\circ]_{18}$	18	$50,00 \cdot 10^{-3} * 120,00 \cdot 10^{-3}$	$6,23 \cdot 10^{-3}$

Tableau 12 : Dimensions des échantillons des différentes stratifications testées

On remarquera particulièrement que les essais sur les assemblages d'échantillons de stratification unidirectionnelle s'affranchissent des problèmes de conductivités aux interfaces des plis (Tableau 13).

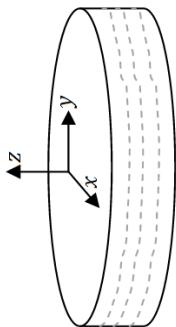
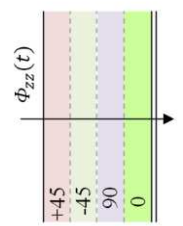
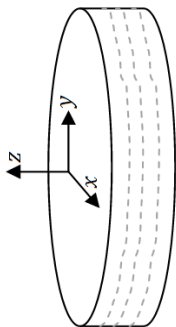
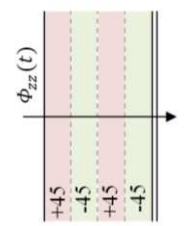

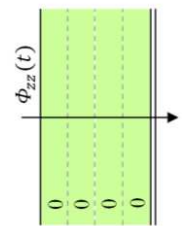
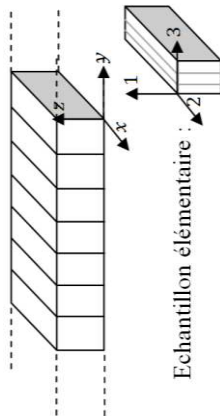
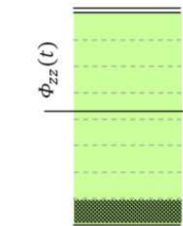
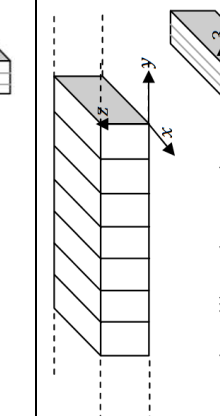
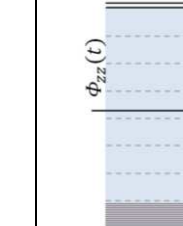
Stratification de base	Géométrie	Schéma de l'essai	Mesures à l'échelle du stratifié	Inconnues à l'échelle mésoscopique
$[\pm 45/90/0]_{4s}$ 24 plis			$\lambda_{zz}^c ([\pm 45/90/0]_s)$	λ_{33}^{pli}
$(\pm 45)_9$ 18 plis			$\lambda_{zz}^c ([\pm 45]_S)$	λ_{33}^{pli}
$[0^\circ]_{18}$ 18 plis			$\lambda_{zz}^c ([0^\circ]_{18})$	λ_{33}^{pli}
$[0^\circ]_{18}$ 18 plis	 <p>Echantillon élémentaire :</p>		$\lambda_{yy}^c ([0^\circ]_{18})$	λ_{22}^{pli}
$[90^\circ]_{18}$ 18 plis	 <p>Echantillon élémentaire :</p>		$\lambda_{yy}^c ([90^\circ]_{18})$	λ_{11}^{pli}

Tableau 13 : Configuration des différents essais, schéma du flux thermique dans l'épaisseur et coefficients de conductivité thermique estimés à l'échelle du stratifié et du pli élémentaire

3.3 Théorie

L'objectif est de présenter les équations du modèle unidimensionnel de thermique permettant de déterminer les composantes du tenseur des conductivités. Les conductivités sont déterminées expérimentalement à partir d'essais présentés dans le Tableau 13.

3.3.1 Formulation du problème direct

La configuration des essais introduit un problème direct de conduction de la chaleur sans terme source. La Figure 2.16 représente l'assemblage composite dans la direction z excité sur sa face $z = 0$ par un flux de chaleur de densité $q_1 (W.m^{-2})$ et sur sa face $z = 2e$ par un flux de chaleur de densité $q_2 (W.m^{-2})$ à l'instant initial $t = 0$. Deux thermocouples sont implantés en surface de l'assemblage composite et un troisième est implanté à une profondeur e . Ils délivrent respectivement les signaux $T_1(t)$, $T_2(t)$ et $T(t)$. A partir de l'instant initial, un champ de température transitoire $T(z, t)$ se développe dans l'assemblage composite.

L'épaisseur des échantillons composites étant faible devant leur diamètre, il est possible de simplifier le système en le ramenant à un problème de transfert thermique unidimensionnel.

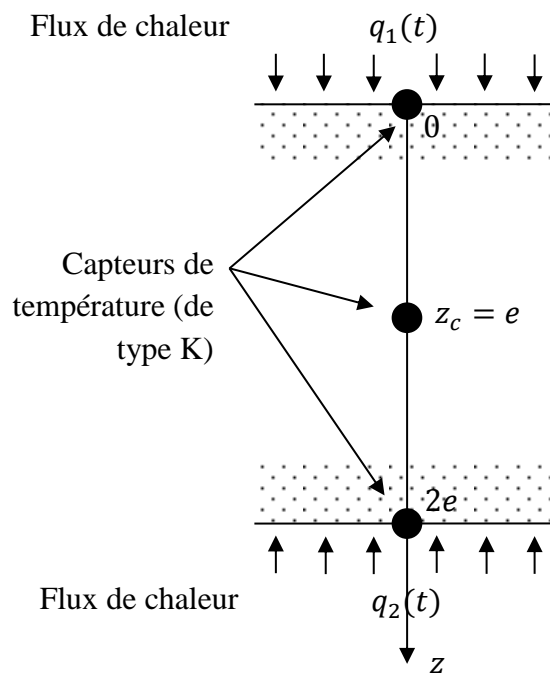


Figure 2.16 : Représentation de la configuration d'essai

Les signaux délivrés par les capteurs en surface, $T_1(t)$ et $T_2(t)$, constituent les données d'entrée du système thermique. Le signal théorique du capteur situé au sein de l'assemblage $T(t)$ correspond à la réponse du matériau à l'excitation. L'équation de bilan (équation de la chaleur) constitue ici une représentation interne du problème direct qui permet de calculer la réponse du système à partir de l'excitation. Le champ de température $T(z, t)$ est solution de l'équation de la chaleur et des conditions limites et initiales associées (Équation 2.40).

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial^2(\lambda_{zz}(T) * T)}{\partial z^2}, \quad 0 < z < 2e, \quad 0 < t < t_f$$

$$\begin{cases} T(z = 0, t_n) = T_{thermocouple \ n^{\circ 1}} \\ T(z = 2e, t_n) = T_{thermocouple \ n^{\circ 3}} \end{cases}, \quad 0 < t < t_f$$
2.40

Nous voyons que la sortie théorique du modèle dépend des propriétés thermophysiques de l'assemblage (la capacité calorifique c_p et le coefficient de conductivité λ_{zz} dans la direction z) et de la position du capteur z_c . La capacité calorifique c_p a été identifiée dans la partie précédente (Tableau 9). Le seul paramètre qui nous est inconnu est le coefficient de conductivité $\lambda_{zz}(T)$. Il est possible de regrouper ce paramètre dans un vecteur paramètre particulier $[\lambda]$, qui s'exprime comme l'Équation 2.41 dans le cas où nous introduisons une dépendance de la conductivité à la température et que le paramètre est calculée en trois températures.

$$[\lambda] = [\lambda_{zz}^{T_1} \quad \lambda_{zz}^{T_2} \quad \lambda_{zz}^{T_3}]^T$$
2.41

Dans l'équation 2.41, la composante $\lambda_{zz}^{T_1}$ du vecteur à déterminer λ correspond à la conductivité dans l'épaisseur du stratifié exprimée à la température T_1 . Cette notation va être utile par la suite, lors de l'inversion.

La résolution du problème (simulation) consiste à déterminer la sortie du modèle $T(t)$ pour t appartenant à l'intervalle $[t_0, t_f]$ connaissant les données $\{\lambda, T_1(t), T_2(t)\}$. Cela constitue le problème dit « directe ». Cette démarche respecte la relation de causalité : la cause $\{T_1(t), T_2(t)\}$ précède la conséquence $T(t)$.

Dans notre cas d'étude, sources et réponse en température sont connues car mesurées et c'est un des paramètres structuraux du modèle thermique représentant le transfert, la conductivité thermique, que nous cherchons à estimer. Il s'agit d'un problème inverse. Afin de calculer l'inconnue du problème, l'équation de la chaleur 2.40 est résolue numériquement pour chaque configuration d'essai décrite dans le Tableau 13. Lorsque la conductivité est supposée indépendante de la température, l'équation 2.40 peut être simplifiée et résolu par différences finies en utilisant un critère de minimisation des moindres carrés ; cette écriture est détaillée dans le paragraphe suivant. Toutefois, sans hypothèse, le problème inverse peut être résolu en employant un algorithme de Gauss-Newton ; cette démarche est détaillée dans le paragraphe 3.3.3 en page 115). L'approche simplifiée (basée sur l'indépendance de la conductivité à la température) fournit de très bons résultats pour un temps d'exploitation très court. Dans notre cas, où la conductivité globale du stratifié est largement guidée par le comportement thermique des fibres de carbone, l'approche simplifiée est donc suffisante.

3.3.2 Résolution par différences finies

Le modèle thermique est résolu après discrétisation spatio-temporelle de l'Équation 2.40. Nous utilisons un schéma explicite centré. Le maillage spatial est une ligne à trois nœuds et deux éléments de longueur e . L'intervalle de temps $[0, t_f]$ est divisé en N intervalles de temps Δt tels que $t_f = N * \Delta t$.

En posant $z_i = i * e$ et $t_n = n * \Delta t$, le problème aux dérivées partielles peut être réécrit au point (z_i, t_n) avec $0 < i < 2$ et $n > 0$.

$$\left(\frac{\partial T}{\partial t} - \frac{\lambda_{zz}}{\rho c_p} * \left(\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) \right) (z_i, t_n) = f(z_i, t_n) \quad 2.42$$

On remplace $\frac{\partial T}{\partial t}$ et $\frac{\partial^2 T}{\partial z^2}$ par des quotients différentiels faisant intervenir les valeurs de T aux points z_i et aux instants t_n (Équation 2.42).

$$\begin{aligned} \frac{\partial T(z_i, t_n)}{\partial t} &= \frac{T(z_i, t_{n+1}) - T(z_i, t_n)}{\Delta t} + o(\Delta t) \\ \frac{\partial^2 T(z_i, t_n)}{\partial z^2} &= \frac{T(z_{i+1}, t_n) - 2T(z_i, t_n) + T(z_{i-1}, t_n)}{e^2} + o(e^2) \end{aligned} \quad 2.43$$

A partir de l'expression discrétisée des dérivées partielles, on obtient le problème discrétisé (Équation 2.44).

$$\begin{aligned} \frac{T(z_i, t_{n+1}) - T(z_i, t_n)}{\Delta t} - \frac{\lambda_{zz}}{\rho c_p} * \frac{T(z_{i+1}, t_n) - 2T(z_i, t_n) + T(z_{i-1}, t_n)}{e^2} &= 0 \\ \begin{cases} T(z = 0, t_n) = T \\ T(z = 2e, t_n) = T \end{cases}, & 0 < t < t_f \end{aligned} \quad 2.44$$

Le pas de temps Δt est choisi suffisamment petit pour que la stabilité de ce modèle soit assurée.

3.3.3 Description de la méthode inverse

L'identification de la conductivité thermique (dépendante du temps) repose sur l'algorithme de Gauss-Newton. Cet algorithme est une méthode de résolution des problèmes de moindres carrés non linéaires (Maillet, et al., 2010).

On considère n_s le nombre de mesures relevées par le thermocouple central (n_s est au minimum égal à la fréquence d'échantillonnage), sujettes à des erreurs de mesures rangées dans un vecteur ε . Le vecteur température T dans lequel sont rangées les mesures peut s'exprimer comme dans l'Équation 2.45.

$$T = T_{\text{modèle}}(\lambda^*) + \varepsilon \quad 2.45$$

Dans cette équation, $T_{\text{modèle}}(\lambda)$ est supposée exact et λ^* est la valeur exacte mais inconnue du vecteur paramètre λ . Le problème d'estimation consiste à estimer au maximum n_s paramètres du vecteur λ à partir de ces n_s mesures. Comme il existe une erreur ε sur T , il en est de même pour λ qui est différent de λ^* .

L'estimation de $[\lambda]$ consiste alors à minimiser le critère des moindres carrés (Équation 2.46).

$$J(\lambda) = \|T - T_{\text{modèle}}(\lambda)\|^2$$

$$\text{Ecriture matricielle : } J(\lambda) = (T - T_{\text{modèle}}(\lambda))^t (T - T_{\text{modèle}}(\lambda)) \quad 2.46$$

La solution du modèle $T_{\text{modèle}}(\lambda)$ n'étant pas linéaire en fonction de λ , le minimum $\hat{\lambda} = \text{argmin } J(\lambda)$ peut être calculé de manière itérative en utilisant une méthode inverse. Pour ces travaux, l'algorithme de Gauss Newton est employé à cet effet. Cette procédure itérative est décrite dans (Levenberg, 1944) (Beck & Marnoldorlet, 1977). A chaque itération, le nouveau vecteur paramètre $\lambda^{(k+1)}$ est calculé en ajoutant une variation à $\lambda^{(k)}$ (Équation 2.47).

$$d\lambda^{(k)} = (S^{(k)t} S^{(k)})^{-1} S^{(k)t} (T - T_{\text{modèle}}(\lambda^{(k)})) \quad 2.47$$

L'estimation du paramètre nécessite de connaître la différence entre la température expérimentale T_s et le modèle simulé $T_{s,\text{modèle}}(\lambda^{(k)})$, et la sensibilité au paramètre $S_s^{(k)}$. La Figure 2.17 schématise le principe de l'estimation. Tant que la valeur des résidus (différences entre les températures calculées et les températures mesurées expérimentalement) est supérieure au bruit de mesure σ_N , le processus itératif continue. A chaque itération, les températures ainsi que les sensibilités sont calculées.

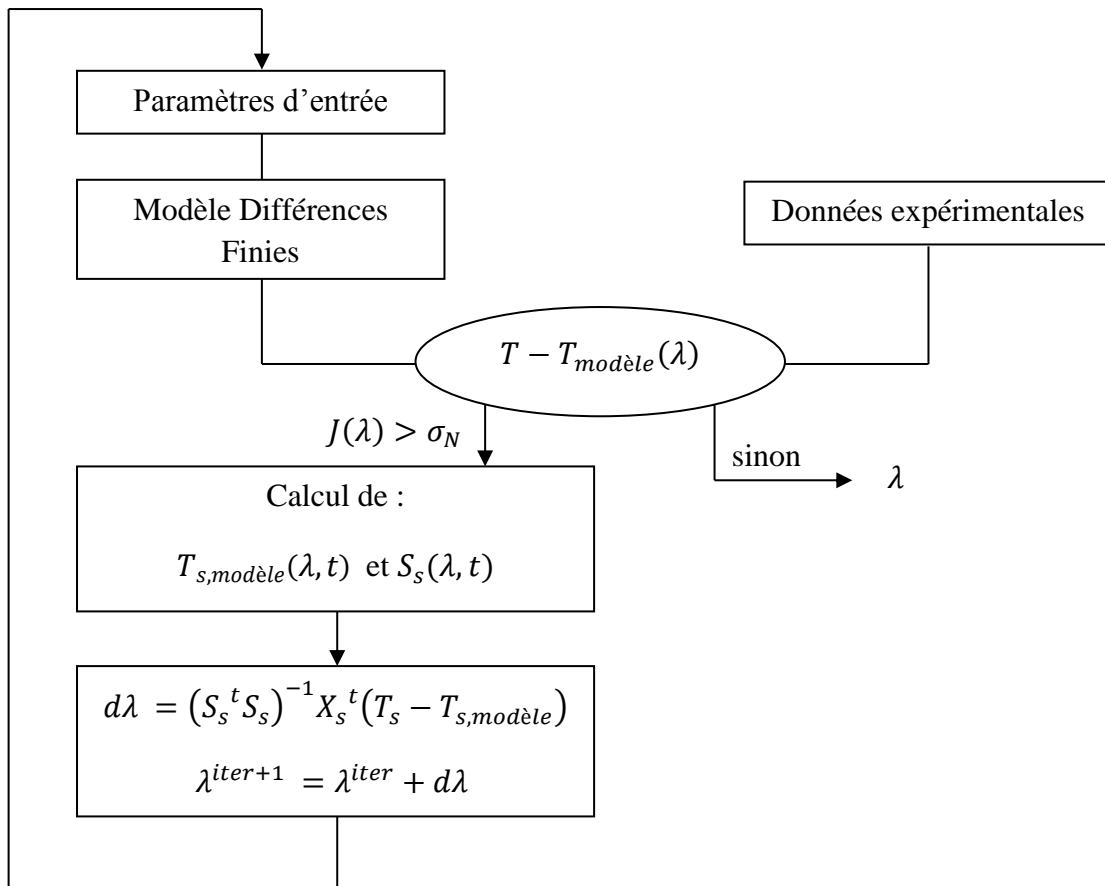


Figure 2.17 : Algorithme de Gauss-Newton (Thomas, 2008)

Dans notre cas, on cherche à estimer le vecteur des conductivités $[\lambda] = [\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_m]^T$ qui comprendra en fonction des essais 9 voire 12 composantes, associées aux températures rangées dans un vecteur des températures $[T] = [T_1, T_2, \dots, T_m]^T$.

3.3.4 Etude de la sensibilité

Nous avons également réalisé une analyse de la sensibilité des mesures de températures aux paramètres qui doivent être estimés. Cette analyse permet de déterminer si une minimisation de la fonction critère (Équation 2.46) est possible. Les indices de sensibilité $S_j(\lambda_j)$ sont donnés dans l'Équation 2.48. Ils sont définis comme la dérivée première de la température au point de mesure du capteur en fonction de chaque paramètre. Leur étude revient à analyser l'effet d'une petite perturbation $\delta\lambda_j$ sur le champ de température.

$$S_j(\lambda_j) = \frac{\partial T(z = e, t; \lambda_j)}{\partial \lambda_j} = \lim_{\delta\lambda_j \rightarrow 0} \frac{T(z = e, t; \lambda_j + \delta\lambda_j) - T(z = e, t; \lambda_j)}{\delta\lambda_j} \quad 2.48$$

La matrice des sensibilités est définie par :

$$S(\lambda^{(k)}) = \begin{bmatrix} S(z = e, t_1, \lambda_1^{(k)}) & \dots & S(z = e, t_1, \lambda_m^{(k)}) \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ S(z = e, t_{NF}, \lambda_1^{(k)}) & \dots & S(z = e, t_{NF}, \lambda_m^{(k)}) \end{bmatrix} \quad 2.49$$

Cette matrice doit être inversée à chaque itération de l'algorithme d'inversion. Par conséquent, les paramètres ne peuvent être estimés que si leurs sensibilités sont linéairement indépendantes. Une façon d'évaluer la corrélation est de tracer simplement les coefficients de sensibilité les uns en fonction des autres. Cependant, ces tracés sont souvent non concluants et il est habituel de s'intéresser plutôt aux coefficients de corrélation, $C(\lambda_i, \lambda_j)$, définis par l'Équation 2.50 tirée des travaux de (Van Walpole & Myers, 1993) :

$$C(\lambda_i, \lambda_j) = \frac{Cov(\lambda)}{\sqrt{var(\lambda_i)var(\lambda_j)}} \quad 2.50$$

avec

$$Cov(\lambda) = \begin{bmatrix} var(\lambda_1) & Cov(\lambda_1, \lambda_2) & \dots & Cov(\lambda_1, \lambda_m) \\ Cov(\lambda_2, \lambda_1) & var(\lambda_2) & \dots & Cov(\lambda_2, \lambda_m) \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ Cov(\lambda_m, \lambda_1) & Cov(\lambda_m, \lambda_2) & \dots & var(\lambda_m) \end{bmatrix} = \sigma_N^2 (S^T S)^{-1} \quad 2.51$$

où σ_N est l'écart type du bruit de mesure supposé blanc. La matrice C est symétrique et ses termes diagonaux sont égaux à 1 (en effet, chaque paramètre est entièrement corrélé à lui-même), les termes non-diagonaux ont des valeurs comprises entre -1 et 1. Plus les paramètres (λ_i, λ_j) sont corrélés, plus les termes $\|C(\lambda_i, \lambda_j)\|$ se rapprochent de la valeur 1. Pourtant, en raison du fait que les paramètres ne sont jamais entièrement corrélés les uns aux autres, la

somme des erreurs quadratiques S admet un minimum unique et par conséquent il existe un vecteur paramètre solution unique.

Il est également intéressant de déterminer l'erreur relative pour chaque paramètre λ_j (Équation 2.52).

$$re(\lambda_j) = \frac{\sigma_N}{\lambda_j} \sqrt{diag_j(S^t S)^{-1}} \quad 2.52$$

La méthode présentée permet de déterminer l'évolution de la conductivité avec la température.

3.4 Résultats

Dans cette partie sont présentés les résultats des essais réalisés sur plusieurs stratifications différentes du pli élémentaire dans le but d'estimer les composantes du tenseur des conductivités effectives du pli élémentaire en fonction de la température.

3.4.1 Estimation de la conductivité thermique dans la direction transverse aux fibres λ_{22}^{pli}

La conductivité thermique effective dans la direction transverse aux fibres du pli élémentaire λ_{22}^{pli} a été déduite après identification de la conductivité thermique dans l'épaisseur d'un assemblage particulier d'éléments de stratification $[0]_{18}$. L'assemblage composite testé est détaillé dans le Tableau 13.

L'estimation de la conductivité thermique dans l'épaisseur λ_{zz}^{strat} de cet assemblage particulier a consisté à résoudre l'Équation 2.40 sur les phases de montée et de descente en température de l'échantillon, phases (B) et (D) visibles schématiquement sur la Figure 2.15. Nous avons ainsi obtenu une double estimation du coefficient de conductivité en fonction de la température, mais nous verrons par la suite que l'estimation effectuée en phase de descente en température n'est pas fiable.

Le Tableau 14 et le Tableau 15 exposent les valeurs de conductivité thermique dans l'épaisseur pour l'assemblage particulier de stratification $[0]_{18}$ tiré du problème d'estimation de paramètre résolu en phase de montée et en phase de descente en température. L'erreur relative pour chaque paramètre est également fournie. Elle est déduite pour chaque paramètre à partir de l'Équation 2.52.

T_i (°C)	λ_i (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	$\lambda_i \text{ re}(\lambda_i)$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
28	1,01E+00	7,96E-02
33	9,80E-01	3,03E-02
40	9,76E-01	1,97E-02
50	9,83E-01	1,71E-02
60	9,85E-01	1,68E-02
70	9,93E-01	1,68E-02
80	1,00E+00	1,67E-02
90	1,02E+00	1,68E-02
100	1,01E+00	1,68E-02
110	9,85E-01	2,00E-02
115	9,77E-01	3,01E-02
121	9,85E-01	7,57E-02

Tableau 14 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [0]₁₈ en phase de chauffage

T_i (°C)	λ_i (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	$\lambda_i \text{ re}(\lambda_i)$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
30	1,23E+00	1,33E-01
35	1,19E+00	5,05E-02
40	1,29E+00	3,64E-02
50	1,30E+00	3,01E-02
60	1,34E+00	2,93E-02
70	1,42E+00	3,26E-02
80	1,19E+00	2,01E-02
90	1,10E+00	1,85E-02
100	1,05E+00	1,88E-02
110	8,51E-01	1,97E-02
115	9,07E-01	2,69E-02
120	7,61E-01	5,21E-02

Tableau 15 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [0]₁₈ en phase de refroidissement

La Figure 2.18 montre l'évolution de la conductivité thermique estimée en fonction de la température durant les phases de montée et descente en température. Des barres d'erreurs pour chaque valeur ont été ajoutées au graphique pour mieux visualiser la plage de température la mieux adaptée à une estimation précise de la conductivité thermique.

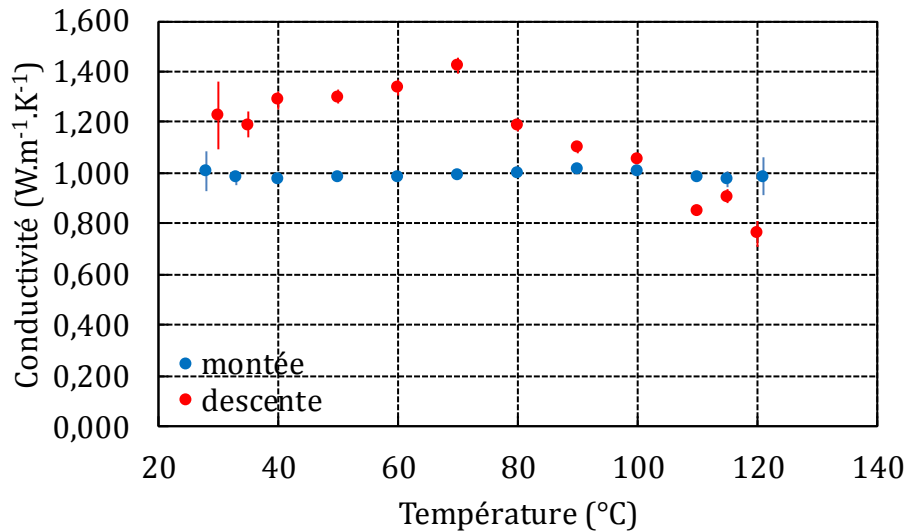


Figure 2.18 : Conductivités dans l'épaisseur pour la stratification $[0]_{18}$ estimées lors des phases de montée et descente en température

Nous observons que les évolutions de la conductivité sont fonctions de la phase durant laquelle sont effectuées les mesures ; la conductivité estimée sur la phase de descente en température change d'évolution aux alentours de 70°C, tandis que la conductivité estimée sur la phase de montée en température est stable avec la température. Les valeurs fluctuantes de la conductivité lors de la phase de descente en température peuvent sans doute être expliquées par une modification des conditions aux limites du problème thermique (Figure 2.19). Durant la période de descente en température du système, les plaques chauffantes situées de part et d'autre de l'assemblage n'ont pas été éteintes simultanément, ce qui provoque un changement des conditions aux limites thermiques du système, comme nous pouvons le voir sur la Figure 2.19. La résolution de l'équation de la chaleur n'est par conséquent pas fiable durant cette phase. Nous avons donc choisi d'identifier la conductivité dans l'épaisseur du stratifié à partir de la résolution du problème inverse pendant la phase de montée en température.

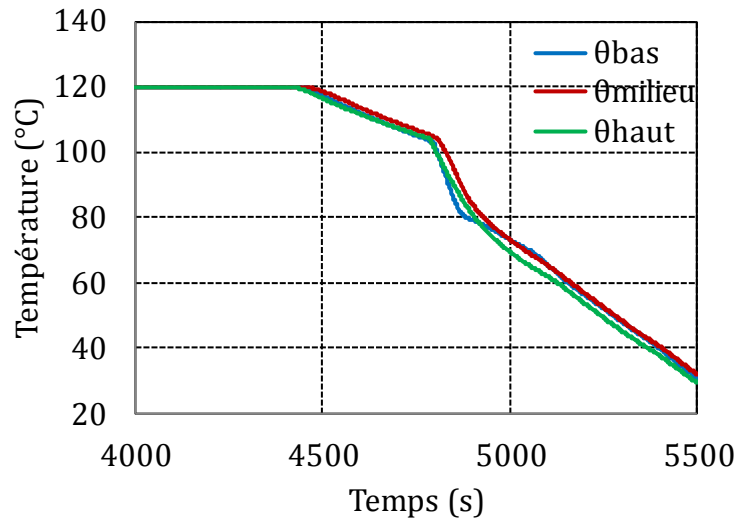


Figure 2.19 : Evolution de la température des trois thermocouples durant la phase de descente en température de l'échantillon de stratification $[0]_{18}$

Comme nous pouvons le remarquer sur la Figure 2.18, l'erreur sur les valeurs de conductivité estimées en début et fin de rampe en température est relativement importante ($\approx 8\%$) par rapport à l'erreur mesurée lorsque le régime thermique de diffusion est installé. Cette observation a déjà été faite dans d'autres travaux utilisant un dispositif similaire pour mesurer la conductivité de matériaux (Jannot & Acem, 2007) (Thomas, et al., 2010). Par conséquent, nous avons identifié la conductivité de l'assemblage composite à partir des mesures réalisées sur l'intervalle de température 33-115°C. Cet intervalle de température englobe la plage de températures balayées par les éprouvettes testées en auto-échauffement (cf. chapitre 3).

La Figure 2.20 présente les variations de la sensibilité en fonction du temps dans le cas d'un vecteur-paramètre $[\lambda]$ à 12 composantes. Le Tableau 16 fournit le paramétrage en température du vecteur des conductivités thermiques pour cet essai. Nous pouvons remarquer que les coefficients de sensibilité, à l'exception de λ_{zz}^1 , ont le même ordre d'amplitude et les paramètres ne sont pas corrélés. Avec cette observation, l'identification des paramètres à partir de cet essai est possible et précise.

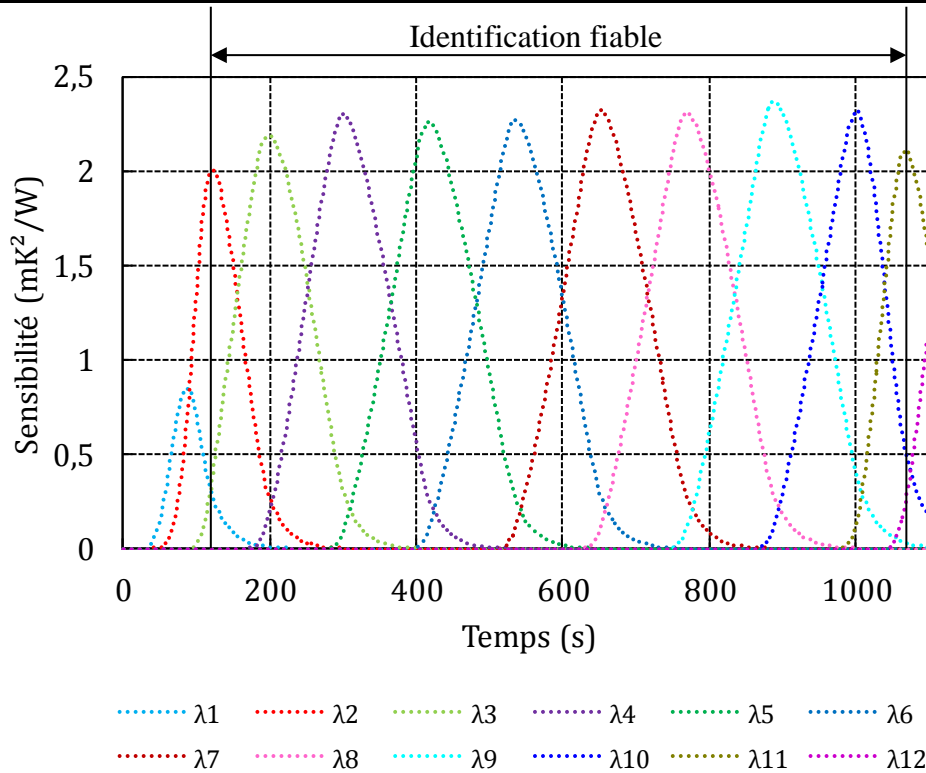


Figure 2.20 : Evaluation de la sensibilité pour un vecteur des conductivités avec 12 composantes dans le cas de l'essai sur stratifié $[90]_{18}$ en phase de chauffage. Chaque courbe colorée est rattachée à un paramètre ou composante du vecteur des conductivités et permet de définir la température à laquelle le paramètre est identifiable.

	Identification fiable											
$[\lambda]$	λ_{yy}^1	λ_{yy}^2	λ_{yy}^3	λ_{yy}^4	λ_{yy}^5	λ_{yy}^6	λ_{yy}^7	λ_{yy}^8	λ_{yy}^9	λ_{yy}^{10}	λ_{yy}^{11}	λ_{yy}^{12}
T (°C)	28	33	40	50	60	70	80	90	100	110	115	121

Tableau 16 : Vecteur des paramètres de conductivités dans le cas de l'essai sur le stratifié $[0]_{18}$ en phase de chauffage

Une moyenne sur les valeurs estimées dans la plage de température 33-110°C conduit par homogénéisation inverse à une conductivité thermique dans la direction des fibres du pli élémentaire λ_{22}^{pli} égale à $1,08 \pm 0,02 W.m^{-1}.K^{-1}$.

3.4.2 Estimation de la conductivité thermique dans la direction des fibres λ_{11}^{pli}

La conductivité thermique effective dans la direction transverse aux fibres dans le plan du pli élémentaire λ_{11}^{pli} a été calculée par homogénéisation inverse à partir de la conductivité thermique dans l'épaisseur estimée expérimentalement pour un assemblage particulier d'éléments de stratification $[90]_{18}$. Les schémas de l'assemblage testé et de la configuration de l'essai sont détaillés dans le Tableau 13.

L'identification de la conductivité thermique dans l'épaisseur λ_{zz}^{strat} de cet assemblage particulier a consisté à résoudre l'Équation 2.40 sur les phases de montée et de descente en

température de l'échantillon, phases (B) et (D) visibles schématiquement sur la Figure 2.15. Nous avons ainsi obtenu une double estimation du coefficient de conductivité en fonction de la température.

Le Tableau 17 et le Tableau 18 exposent les valeurs estimées de conductivité thermique dans l'épaisseur pour l'assemblage particulier de stratification $[90]_{18}$ respectivement en phase de montée et en phase de descente en température. L'erreur relative pour chaque valeur de conductivité, calculée selon l'Équation 2.52 est également fournie.

T_i (°C)	λ_i (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	λ_i re(λ_i) (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
29	3,32E+00	1,34E+00
32	4,45E+00	6,17E-01
35	4,94E+00	5,50E-01
40	4,58E+00	4,10E-01
50	4,48E+00	3,28E-01
60	4,81E+00	3,56E-01
70	5,18E+00	4,03E-01
80	5,64E+00	4,55E-01
90	5,64E+00	4,76E-01
100	6,42E+00	5,78E-01
110	7,31E+00	7,67E-01
118	7,26E+00	1,18E+00

Tableau 17 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié $[90]_{18}$ en phase de chauffage. Les valeurs inscrites en bleu ont une erreur relative inférieure à 10%.

T_i (°C)	λ_i (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	λ_i re(λ_i) (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
23	7,30E+01	1,09E+02
30	3,61E+01	1,68E+01
40	1,54E+01	3,21E+00
50	1,19E+01	1,46E+00
60	1,01E+01	9,45E-01
70	9,33E+00	7,26E-01
80	8,84E+00	5,92E-01
90	7,95E+00	4,61E-01
100	7,01E+00	3,65E-01
110	5,93E+00	3,55E-01
115	3,71E+00	3,79E-01
120	3,07E+00	5,35E-01

Tableau 18 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié $[90]_{18}$ en phase de refroidissement. Les valeurs inscrites en bleu ont une erreur relative inférieure à 10%.

La Figure 2.21 expose l'évolution de la conductivité thermique estimée en fonction de la température durant les phases de montée et descente en température. Compte-tenu de l'importance des erreurs sur l'estimation en début et fin de rampe en température, la plage de température la plus adaptée à une estimation précise semble être 40-100°C. La conductivité thermique dans l'épaisseur de l'assemblage composite λ_{zz}^{strat} consiste alors à faire une moyenne des conductivités estimées sur les phases de montée et de descente en température dans cette plage de température.

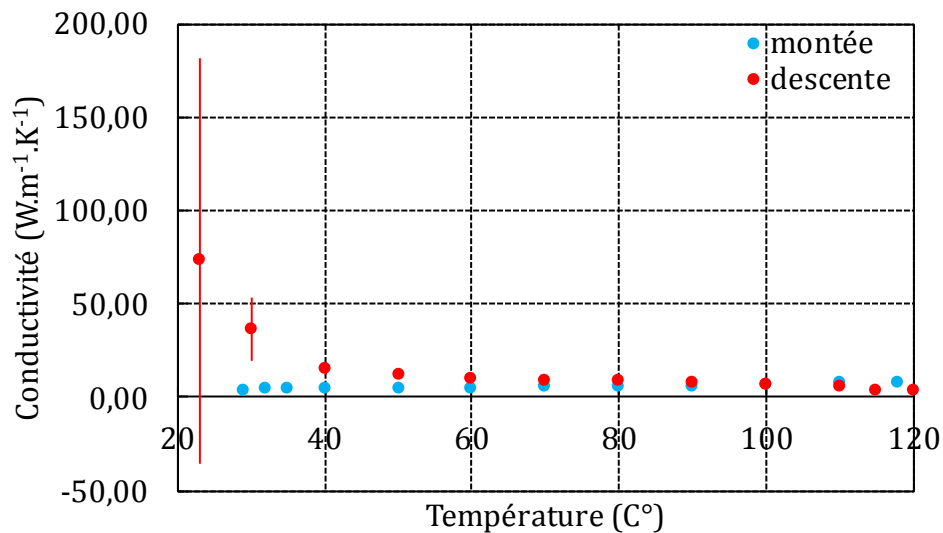


Figure 2.21 : Conductivités dans l'épaisseur pour la stratification $[90]_{18}$ estimées lors des phases de montée et descente en température

La Figure 2.22 présente les variations de la sensibilité en fonction du temps dans le cas d'un vecteur $[\lambda]$ à 12 paramètres pour la phase de montée en température. Le Tableau 19 fournit le paramétrage en température du vecteur des conductivités thermiques pour cet essai. L'ensemble des coefficients de sensibilité, à l'exception de λ_{zz}^1 , ont le même ordre d'amplitude et l'ensemble des paramètres ne sont pas corrélés. A partir de cette observation, l'identification des paramètres à partir de cet essai est possible et précise sur la plage de température 32-110°C.

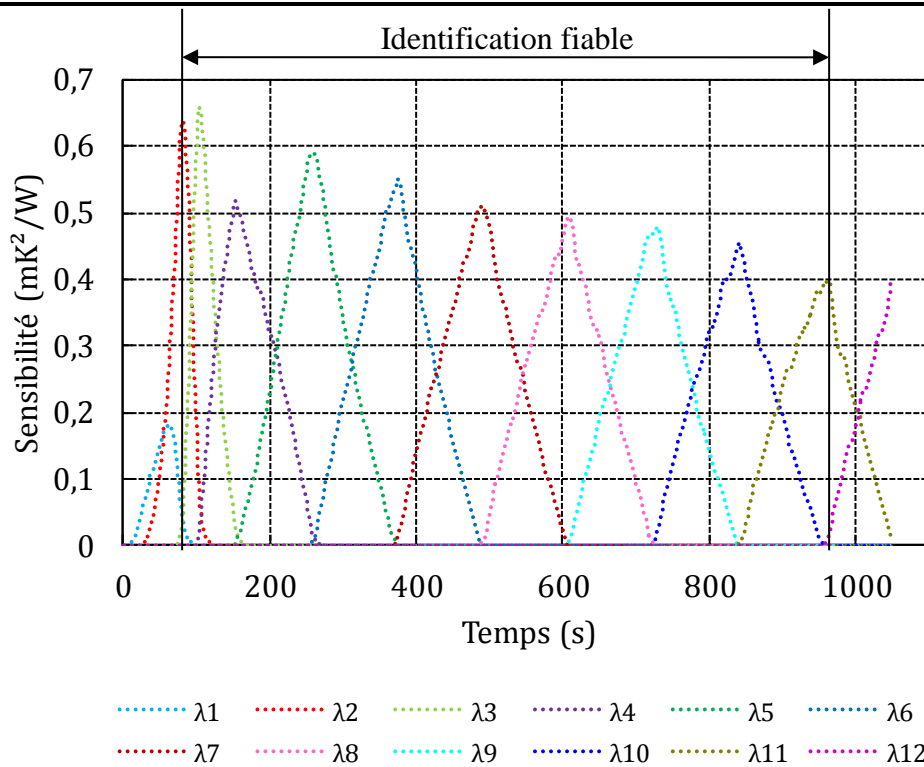


Figure 2.22 : Evaluation de la sensibilité pour un vecteur des conductivités avec 12 composantes dans le cas de l’essai sur stratifié [90]₁₈ en phase de chauffage

$[\lambda]$	λ_{yy}^1	λ_{yy}^2	λ_{yy}^3	λ_{yy}^4	λ_{yy}^5	λ_{yy}^6	λ_{yy}^7	λ_{yy}^8	λ_{yy}^9	λ_{yy}^{10}	λ_{yy}^{11}	λ_{yy}^{12}
T (°C)	29	32	35	40	50	60	70	80	90	100	110	118

Tableau 19 : Vecteur des paramètres de conductivités dans le cas de l’essai sur le stratifié [90]₁₈ en phase de chauffage

La Figure 2.23 présente les variations de la sensibilité en fonction du temps dans le cas d’un vecteur $[\lambda]$ à 12 paramètres pour la phase de refroidissement. L’analyse de sensibilité sur les paramètres de cet essai présente des différences notoires par rapport aux études précédemment menées. Le Tableau 20 fournit le paramétrage en température du vecteur des conductivités thermiques pour cet essai. Les pics bien distincts visibles sur la Figure 2.23 signalent que l’ensemble des paramètres ne sont pas corrélés. L’identification des paramètres à partir de cet essai est donc possible.

Cependant, on observe que l’amplitude et la largeur des pics varient fortement d’un paramètre à l’autre. Cette observation indique a priori que l’estimation peut ne pas être précise. Nous avons donc tracé en Figure 2.24 les erreurs relatives pour chaque paramètre calculées selon l’Équation 2.52.

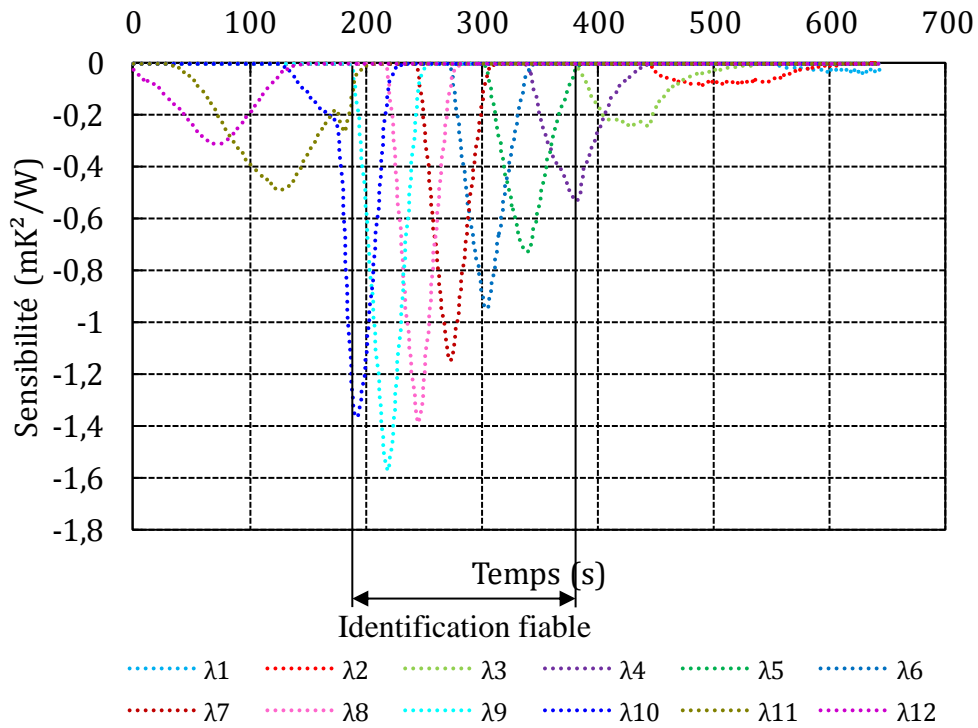


Figure 2.23 : Evaluation de la sensibilité pour un vecteur des conductivités avec 12 composantes dans le cas de l’essai sur stratifié [90]₁₈ en phase de refroidissement

$[\lambda]$	λ_{yy}^1	λ_{yy}^2	λ_{yy}^3	λ_{yy}^4	λ_{yy}^5	λ_{yy}^6	λ_{yy}^7	λ_{yy}^8	λ_{yy}^9	λ_{yy}^{10}	λ_{yy}^{11}	λ_{yy}^{12}
T (°C)	23	30	40	50	60	70	80	90	100	110	115	120

Tableau 20 : Vecteur des paramètres de conductivités dans le cas de l’essai sur le stratifié [90]₁₈ en phase de refroidissement

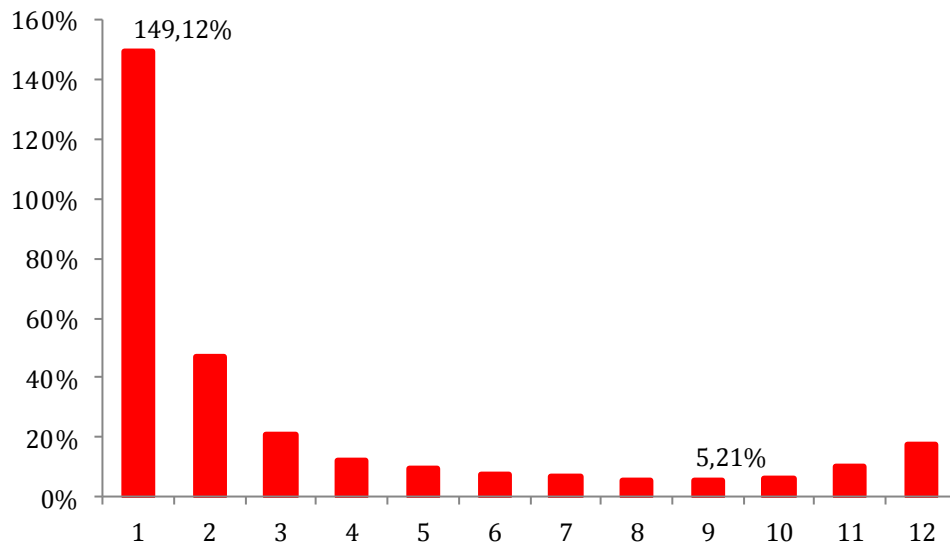


Figure 2.24 : Erreurs relatives en fonction du numéro des paramètres d’estimation

Le maximum est obtenu pour le paramètre λ_{zz}^1 et est égal à 149%, ce qui est vraiment élevé. Des paramètres λ_{zz}^5 (60°C) à λ_{zz}^{10} , l'erreur passe en dessous de 10% mais reste dans tous les cas supérieure à 5%. Par conséquent, malgré des facteurs de corrélation faibles, la qualité de l'évaluation reste correcte seulement si on ne prend en compte que la plage de température 60-110°C pour cet essai.

Nous avons choisi de déterminer la conductivité thermique dans le sens des fibres du pli élémentaire par homogénéisation inverse à partir d'une moyenne des mesures effectuées durant la phase de montée en température sur la plage 40-100°C et durant la phase de refroidissement sur la plage 60-110°C. Les calculs mènent à une conductivité thermique dans la direction des fibres du pli élémentaire λ_{11}^{pli} égale à $6,72 \pm 0,50 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$.

3.4.3 Estimation de la conductivité thermique dans l'épaisseur λ_{33}^{pli}

La conductivité thermique effective dans l'épaisseur du pli élémentaire λ_{33}^{pli} est calculé par homogénéisation inverse (Équation 2.36) à partir de la valeur expérimentale de la conductivité thermique dans l'épaisseur d'une stratification λ_{zz}^{strat} , constituée de l'empilement de plusieurs plis élémentaires éventuellement orientés. Nous avons choisi d'identifier la conductivité thermique effective dans l'épaisseur λ_{zz}^{strat} à partir d'essais réalisés sur trois échantillons de stratification différente.

Cette démarche nous a dans un premier temps permis d'illustrer les différences d'imprégnation que l'on peut éventuellement rencontrer entre deux stratifications en soulignant les écarts de conductivité rencontrés entre les échantillons testés (Olivier, et al., 2006; Mulle, et al., 2009). Nous rappelons en effet que ces échantillons proviennent du même lot matière et ont suivi un cycle de cuisson identique.

Dans un second temps, nous avons calculé le coefficient de conductivité thermique dans l'épaisseur du pli élémentaire à partir de la moyenne des valeurs identifiées sur ces essais. Il est important de garder à l'esprit que cette démarche de calcul ne permet que de calculer une valeur approchée de la conductivité et qu'elle ne prend en aucun cas compte des résistances de contact qui peuvent exister entre deux plis, modifiant localement le phénomène de diffusion thermique.

Les Tableau 21 à Tableau 23 exposent les valeurs de conductivités thermiques dans l'épaisseur estimées pour les trois stratifications testées en fonction de la température. L'estimation des conductivités s'est faite en résolvant le problème inverse de diffusion thermique, dont la démarche est détaillée dans un des paragraphes précédents. L'erreur relative pour chaque conductivité, calculée selon l'Équation 2.52, est également fournie.

T_i (°C)	λ_i (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	λ_i re(λ_i) (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
27	5,50E-01	5,20E-02
31	5,39E-01	2,67E-02
35	5,24E-01	1,55E-02
40	5,27E-01	8,38E-03
50	5,26E-01	6,12E-03
60	5,26E-01	5,80E-03
70	5,26E-01	5,89E-03
80	5,27E-01	7,04E-03
87	5,25E-01	1,13E-02
94	5,30E-01	4,51E-02

Tableau 21 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [0]₁₈. Les conductivités écrites en bleu ont des erreurs relatives inférieures à 5%.

T_i (°C)	λ_i (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	λ_i re(λ_i) (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
27	6,00E-01	4,83E-02
31	5,87E-01	2,43E-02
35	5,62E-01	1,55E-02
40	5,62E-01	9,04E-03
50	5,63E-01	6,86E-03
60	5,65E-01	6,57E-03
70	5,66E-01	6,70E-03
80	5,70E-01	8,14E-03
87	5,73E-01	1,44E-02
94	5,68E-01	8,34E-02

Tableau 22 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié [± 45]₉. Les conductivités écrites en bleu ont des erreurs relatives inférieures à 5%.

T_i (°C)	λ_i (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	$\lambda_i \text{ re}(\lambda_i)$ (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
27	5,13E-01	3,21E-02
32	5,17E-01	1,05E-02
40	5,16E-01	6,09E-03
50	5,15E-01	4,95E-03
60	5,16E-01	4,78E-03
70	5,17E-01	4,97E-03
80	5,18E-01	6,32E-03
87	5,20E-01	1,18E-02
95	5,17E-01	5,95E-02

Tableau 23 : Valeurs de conductivités dans le sens des fibres en fonction de la température, déterminées par analyse inverse sur stratifié $[\pm 45/90/0]_{4S}$. Les conductivités écrites en bleu ont des erreurs absolues inférieures à 5%.

La Figure 2.25 expose l'évolution de la conductivité thermique estimée en fonction de la température pour les trois stratifications testées. Des barres d'erreurs pour chaque valeur ont été ajoutées au graphique de façon à mieux visualiser la plage de température la plus adaptée à une estimation précise du paramètre.

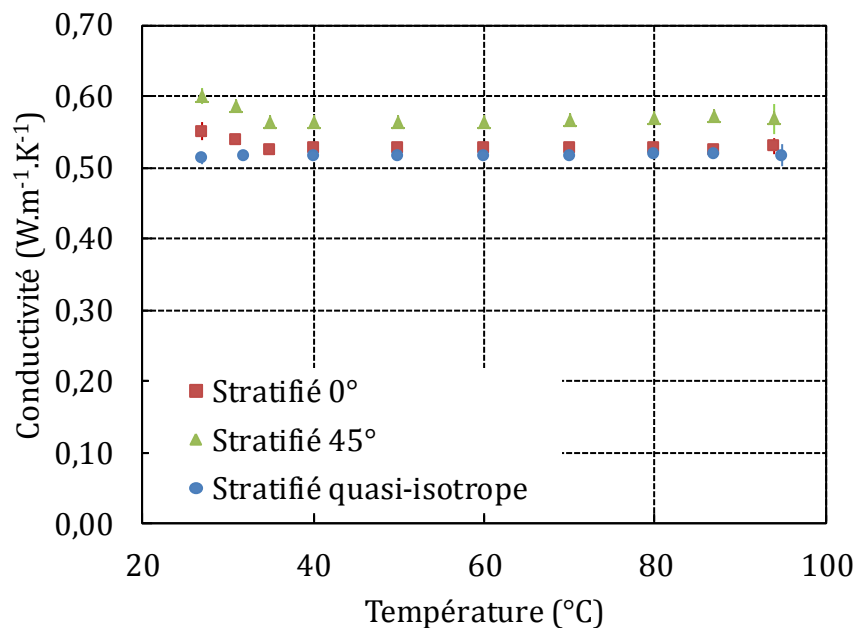


Figure 2.25 : Conductivités dans l'épaisseur estimées pour trois stratifications différentes du pli élémentaire

Nous observons tout d'abord que la conductivité ne varie que très faiblement avec la température, et cette variation est concentrée entre les températures de 27°C et 40°C. Dans cette plage étroite, nous pouvons remarquer que l'erreur sur les valeurs de conductivité estimée est relativement importante ($\approx 10\%$) par rapport à l'erreur pour des températures

supérieures à 40°C ($\approx 1\%$). Par conséquent, la baisse de conductivité dans l'épaisseur observée sur la plage de température 27-40°C n'est pas une donnée expérimentale fiable.

Dans l'ensemble, les valeurs de conductivité thermique estimées pour les trois stratifications sont très proches, aux alentours de $5,36 \pm 0,07 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. La stratification $[\pm 45]_9$ montre une conductivité dans l'épaisseur supérieure de 10% à celles estimées pour les stratifications $[0]_{18}$ et quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_5$. Cette meilleure conductivité dans l'épaisseur pourrait s'expliquer par une meilleure interpénétration de la résine entre les plis lors de la mise en œuvre du composite, la présence de porosité donc d'air dans la structure diminuant sa conductivité ($\lambda_{air}(1\text{bar} - 20^\circ\text{C}) \sim 0,0262 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$). Cependant, le stratifié $[0]_{18}$ ne présentant théoriquement aucune interface, il aurait été plus logique que ce soit cet empilement qui présente une conductivité selon l'épaisseur plus élevée.

La Figure 2.26 présente les variations de la sensibilité en fonction du temps dans le cas d'un vecteur $[\lambda]$ à 9 paramètres sur la stratification quasi-isotrope. Le Tableau 24 fournit le paramétrage en température du vecteur des conductivités thermiques pour cette même stratification. Nous pouvons remarquer que les coefficients de sensibilité λ_{zz}^3 à λ_{zz}^8 ont à peu près le même ordre d'amplitude et ne sont pas corrélés. La sensibilité sur les paramètres λ_{zz}^1 et λ_{zz}^2 est respectivement de deux et quatre fois inférieure à celle des autres paramètres, mais ils restent non corrélés. Chaque paramètre influence le domaine de température proche de la température pour laquelle il est défini. Cette observation nous permet d'assurer que l'identification des paramètres est possible et précise.

Les études de sensibilité sur les échantillons de stratifications $[0]_{18}$ et $[\pm 45]_9$ sont similaires à celle présentée pour la stratification quasi-isotrope. Pour cette raison, nous avons choisi de ne pas les présenter.

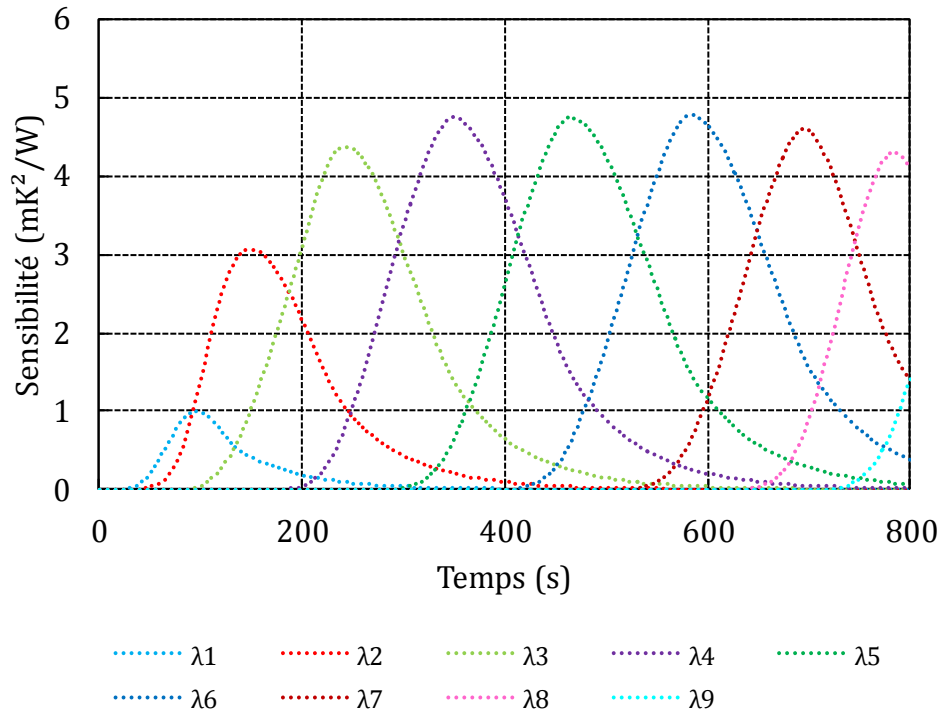


Figure 2.26 : Evaluation de la sensibilité pour un vecteur des conductivités avec 9 composantes dans le cas de l'essai sur stratifié $[\pm 45/90/0]_S$ en phase de chauffage

$[\lambda]$	λ_{zz}^1	λ_{zz}^2	λ_{zz}^3	λ_{zz}^4	λ_{zz}^5	λ_{zz}^6	λ_{zz}^7	λ_{zz}^8	λ_{zz}^9
T (°C)	27	32	40	50	60	70	80	87	95

Tableau 24 : Vecteur des paramètres de conductivités dans l'épaisseur dans le cas de l'essai sur le stratifié $[\pm 45/90/0]_S$ en phase de chauffage

Compte-tenu de l'erreur relative et de la sensibilité à l'estimation sur les paramètres λ_{zz}^1 , λ_{zz}^2 , et λ_{zz}^9 reliés respectivement aux températures 27, 31 et 95°C, nous avons choisi d'estimer la conductivité thermique dans l'épaisseur des échantillons à partir des valeurs comprises dans la plage de température 40-90°C. Une moyenne sur les valeurs estimées pour les trois stratifications testées conduit à une conductivité thermique dans l'épaisseur du pli élémentaire égale à $0,54 \pm 0,01 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

3.5 Bilan

Dans cette partie, nous avons présenté la campagne expérimentale réalisée dans le but d'estimer les composantes du tenseur des conductivités effectif du pli élémentaire de carbone TR50/époxy R367-2. Les propriétés de conductivité du pli élémentaire sont déduites des propriétés obtenues sur plusieurs stratifications différentes par homogénéisation inverse. Le dispositif expérimental consiste en deux plaques chauffantes dissipant un certain flux de chaleur mesurable et entre lesquelles sont disposées deux échantillons assemblés du matériau à tester. Des thermocouples sont disposés verticalement dans l'épaisseur de l'assemblage. Le suivi des températures au cours des phases de chauffage et de refroidissement nous permet de résoudre l'équation de la chaleur et de déterminer, par analyse inverse, le coefficient de

conductivité dans l'épaisseur du stratifié testé. L'équation de la chaleur est résolue en unidimensionnel. Une étude approfondie sur la sensibilité de l'estimation expérimentale nous permet d'avoir une idée de la qualité du résultat.

Les conductivités des stratifiés testés se montrent relativement stables avec la température, dans la plage de température étudiée (20-120°C). Pour cette raison, nous n'avons pas introduit de dépendance du tenseur de conductivité thermique du pli élémentaire à la température. Les propriétés de conductivité thermique du pli élémentaire obtenues par homogénéisation inverse sont présentées dans le Tableau 25 ci-dessous.

Désignation (20°C-120°C)	Notation	Valeur (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Incertitude absolue (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)
Conductivité thermique dans le sens des fibres	λ_{11}	6,72	0,50
Conductivité thermique dans le sens transverse aux fibres	λ_{22}	1,08	0,02
Conductivité thermique dans l'épaisseur du pli	λ_{33}	0,54	0,01

Tableau 25 : Composantes principales du tenseur des conductivités du pli élémentaire, estimées expérimentalement dans la plage de température 20-120°C

A partir du tenseur des conductivités effectives du pli élémentaire, il nous est possible de calculer analytiquement par homogénéisation le tenseur des conductivités de n'importe quelle stratification constituée de l'empilement de ce pli élémentaire (Équation 2.36). Comme nous le verrons dans le chapitre 3, ces valeurs sont indispensables au calcul des flux de conduction dans une éprouvette de stratification donnée et plus largement à la résolution de l'équation de la chaleur.

4 Simulation numérique

Cette partie est dédiée à l'étude par simulation numérique de l'influence d'une fissure sur les propriétés de conduction effectives du pli élémentaire. Elle se décompose en trois paragraphes ; le premier paragraphe a pour but de présenter la théorie de l'homogénéisation thermique en milieu périodique, permettant de passer des propriétés des constituants aux propriétés du pli élémentaire. Cette méthode de changement d'échelle est ensuite insérée dans le code Eléments Finis de Cast3M dans le but de retrouver les propriétés de conductivité de la fibre et de la résine à partir des propriétés du pli élémentaire déterminées expérimentalement. C'est l'objectif du second paragraphe de cette partie, dans lequel nous avons travaillé en 2D sur un Volume Elémentaire Représentatif contenant 51,8% de fibres en volume. La géométrie des fibres est choisie parfaitement circulaire et les transferts thermiques sont calculés sous l'hypothèse d'un contact parfait entre les constituants. Le troisième paragraphe se concentre sur l'impact d'une fissure sur les propriétés de conduction d'un stratifié constitué de l'empilement de plusieurs plis élémentaires à différentes orientations. Une fissure est introduite dans un des plis et le calcul par éléments finis du tenseur des conductivités effectif rend compte de son influence sur les propriétés thermiques du matériau macroscopique équivalent.

4.1 Homogénéisation thermique

Dans cette partie, notre objectif est d'obtenir par simulation numérique par éléments finis le comportement thermique effectif du pli élémentaire à partir de celui de ses constituants. Le pli élémentaire est par nature hétérogène mais il peut être vu comme un matériau continu homogène si l'on imagine les hétérogénéités de taille infinitésimale vis-à-vis du phénomène de diffusion thermique ; cette condition est à l'origine de l'homogénéisation thermique (Auriault, et al., 2009; Pastor, et al., 1998; Suquet, 1982; Gornet, et al., 2009).

L'identification des propriétés de conduction du pli élémentaire est obtenue numériquement par homogénéisation d'un Volume Elémentaire Représentatif (VER) idéalisé. Le Volume Elémentaire Représentatif Ω retenu pour l'homogénéisation des propriétés thermiques du pli élémentaire est présenté en Figure 2.27. Le taux volumique de fibre est pris égal à celui déterminé expérimentalement, soit 51,8%.

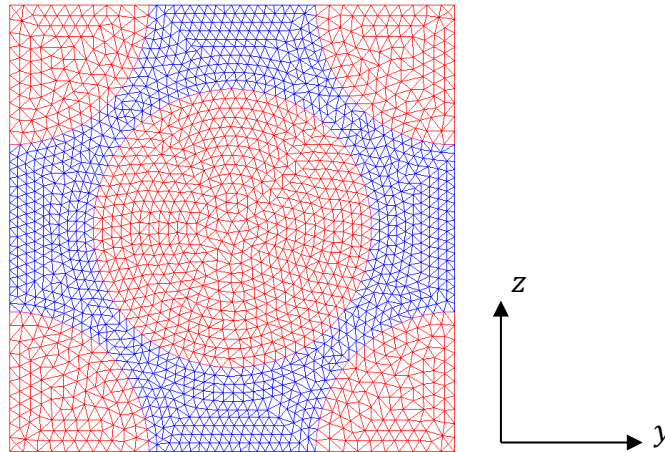


Figure 2.27 : Volume Élémentaire Représentatif constitué de 5 fibres de carbone avec matrice époxyde et repère associé

La méthode d'homogénéisation thermique utilisée se fonde sur la donnée du gradient de la température moyenne du VER et conduit à déterminer l'opérateur de conductivité du pli orthotrope équivalent. Les équations de la thermique stationnaire ainsi que la loi de comportement (la loi de Fourier) caractérisent les échanges thermiques dans chaque phase Ω_i (fibre ou matrice). Le processus d'homogénéisation retenu est basé sur la résolution dans le cadre des Eléments Finis des équations de la thermique stationnaire posées sur le VER. Les conditions aux limites sont imposées périodiques. Dans le cas du VER composé de fibres et de matrice présenté sur la Figure 2.27, les équations d'équilibre (conservation de l'énergie) et de comportement (loi de Fourier) du problème de thermique stationnaire s'écrivent différemment selon l'échelle considérée.

L'Équation 2.53 décrit le comportement thermique dans chaque phase i du composite. Dans cette équation, \vec{q}_i et θ_i représentent respectivement le vecteur flux de chaleur local et la température locale dans la phase Ω_i (fibre ou matrice) du VER. $\bar{\lambda}_i$ représente le tenseur des conductivités thermiques de la phase Ω_i . Les équations correspondent à l'ordre 1 du développement asymptotique présenté précédemment (Equations 2.16 - 2.22).

$$\begin{aligned} \operatorname{div}(\vec{q}_i) &= \vec{0} \\ \vec{q}_i &= -\bar{\lambda}_i \overrightarrow{\operatorname{grad}}(\theta_i) \end{aligned} \quad 2.53$$

L'Équation 2.54 décrit le comportement thermique dans le VER Ω :

$$\begin{aligned} \operatorname{div}(\vec{Q}) &= \vec{0} \text{ dans } \Omega \\ \vec{Q} &= -\bar{\lambda}_H \overrightarrow{\operatorname{grad}}(T) \end{aligned} \quad 2.54$$

La température moyenne T et le flux de chaleur moyen \vec{Q} sur le VER sont définis par les Équations 2.55 et 2.56.

$$\vec{Q} = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \vec{q} d\Omega \quad 2.55$$

$$T = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \theta d\Omega = \langle \theta \rangle \quad 2.56$$

Le problème d'homogénéisation stationnaire posé sur le VER conduit à déterminer les conductivités homogénéisées moyennes $\overline{\overline{\Lambda}}_H$. Les coefficients de conductivités effectifs sont obtenus grâce à l'expression des conditions aux limites périodiques imposées sur le VER de la Figure 2.27. Ces conditions aux limites périodiques sont exprimées en fonction du gradient de température moyen $\overline{grad}(T)$ imposé dans le VER selon l'Équation 2.57 (Pastor, et al., 1998) (Jiang, et al., 2002).

$$\begin{aligned} \theta(\vec{y} + \vec{L}) &= \overline{grad}(T) \cdot \vec{L} + \theta(\vec{y}) \\ \vec{q}(\vec{y} + \vec{L}) &= -\vec{q}(\vec{y}) \\ \forall \vec{y} \in \partial\Omega \end{aligned} \quad 2.57$$

Dans cette équation, $\theta(\vec{y})$ correspond à la température locale en un point de la frontière du VER, $\theta(\vec{y} + \vec{L})$ correspond à la température au point de la frontière située en vis-à-vis et $\vec{L} = L\vec{e}$, où L est la longueur du VER périodique et \vec{e} le vecteur unitaire.

L'expression de la puissance dissipée S associée au problème thermique sur le VER, lorsque des conditions limites périodiques identiques sont appliquées à l'échelle des constituants et à l'échelle du VER, conduit à déterminer l'expression du tenseur des conductivités homogénéisées $\overline{\overline{\Lambda}}_H$ en fonction du chargement $\overline{grad}(T)$.

$$S = \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \overline{grad}(\theta_i) \overline{\overline{\lambda}}_i \overline{grad}(\theta_i) d\Omega = \overline{grad}(T) \overline{\overline{\Lambda}}_H \overline{grad}(T) \quad 2.58$$

Cette égalité est équivalente à celle proposée par Hill-Mandel pour le problème d'homogénéisation des propriétés mécaniques en élasticité linéaire (Pastor, et al., 1998).

Le VER possède trois plans de symétrie matérielle orthogonaux, en conséquence, le tenseur des conductivités est orthotrope. Dans la base d'orthotropie, la représentation matricielle du tenseur des conductivités thermiques est donnée par l'Équation 2.59.

$$\overline{\overline{\Lambda}}_H = \begin{bmatrix} \lambda_1 & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_2 & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_3 \end{bmatrix} \quad 2.59$$

Avec la méthode d'homogénéisation en milieux périodiques développé dans ce paragraphe, nous nous intéresserons à identifier numériquement les coefficients de conductivité dans le plan (y, z) du pli élémentaire orthotrope (Figure 2.27) à partir des propriétés de conductivité de la fibre et de la résine.

4.2 Analyse numérique des propriétés de conduction du pli élémentaire sain

L'identification des coefficients de conductivités thermiques λ_2 et λ_3 du pli élémentaire dans sa base d'orthotropie est faite en résolvant numériquement en 2D le problème de conditions aux limites périodiques appliqué au VER présenté en Figure 2.27. La méthode d'homogénéisation thermique en milieux périodiques, détaillée dans le paragraphe précédent, a été implantée dans le code Eléments Finis Cast3M (CEA). La fraction volumique de fibre a été choisie égale à 51,8% (donnée expérimentale).

La Figure 2.28 montre les composantes locales du gradient de température $\overrightarrow{grad}(\theta)$ en fonction du chargement périodique imposé sur les frontières du VER. La composante λ_2 du tenseur des conductivités homogénéisé a été déterminée en résolvant l'Équation 2.58 pour un chargement imposé $\overrightarrow{grad}(T) = (1,0)^T$. De même, la composante λ_3 du tenseur des conductivités homogénéisé a été déterminée en résolvant l'Équation 2.58 pour un chargement imposé $\overrightarrow{grad}(T) = (0,1)^T$.

Le Tableau 26 répertorie les valeurs de conductivité de la matrice isotrope et de la fibre isotrope transverse utilisées pour la simulation numérique. La symétrie du VER conduit à $\lambda_2 = \lambda_3$. Il convient de noter que lors des essais de caractérisation thermique du tenseur des conductivités du pli élémentaire, la conductivité dans l'épaisseur, λ_3 , a été trouvée proche de celle de la résine. Cette rupture de la symétrie matérielle, observée expérimentalement, peut être attribuée aux zones plus riches en résine situées entre les plis unidirectionnels polymérisés ou à la présence de porosités, qui justifie une diminution de la conductivité dans cette direction par l'ajout d'une résistance thermique interlaminaire.

Cette résistance thermique interlaminaire n'est pas prise en compte dans le modèle Eléments Finis utilisé dans cette étude. Une manière de se rapprocher numériquement des résultats expérimentaux à partir de la méthode d'homogénéisation en milieux périodiques serait de considérer un Volume Élémentaire Représentatif prenant en compte la distribution réelle des fibres et non un arrangement idéalisé (Thomas, et al., 2008).

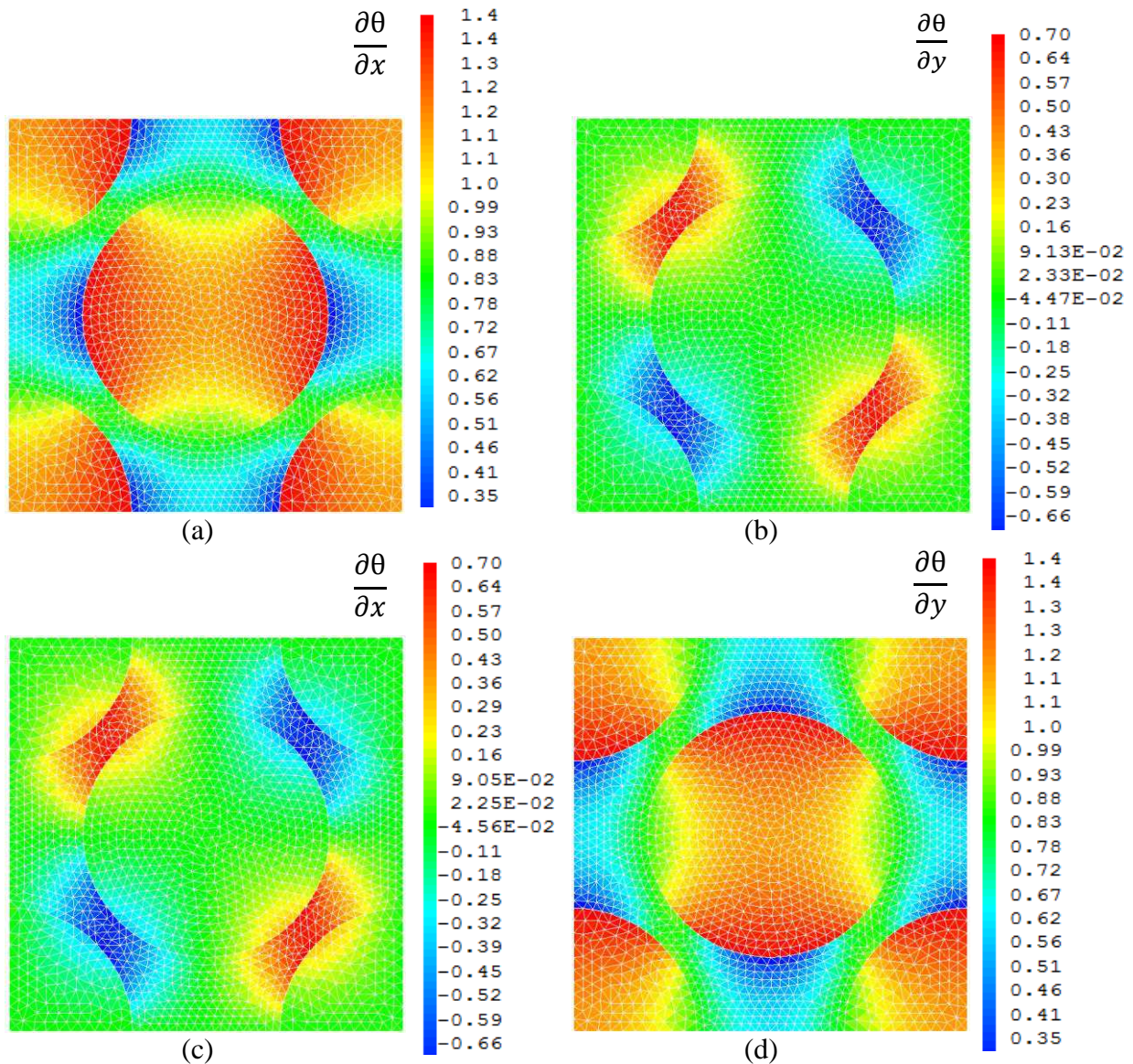


Figure 2.28 : Le VER est dans le plan (y,z)(cf. Figure 2.27) . Visualisation des composantes du gradient de la température locale normalisé, $\frac{\partial \theta}{\partial x}$ et $\frac{\partial \theta}{\partial y}$: (a-b) pour un chargement périodique généré $\frac{\partial T}{\partial x}$ et (c-d) pour un chargement périodique généré $\frac{\partial T}{\partial y}$

Conductivités thermiques ($W.m^{-1}.\text{°C}^{-1}$)					
Données d'entrée				Résultats	
Fibre isotrope transverse			Matrice isotrope	Pli élémentaire homogénéisé	
λ_1	λ_2	λ_3	λ	λ_2	λ_3
7	3	3	0,6	1	1

Tableau 26 : Propriétés de conductivité de la fibre et de la matrice fournies comme données d'entrée au calcul Eléments Finis et propriétés simulées du pli élémentaire homogénéisé de carbone/époxy

4.3 Analyse numérique des propriétés de conduction du pli élémentaire fissuré

Dans cette partie, l'objectif est de calculer les propriétés de conductivité thermique homogénéisées d'un VER représentant un matériau isotrope fissuré (bloc de résine) ou un stratifié croisé $[0/90/0]_n$ avec et sans fissure dans le pli à 90° (Figure 2.29). Ce travail numérique est une introduction à l'analyse du lien entre l'état d'endommagement d'un composite stratifié et sa réponse thermique sous sollicitation mécanique. Etant donné le peu de bibliographie sur le sujet malgré l'intérêt qu'il présente dans l'étude de l'endommagement des composites par suivi thermique, il mérite un travail plus approfondi. La thèse ne portant pas explicitement sur ce sujet, ce paragraphe ne présente par conséquent que les résultats d'une courte étude.

La Figure 2.29 présente les composantes locales du gradient de température $\overrightarrow{grad}(\theta)$ en fonction du chargement périodique imposé sur les frontières du VER. Les composantes du tenseur des conductivités homogénéisé ont été calculées à partir de l'Équation 2.58 en imposant successivement un chargement global $\overrightarrow{grad}(T) = (1,0)^T$ puis $\overrightarrow{grad}(T) = (0,1)^T$.

Les propriétés calculées pour le stratifié $[0/90/0]_n$ sont présentées dans le Tableau 27. Les résultats issus de l'étude sur la résine pure isotrope (non montrés dans ce manuscrit) montrent que la fissuration (de forme identique à celle présentée sur la Figure 2.29) n'influence pas la valeur du coefficient de conductivité du matériau homogénéisé.

Dans le cas où le VER correspond à un stratifié $[0/90/0]_n$ (Figure 2.29), la fissure dans le pli à 90° augmente les propriétés de conductivité apparente λ_{yy} dans la direction transverse dans le plan du stratifié. La conductivité selon l'épaisseur λ_{zz} est inchangée.

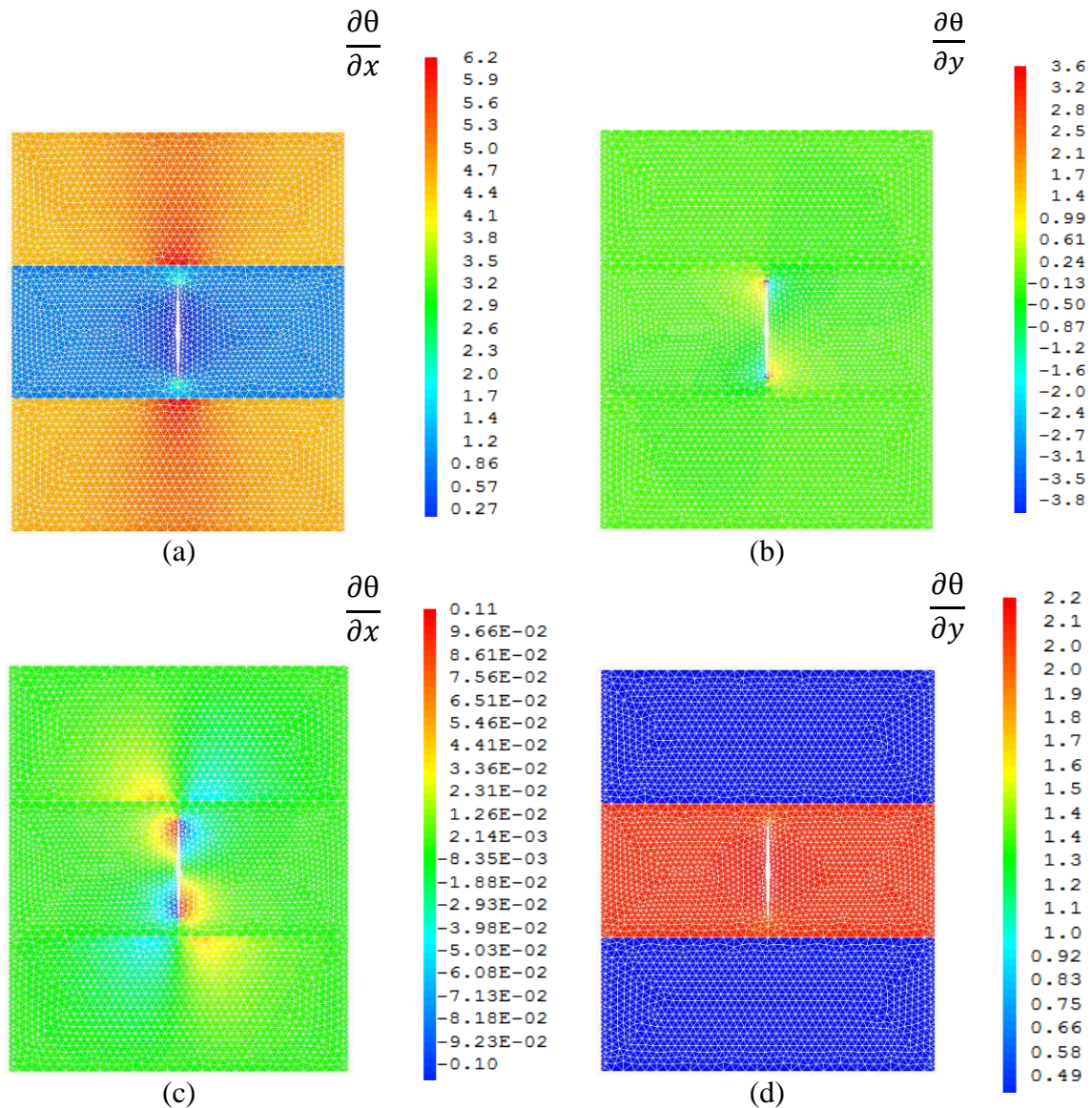


Figure 2.29 : Le VER est dans le plan (y,z)(cf. Figure 2.27) . Visualisation des composantes du gradient de la température locale normalisé, $\frac{\partial\theta}{\partial x}$ et $\frac{\partial\theta}{\partial y}$: (a-b) pour un chargement périodique généré $\frac{\partial T}{\partial x}$ et (c-d) pour un chargement périodique généré $\frac{\partial T}{\partial y}$

Conductivités thermiques du stratifié		
$\lambda_{yy} (W.m^{-1}.^{\circ}C^{-1})$	avec fissure	3.82
	sans fissure	3.66
$\lambda_{zz} (W.m^{-1}.^{\circ}C^{-1})$	avec fissure	1
	sans fissure	1

Tableau 27 : Propriétés de conductivité du stratifié $[0/90/0]_n$ sain et fissuré

5 Conclusion

Ce chapitre rassemble les résultats issus de la campagne de caractérisation des propriétés thermiques du pli élémentaire de carbone TR50 et résine époxy R367-2. Ces propriétés thermiques constituent des données d'entrée indispensables pour la résolution de l'équation de la chaleur et plus largement pour le développement d'un modèle de comportement non-isotherme à l'échelle mésoscopique.

Les coefficients de dilatation thermique du pli élémentaire, dans le sens des fibres et transversalement aux fibres, ont été calculés à partir des déformations relevées sur un stratifié unidirectionnel soumis à des paliers en température. La dilatation thermique des jauges utilisées pour les mesures a été évaluée par le biais de mesures effectuées sur un matériau de référence soumis au même programme de température que le composite. Les résultats montrent que les coefficients de dilatation thermique suivent une évolution linéaire avec la température dans la plage de température 20-70°C. Au-delà de cette température, un changement de comportement du composite est observé. Cette non-linéarité soudaine provient sans doute de transformations physico-chimiques au sein de la colle employée pour le positionnement des jauges d'extensométrie, dont le comportement est garanti seulement pour des températures inférieures à 80°C.

La capacité calorifique à pression constante du pli élémentaire a été calculée par la loi des mélanges à partir de la capacité calorifique des fibres et celle de la résine pure réticulée. La capacité calorifique des fibres de carbone a été prise égale à celle indiquée par le fabricant. La capacité calorifique de la résine pure a été identifiée expérimentalement. Un échantillon de résine non réticulée, prélevé sur un pli unidirectionnel non cuit, a été placé dans un appareil de DSC. L'échantillon a d'abord suivi un programme en température identique au cycle de cuisson suivi par les stratifiés étudiés durant leur phase de fabrication industrielle de façon à atteindre un taux de réticulation théoriquement identique à celui de la résine contenue dans le pli élémentaire. Puis les flux de chaleur enregistrés durant un second programme en température ont permis d'identifier la capacité calorifique de la résine sur l'intervalle de température 20-80°C. Sur cette plage, aucune réaction exo ou endothermique n'est observée. La capacité calorifique à pression constante du pli élémentaire en fonction de la température a ensuite été calculée par la loi des mélanges en s'appuyant sur un taux massique de fibre déterminé expérimentalement.

L'identification du tenseur des conductivités effectives du pli élémentaire unidirectionnel est donnée par la résolution d'un problème inverse de diffusion de la chaleur en unidimensionnel. Des éprouvettes de géométrie cylindrique et de stratifications différentes ont été instrumentées avec des thermocouples, de telle sorte que les températures en surface et à cœur soient connues. Le dispositif expérimental employé, développé au sein du Laboratoire de Thermocinétique de Nantes, a ensuite permis d'établir un transfert thermique selon l'épaisseur des échantillons. Le problème direct de conduction de la chaleur a été discrétisé et la solution approchée par différences finies. La minimisation entre température mesurée et température modélisée s'est appuyée sur la méthode itérative de Gauss-Newton. Elle a permis de déterminer les coefficients de conductivité de chaque échantillon testé. La précision et la fiabilité des résultats fournis par le modèle inverse ont été analysées pour chaque essai grâce

au suivi de la matrice de sensibilité. Chaque essai présente un intervalle de température sur lequel l'identification des conductivités thermiques a montré une erreur inférieure à 10%. Les résultats sur stratifiés n'ont pas permis de noter de dépendance des coefficients de conductivité thermique à la température. L'ensemble des résultats sur stratifiés a servi à identifier, par homogénéisation inverse, le tenseur de conductivité du pli élémentaire. Globalement, les conductivités thermiques du pli élémentaire ont été caractérisées sur la plage de température 25-80°C, qui correspond à l'intervalle de température maximal balayé durant les essais d'auto-échauffement présentés au chapitre 3.

Des simulations numériques par éléments finis viennent compléter l'étude de la conductivité thermique du pli élémentaire. La conductivité des fibres de carbone isotropes transverses et de la résine isotrope sont déterminées numériquement à partir de l'analyse thermique d'un VER dont les propriétés thermiques homogénéisées sont choisies égales à celles déterminées expérimentalement. Les conductivités thermiques obtenues sont cohérentes avec celles que l'on peut trouver dans la littérature. Enfin, une simulation numérique est conduite dans le but d'évaluer l'impact d'une fissure matricielle sur les propriétés de conductivité d'un stratifié $[0/90/0]_n$. Les résultats montrent que l'introduction d'une fissure dans le pli à 90° n'a pas d'impact sur la conductivité effective dans l'épaisseur du stratifié mais augmente légèrement la conductivité transverse effective du stratifié.

Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles du stratifié

Ce chapitre présente les résultats des essais d'auto-échauffement réalisés sur diverses stratifications du pli élémentaire et propose d'adapter aux matériaux stratifiés la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance utilisée sur les aciers. Les courbes d'auto-échauffement sont tracées et des variations brutales du taux de croissance de la température sont observées. Elles signalent un état d'endommagement ou l'apparition d'un mécanisme d'endommagement caractéristique influençant la tenue en fatigue des stratifiés.

Sommaire

1	Etat de l'art des méthodes expérimentales.....	146
1.1	Approches classiques en fatigue des composites stratifiés	146
1.2	Suivi de l'endommagement en fatigue	152
1.3	Caractérisation rapide des propriétés en fatigue des matériaux métalliques	153
2	Les essais d'auto-échauffement appliqués aux stratifiés.....	157
2.1	Mise en place d'un protocole expérimental	157
2.2	Résultats expérimentaux	163
2.3	Vers une caractérisation rapide de la limite d'endurance des stratifiés	187
3	Conclusion.....	197

Ce chapitre est consacré à la détermination rapide de la limite d'endurance de stratifications à partir d'essais dit d'auto-échauffement. La limite d'endurance, définie classiquement comme le chargement limite en deçà duquel le matériau a une durée de vie illimitée ($>10^7$ cycles), est déterminée expérimentalement comme l'asymptote à l'infini des courbes de Wöhler (Talreja, 2008). D'autres graphiques peuvent être construits en fonction du comportement en fatigue que l'on souhaite étudier, comme la dépendance à la contrainte moyenne ou à l'amplitude de contrainte (Kawai & Koizumi, 2007). Tous ces graphiques constituent des outils pour dimensionner les structures à la fatigue. Cependant, comme nous le verrons par la suite, les méthodes expérimentales classiquement employées pour construire ces graphiques sont coûteuses en temps et en volume de matériau. Ce constat nous permettra d'introduire l'essai d'auto-échauffement qui est une solution pour estimer la limite d'endurance d'un acier en très peu de temps (Luong, 1995; Doudard, 2003). Il repose sur l'analyse de l'évolution de la température de l'éprouvette au cours de chargements cycliques. La variation de température est en effet un indicateur de l'état d'endommagement du matériau et de nombreuses études menées durant les dix dernières années ont essayé de construire des critères d'endommagement à partir du suivi de la température (La Rosa & Risitano, 2000) (Steinberger, et al., 2006) (Giancane, et al., 2009) (Naderi, et al., 2012). Un état de l'art succinct de ces approches pour le suivi de l'endommagement en fatigue de stratifiés est proposé. Ensuite, la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance issue des matériaux métalliques est présentée. Nous décrivons la campagne expérimentale menée ainsi que les résultats obtenus pour chacune des stratifications de matériau composite testées. Le suivi de la température se fait par thermographie infrarouge et l'évolution de l'endommagement est étudiée par le biais de la perte de rigidité et de la déformation « plastique » résiduelle. Nous terminons ce chapitre en proposant une méthode d'analyse prenant en compte les spécificités des stratifications étudiées (mécanismes d'endommagement prédominant, viscosité, frottements entre plis). Enfin, nous comparons les valeurs des limites d'endurance fournies par la méthode proposée avec celles évaluées à partir des courbes de Wöhler.

1 Etat de l'art des méthodes expérimentales

1.1 Approches classiques en fatigue des composites stratifiés

Il existe un certain nombre de représentations possibles des résultats obtenus au cours d'essais de fatigue, suivant l'arrangement que l'on adopte pour les paramètres intervenant dans la mesure, et qui sont :

- Le temps, sous la forme du nombre de cycles à rupture N_f
- Les contraintes statiques : la contrainte élastique $\sigma_{\text{élastique}}$, la contrainte ultime statique $\sigma_{\text{Ultime Statique}}$, et la contrainte moyenne $\bar{\sigma}$
- Les contraintes dynamiques : la contrainte minimale atteinte sur un cycle σ_{min} , la contrainte maximale atteinte sur un cycle σ_{max} , ou l'amplitude de contrainte σ_a

Ces représentations sont faites sous la forme des courbes de Wöhler (Figure 3.1), des courbes d'équiprobabilité de rupture (appelées également Constant Fatigue Life Diagramm, Figure 3.2) et de diagrammes d'endurance (diagramme de Haigh par exemple).

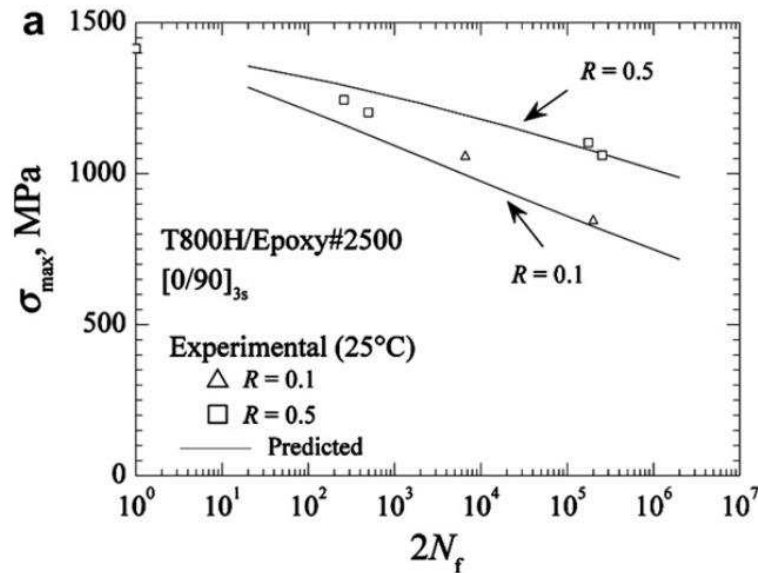


Figure 3.1 : Courbes S-N tracées à partir de résultats de fatigue obtenus sur une stratification $[0/90]_{3s}$ de carbone T800H et époxy sous deux niveaux de rapport de charge $R = \sigma_{min} / \sigma_{max}$ (Kawai & Koizumi, 2007)

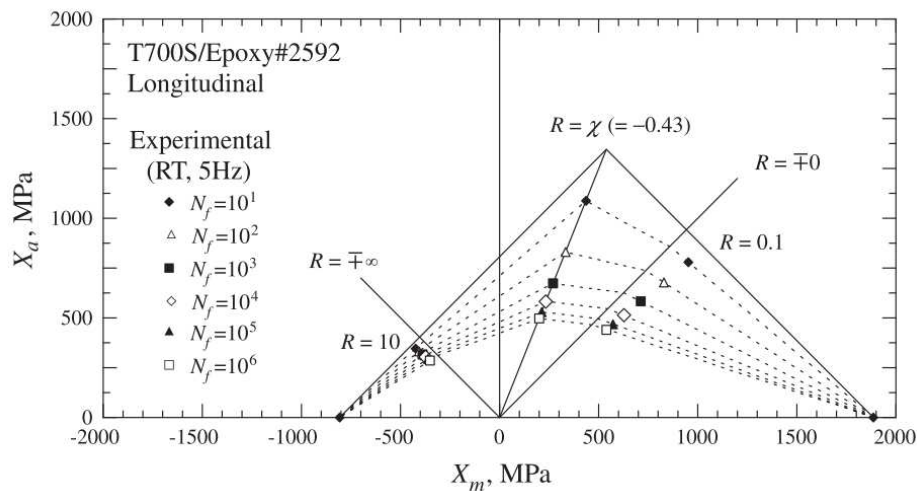


Figure 3.2 : Diagramme d'équiprobabilité de rupture d'un composite unidirectionnel de carbone T700S et époxy sous sollicitations cycliques à 0° du sens des fibres. X_a et X_m représentent respectivement l'amplitude de contrainte et la contrainte moyenne des chargements étudiés. (Kawai & Teranuma, 2012)

Les courbes de Wöhler correspondent en réalité aux courbes « contrainte maximale S en fonction du nombre de cycles à rupture N », communément appelées courbes S-N. Les points

nécessaires pour construire ces courbes correspondent à des essais effectués à contrainte moyenne et amplitude de contrainte constantes données. Elles peuvent être présentées normées par rapport aux résultats statiques, comme sur la Figure 3.3.

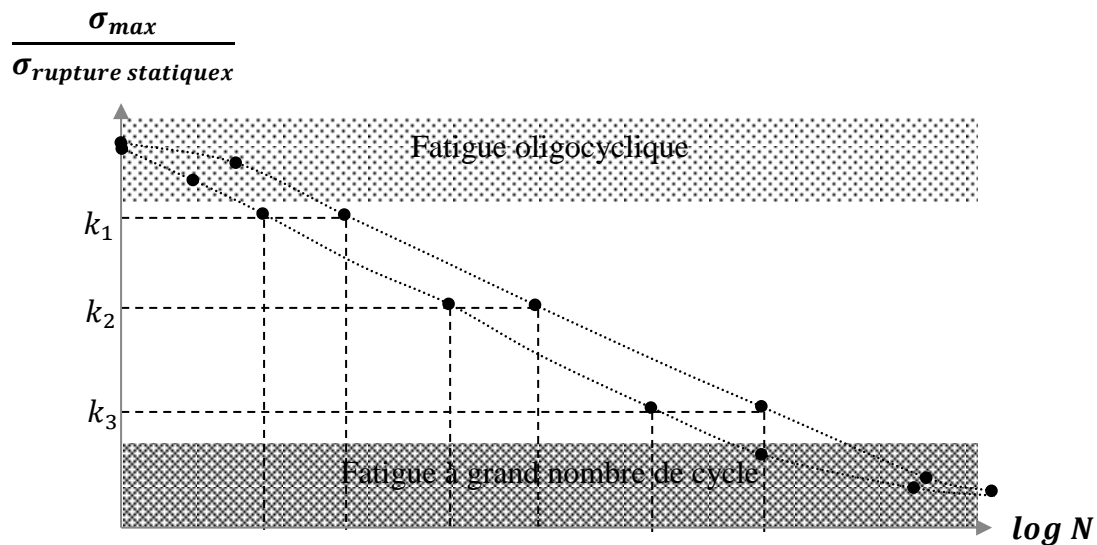


Figure 3.3 : Résultat typique d'essais de fatigue sur échantillons métalliques non troués, avec délimitations approximatives des zones dites de fatigue oligocyclique (ou fatigue à faible nombre de cycle) et de fatigue à grand nombre de cycle (Schijve, 2003). Courbe normée par rapport à la contrainte de rupture statique.

Pour de faibles amplitudes de contrainte, la courbe S-N montre une limite basse qui implique qu'il n'y a pas rupture par fatigue après un grand nombre de cycles ($N > 10^7$ cycles) (Figure 3.3). L'asymptote horizontale de la courbe S-N est appelée limite de fatigue (ou limite d'endurance). Connaître la limite de fatigue est crucial pour les structures qui sont sujettes à plusieurs millions de cycles de chargement et pour lesquelles une rupture par fatigue est inacceptable. Elle permet également de borner le domaine d'utilisation d'un matériau.

1.1.1 La limite d'endurance ou limite de fatigue

La définition de la limite de fatigue est assez évidente ; c'est l'amplitude de contrainte ou la contrainte maximale pour laquelle la durée de vie devient infinie au regard du caractère asymptotique de la courbe de Wöhler. Il est important de préciser que le comportement en fatigue est défini à contrainte moyenne constante ou à rapport de charge $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$ constant.

Cependant, les essais de fatigue peuvent être arrêtés après un temps d'essai très long. Si la rupture n'apparaît pas après 10^7 cycles, le niveau de contrainte imposé peut ne pas être la limite de fatigue. Ainsi, on parle plus souvent d'une limite d'endurance associée à un nombre de cycles donné (Schijve, 2003).

D'un point de vue de l'ingénieur, il est plus logique de définir la limite de fatigue comme la plus grande amplitude de contrainte pour laquelle il n'y a pas de rupture après un grand nombre de cycles de chargement. Les niveaux de contrainte doivent ainsi rester en-dessous de

la limite de fatigue, ce qui accentue le fait que la limite de fatigue est une propriété du matériau.

Ces deux définitions ne prennent pas en compte les aspects physiques du phénomène de fatigue. D'une part, certaines études montrent que les courbes de Wöhler ne possèdent pas toujours d'asymptotes, notamment lorsque l'on étudie le comportement des aciers en milieux marins (Miller & Akid, 1996). D'autre part, les courbes de Wöhler ne peuvent pas décrire la tenue d'une structure soumise à des chargements cycliques aléatoires, c'est-à-dire pouvant changer d'amplitude ou de moyenne à tout moment (Harris, et al., 1997). Une définition plus physique est fondée sur la notion de microfissures. Si aucune microfissure n'est initiée, alors il n'y aura pas de rupture par fatigue du matériau. Cependant, il est possible qu'un glissement s'opère à des amplitudes de chargement juste en dessous de la limite de fatigue. Quelques microfissures peuvent être créées mais il n'y aura pas de croissance de ces microfissures. En effet, dans ce cas, la croissance des microfissures est arrêtée car les forces ne sont pas assez importantes pour favoriser la propagation alors que l'amplitude de chargement est suffisante pour initier de nouvelles microfissures. La limite de fatigue peut donc être définie comme l'amplitude de contrainte seuil qui permet à la fois de créer des microfissures et de les faire croître jusqu'à former des macrofissures. D'autres auteurs utilisent la notion d'adaptation à toutes les échelles (Charkaluk, et al., 2009). Prédire la limite de fatigue est un problème important qui implique que l'aspect physique du phénomène soit compris.

Etant donné que la limite de fatigue est une propriété importante du matériau dans une démarche de conception, la technique expérimentale pour la déterminer est toujours un sujet d'un grand intérêt. Les essais de fatigue nécessaires pour déterminer la limite de fatigue doivent être menés à très grand nombre de cycles. De tels essais sont longs et onéreux, et particulièrement lorsque de nombreux tests sont réalisés pour prendre en compte la variabilité statistique de la limite de fatigue. Les procédures statistiques ont été standardisées et on en dénombre principalement deux : la méthode de l'escalier et la méthode des probits. Nous les détaillons dans les prochains paragraphes.

1.1.2 Méthode de l'escalier (Dixon, 1965)

Parmi les méthodes expérimentales classiquement utilisées pour déterminer la limite d'endurance d'un matériau, on peut citer la méthode de l'escalier (Staircase method), la moins coûteuse en théorie. Elle consiste en la réalisation d'une dizaine d'essais classiques de fatigue à différents niveaux d'amplitude de contrainte donnée, échelonnés en progression arithmétique dont le pas p doit être relativement proche de l'écart-type associé à la valeur moyenne de la limite d'endurance. Le premier essai est effectué à un niveau d'amplitude jugé proche de la limite d'endurance recherchée. Pour les essais suivants, on appliquera une amplitude de contrainte qui dépendra du résultat de l'essai précédent. En considérant l'essai de fatigue i ,

- Si l'éprouvette précédente $i - 1$ s'est rompue, $\sigma_i = \sigma_{i-1} - p$
- Sinon $\sigma_i = \sigma_{i-1} + p$

Pour identifier la limite d'endurance à partir de ces résultats, il faut tout d'abord déterminer l'évènement qui s'est produit le moins fréquemment : rupture ou non-rupture. Prenons par

exemple le cas de la non-rupture. On compte n_i le nombre de réalisations de cet évènement à chaque niveau d'essai i . On numérote les niveaux d'essais en attribuant la valeur $i = 0$ au plus faible de ceux auxquels l'évènement a été observé au moins une fois. i est un entier désignant le niveau d'essai, avec i_{max} correspondant au plus haut niveau de contrainte testé pendant la méthode pour lequel des non-ruptures ont été observées. Il faut alors calculer N qui représente le nombre total de réalisations de la « non-rupture » et A qui correspond à une somme pondérée des niveaux d'essais :

$$N = \sum_{i=0}^{i_{max}} n_i \quad 3.1$$

$$A = \sum_{i=0}^{i_{max}} i * n_i \quad 3.2$$

L'estimation de la limite d'endurance σ_{∞} est ensuite donnée par :

$$\sigma_{\infty} = \sigma_{i=0} + p * \left(\frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right) \quad 3.3$$

(+ si le calcul est basé sur les essais à non-rupture, et – s'il est basé sur les essais à rupture).

Avec $\sigma_{i=0}$ le niveau de contrainte le plus faible pour lequel l'évènement le moins fréquent s'est produit au moins une fois (c'est-à-dire le niveau de contrainte pour lequel $i = 0$) et p le pas. L'estimation de l'écart-type s sur la limite d'endurance σ_{∞} est donné par :

$$s = 1,62 * p * \left(\frac{NB - A^2}{N^2} + 0,029 \right) \quad 3.4$$

avec $B = \sum_{i=0}^{i_{max}} i^2 * n_i$

On peut noter qu'il faut une dizaine d'éprouvettes pour déterminer la limite d'endurance moyenne avec cette méthode, mais qu'il est recommandé d'en utiliser au moins cinquante pour avoir une bonne estimation de l'écart-type.

Dans les cas des composites, σ_{∞} correspond à la contrainte apparente de la stratification testée.

1.1.3 Méthode des probits (Rabbe, et al., 2000)

Dans cette méthode, les niveaux de contrainte (quatre ou cinq) doivent être choisis pour encadrer la limite d'endurance présumée σ_{∞} , et l'espacement des niveaux doit être fixé pour qu'ils restent dans la zone d'endurance et donnent à la fois des ruptures et des non-ruptures. Un même nombre d'éprouvettes n sera testée à chaque niveau jusqu'au nombre N de cycles fixé à l'avance pour la limite de fatigue, 10^7 par exemple.

Pour éviter de rassembler des résultats inutilisables, le choix des niveaux d'essais doit s'effectuer de la manière suivante : le premier niveau d'essais est choisi a priori le plus voisin de la limite d'endurance présumée. Si la fréquence de rupture $f = k/n$ (k éprouvettes rompues, n éprouvettes non rompues) est $f < 0,5$, on choisit un second niveau plus élevé et si $f > 0,5$ un second niveau plus bas. Si le second niveau d'essais donne une fréquence de

rupture du même côté de 0,5 que le premier, il faut poursuivre la progression dans le même sens pour le choix du troisième niveau. Si les deux premières fréquences se situent de part et d'autre de 0,5, on choisit le troisième niveau à l'opposé de celui qui a donné la fréquence de rupture la plus éloignée de 0,5. Lorsqu'on dispose des résultats de trois niveaux, le choix du quatrième et éventuellement du cinquième niveau devient en général évident, afin d'encadrer au mieux la fréquence 0,5 tout en réalisant un espacement des contraintes assez grand pour permettre une bonne estimation de l'écart type.

On trace ensuite la contrainte en fonction de la probabilité de rupture pour N cycles. Cette évolution obéit à une loi de Galton (Figure 3.4) : sa variation en fonction de l'amplitude de la contrainte peut être représentée par une droite lorsque les fréquences de rupture sont reportées sur une échelle gaussienne et les amplitudes de contrainte sur une échelle normale. Cette droite permet de déterminer graphiquement la contrainte correspondant à la probabilité 0,5 : il s'agit de la limite d'endurance moyenne. Enfin, la différence entre la probabilité la plus élevée et la probabilité la plus basse est égale à deux fois l'écart type.

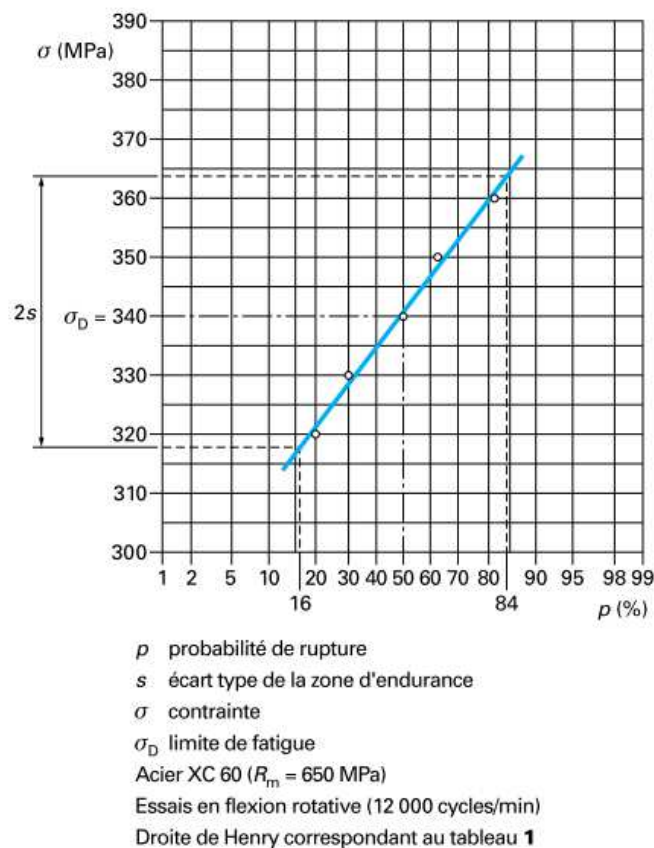


Figure 3.4 : Exemple de détermination de la limite d'endurance par la méthode des probits (Rabbe, et al., 2000)

Cette méthode longue et coûteuse (plus de 80 éprouvettes, de préférence 150 à 200) est à réserver pour des études fondamentales où la précision attendue sur la limite d'endurance et surtout sur l'écart-type est importante.

1.1.4 Conclusion

Les courbes S-N, les diagrammes de Haigh ou encore les diagrammes CFL (Constant Fatigue Life) sont des outils pour aider l'ingénieur à réaliser un dimensionnement en fatigue. Ils permettent de caractériser le comportement en fatigue du matériau et d'estimer le chargement limite de fatigue. Comme nous l'avons montré dans les paragraphes précédents, beaucoup d'essais de fatigue sont nécessaires pour construire ces outils. De plus, pour déterminer la limite d'endurance, il faut travailler à très grand nombre de cycles. On comprend alors que diminuer les temps d'essai devient une nécessité. La campagne d'essai doit devenir la plus courte possible, tout en permettant une estimation correcte des propriétés en fatigue du matériau. L'objectif ultime reste bien entendu la construction de modèles de comportement fiables pour la prévision de la durée de vie.

Dimensionner en fatigue, c'est également connaître l'état d'endommagement de la structure à un instant donné sous un chargement connu. Les courbes S-N et autres diagrammes ne donnent aucune information sur les mécanismes d'endommagement de fatigue, la présence ou le comportement des fissures ou simplement sur le changement des caractéristiques du matériau en raison du processus de fatigue. Dans le prochain paragraphe, nous présentons plusieurs méthodes expérimentales pour le suivi de l'endommagement en fatigue de composites stratifiés. Les discussions viendront finalement motiver le choix des mesures thermiques comme indicateur d'endommagement de fatigue.

1.2 Suivi de l'endommagement en fatigue

Parmi les différents types de dégradations structurelles, l'endommagement de fatigue est une des principales causes de rupture lorsque la structure composite est soumise à des chargements répétés ou cycliques.

L'endommagement de fatigue et les mécanismes de rupture des stratifiés sont la combinaison de différents mécanismes tels de la fissuration matricielle, de la décohésion fibre/matrice et de la rupture de fibre. Ces mécanismes sont beaucoup plus complexes à appréhender dans les composites stratifiés que pour les matériaux métalliques dans lesquels, typiquement, une fissure s'amorce et se propage progressivement (prioritairement en mode I) jusqu'à la rupture du matériau. Dans un stratifié, un grand nombre de fissures microscopiques peuvent s'initier dès les premiers cycles de chargement, menant à différentes formes de croissance de l'endommagement de fatigue (Degrieck & Van Paepegem, 2001). C'est pour cette raison qu'il est important de caractériser l'endommagement et sa progression dans les structures en composites stratifiés soumises à différents chargements de fatigue.

L'endommagement dans les matériaux composites stratifiés soumis à des sollicitations de fatigue évolue généralement selon trois phases successives ; on lie la décohésion fibre/matrice à la première phase, la seconde phase est généralement une phase d'endommagement lente et progressive associée à de la fissuration matricielle et enfin, la troisième phase voit l'apparition de ruptures de fibres (Gamstedt & Sjoegren, 1999) (Talreja, 2008) (Goidescu, et al., 2013).

Pour analyser cet endommagement, plusieurs méthodes expérimentales ont été développées. Ces méthodes consistent à suivre l'évolution d'un indicateur d'endommagement, choisi au préalable.

La méthode la plus courante mesure la perte de rigidité du stratifié et suit l'évolution de la variable d'endommagement D , liée au module apparent du stratifié (Van Paepegem, et al., 2007) (Tamuzs, et al., 2008) (Giancane, et al., 2010). Cette méthode est une adaptation des méthodes classiquement utilisées pour les métaux.

En utilisant le bilan énergétique du système sollicité, les différentes énergies mises en jeu (énergie mécanique dissipée, énergie stockée et énergie dissipée en chaleur) peuvent également devenir des indicateurs d'endommagement ; (Feltner & Morrow, 1961) se sont intéressés très tôt à l'énergie mécanique dissipée comme indicateur d'endommagement en fatigue des aciers. Egale à l'aire de la boucle d'hystérésis, cette énergie, facilement mesurable, a été étudiée un peu plus tard comme paramètre lié à la durée de vie des alliages d'aluminium (Halford, 1997) (Giancane, et al., 2009) ou encore à la résistance sous chargements thermomécaniques de matériaux polycristallins (Doudard, 2003) (Charkaluk & Constantinescu, 2006). (Kaleta, et al., 1986) étudient l'énergie stockée dans un acier et (La Rosa & Risitano, 2000) proposent l'utilisation d'un paramètre dérivé de la mesure expérimentale de la température en surface, lié à l'énergie stockée. D'après ces études sur les aciers, l'énergie stockée à la rupture dans la microstructure du matériau utilisée comme indicateur d'endommagement s'avère être une constante du matériau pour la rupture en fatigue. L'énergie irréversible stockée dans les différents constituants d'un composite a également été employée comme paramètre d'endommagement dans des analyses portant sur la rupture en fatigue de composites (Aglan, et al., 2003). D'autres auteurs relient la quantité de chaleur créée (ou la génération d'entropie) au développement de l'endommagement de fatigue dans des matériaux composites (Gamstedt, et al., 2001) (Minak, 2010) (Naderi & Khonsari, 2013).

Dans le cas où chaque mécanisme d'endommagement peut à tout instant être quantifié, la thermographie peut fournir la quantité de chaleur générée et donc le terme source en résolvant l'équation de la chaleur appliquée au système. Cependant, quantifier la dissipation due à l'endommagement du stratifié est complexe et nécessite de choisir une modélisation des phénomènes. En parallèle des approches expérimentales quantitatives présentées précédemment, des approches qualitatives basées sur des techniques de mesure non-destructives comme la thermographie infrarouge ou les ultrasons, ont été proposées par plusieurs auteurs (Toubal, et al., 2006) (Steinberger, et al., 2006) (Balageas, et al., 2006) (Naderi, et al., 2012) (Goideescu, et al., 2013). L'utilisation de ces techniques permet dans un premier temps d'étudier comment l'endommagement apparaît pendant des chargements cycliques. Dans un second temps, les mesures de température ou d'énergie cumulée peuvent être employées comme indicateur d'endommagement (Naderi, et al., 2012). Elles sont reliées à l'énergie dissipée et leur augmentation à l'accumulation d'endommagement dans le matériau.

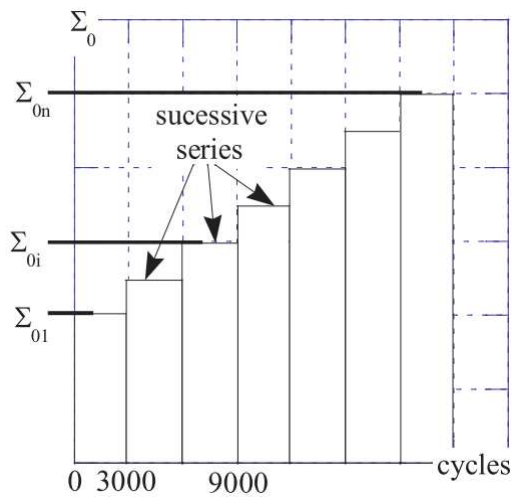
1.3 Caractérisation rapide des propriétés en fatigue des matériaux métalliques

Depuis plusieurs années, différentes équipes de recherches (Luong, 1995; La Rosa & Risitano, 2000; Doudard, et al., 2004; Poncelet, et al., 2007; Ezanno, et al., 2010; Munier, et al., 2010) ont mis au point des méthodes permettant une estimation rapide de la limite

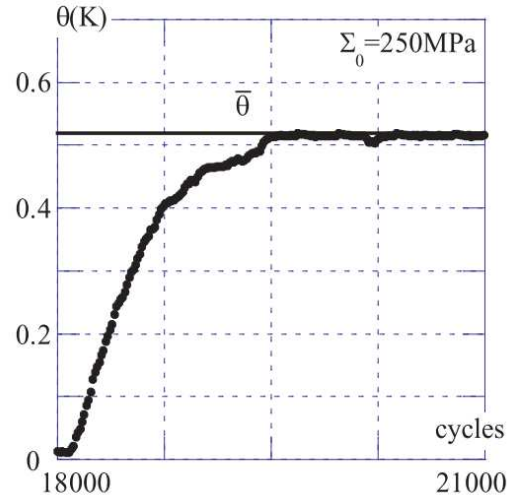
d'endurance des matériaux métalliques à partir de l'observation des effets thermiques au cours de chargements cycliques. Ces essais consistent à appliquer à une éprouvette de fatigue une succession de blocs de chargement d'amplitude de contrainte croissante (Figure 3.5 a). Pour chaque bloc de chargement, on enregistre les variations de la température moyenne θ (Figure 3.5 b) :

$$\theta(t) = T(t) - \frac{T_1(t) + T_2(t)}{2} \quad 3.5$$

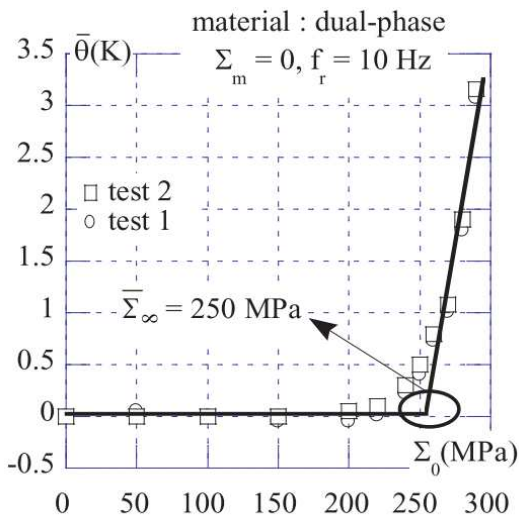
où $T(t)$ représente la température moyenne de l'éprouvette au temps t et T_1 (respectivement T_2) correspond à la température du mors inférieur au même instant (respectivement du mors supérieur).



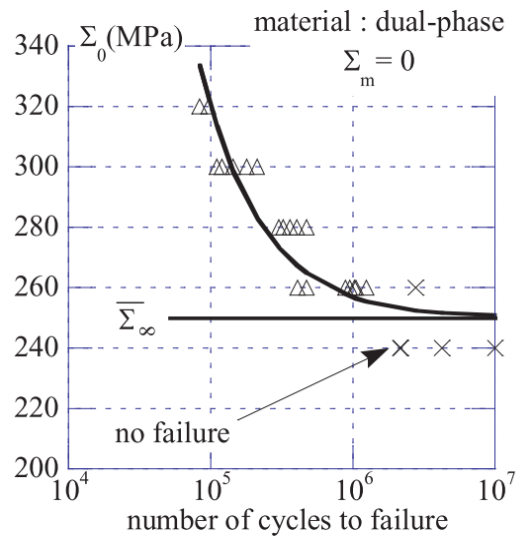
a : Succession de blocs de chargement d'amplitude croissante



b : Evolution de la température moyenne sur un bloc de chargement



c : Evolution de l'auto-échauffement moyen



d : Courbe de Wöhler moyenne

Figure 3.5 : Méthode empirique permettant d'estimer la limite d'endurance moyenne à partir d'essais d'auto-échauffement. Les résultats sont obtenus par (Doudard, 2003) sur un acier dual-phase DP60.

On constate que la variation de la température moyenne tend à se stabiliser vers une valeur $\bar{\theta}$ fonction de la fréquence de sollicitation et du chargement mécanique appliqué (Figure 3.5 b). Il est généralement observé qu'au-delà d'un certain niveau de chargement, cette température moyenne stabilisée évolue brutalement (Figure 3.5 c). Ce changement est associé à un dépassement de la limite d'endurance interprété comme la signature de l'apparition de la microplasticité, c'est-à-dire de la plasticité à l'échelle microscopique qui pilote la fatigue. (Doudard, 2003) a développé un modèle probabiliste à deux échelles qui a permis non seulement de montrer que l'essai d'auto-échauffement permet d'obtenir une estimation de la limite d'endurance d'aciers mais également de relier les résultats d'essais d'auto-échauffement à la dispersion des résultats en fatigue classique à grand nombre de cycles. En s'appuyant sur un critère de ruine énergétique et en supposant l'existence d'une énergie

dissipée critique constante, les auteurs peuvent reconstruire une courbe de Wöhler d'isoprobabilité, c'est-à-dire associée à une probabilité de rupture donnée, à partir d'une seule éprouvette et en seulement une demi-journée. (Le Saux, 2010) a étendu le champ d'application de cette méthode en la testant sur des élastomères ; il a relié l'échauffement à la déformation principale maximale, qui est un paramètre communément employé dans les critères de fatigue pour ce type de matériau. Plus récemment, (Jegou, et al., 2013) ont testé la méthode sur des polymères renforcés fibres courtes, classiquement employés dans l'industrie automobile. Ce travail est un premier pas vers l'utilisation de cette méthode sur des matériaux anisotropes, des assemblages et plus largement des structures.

Ainsi, même si la température est un indicateur qualitatif de l'endommagement de fatigue, les méthodes thermométriques sont capables d'estimer la limite de fatigue de plusieurs matériaux et composants métalliques de façon relativement fiable par rapport à la procédure classique qui s'appuie sur la construction des courbes S-N par la méthode de l'escalier ou la méthode des probits.

Dans le cas des composites stratifiés, en raison de mécanismes d'endommagement différents suivant les stratifications, les variations de température peuvent être employées pour fournir des informations utiles sur la localisation et le développement de l'endommagement sous des chargements quasi-statiques et de fatigue (Toubal, et al., 2006) (Steinberger, et al., 2006) (Balageas, et al., 2006) (Goideanu, et al., 2013). Dans le cas de chargement de fatigue sur des composites à dominance matricielle (c'est-à-dire des composites où la direction de sollicitation fait principalement intervenir le comportement de la résine ou de l'interface, comme les stratification $[0/90]$ ou $[\pm\theta]$), les mécanismes d'endommagement comme la décohésion fibre/matrice ou la fissuration matricielle peuvent apparaître même à des niveaux de chargement macroscopiques très bas (Lafarie-Frenot, et al., 2001) ; l'endommagement résultant associé au comportement visco-élastoplastique de la matrice génère une certaine quantité de chaleur, créant une élévation de température et cela, pour des chargements qui peuvent être bien en dessous de la limite d'endurance du composite.

Dans le prochain paragraphe, nous présentons la campagne expérimentale d'auto-échauffement réalisée sur le pli élémentaire TR50/R367-2 ainsi que les résultats obtenus après proposition d'une méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement adaptée au comportement thermomécanique du pli élémentaire de carbone TR50 et résine époxy.

2 Les essais d'auto-échauffement appliqués aux stratifiés

Cette partie présente les essais d'auto-échauffement réalisés sur différentes stratifications du pli élémentaire de carbone TR50 et résine époxy R367-2. La première section détaille le protocole expérimental suivi puis les paragraphes suivants exposent les résultats par stratification. Nous présenterons les principales courbes d'auto-échauffement obtenues puis nous mènerons une étude de l'évolution de la température et de l'état d'endommagement de l'éprouvette stratifiée. Enfin, nous proposerons dans la troisième section une méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement obtenues pour le matériau stratifié basée sur la connaissance des mécanismes d'endommagement spécifiques aux stratifiés et permettant d'estimer la limite d'endurance. Les valeurs de limite d'endurance fournies par cette méthode sont ensuite comparées à celles obtenues classiquement à partir des courbes de fatigue (courbes S-N) pour chaque stratification.

2.1 Mise en place d'un protocole expérimental

Nous présentons dans cette section la démarche expérimentale mise en place pour identifier rapidement les propriétés à la fatigue du pli élémentaire de carbone/époxy en se basant sur des mesures d'auto-échauffement. Une première étape consiste à proposer une base canonique de stratifications sur laquelle les essais sont menés. Elle doit permettre d'accéder aux propriétés et comportements du pli élémentaire dans ses directions principales. Aussi, nous débutons cette section par une présentation de l'ensemble des stratifications testées ainsi que de leurs conditions de chargement.

2.1.1 Campagne expérimentale

Tous les essais de suivi thermique présentés dans ce manuscrit ont été réalisés à température ambiante sur une machine de fatigue hydraulique MTS 880 équipée d'une cellule de force de 100 kN et dotée de mors hydrauliques.

Plusieurs stratifications ont été testées en auto-échauffement : $[(\pm 67,5)_2]_S$, $[(\pm 45)_2]_S$, $[0/90/0/90]_S$, $[\pm 45/90/0]_S$ et $[+45/90/-45/0]_S$. L'ensemble des essais a consisté en des chargements cycliques en traction-traction à une fréquence de sollicitation de 5 Hz. La traction est un chargement mieux maîtrisé expérimentalement que la compression, à la fois d'un point de vue de la complexité du dispositif expérimental (pas de système anti-flambement à concevoir et mettre en place) et de la variabilité des résultats. Pour ces raisons, nous avons choisi de ne pas travailler en compression. Les stratifications $[(\pm 67,5)_2]_S$, $[(\pm 45)_2]_S$, et $[0/90/0/90]_S$ ont uniquement été testées à contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}}$ constante. Les stratifications quasi-isotropes $[\pm 45/90/0]_S$ et $[+45/90/-45/0]_S$ ont été testées successivement à contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}}$ constante et à rapports de charge $R = \frac{\sigma_{\min xx}}{\sigma_{\max xx}}$ constants. Dans l'ensemble de cette étude, le terme $\overline{\sigma_{xx}}$ correspond à la contrainte moyenne apparente (à l'échelle du stratifié) dans la direction x du stratifié. Dans l'objectif d'évaluer l'influence de l'amplitude de contrainte sur la tenue en fatigue de ces stratifications, des essais à $R = 0,1$ et $R = 0,5$ ont été réalisés. L'ensemble des chargements cycliques réalisés dans cette étude correspondent aux configurations visibles sur la Figure 3.6 sur le dernier tiers de droite $\{R > 0\} \cup \{\bar{\sigma} > 0\}$.

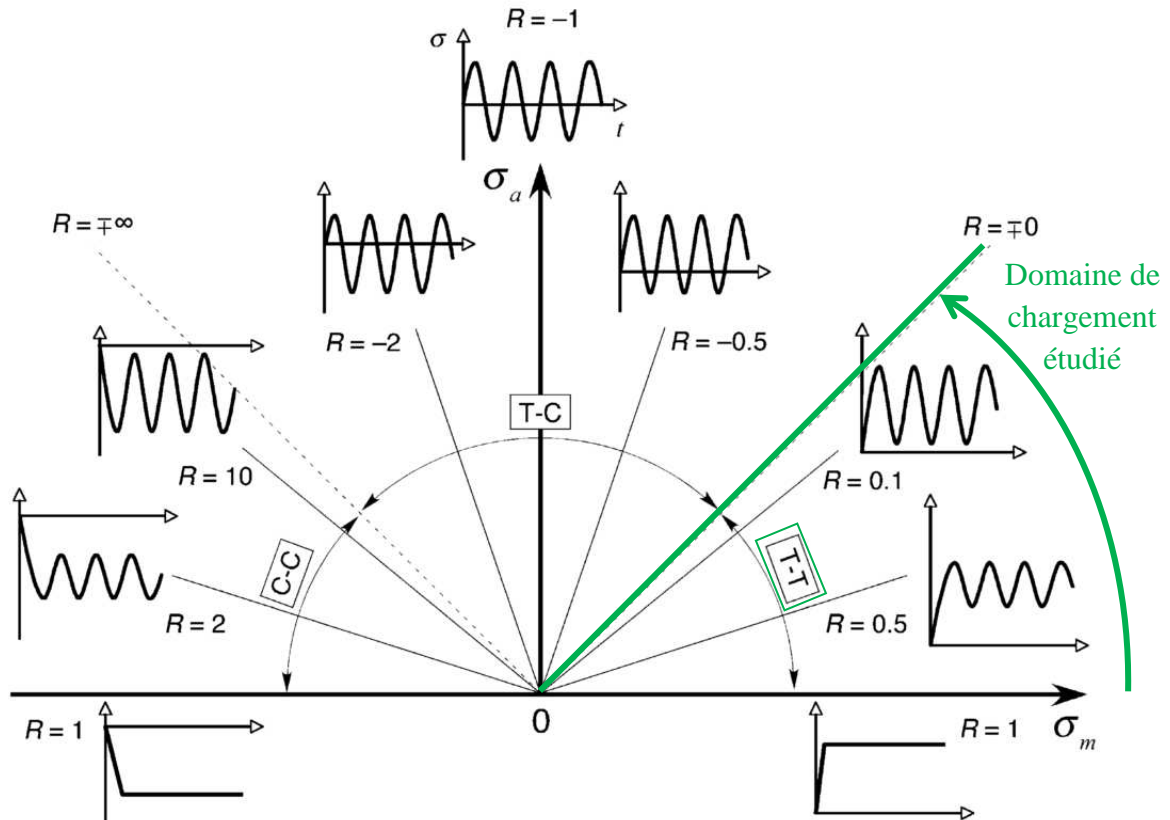


Figure 3.6 : Diagramme de Haigh contenant des configurations amplitude de contrainte-temps sous différents niveaux de contrainte moyenne : C-C (Compression-Compression), T-C (Traction-Compression), T-T (Traction-Traction).

Le niveau de chargement moyen macroscopique de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ a été choisi égal à $1/3$ de la contrainte à rupture (ou un peu plus que la moitié de la contrainte élastique) afin de rester dans le domaine réversible. Les niveaux de chargement moyen (macroscopique) pour les stratifications $[(\pm 67,5)_2]_S$, $[0/90/0/90]_S$ et $[\pm 45/90/0]_S$ ont ensuite été choisis de façon à garder une cohérence dans le chargement du pli élémentaire (mésoscopique) ; le chargement subi par le pli à 45° dans la stratification quasi-isotrope est identique à celui subi par les plis de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$. De la même façon, le chargement moyen subi par le pli à 90° dans la stratification quasi-isotrope est identique à celui subi par le pli à 90° dans la stratification $[0/90/0/90]_S$. Ainsi, les choix concernant les chargements étudiés sont spécifiques au comportement du pli élémentaire dans les directions sensibles à la fatigue. Le Tableau 28 répertorie les conditions de chargement pour les stratifications testées sous contrainte moyenne constante.

Stratifications	Echelle de la structure	Echelle du pli
$[(\pm 45)_2]_S$	$\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$	$\overline{\sigma_{12}} = 25 \text{ MPa}$
$[(\pm 67,5)_2]_S$	$\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$	$\overline{\sigma_{22}} = 41 \text{ MPa}$
$[0/90/0/90]_S$	$\overline{\sigma_{xx}} = 335 \text{ MPa}$	Pli à 90° : $\overline{\sigma_{22}} = 41 \text{ MPa}$
$[\pm 45/90/0]_S$	$\overline{\sigma_{xx}} = 250 \text{ MPa}$	Pli à 45° : $\overline{\sigma_{12}} = 25 \text{ MPa}$ Pli à 90° : $\overline{\sigma_{22}} = 42 \text{ MPa}$

Tableau 28 : Conditions de chargement moyen étudiées en fonction des stratifications. $\overline{\sigma_{xx}}$ correspond à la contrainte moyenne apparente appliquée à l'échelle macroscopique.

Le choix de la fréquence de sollicitation a fait l'objet d'un compromis entre la durée des essais de fatigue nécessaires à la validation de la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance (cf. chapitre 4) et la limitation de l'augmentation de la température interne du stratifié. En effet, tous les polymères peuvent générer des augmentations excessives de température si la fréquence de sollicitation devient trop importante, en raison de leur comportement viscoélastique. Le caractère viscoélastique d'un polymère conduit à une perte d'énergie au sein du matériau à chaque cycle. C'est dire que le matériau conserve une partie de l'énergie fournie et s'échauffe par frottement interne. Cet échauffement peut être suffisant pour amener le matériau à une température interne supérieure à la température de transition vitreuse par exemple, avec les conséquences connues sur le module (diminution très nette) et donc sur les performances en fatigue (Coronado, et al., 2012; Kawai & Matsuda, 2012). La majorité des essais de fatigue sur stratifiés carbone/époxy rapportés dans la littérature sont réalisés à une fréquence de 10 Hz. Cependant, notre étude nous oblige à nous rapprocher d'un état qui facilite la distinction entre échauffement dû aux phénomènes visqueux et échauffement dû à l'endommagement de fatigue. Nous avons alors opté pour une fréquence de 5 Hz au regard des températures mesurées au cours d'essais préliminaires.

2.1.2 Mesures thermiques

L'exploitation fine des essais d'auto-échauffement ne peut se faire que par l'intermédiaire d'un protocole de suivi de la température prenant en compte les spécificités de nos éprouvettes et de notre matériau. L'utilisation d'une caméra infrarouge se révèle indispensable dans un premier temps pour établir une cartographie d'auto-échauffement et ainsi évaluer s'il y a ou non homogénéité surfacique de température de nos éprouvettes. Cette information permet d'une part de savoir s'il est préférable d'appliquer un modèle unidimensionnel ou bidimensionnel à la surface de l'éprouvette. Le champ de température sur la tranche de l'éprouvette n'est pas mesuré. D'autre part, l'étude de la cartographie thermique de l'éprouvette pendant l'essai fournit les éventuels lieux d'amorçage de l'endommagement.

La caméra infrarouge employée est un modèle Cedip, constituée d'une matrice de 320 * 240 détecteurs Mercure-Cadmium-Telluride. Le dispositif expérimental (Figure 3.7) mène à une résolution spatiale de l'ordre de 0.7 millimètres. En raison de la couleur intrinsèquement noire des fibres de carbone et de l'aspect mat des éprouvettes, aucune peinture n'a été déposée sur

la zone utile. L'émissivité de surface du matériau a été déterminée expérimentalement en comparant les résultats obtenus par des thermocouples et par la caméra infrarouge. Cependant, il est important de noter qu'une erreur sur la valeur de l'émissivité du matériau n'altère pas les résultats obtenus sur les essais car on s'intéresse dans cette section aux variations de la température autour d'une température initiale et non à la température absolue du système testé. Une calibration de la caméra a permis la conversion du photosignal en température en degré Celsius.

Le modèle de caméra infrarouge employé autorise une large plage de fréquence d'acquisition. Nous avons choisi de travailler avec une fréquence d'acquisition de 25 Hz, fréquence d'acquisition minimale pour ce modèle de caméra infrarouge. Cette fréquence d'acquisition nous fournit uniquement 5 images thermiques par cycle de chargement, ce qui ne nous permet pas de quantifier de façon fiable les évolutions du couplage thermoélastique. Cependant, elle est suffisante pour étudier l'évolution moyenne de la température de l'éprouvette et les fichiers à traiter restent exploitables.

Le développement d'un outil de post-traitement programmé sous Matlab a permis de faciliter et d'automatiser en partie l'analyse des données issues de la caméra infrarouge.



Figure 3.7 : Dispositif expérimental pour les essais de suivi thermique

A partir d'une image enregistrée par la caméra à l'instant t (Figure 3.8), on relève la température moyenne à la surface de la zone utile de l'éprouvette $T(t)$, la température du mors haut $T_h(t)$ et la température du mors bas $T_b(t)$. La variation de température moyenne $\theta(t)$ est calculée à partir des valeurs relevées pour chaque pixel compris dans la zone utile de l'éprouvette. Ces trois mesures permettent de calculer les variations de température moyenne du stratifié dues à l'auto-échauffement par l'Équation 3.6 ci-dessous.

$$\theta(t) = T(t) - T(0) - \left[\frac{T_h(t) + T_b(t)}{2} - \frac{T_h(0) + T_b(0)}{2} \right] \quad 3.6$$

où $T(0)$, $T_h(0)$ et $T_b(0)$ correspondent respectivement à la température moyenne initiale en surface de l'éprouvette, la température initiale du mors haut et la température initiale du mors bas.

L'utilisation de l'Équation 3.6 permet de ne pas prendre en compte l'élévation de température de l'éprouvette due à l'augmentation éventuelle de la température des mors, résultant notamment de l'augmentation de la température de l'huile dans le cylindre du vérin.

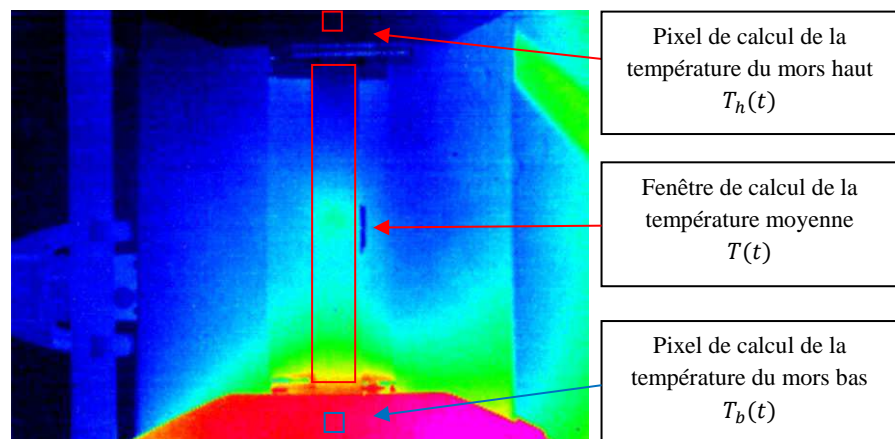


Figure 3.8 : Image thermique obtenue et fenêtre de calcul de la température moyenne en surface d'éprouvette

Dans un cadre industriel, il convient de noter que l'approche proposée peut également être menée avec des thermocouples afin de réduire le volume des données à traiter. Des courbes d'auto-échauffement construites à partir de mesures effectuées par thermocouples seront présentées à la fin de ce chapitre. L'analyse des courbes obtenues à partir des mesures par thermocouple fournit des résultats cohérents avec ceux obtenus à partir de mesures infrarouges par caméra infrarouge.

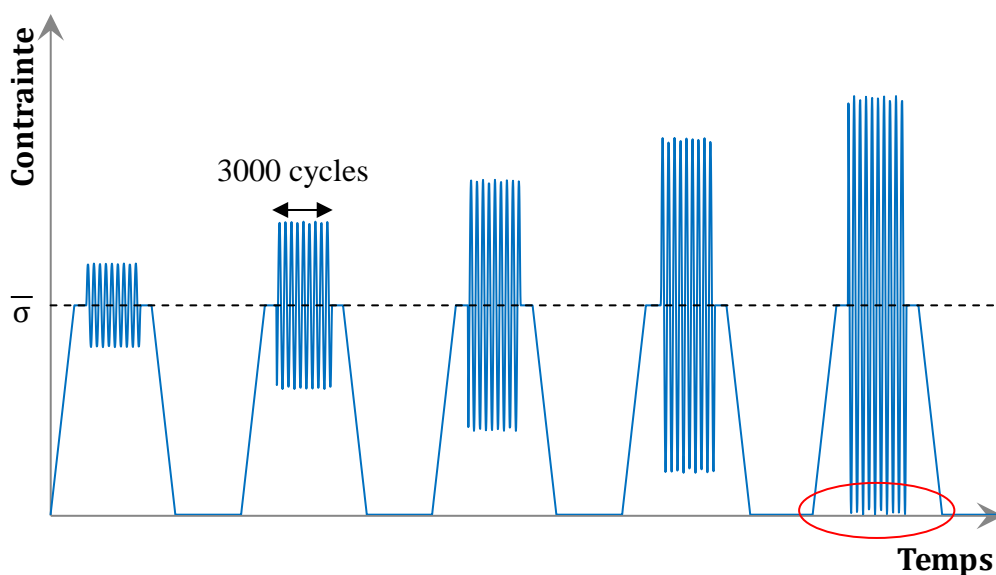
2.1.3 Déroulement des essais d'auto-échauffement

Comme présenté dans le paragraphe précédent, la campagne expérimentale réalisée dans le cadre de la thèse comprend des essais d'auto-échauffement à contrainte moyenne apparente $\overline{\sigma_{xx}}$ constante et des essais d'auto-échauffement à rapport $R = \sigma_{min} / \sigma_{max}$ constant. La Figure 3.9 reproduit schématiquement un historique de chargement pour les deux types d'essais d'auto-échauffement. En réalité, les essais d'auto-échauffement comprennent au moins une dizaine de blocs de chargements cycliques et d'autant plus autour du chargement limite estimé, afin d'affiner l'éventuel changement de pente présent sur la courbe d'auto-

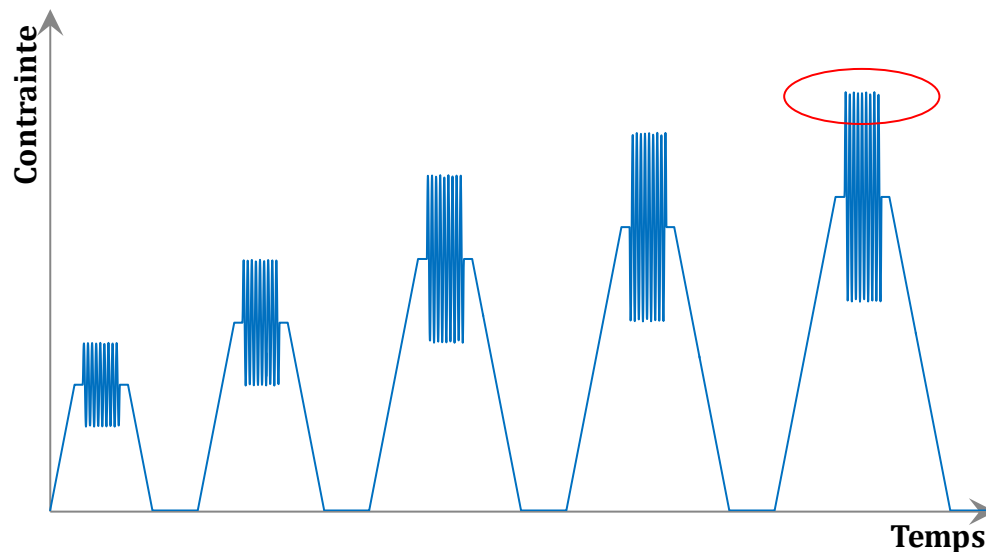
échauffement. Ce changement de pente signale un état critique ou caractéristique du comportement cyclique du matériau.

Dans les deux cas, le déroulement des essais est le même et ces derniers consistent en une succession de blocs de chargement séparés entre eux par une phase de maintien de l'éprouvette en position relâchée (contrainte nulle) pendant 5 minutes. Cette phase d'arrêt permet de ramener l'éprouvette à l'équilibre thermique (sa température moyenne en surface est alors proche de la température ambiante).

Un bloc de chargement débute par une phase de montée en charge jusqu'à atteindre la contrainte moyenne recherchée. Après une courte phase de stabilisation à contrainte moyenne vient la phase de chargement cyclique à fréquence 5 Hz. Durant ce chargement cyclique, on enregistre la cartographie de température en surface de l'éprouvette par le biais de la caméra infrarouge. Ce chargement comporte 3000 cycles. Il s'agit de la durée nécessaire pour que l'ensemble des stratifications atteigne un état thermique stabilisé et ceci, quel que soit le chargement. Une nouvelle phase de stabilisation à contrainte moyenne précède la phase de décharge de l'éprouvette. Les phases de charge et de décharge de l'éprouvette se font en contrôle en déplacement, avec une vitesse de la traverse de 2mm/min. La phase de chargement cyclique est contrôlée en force. Les phases de maintien à contrainte moyenne, très courte (de l'ordre d'une seconde) facilitent le passage entre les modes d'asservissement en déplacement et en force.



(a) Pour ce type de chargement, à contrainte moyenne apparente constante, le facteur limitant est le passage en compression de l'éprouvette.



(b) Pour ce type de chargement, à rapport de charge R constant, le facteur limitant est la rupture de l'éprouvette.

Figure 3.9 : Représentations schématiques de l'historique du chargement lors d'un essai d'auto-échauffement (a) à contrainte moyenne constante et (b) à rapport R constant.

Les essais d'auto-échauffement ont été menés jusqu'au chargement maximal permis ; l'éprouvette ne devant pas passer en compression, la sollicitation cyclique maximum autorisée pour les essais d'auto-échauffement à contrainte moyenne constante est celle pour laquelle la contrainte minimale est nulle. Pour les essais à rapport R constant, le facteur limitant le nombre de blocs de chargement cyclique est la rupture de l'éprouvette.

L'utilisation du mode de contrôle en force nous a contraint à régler le correcteur PID de la servovalve pour chaque type de stratification testée. En effet, la raideur des éprouvettes variant d'une stratification à l'autre, chaque stratification a ses propres valeurs de gain PID. De plus, l'endommagement des éprouvettes évoluant avec la sollicitation, il a été nécessaire de réaliser les réglages de PID pour différents niveaux de chargement sur certaines stratifications, notamment la stratification $[(\pm 45)_2]_S$. L'ensemble des réglages se sont faits manuellement sur une éprouvette de chaque stratification, que nous n'avons pas réutilisée ensuite pour des essais d'identification.

2.2 Résultats expérimentaux

2.2.1 Dissipation et couplages

La Figure 3.10 ci-dessous est un exemple typique de résultats obtenus avec le protocole présenté précédemment. Sur ce graphique, nous avons représenté l'évolution temporelle de trois températures caractéristiques : la température du mors haut (mors fixe), du mors bas (mors mobile) et la température moyenne de la zone utile de l'éprouvette (température moyenne en surface de l'éprouvette). Le suivi de la température des mors donne une indication sur l'élévation de la température de la machine durant l'essai et montre la nécessité

de corriger cet effet lors du passage de la température absolue de l'éprouvette à la variation de température (relative), grâce à l'Équation 3.6.

Nous rappelons que les mors de la machine ont été peints en noir mat et la température de chacun des mors est relevée en un pixel, contrairement à la température de l'éprouvette qui correspond à une moyenne des températures relevées en chacun des pixels situés sur la zone utile.

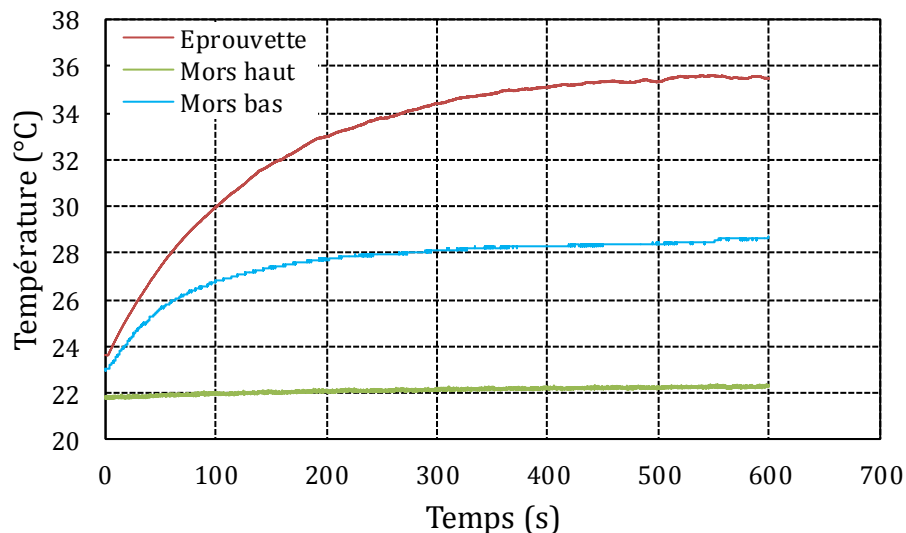


Figure 3.10 : Evolution typique de la température pendant un bloc de chargement. Eprouvette de stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ testée sous chargement cyclique à rapport de charge $R = 0,1$, bloc de chargement $\sigma_{xx} = 194,6 \pm 156,2$ MPa.

L'utilisation de la moyenne des températures en surface d'éprouvette comme indicateur de comportement thermomécanique n'a de sens que si le champ de température est homogène en surface. L'apparition d'un pic local de température, signalant par exemple une rupture de fibre ou la création d'une fissure macroscopique, n'a que très peu d'impact sur la moyenne des températures en surface à condition que la diffusion de la chaleur dégagée par l'évènement ne dépasse pas quelques pixels. L'emploi d'une caméra infrarouge, et non de thermocouples, nous a permis d'analyser le champ de température en surface de l'éprouvette et de statuer sur son homogénéité ou non.

La Figure 3.11 est une image thermographique extraite d'une séquence enregistrée durant un essai d'auto-échauffement sur stratification $[(\pm 45)_2]_S$. L'échelle de couleur à droite de l'image est exprimée en degré Celsius. Nous observons que le champ de température est relativement homogène. Il est important pour la suite de noter que deux gradients thermiques subsistent dans l'axe longitudinal de l'éprouvette, en raison des différences de température entre les mors et l'éprouvette. La source responsable de l'échauffement de l'éprouvette est diffuse, elle semble provenir de toute la zone utile.

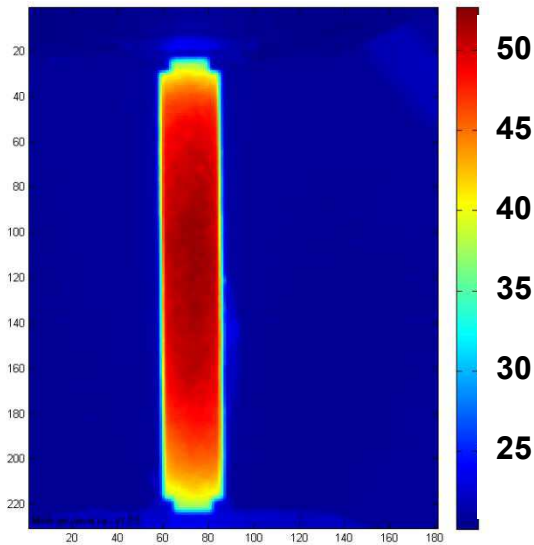


Figure 3.11 : Champ de température observé durant un bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement sur une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$

2.2.2 Influence de la stratification sur la courbe d'auto-échauffement

Ce paragraphe présente les courbes d'auto-échauffement obtenues pour chacune des stratifications du pli élémentaire testées sous contrainte moyenne apparente $\overline{\sigma_{xx}}$ constante. La température moyenne stabilisée est tracée en fonction de la contrainte maximale macroscopique atteinte pendant le bloc de chargement. Comme expliqué dans le protocole expérimental, la contrainte moyenne macroscopique appliquée à la stratification quasi-isotrope $[+45/-45/90/0]_S$ a été calculée de façon à atteindre un niveau de contrainte dans le pli à 45° identique à celui subi par les plis à 45° durant l'essai d'auto-échauffement de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$. Ensuite, la contrainte moyenne macroscopique appliquée à la stratification $[0/90/0/90]_S$ mène à un niveau de contrainte dans le pli à 90° égal à celui subi par le pli de même orientation durant l'essai d'auto-échauffement de la stratification quasi-isotrope $[+45/-45/90/0]_S$. Ces calculs s'appuient sur la théorie des stratifiés. Quelle que soit la stratification, la contrainte moyenne imposée à l'échelle du stratifié conduit à un chargement moyen à l'échelle mésoscopique qui reste dans le domaine de comportement linéaire du pli élémentaire.

❖ Stratification $[(\pm 45)_2]_S$

La Figure 3.12 représente la courbe d'auto-échauffement obtenue pour une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne macroscopique constante $\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$. L'allure de cette courbe d'auto-échauffement ressemble fortement à celle que l'on peut trouver dans la littérature sur les aciers ; les premiers blocs de chargement cycliques n'entraînent pas d'élévation de température de l'échantillon puis, à partir d'une certaine amplitude de chargement, la température augmente. Contrairement aux résultats obtenus sur des aciers, la courbe d'auto-échauffement semble se décomposer en trois phases : la première phase caractérisée par une température constante est suivie de deux phases d'augmentation de

température, considérées comme linéaires mais de pente différente (Figure 3.13). Le changement de pente visible à partir de 80 MPa pourrait être dû à l'apparition d'un nouveau mécanisme d'endommagement, différent de celui présent en phase 2, et responsable d'une dissipation d'énergie plus importante. Nous validerons cette hypothèse dans un des paragraphes suivants, lorsque nous nous intéresserons au suivi de l'endommagement durant les essais d'auto-échauffement.

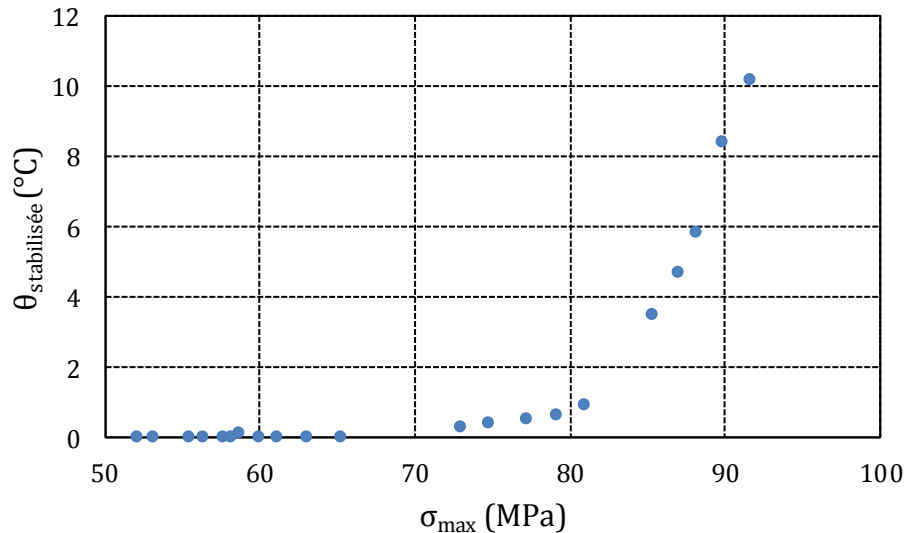


Figure 3.12 : Courbe d'auto-échauffement obtenue pour un essai d'auto-échauffement effectué sur la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ sous une contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}} = 50$ MPa

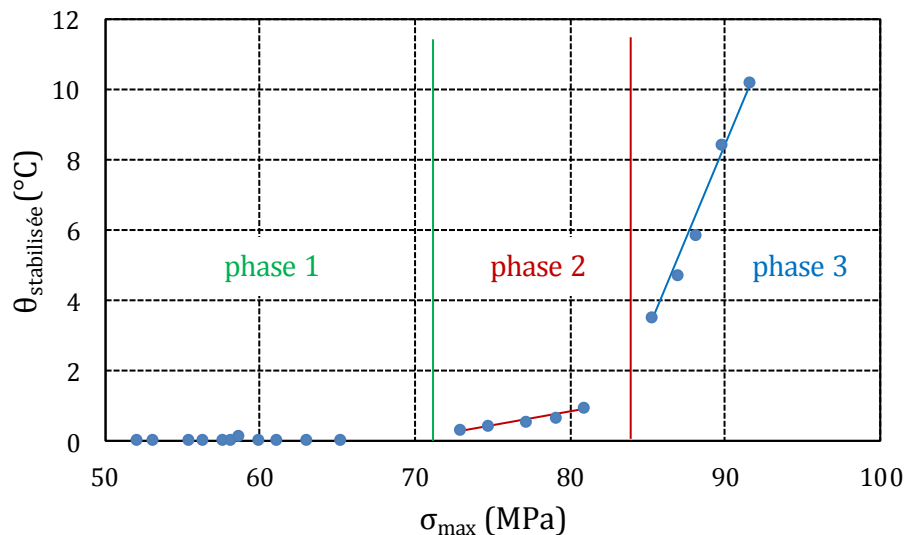


Figure 3.13 : Interprétation de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}} = 50$ MPa

❖ Stratification $[0/90/0/90]_S$

La Figure 3.14 représente la courbe d'auto-échauffement obtenue pour une éprouvette de stratification $[0/90/0/90]_S$ testée sous une contrainte moyenne macroscopique constante $\overline{\sigma_{xx}} = 335 \text{ MPa}$.

Contrairement à ce qui a été observé sur la courbe d'auto-échauffement de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$, les premiers blocs de chargement cycliques accusent déjà une température moyenne stabilisée non nulle de la surface de l'éprouvette. La croissance de la température stabilisée sur les premiers blocs de chargement ressemble fortement à l'évolution que nous avons pu observer durant la phase 2 sur la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ (Figure 3.13). Nous remarquons un emballement de la température stabilisée pour la stratification $[0/90/0/90]_S$ beaucoup moins prononcé que celui observé pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ (Figure 3.12/Figure 3.14). De plus, l'élévation de la température moyenne en surface de l'éprouvette de stratification $[0/90/0/90]_S$ est beaucoup moins importante, puisqu'elle atteint un maximum de $4,5^\circ\text{C}$ durant le bloc de chargement le plus sévère subi par l'éprouvette. Ces faibles augmentations de température comparées à celles mesurées sur l'éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ proviennent de plusieurs facteurs liés à l'empilement des plis élémentaires : d'une part, les sources internes de dissipation de chaleur (notamment la viscosité, la plasticité et l'endommagement) sont plus faibles pour cette stratification que pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$. D'autre part, la forte conductivité des plis à 0° en surface de la stratification $[0/90/0/90]_S$ favorise la diffusion de la chaleur créée selon l'axe longitudinal de l'éprouvette vers les zones plus froides de l'éprouvette, situées à ses extrémités. Il est tout-à-fait plausible dans ce cas qu'une partie de la dissipation de chaleur interne ne soit pas mesurée en surface.

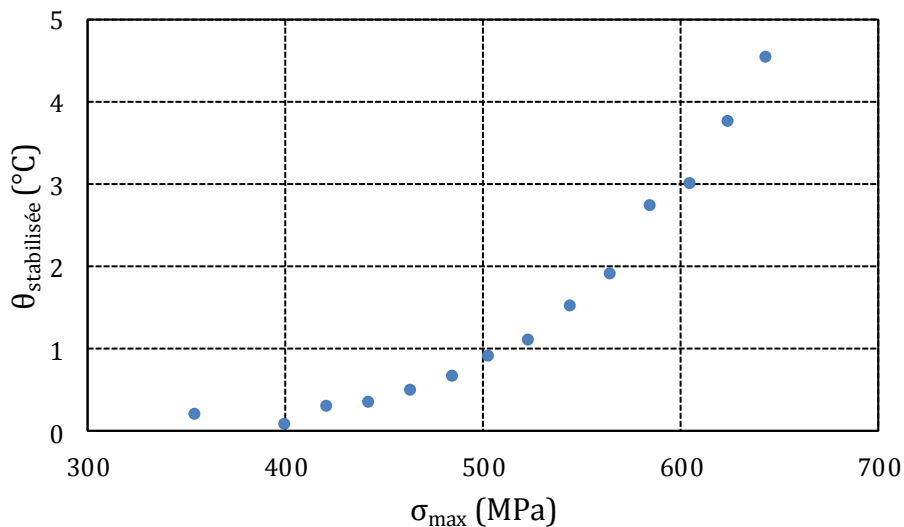


Figure 3.14 : Courbe d'auto-échauffement obtenue pour un essai d'auto-échauffement effectué sur la stratification $[0/90/0/90]_S$ sous une contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}} = 335 \text{ MPa}$

❖ Stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$

Les essais menés sur la stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$ fournissent les courbes d'auto-échauffement présentées en Figure 3.15. Les essais ont été menés jusqu'à rupture de l'éprouvette. Alors que l'amplitude de chargement augmente, aucun emballement de la température n'est observé. Au contraire, la température moyenne stabilisée enregistrée semble rester constante, autour de $0,2^\circ\text{C}$. La création et l'agrandissement du réseau de fissures parallèlement aux fibres (à $67,5^\circ$ du sens de la sollicitation) ne semble pas engendrer une dissipation d'énergie suffisante pouvant faire croître la température en surface d'éprouvette. Pourtant, il est certain que l'endommagement interne de l'éprouvette croît avec l'amplitude de chargement cyclique des blocs.

Cette constatation évidente permet de rappeler une des limitations de la méthode d'auto-échauffement pour des chargements de traction. Les fissures générées doivent également travailler en mode II (en plus du mode I) afin de générer une image thermique de leur création.

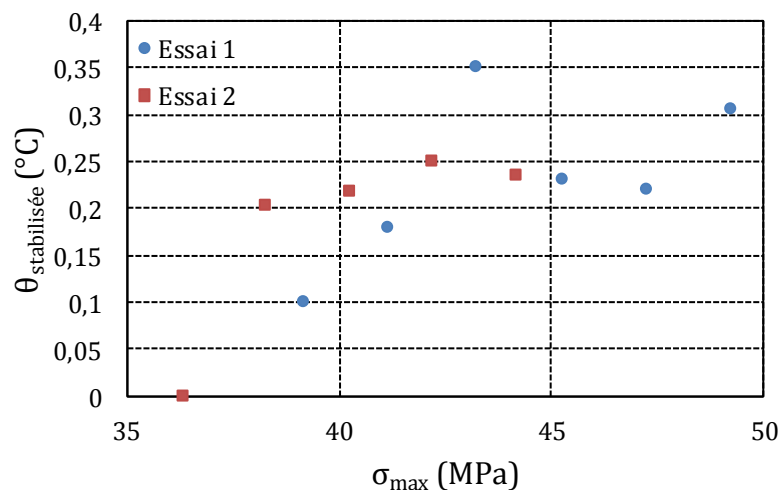


Figure 3.15 : Courbes d'auto-échauffement obtenues pour deux essais d'auto-échauffement effectué sur la stratification $[(\pm 67,5)_2]_S$ sous une contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}} = 35 \text{ MPa}$

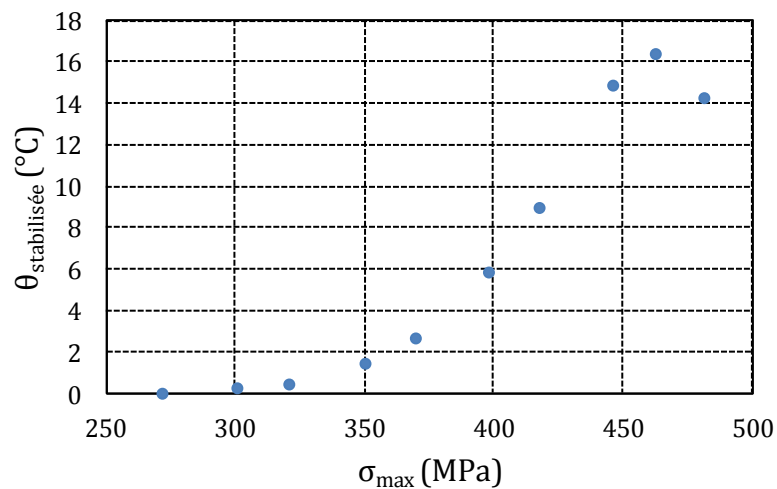
❖ Stratification [+45/−45/90/0]_S

Figure 3.16 : Courbe d'auto-échauffement obtenue pour un essai d'auto-échauffement effectué sur la stratification [+45/−45/90/0]_S sous une contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}} = 250 \text{ MPa}$ et jusqu'à rupture de l'éprouvette

La Figure 3.16 représente la courbe d'auto-échauffement obtenue pour une éprouvette de stratification [+45/−45/90/0]_S testée sous une contrainte moyenne macroscopique constante $\overline{\sigma_{xx}} = 250 \text{ MPa}$. Son évolution est similaire à celles observées pour les stratifications croisées $[(\pm 45)_2]_S$ et $[0/90/0/90]_S$, cependant les deux dernières températures enregistrées signalent une baisse de la température moyenne en surface de l'éprouvette alors que l'amplitude de contrainte continue d'augmenter. Cette diminution de la température moyenne stabilisée peut s'expliquer par un changement des conditions de transfert thermique au sein de l'éprouvette. En effet, à partir approximativement d'une contrainte macroscopique égale à 350 MPa, les plis à 90° sont rompus et les plis à 45° situés en surface de la stratification, sont fissurés (observations visuelles in situ, vérifiées par le critère de Tsai-Wu). Aux alentours de 450 MPa, les plis à 45° sont fortement fissurés (des délaminages sont visibles), ainsi l'ensemble des plis orientés sont désolidarisés des plis internes à 0°. La totalité du chargement est alors repris par les deux plis à 0°. Même si l'endommagement probable de ces derniers entraînent une dissipation d'énergie et donc de chaleur, le transfert de chaleur dans l'épaisseur du stratifié est modifié.

Pour des chargements de cette ampleur, on peut considérer le stratifié comme une succession de couches du matériau élémentaire séparées entre elles par des lames d'air, dont la conductivité est plus faible que celle de la résine ($\lambda_{20^\circ\text{C}}^{\text{air}} \approx 0,0265 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et $\lambda_{20^\circ\text{C}}^{\text{époxy R367-2}} \approx 0,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Pour plus de détails, se reporter au chapitre précédent, intitulé « Caractérisation des propriétés thermiques du pli élémentaire »). Entre ces différentes strates apparaissent sans nul doute des phénomènes de transfert de chaleur par convection et rayonnement. L'hypothèse d'un gradient de température

nul dans l'épaisseur du stratifié n'est plus valable du fait des discontinuités macroscopiques qui forment localement des obstacles à la diffusion de la chaleur.

Cette constatation pose également la question de la rupture d'un composite : doit-on considérer la stratification rompue lorsque les derniers plis cassent ou lorsque l'un des plis seulement est rompu, menant par-là à un matériau composé de deux éprouvettes en parallèle ? Notre objectif final étant de pouvoir comparer l'auto-échauffement aux essais classiques de fatigue, mené jusqu'à rupture de l'éprouvette, nous définirons la rupture du composite à celle de l'éprouvette. Nous reviendrons sur cette notion dans le chapitre 4.

La *Figure 3.17*, la *Figure 3.18* et la *Figure 3.19* correspondent à la dernière image thermographique enregistrée respectivement durant les huitième, neuvième et dixième blocs de chargement cyclique. Jusqu'au bloc de chargement de contrainte maximale 446 MPa, le champ de température en surface d'éprouvette est homogène (*Figure 3.17*). Pour les deux blocs de chargement cyclique suivants, de contraintes maximales supérieures, les *Figure 3.18* et *Figure 3.19* montrent une forte hétérogénéité du champ de température. Cette différence signale un fort changement de comportement thermique et plus précisément une dépendance à l'espace des caractéristiques de diffusion de la structure. L'endommagement de l'éprouvette à l'échelle macroscopique (présence de macro-fissures) ainsi que la forte localisation de l'endommagement ne permet plus de considérer la structure comme un matériau homogène équivalent, aux propriétés thermiques identiques sur tout le domaine.

Les échelles de couleur employées pour ces trois figures sont identiques.

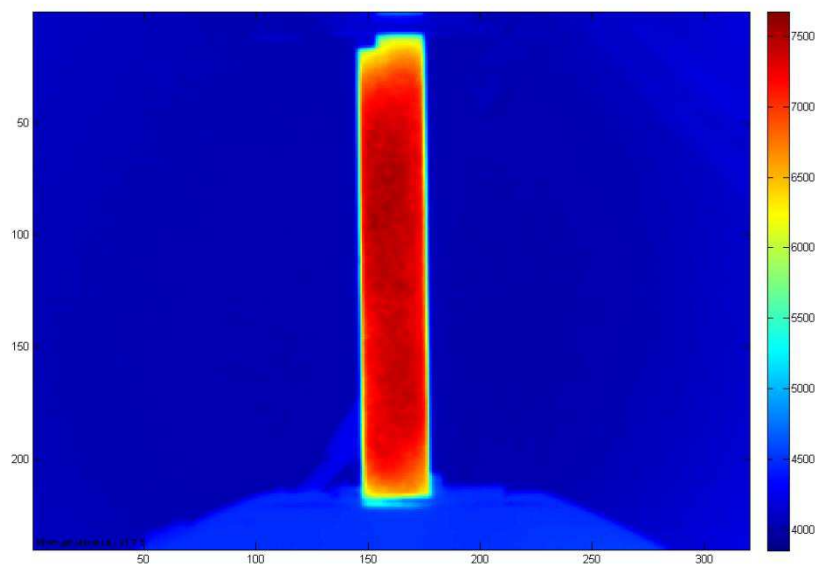


Figure 3.17 : Dernière image thermographique du bloc de chargement de contrainte maximale $\sigma_{max} = 446$ MPa (correspondant au huitième point expérimental sur la Figure 3.16)

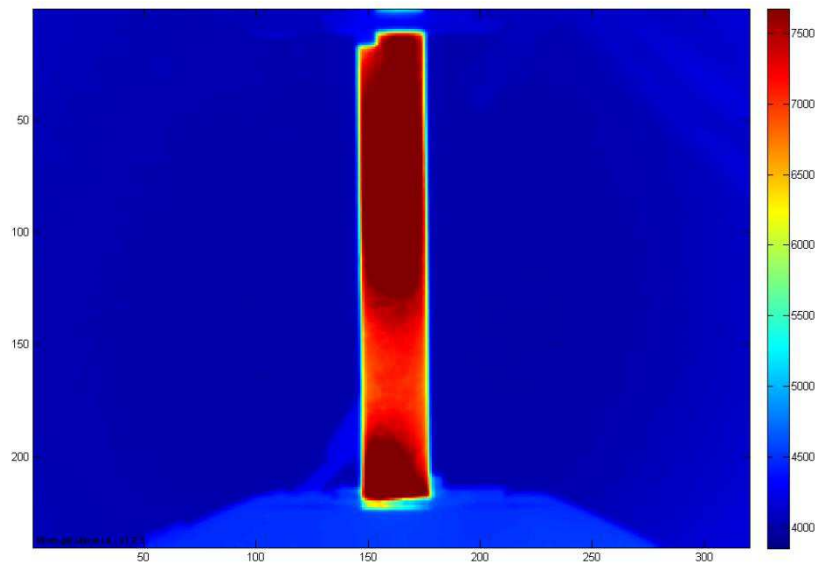


Figure 3.18 : Dernière image thermographique du bloc de chargement de contrainte maximale $\sigma_{max} = 462$ MPa (correspondant au neuvième point expérimental sur la Figure 3.16)

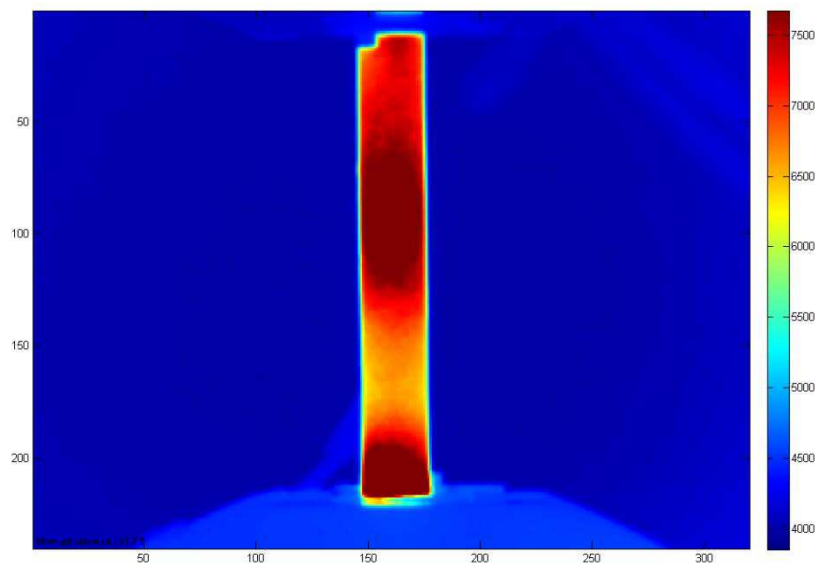


Figure 3.19 : Dernière image thermographique du bloc de chargement de contrainte maximale $\sigma_{max} = 481$ MPa (correspondant au dixième point expérimental sur la Figure 3.16)

Nous avons affiné la courbe d'auto-échauffement de la stratification quasi-isotrope en nous focalisant sur des chargements pour lesquels la stratification n'est pas scindée. Ces chargements nous assurent une homogénéité du champ de température en surface. La Figure

3.20 représente la courbe d'auto-échauffement affinée obtenue pour une éprouvette de stratification $[+45/-45/90/0]_S$ testée par essai d'auto-échauffement sous une contrainte moyenne constante égale à 250 MPa. Un emballement de la température moyenne stabilisée est observé.

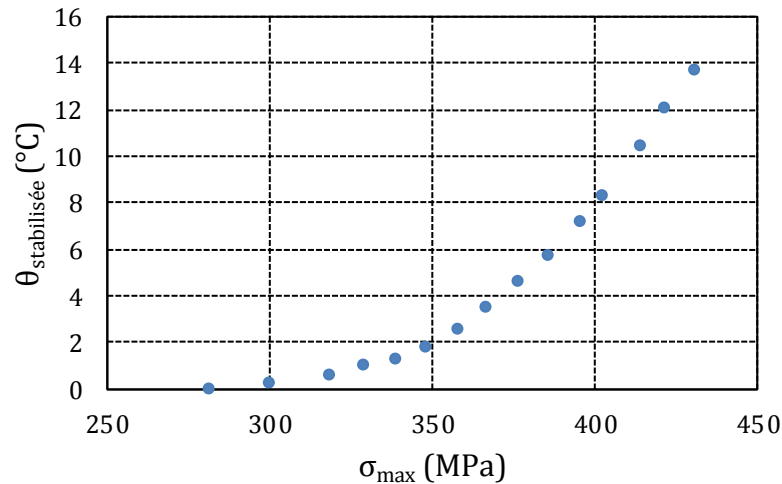


Figure 3.20 : Courbe d'auto-échauffement obtenue pour un essai d'auto-échauffement effectué sur la stratification $[+45/-45/90/0]_S$ sous une contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}} = 250 \text{ MPa}$

2.2.3 Influence du chargement moyen

La limite d'endurance d'une stratification est souvent dépendante de la contrainte moyenne en traction (Kawai & Murata, 2010). Dans ce paragraphe, nous présentons les courbes d'auto-échauffement obtenues sous différents niveaux de contrainte moyenne pour les stratifications $[(\pm 45)_2]_S$ et $[0/90/0/90]_S$.

La Figure 3.21 montre l'évolution de la température moyenne stabilisée en fonction de la contrainte maximale pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ pour deux essais réalisés à deux niveaux de contrainte moyenne différents. La contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$ marque la fin du comportement élastique linéaire de la structure, lors de chargements quasi-statiques. Pour des contraintes supérieures à cette valeur, le comportement sous chargement quasi-statique est élastique non linéaire. Ces affirmations découlent de l'étude thermomécanique menée sur la stratification et présentée dans le Chapitre 1 (Figure 1.36).

La courbe d'auto-échauffement obtenue sous une contrainte moyenne de 60 MPa présente des ruptures de pente fortement marquées, comme nous l'avons également observé dans le cas d'un chargement à 50 MPa (Figure 3.13). Les deux courbes d'auto-échauffement débutent par une phase où il n'y a pas d'augmentation de la température moyenne de l'éprouvette, suivie de deux phases d'augmentation de la température que l'on considère linéaires, dont les pentes semblent identiques quel que soit le chargement moyen. Cependant, la troisième phase semble débiter plus tard dans le cas d'un chargement à contrainte moyenne 60 MPa, c'est-à-dire pour des chargements supérieurs à ceux remarqués pour une contrainte moyenne de 50 MPa. A

même niveau de contrainte maximale, l'échauffement de l'éprouvette testée à contrainte moyenne 50 MPa est supérieur à celle testée à 60 MPa.

Nous observons également une troisième variation du taux de croissance de la température sur la courbe à 60 MPa, pour des contraintes maximales supérieures à 94 MPa mais celle-ci ne peut malheureusement pas être comparée avec la courbe à contrainte moyenne 50 MPa car l'essai a été arrêté avant d'avoir atteint ce niveau de chargement.

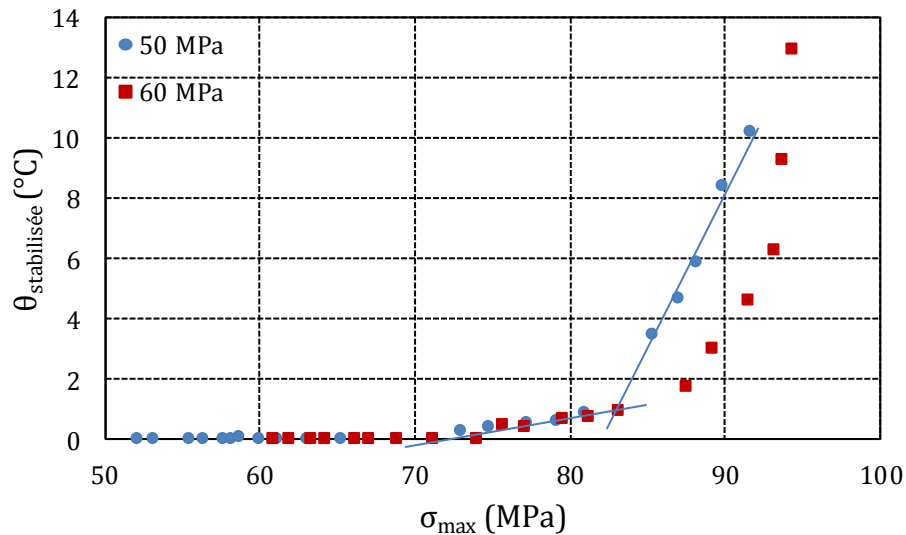


Figure 3.21 : Courbes d'auto-échauffement obtenues pour des essais d'auto-échauffement effectués sur la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ sous deux niveaux de contrainte moyenne, $\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$ et $\overline{\sigma_{xx}} = 60 \text{ MPa}$.

La Figure 3.22 reprend les résultats de la Figure 3.21 précédents tracés en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée. Les résultats signalent que pour des chargements de fatigue à contrainte moyenne apparente constante, une contrainte moyenne plus élevée tend à augmenter la durée de vie du stratifié. Ce phénomène est sans doute dû à un renforcement du matériau à l'échelle microscopique et mésoscopique.

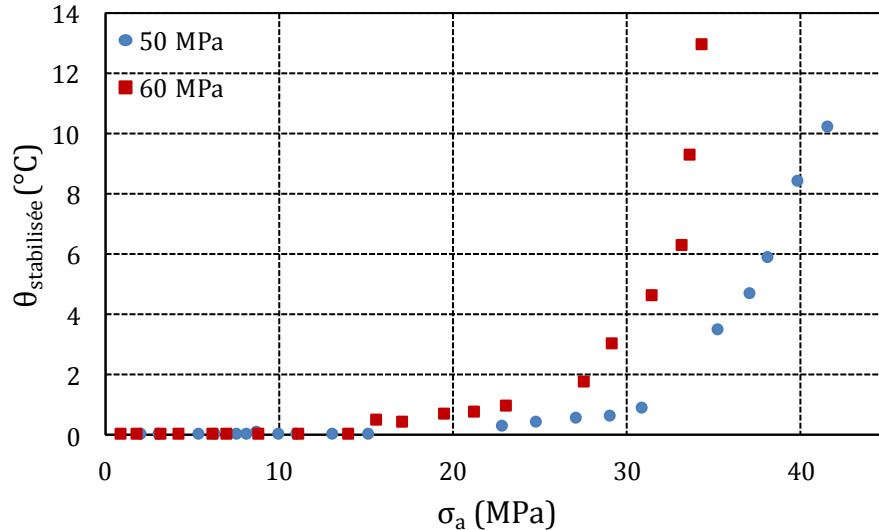


Figure 3.22 : Evolution de la température moyenne stabilisée en fonction de l'amplitude de contrainte pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous deux niveaux de contrainte moyenne, $\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$ et $\overline{\sigma_{xx}} = 60 \text{ MPa}$.

En traçant l'évolution de l'aire de la boucle d'hystérésis en fonction du chargement, nous retrouvons des courbes similaires aux courbes d'auto-échauffement obtenues pour les deux niveaux de contrainte moyenne (Figure 3.23 et Figure 3.24). Cette constatation signifie que l'évolution de la température en surface d'échantillon reflète parfaitement le changement de comportement dynamique du matériau.

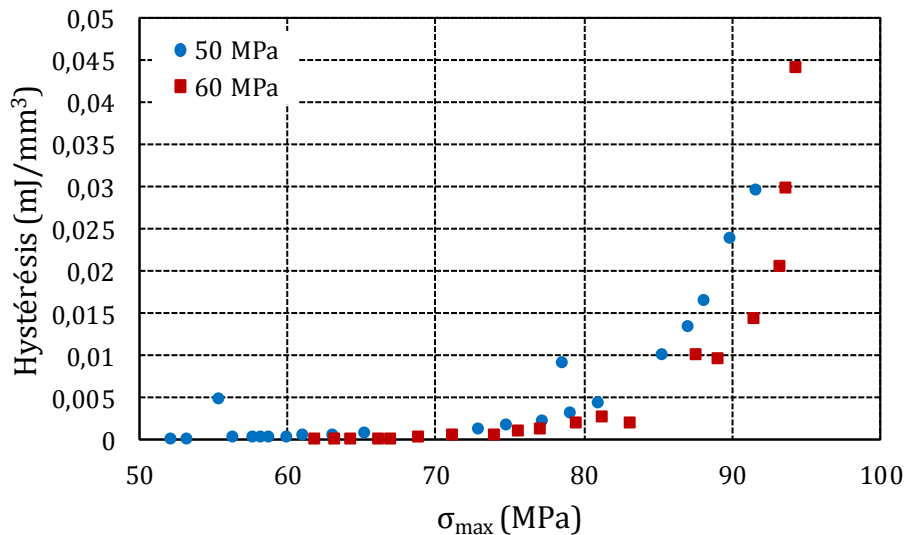


Figure 3.23 : Evolution de l'aire de l'hystérésis en fonction de la contrainte maximale apparente pour deux éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testées à deux niveaux de contrainte moyenne différents, $\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$ et $\overline{\sigma_{xx}} = 60 \text{ MPa}$. L'aire de l'hystérésis est exprimée en millijoule par unité de volume.

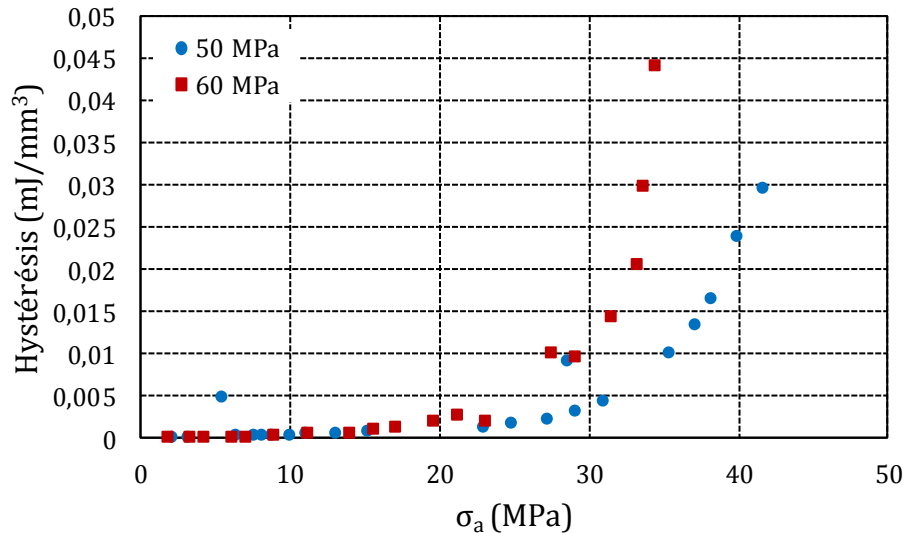


Figure 3.24 : Evolution de l'aire de l'hystérésis en fonction de l'amplitude de contrainte pour deux éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testées à deux niveaux de contrainte moyenne différents, $\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$ et $\overline{\sigma_{xx}} = 60 \text{ MPa}$. L'aire de l'hystérésis est exprimée en millijoule par unité de volume.

L'impact du niveau de contrainte moyenne sur la courbe d'auto-échauffement a également été étudié pour la stratification $[0/90/0/90]_S$. La Figure 3.25 retrace les courbes d'auto-échauffement obtenues pour trois éprouvettes de cette stratification testée sous différents niveaux de contraintes moyennes. Nous remarquons que les courbes d'auto-échauffement semblent simplement translatées vers la droite, indiquant que c'est l'amplitude du chargement qui influe sur l'élévation de la température de l'éprouvette au sein d'un bloc de chargement cyclique.

Il est intéressant de préciser que pour une contrainte apparente imposée aux alentours de 500 MPa, il y a destruction totale des plis à 90° , l'éprouvette initiale est donc scindée en quatre éprouvettes unidimensionnelles $[0]$.

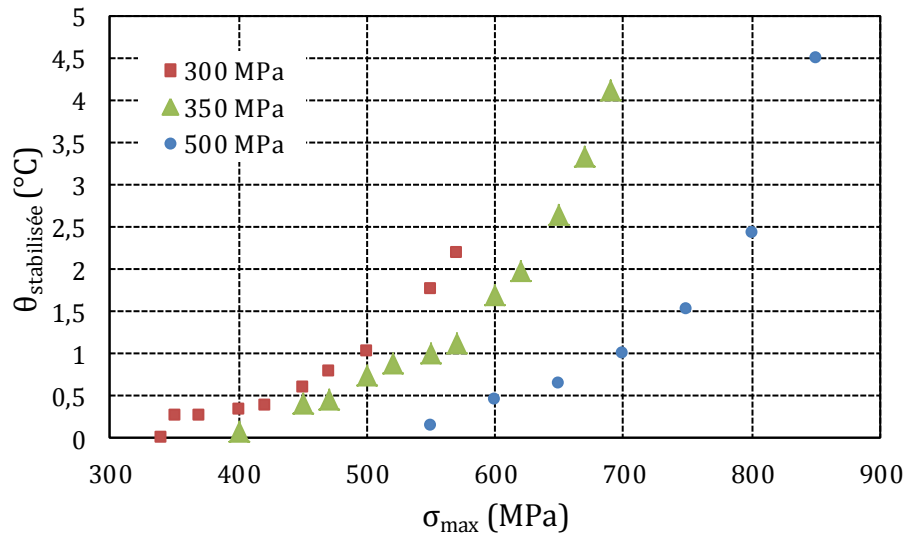


Figure 3.25 : Courbes d'auto-échauffement obtenues pour la stratification $[0/90/0/90]_S$ testée sous trois contraintes moyennes différentes

2.2.4 Influence du rapport de charge R

Le comportement en fatigue des stratifiés renforcés de fibres de carbone dépend fortement du rapport de charge $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$. En effet, dans de nombreux travaux (Kawai & Koizumi, 2007) (Kawai & Murata, 2010) (Kawai & Teranuma, 2012), nous retrouvons que la durée de vie de ces stratifiés, notamment des stratifiés composés de plis orientés $[(\pm 45)_2]_S$, décroît fortement avec l'amplitude du chargement en fatigue sous des chargements cycliques de traction-traction. Nous avons alors cherché à retrouver la dépendance de la limite d'endurance au rapport de charge en s'appuyant sur la signature thermique du matériau lors d'essais d'auto-échauffement.

Comme nous pouvons le voir sur la Figure 3.26, l'augmentation du rapport de charge R s'accompagne d'une diminution de la température d'auto-échauffement. Ce résultat était tout à fait prévisible compte tenu du plan dans lequel nous traçons les résultats, à savoir θ vs σ_{max} correspondant aux conditions de chargement mécanique appliquées pour obtenir le point de mesure. A mesure que l'on augmente le rapport de charge, on augmente la valeur minimale de contrainte (et donc de déformation) à niveau maximal de contrainte identique. On diminue par conséquent la taille de la boucle d'hystérésis, donc l'énergie dissipée (pour plus de détails sur l'étude énergétique autour des essais d'auto-échauffement, se reporter au chapitre 4). En effet, la plage d'amplitude de contrainte balayée diminue à mesure que l'on augmente le rapport de charge R.

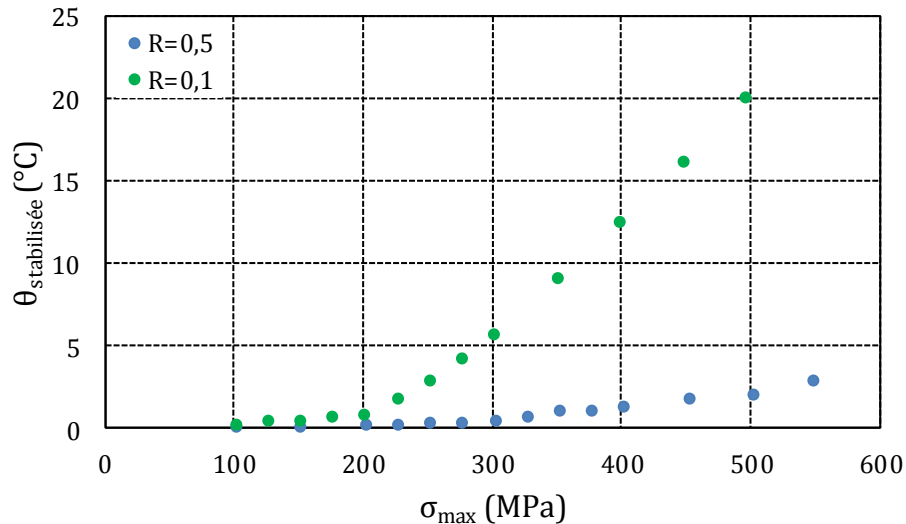


Figure 3.26 : Courbes d'auto-échauffement obtenues pour des éprouvettes de stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/-45/0]_S$, sous chargements cycliques à rapport $R = 0,1$ et $R = 0,5$. Les essais ont été menés jusqu'à rupture des éprouvettes.

Dans les paragraphes suivants, nous verrons que la méthode d'analyse proposée des courbes d'auto-échauffement nous permet de retrouver la dépendance de la limite d'endurance du stratifié au rapport de charge.

2.2.5 Endommagement

Ce paragraphe étudie l'endommagement macroscopique de l'éprouvette stratifiée pendant les essais d'auto-échauffement. La progression de l'endommagement est évaluée à partir du suivi de la variable d'endommagement macroscopique D_{xx} (liée à la variation du module d'élasticité de la structure dans le sens de la sollicitation E_{xx}) et de la déformation plastique résiduelle ε_{xx}^p dans le sens de la sollicitation. Dans cette étude, la déformation plastique résiduelle est définie comme celle de la structure dans le sens de la sollicitation au début de chaque montée en charge. Elle est mesurée grâce aux jauges d'extensométrie collées au dos des éprouvettes.

❖ Stratification $[(\pm 45)_2]_S$

La Figure 3.27 montre l'évolution de la variable d'endommagement et de la déformation plastique résiduelle dans le sens de la sollicitation d'une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée en auto-échauffement sous une contrainte moyenne constante $\overline{\sigma_{xx}} = 50$ MPa. L'évolution croissante des deux indicateurs signale une augmentation de l'endommagement macroscopique de l'éprouvette avec la contrainte maximale du chargement cyclique. La déformation plastique augmente drastiquement à partir d'un chargement cyclique de contrainte maximale 85 MPa ; sa valeur est multipliée par six lorsque la contrainte maximale passe de 85 et 87 MPa. Cette augmentation de déformation plastique s'accompagne d'un échauffement plus prononcé de l'éprouvette (Figure 3.28). En effet, sur la courbe d'auto-échauffement, nous pouvons remarquer une rupture de pente au point d'abscisse 85 MPa.

Le suivi de la variable d'endommagement et de la déformation plastique durant l'essai d'auto-échauffement sur stratification révèle un changement de comportement cyclique de la structure à partir d'une certaine valeur d'amplitude de contrainte. Cette modification du comportement mécanique est mise en avant par les mesures thermiques effectuées durant l'essai.

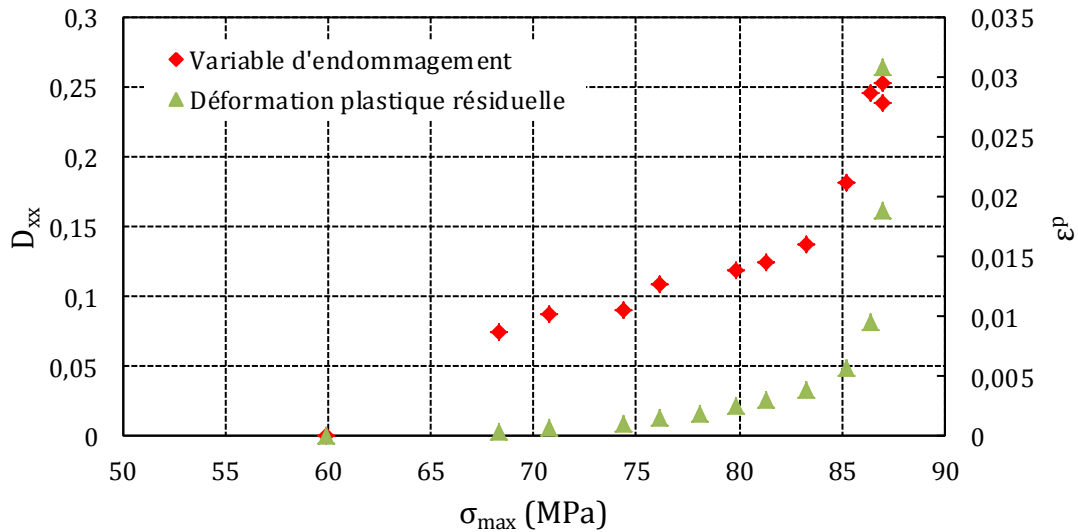


Figure 3.27 : Evolution de la variable d'endommagement et de la déformation plastique résiduelle durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[(\pm 45)_2]_S$ sous un chargement à $\overline{\sigma_{xx}} = 50$ MPa

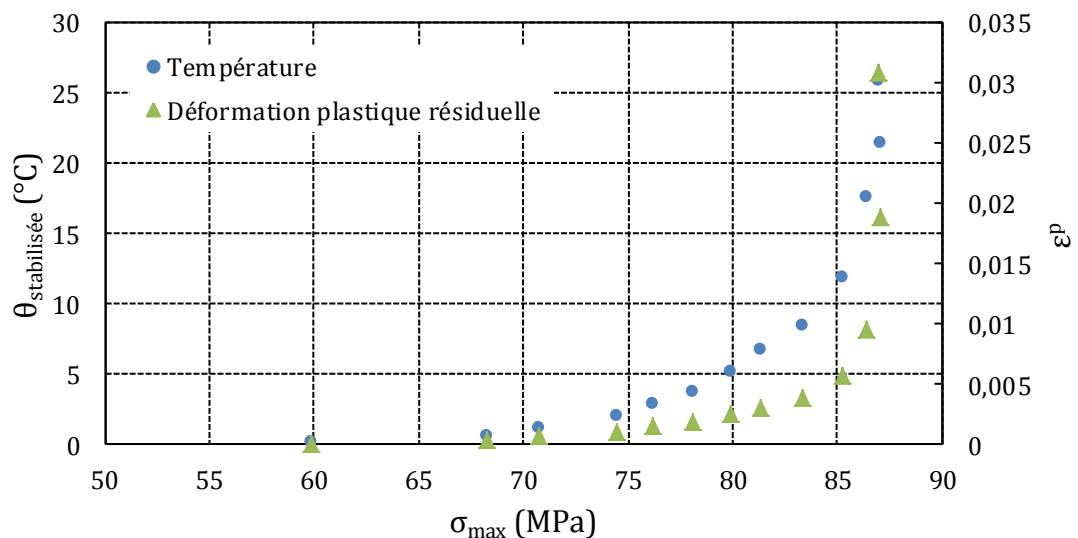


Figure 3.28 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[(\pm 45)_2]_S$ sous contrainte moyenne constante $\overline{\sigma_{xx}} = 50$ MPa

Lors de la présentation de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$, nous avons introduit l'idée de la décomposition de la courbe en trois phases de

pentés différentes (Figure 3.13). La première phase est caractérisée par l'absence de signature thermique de l'éprouvette. Les deuxième et troisième phases sont caractérisées par une augmentation de la température moyenne stabilisée avec l'amplitude de contrainte (ou la contrainte maximale).

Nous venons de conclure des deux premiers graphiques présentés dans ce paragraphe que les enregistrements thermiques sont le reflet des changements de comportement mécanique donc de l'état d'endommagement de la structure. L'évolution de la courbe d'auto-échauffement durant les phases deux et trois peut sans doute être expliquée par une modification des mécanismes d'endommagement, c'est-à-dire des sources de chaleur. En s'appuyant sur l'expression de l'équation de la chaleur (Équation 1.22), plus le terme source (ou la dissipation intrinsèque) est important, plus l'élévation de la température au sein du matériau est importante.

Sur la Figure 3.28, le coude formé par la courbe d'auto-échauffement aux alentours de 85 MPa est beaucoup moins aigu que celui dessiné par la déformation plastique résiduelle. Nous en avons conclu que la deuxième phase de la courbe d'auto-échauffement est la signature thermique liée à un mécanisme d'endommagement influençant la rigidité de la structure, tandis que la troisième phase marque l'ajout d'un nouveau mécanisme d'endommagement en plus du premier, davantage lié à la déformation plastique de la structure.

Afin de vérifier ces hypothèses, nous avons étudié l'évolution de la microstructure grâce à des analyses tomographiques effectuées à différents instants de l'essai d'auto-échauffement. L'étude est détaillée dans le chapitre 4.

L'ensemble des analyses sur l'endommagement aux différentes échelles du stratifié durant un essai d'auto-échauffement montre que l'augmentation de la température moyenne stabilisée mesurée en surface d'éprouvette signale un changement de comportement du stratifié sous chargement cyclique. Ce changement de comportement provient d'un ensemble de mécanismes d'endommagement apparaissant progressivement dans le matériau. Les premiers blocs de chargement s'accompagnent d'une perte de rigidité du stratifié, conséquence de la création de fissures matricielles. La déformation plastique résiduelle augmente simultanément, ce qui appuie l'idée que les déformations résiduelles sont également liées à l'endommagement (Équation 3.7).

$$\varepsilon_{xx}^p = \varepsilon_{plasticité\ matrice}^p + \varepsilon_{liée\ à\ l'endommagement}^{an} \quad 3.7$$

A partir d'une certaine amplitude de contrainte, la déformation plastique résiduelle mesurée augmente drastiquement tandis que la rigidité de l'éprouvette continue de chuter. Le saut de déformation plastique étant beaucoup plus important que la baisse du module apparent dans le sens de la sollicitation, un nouveau mécanisme d'endommagement se met en place. Ce second mécanisme semble provenir de la plasticité de la matrice.

❖ Stratification $[0/90/0/90]_S$

Le suivi de la variable d'endommagement macroscopique et de la déformation plastique résiduelle a également été effectué durant les essais d'auto-échauffement sur la stratification $[0/90/0/90]_S$. La Figure 3.29 et la Figure 3.30 montrent respectivement l'évolution de la variable d'endommagement et de la déformation plastique résiduelle dans le sens de la sollicitation d'une éprouvette de stratification $[0/90/0/90]_S$ testée en auto-échauffement sous une contrainte moyenne constante $\overline{\sigma_{xx}} = 335$ MPa.

Comme nous l'avons déjà noté pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$, la rigidité de l'éprouvette décroît dès les premiers blocs de chargement, tandis qu'une déformation plastique résiduelle n'apparaît qu'à partir d'un certain cycle de chargement ou à partir d'une certaine amplitude de contrainte.

Sur la Figure 3.29, les marqueurs non remplis signifient que la variable d'endommagement n'évolue plus. Expérimentalement, nous avons observé une rupture des plis à 90° et par conséquent une séparation du stratifié en quatre éprouvettes constituées de plis unidirectionnels à 0° . Cette observation visuelle s'est accompagnée d'une ré-augmentation du module apparent du stratifié, dont la valeur devient parfois supérieur à la valeur du module de l'éprouvette saine avant essai. Cette évolution est simplement due au réalignement des fibres des plis à 0° dans le sens de la sollicitation, la rigidité du pli « aligné » devenant alors plus importante que celle du pli initial. Cet alignement est couramment observé lors d'essais répétés sur stratification unidirectionnelle à 0° .

La rupture des plis à 90° marque également le début d'une déformation plastique résiduelle non nulle de la structure. Cette déformation croît pratiquement linéairement avec l'amplitude de contrainte jusqu'à la fin de l'essai d'auto-échauffement (Figure 3.30).

Pour la stratification $[0/90/0/90]_S$, l'échauffement de l'éprouvette semble s'accroître avec l'apparition simultanée de deux types d'endommagements : la destruction des plis à 90° et l'introduction d'une déformation plastique résiduelle, croissant avec l'amplitude de contrainte. Les températures non nulles relevées pour les premiers blocs de chargement cyclique pourraient provenir de la formation de fissures dans les plis à 90° , phénomène qui expliquerait la perte de rigidité de la structure et les températures stabilisées non nulles en début d'essai.

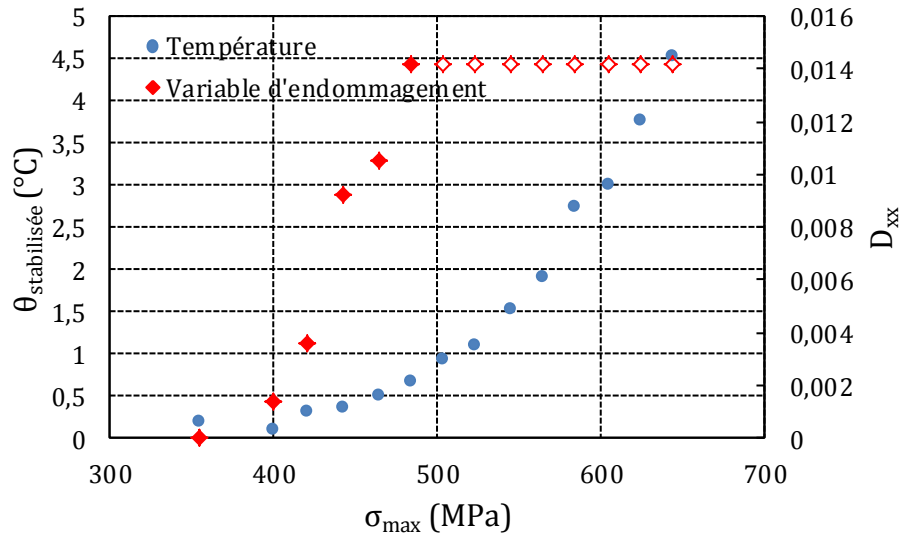


Figure 3.29 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la variable d'endommagement durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[0/90/0/90]_S$ à contrainte moyenne constante $\overline{\sigma_{xx}} = 335$ MPa. Les marqueurs non remplis signifient que la variable d'endommagement n'évolue plus.

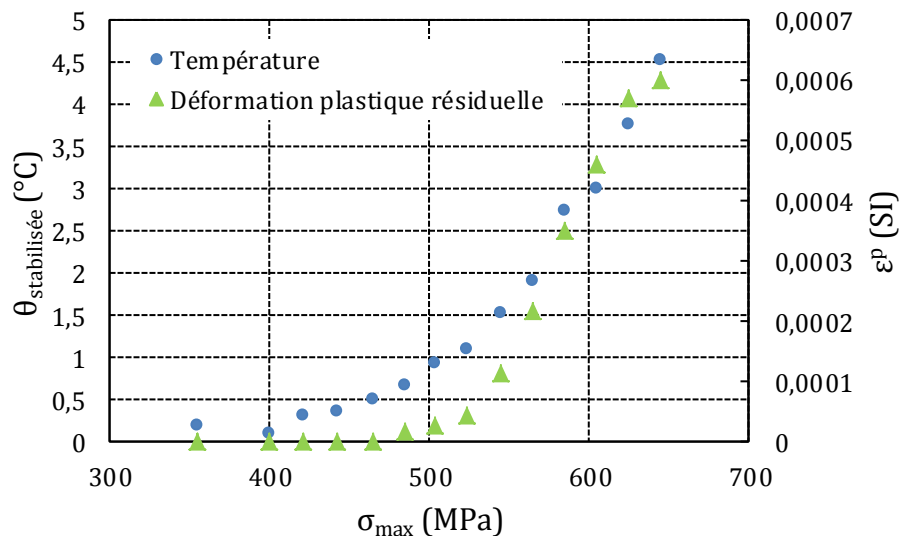


Figure 3.30 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle en fonction de la contrainte maximale appliquée, durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[0/90/0/90]_S$ à contrainte moyenne constante

❖ Stratification $[+45/-45/90/0]_S$

La Figure 3.31 montre l'évolution de la variable d'endommagement et la Figure 3.32 l'évolution de la déformation plastique résiduelle dans le sens de la sollicitation d'une éprouvette de stratification $[+45/-45/90/0]_S$ testée en auto-échauffement sous une contrainte moyenne constante $\overline{\sigma_{xx}} = 250$ MPa. L'augmentation de la température moyenne stabilisée révèle l'endommagement progressif de l'éprouvette avec l'amplitude de contrainte.

Alors que la déformation plastique résiduelle suit une évolution comparable à celle de la température moyenne stabilisée, la variable d'endommagement ne commence à croître linéairement qu'à partir du troisième bloc de chargement. Son évolution manifeste une rupture de pente lorsque le chargement cyclique atteint la contrainte maximale 370 MPa. A partir de ce chargement, la dépendance de la déformation plastique à la contrainte maximale devient légèrement plus marquée.

L'endommagement de la stratification $[+45/-45/90/0]_S$ avec l'amplitude de contrainte débute par l'introduction d'une déformation plastique, puis d'une perte de rigidité continue reflétant la formation d'un réseau de fissures au sein de la structure, et se termine par un accroissement de la déformation plastique accompagné d'un ralentissement de la cinétique de fissuration.

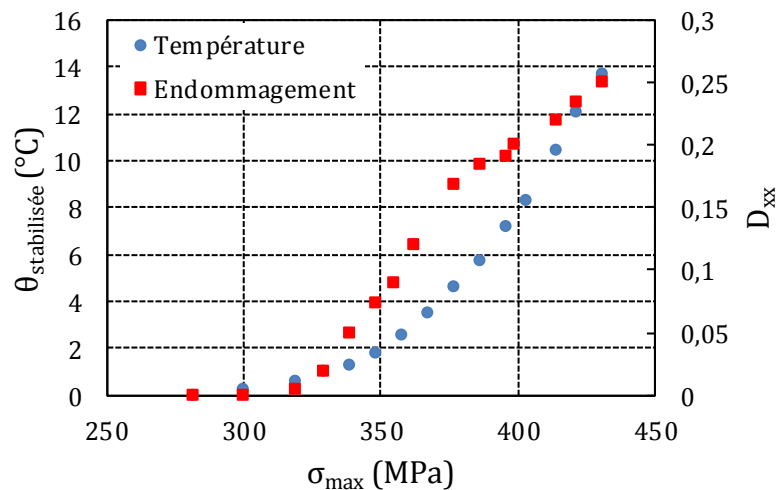


Figure 3.31 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la variable d'endommagement durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification quasi-isotrope $[+45/-45/90/0]_S$

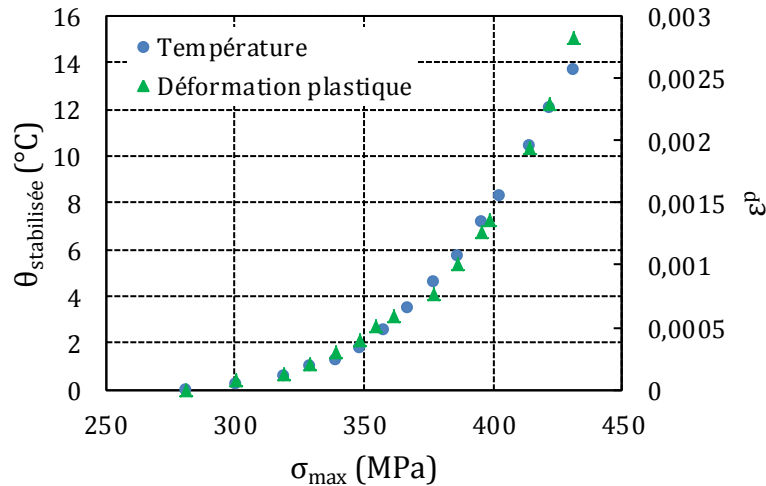


Figure 3.32 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle en fonction de la contrainte maximale appliquée, durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification quasi-isotrope $[+45/-45/90/0]_S$

Lorsque les blocs de chargement sont effectués à rapport de charge constant, l'endommagement ne débute qu'à partir d'un certain chargement (seuil d'endommagement). Les Figure 3.33 et Figure 3.34 présentent l'évolution de la variable d'endommagement et de la déformation plastique résiduelle pour une éprouvette de stratification $[+45/90/-45/0]_S$ testée en auto-échauffement sous un chargement cyclique à rapport $R = 0,5$. La rupture de pente observée sur la courbe d'auto-échauffement signale l'introduction d'une déformation plastique résiduelle (Figure 3.34), elle-même accompagnée d'une perte de rigidité de la structure (Figure 3.33). Comme le signale l'évolution de la variable d'endommagement D_{xx} sur la Figure 3.33, le module d'élasticité de la stratification dans le sens de la sollicitation, après une diminution apparaissant pour des chargements cycliques de contrainte maximale entre 250 et 350 MPa, semble vouloir se stabiliser. Cependant, les températures non nulles en début d'essai d'auto-échauffement ne signalent pas de perte de rigidité de la structure. Les échauffements peuvent être dus soit aux frottements répétés entre les plis, activés par le chargement cyclique d'amplitude non négligeable, mais de contrainte maximale insuffisante pour créer un réseau de fissures responsable d'une perte de rigidité de la structure globale, soit au comportement viscoélastique de la matrice, mis en avant par le chargement en cisaillement du pli élémentaire.

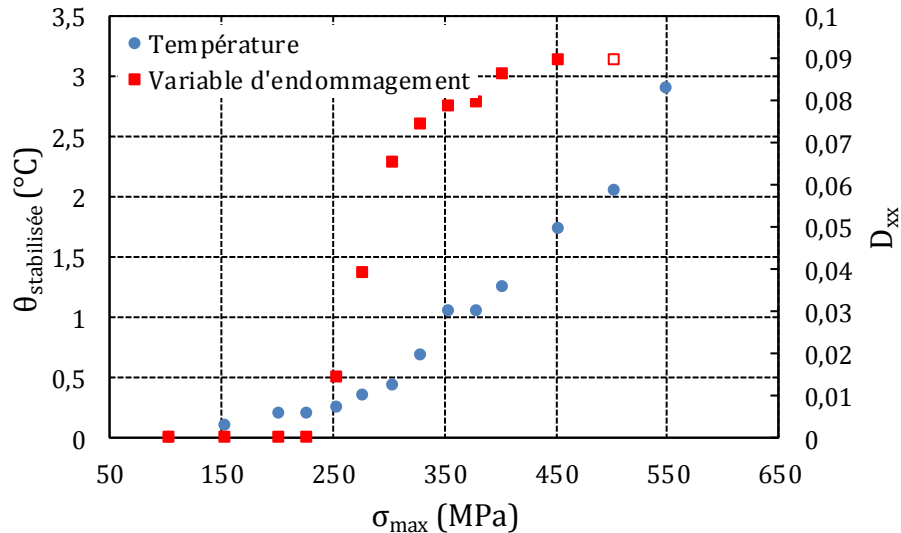


Figure 3.33 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle en fonction de la contrainte maximale appliquée, durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[+45/90/-45/0]_S$ à rapport $R = 0,5$

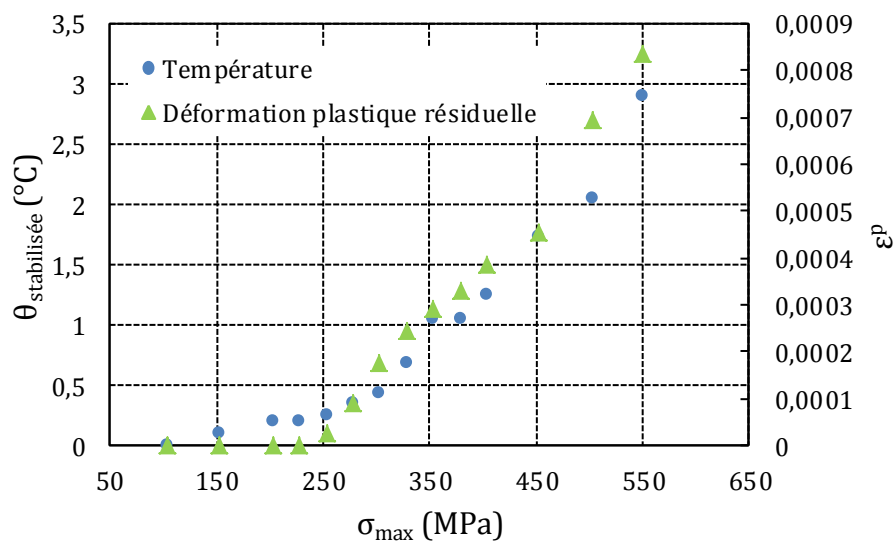


Figure 3.34 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle en fonction de la contrainte maximale appliquée, durant un essai d'auto-échauffement sur une stratification $[+45/90/-45/0]_S$ à rapport $R = 0,5$

Les Figure 3.35 et Figure 3.36 présentent simultanément l'évolution des indicateurs d'endommagement macroscopique et la courbe d'auto-échauffement pour la stratification $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous des rapports de charge $R = 0,1$ et $R = 0,5$. Nous pouvons remarquer, résultat logique, que plus l'échauffement est important, plus l'état d'endommagement macroscopique est sévère.

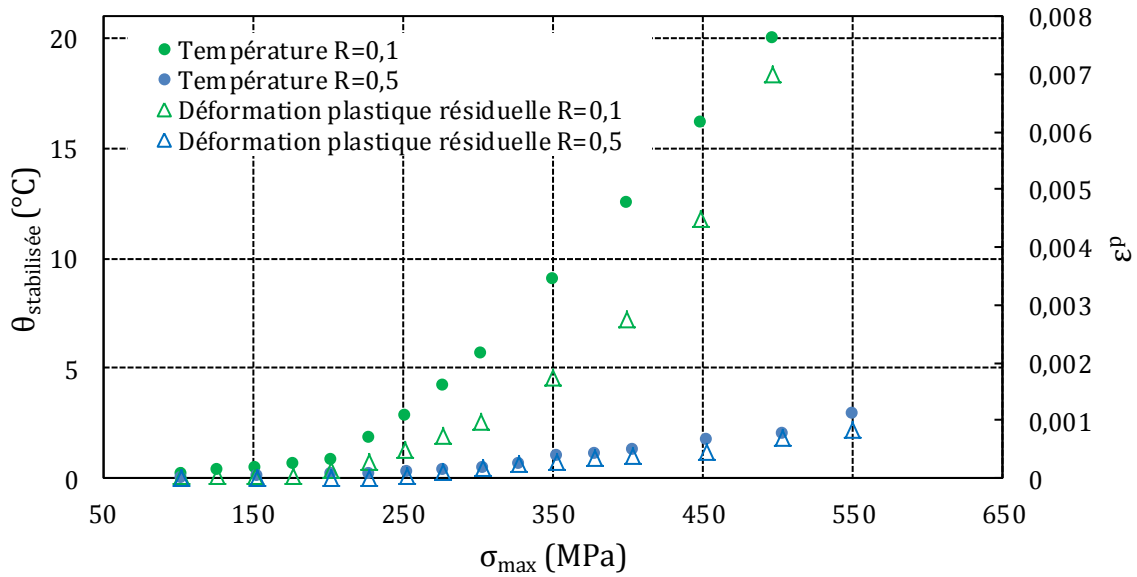


Figure 3.35 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la déformation plastique résiduelle durant des essais d’auto-échauffement sous rapport $R = 0,1$ et $R = 0,5$ sur stratification $[+45/90/-45 /0]_S$

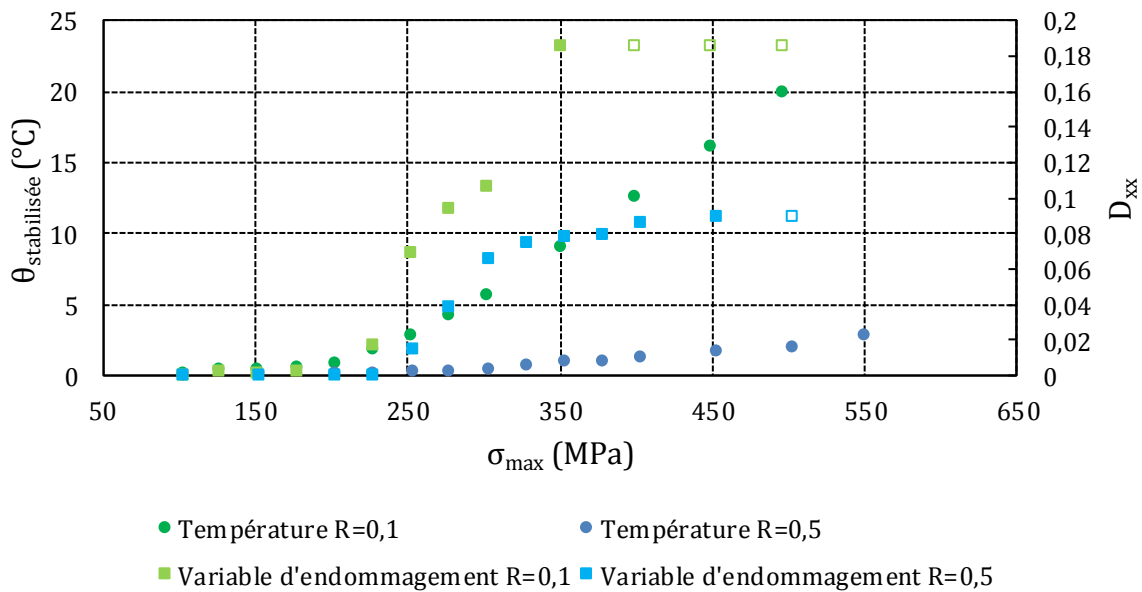


Figure 3.36 : Evolution de la température moyenne stabilisée et de la variable d’endommagement durant des essais d’auto-échauffement sous rapport $R = 0,1$ et $R = 0,5$ sur stratification $[+45/90/-45 /0]_S$

2.2.6 Stabilité de la réponse thermique

De par la nature même des composites stratifiés, on observe une forte dispersion des résultats d’essais sur ces matériaux. Généralement, un certain nombre d’essais est imposé de façon que les résultats soient représentatifs de la population testée. On peut alors se demander si les signatures thermiques de deux éprouvettes testées sous les mêmes sollicitations cycliques

seront identiques. En outre, on peut se demander si l'histoire du chargement peut influencer les variations de température relevées.

La Figure 3.37 montre la réponse en auto-échauffement de deux éprouvettes de stratification $[0/90/0/90]_S$ testées sous des conditions de chargement identiques. La Figure 3.38 montre la réponse de deux éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$. Comme nous pouvons le remarquer, nous obtenons une courbe unique pour chaque stratification. Les points de mesure ne sont pas parfaitement superposés puisque les éprouvettes n'ont pas subi exactement la même histoire de chargement, mais les courbes que l'on peut tracer en reliant les points entre eux semblent parfaitement superposées.

D'une part, cette observation montre que l'histoire du chargement, pour des chargements d'amplitude croissante, n'influence pas la signature thermique sous sollicitations cycliques. Ce résultat est intéressant puisqu'il signifie que nous pourrions comparer les signatures thermiques de différentes stratifications, même si elles n'ont pas subi exactement les mêmes blocs de chargement cycliques.

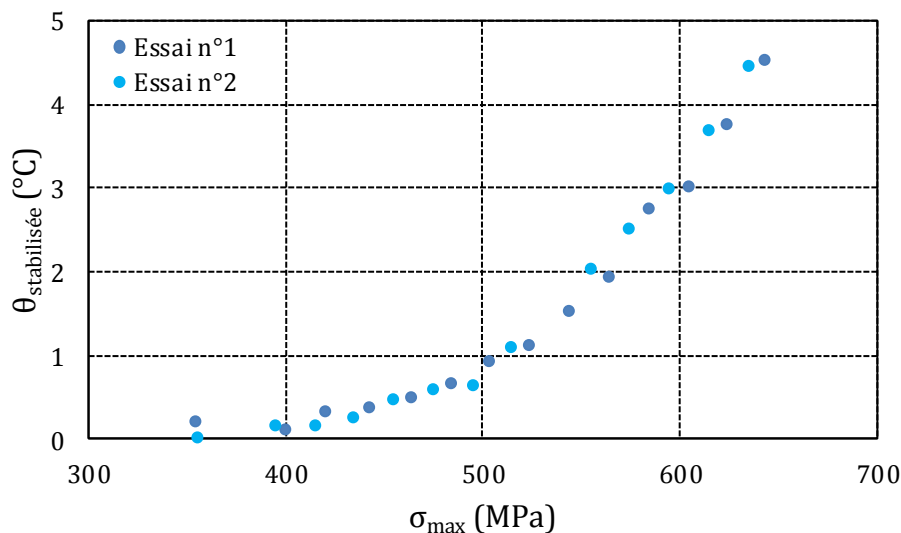


Figure 3.37 : Réponses thermiques de deux essais d'auto-échauffement sur une stratification $[0/90/0/90]_S$ testée sous une contrainte macroscopique moyenne constante de 335 MPa.

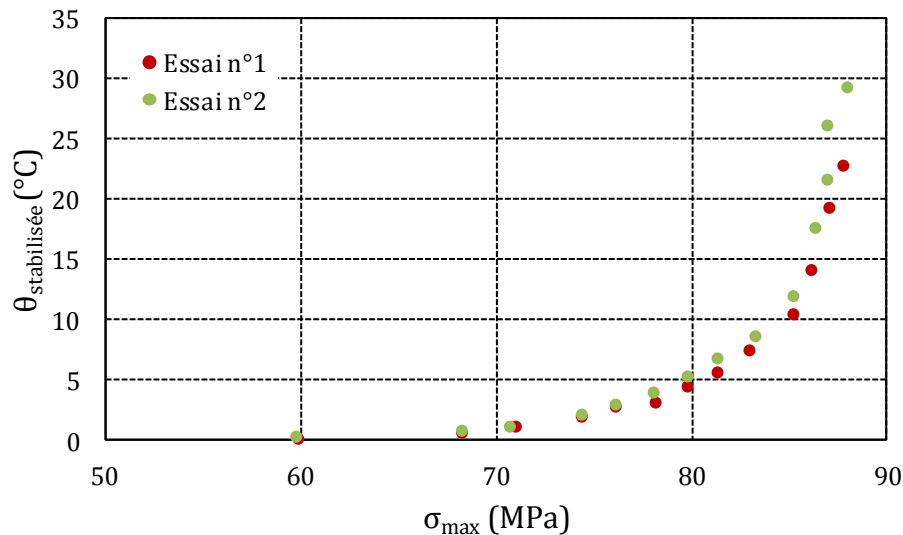


Figure 3.38 : Réponses thermiques de deux essais d'auto-échauffement sur une stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte macroscopique moyenne constante de 50 MPa.

D'autre part, la superposition pratiquement parfaite des courbes d'auto-échauffement signale que l'essai d'auto-échauffement réalisé selon le protocole cité au paragraphe « Mise en place d'un protocole expérimental » est reproductible. De plus, ces essais ont été réalisés à la suite les uns des autres, ce qui signifie que les conditions thermiques initiales n'étaient pas les mêmes. La superposition des courbes résultats montre qu'il n'y a pas d'influence de la température initiale des mors de la machine sur les niveaux d'auto-échauffement. La procédure de correction proposée dans l'Equation 3.6 est acceptable.

2.3 Vers une caractérisation rapide de la limite d'endurance des stratifiés

Nous présentons maintenant la démarche mise en place pour instaurer un dialogue entre les essais d'auto-échauffement et le comportement en fatigue des composites. Bien que le pli élémentaire soit le même pour l'ensemble des stratifications testées par auto-échauffement, les mécanismes d'endommagement et leurs cinétiques d'apparition diffèrent d'une stratification à l'autre. Pour cette raison, il nous a paru légitime de proposer une méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement spécifique à chaque empilement. En nous appuyant sur les résultats du suivi de l'endommagement, nous proposerons dans un premier temps des méthodes d'analyse adaptées à chacune des stratifications permettant de définir un chargement critique à partir duquel une forte modification du comportement mécanique de la stratification est observée. Les valeurs définies à partir des essais d'auto-échauffement sont comparées dans un second temps aux limites d'endurance obtenues expérimentalement à partir des courbes S-N de chacune des stratifications. Les courbes S-N ainsi que le comportement en fatigue des stratifications du pli élémentaire seront détaillés dans le chapitre 4.

2.3.1 Proposition d'une analyse empirique

Dans un précédent paragraphe, nous avons mis en évidence l'endommagement progressif des éprouvettes durant les essais d'auto-échauffement. Les éprouvettes testées, quelle que soit leur stratification, subissent une perte de rigidité et une déformation plastique irréversible. La perte de rigidité, mise en évidence par le suivi de la variable d'endommagement macroscopique dans le sens de la sollicitation, est consécutive à la formation d'un réseau de fissures matricielles, parallèles aux fibres et perpendiculaires au chargement. Quant à la déformation plastique, mesurée à l'échelle de la structure, elle provient principalement soit d'un phénomène de plasticité de la résine lorsque le chargement est orienté par rapport à l'axe des fibres, soit du réalignement et de la déformation irréversible des fibres dans l'axe du chargement quand celui-ci est théoriquement dans l'axe des fibres. Une déformation permanente de la résine apparaît lorsque la contrainte subie localement par celle-ci dépasse sa limite d'élasticité. Elle se manifeste localement par une hétérogénéité du champ de déformation dans la résine.

L'apparition d'une déformation plastique irréversible dans la matrice est encouragée par la présence de surfaces libres (introduites par exemple par la décohésion des interfaces fibres/matrice ou la fissuration transverse). Ces mécanismes d'endommagement apportent par conséquent une forme de ductilité au stratifié.

Pour les stratifications constituées uniquement de plis orientés, comme la stratification $[(\pm 45)_2]_S$, la fissuration transverse est un mécanisme critique dans le sens où il engendre une perte de rigidité du stratifié mais accélère également la modification de son comportement mécanique, en facilitant notamment l'apparition d'une déformation permanente à l'échelle globale, synonyme d'une trop forte sollicitation mécanique de la matrice. Pour ce type de stratification, nous proposons donc une estimation de la limite d'endurance fondée sur la recherche du chargement limite à partir duquel une perte de rigidité du stratifié est enregistrée. Comme nous l'avons observé, cet endommagement du stratifié s'accompagne d'une élévation de la température moyenne stabilisée sur la courbe d'auto-échauffement. Le protocole d'analyse des essais d'auto-échauffement consiste alors à tracer l'asymptote à l'origine et l'asymptote lorsque l'endommagement débute⁵ et l'intersection des deux asymptotes permettra d'estimer expérimentalement un chargement limite. Nous comparerons ensuite ce chargement limite déterminé à partir des essais d'auto-échauffement à la limite d'endurance fournie par les courbes S-N.

La méthode d'analyse proposée a été appliquée à la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne constante. La Figure 3.39 représente le tracé des deux asymptotes sur la courbe d'auto-échauffement et détermine la valeur de contrainte maximale à leur intersection. Cette valeur est reportée sur la courbe de fatigue classique (courbe S-N) de la stratification, présentée en Figure 3.40. Nous pouvons remarquer qu'il y a cohérence entre le résultat de

⁵ Le terme asymptote, utilisé dans les premières études sur l'auto-échauffement des matériaux métalliques, est conservé pour nos travaux, même si celui-ci caractérise une ligne directrice plutôt qu'une valeur vers laquelle tend la température. Dans la suite du manuscrit, nous considérerons l'asymptote à l'origine comme la première asymptote. Lorsque nous évoquerons la deuxième ou troisième asymptote, il s'agira des asymptotes apparaissant chronologiquement lors de nouvelles variations du taux de croissance de la température sur la courbe d'auto-échauffement.

l'analyse de la courbe d'auto-échauffement et les points expérimentaux issus des essais traditionnels de fatigue.

L'application de la méthode d'analyse proposée pour les aciers, fondée sur le tracé de l'asymptote à l'infini et de l'asymptote à l'origine (Doudard, 2003) sur la courbe d'auto-échauffement aurait fourni dans notre cas un résultat incohérent.

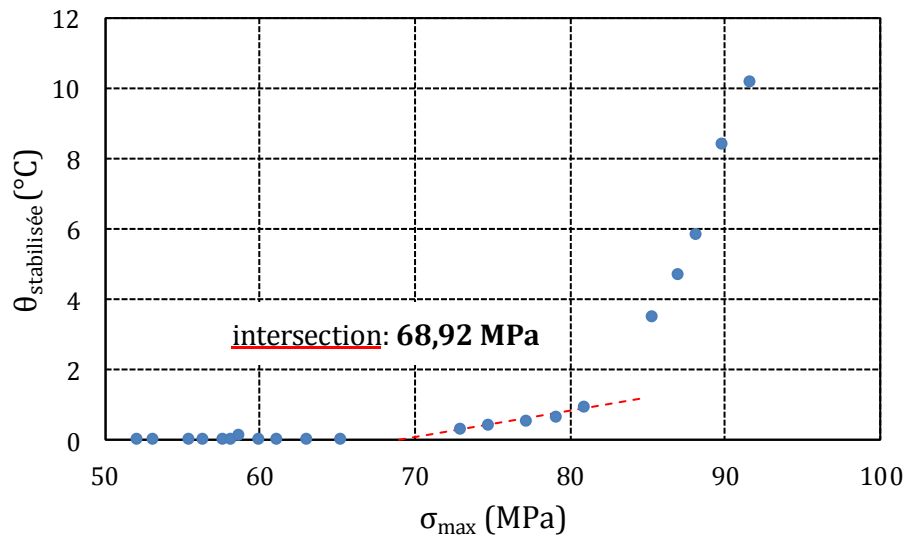


Figure 3.39 : Analyse empirique de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ sous un chargement à contrainte moyenne constante

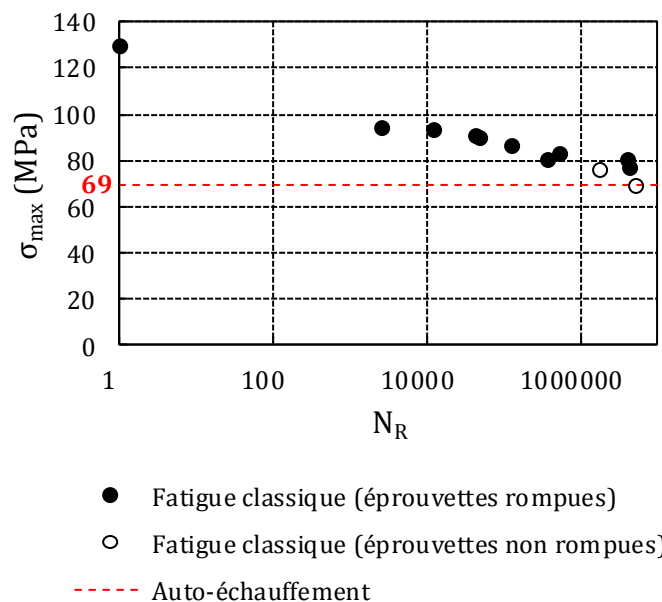


Figure 3.40 : Confrontation entre les essais classiques de fatigue et la limite d'endurance fournie par la méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement proposée pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$

La stratification quasi-isotrope comporte des plis orientés à 45° et 90° de la direction de la sollicitation. Ces plis sont sensibles à la fissuration transverse. Cependant, il s'agit d'étudier la réponse sous chargement cyclique de l'ensemble de la structure, ce qui, implicitement, nous appelle à définir la rupture du stratifié lorsqu'il y a rupture fragile des plis à 0°, même si celle-ci n'apparaît que longtemps après la fissuration et rupture des plis à 45° et 90°. Il est important de noter qu'à partir du moment où un des plis de la stratification est rompu, la charge est répartie entre les plis restants. A ce moment, le chargement du pli élémentaire est supérieur au niveau initial souhaité.

Dans notre étude de la stratification quasi-isotrope, nous avons choisi de définir la rupture de la stratification comme la rupture totale de l'éprouvette. Par conséquent, c'est l'endommagement des plis à 0° qui définit la rupture de la stratification quasi-isotrope. Nous proposons une méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement de cette stratification basée sur la recherche du chargement limite pour lequel la déformation permanente introduite s'avère dommageable pour les plis à 0°. Par conséquent, le protocole d'analyse consiste à déterminer le chargement à l'intersection des asymptotes à l'origine et « à l'infini » de la courbe d'auto-échauffement. L'asymptote « à l'infini » correspond en réalité à l'asymptote des points de la courbe lorsque celle-ci est encore croissante. Nous avons en effet noté qu'à partir d'un certain chargement sous contrainte moyenne constante, la courbe d'auto-échauffement accusait une diminution de la température moyenne stabilisée (Figure 3.16).

La Figure 3.41 représente le tracé des deux asymptotes sur la courbe d'auto-échauffement de la stratification quasi-isotrope testée sous contrainte moyenne constante et détermine la valeur de contrainte maximale à leur intersection. Cette valeur est reportée sur la courbe de fatigue classique de la stratification, présentée en Figure 3.42. Nous pouvons remarquer qu'il y a cohérence entre le résultat de l'analyse de la courbe d'auto-échauffement et les points expérimentaux issus des essais de fatigue traditionnels.

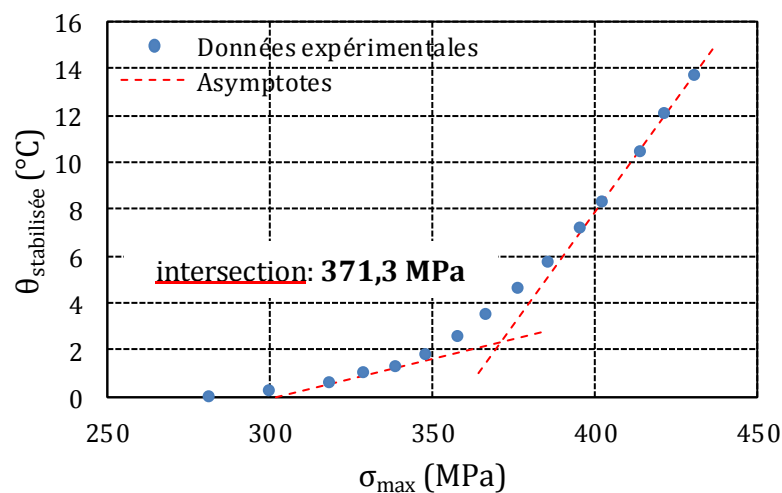


Figure 3.41 : Analyse empirique de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification quasi-isotrope $[+45/-45/90/0]_S$ sous une contrainte moyenne $\overline{\sigma_{xx}} = 250 \text{ MPa}$

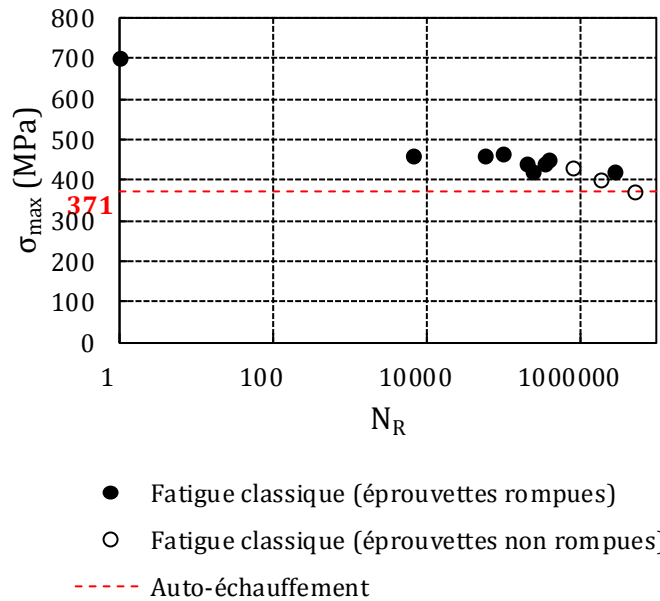


Figure 3.42 : Confrontation entre les essais classiques de fatigue et la limite d'endurance fournie par la méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement proposée pour la stratification [+45/-45/90/0]_S

La méthode d'analyse précédemment présentée est appliquée aux éprouvettes quasi-isotropes [+45/90/-45/0]_S testées sous un rapport de charge constant. Les Figure 3.43 et Figure 3.45 présentent les courbes d'auto-échauffement et leur analyse respective lorsque le rapport de charge est maintenu constant à R = 0,5 et R = 0,1. Les valeurs aux intersections des asymptotes sont tracées sur les courbes S-N correspondant aux mêmes chargements (Figure 3.44 et Figure 3.46).

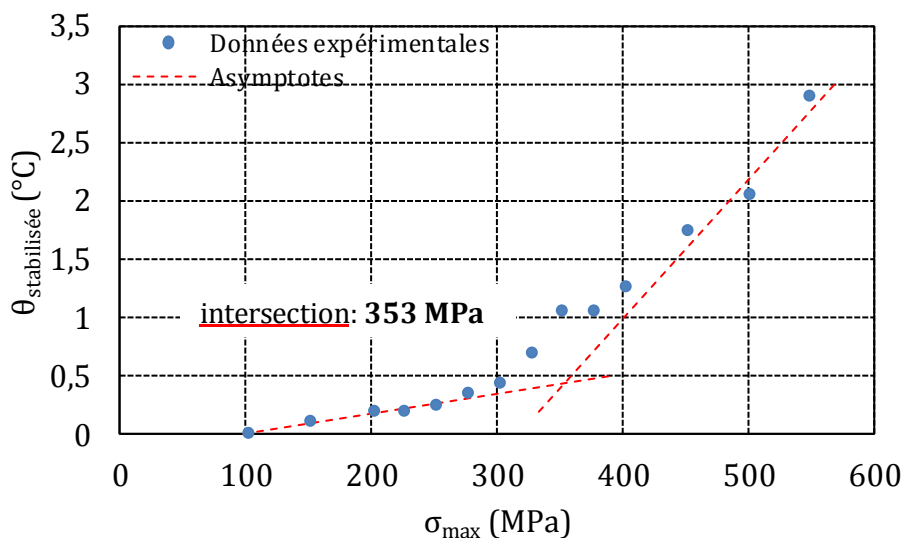


Figure 3.43 : Analyse empirique de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification quasi-isotrope [+45/90/-45/0]_S sous un chargement à rapport R = 0,5

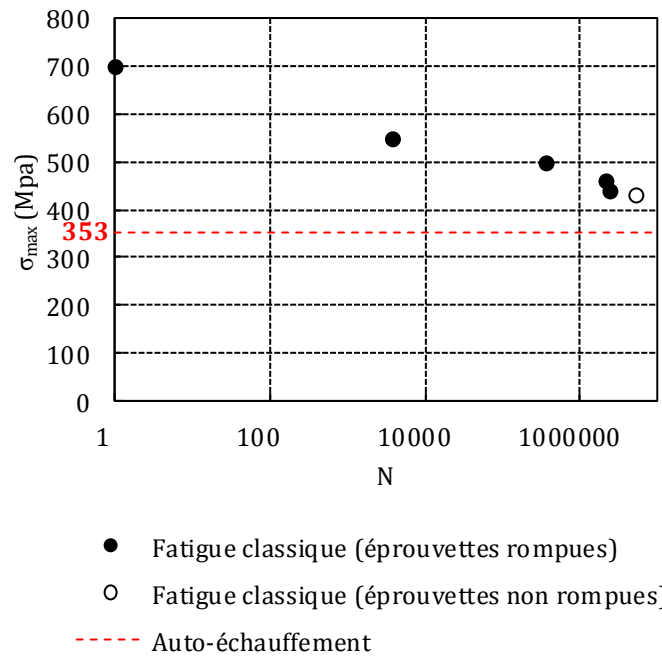


Figure 3.44 : Confrontation entre les essais classiques de fatigue et la limite d'endurance fournie par la méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement proposée pour la stratification $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous un chargement à rapport de charge constant $R = 0,5$

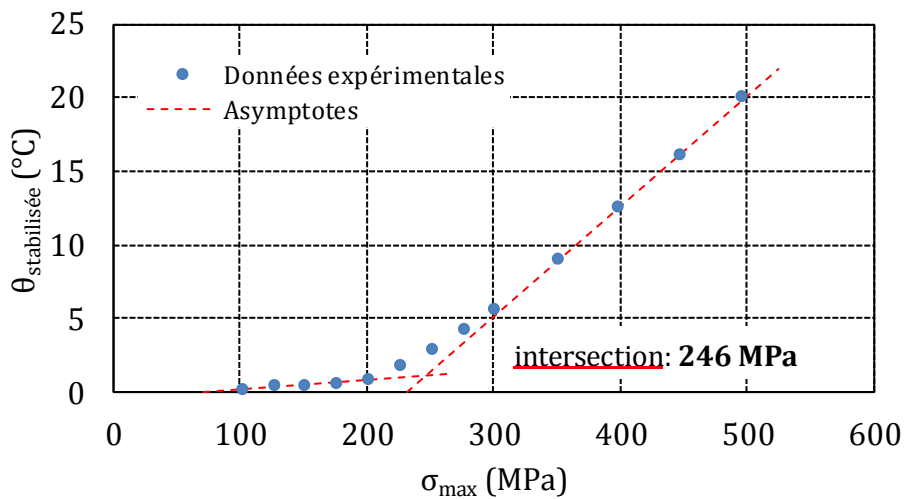


Figure 3.45 : Analyse empirique de la courbe d'auto-échauffement obtenue pour la stratification quasi-isotrope $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous un chargement à rapport de charge constant $R = 0,1$

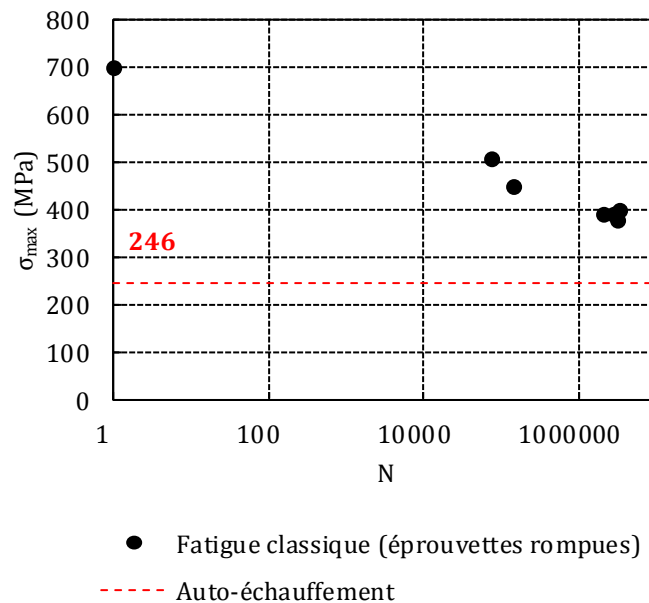


Figure 3.46 : Confrontation entre les essais classiques de fatigue et la limite d'endurance fournie par la méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement proposée pour la stratification $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous un chargement à rapport de charge constant $R = 0,1$

La démarche proposée permet de retrouver un aspect caractéristique du comportement des stratifiés en fatigue, leur sensibilité à l'amplitude de contrainte. En effet, la contrainte maximale limite d'endurance estimée sous un rapport de charge $R = 0,1$ est inférieure de 100 MPa à celle sous un rapport de charge $R = 0,5$. Ces résultats sont cohérents avec les travaux recensés dans la bibliographie (Kawai & Murata, 2010).

En conclusion, la méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement proposée nous permet d'accéder à une valeur de limite d'endurance cohérente avec les résultats des courbes de fatigue classique. Cette méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement s'appuie sur le tracé d'asymptotes et de leur intersection. Si la stratification présente un unique mécanisme d'endommagement responsable de sa ruine, la limite d'endurance est déterminée expérimentalement par le tracé de l'asymptote à l'infini sur la courbe d'auto-échauffement et son intersection avec l'abscisse de la courbe. Si la stratification présente deux mécanismes principaux d'endommagement (par exemple, la fissuration matricielle et la plasticité de la matrice), la méthode consiste à tracer l'asymptote à l'origine et l'asymptote liée à la première rupture de pente de la courbe et la limite d'endurance est déterminée à l'intersection de ces deux asymptotes.

Les limites d'endurance du pli élémentaire dans le sens transverse aux fibres et en cisaillement ont été déterminées respectivement à partir des essais sur stratifiés $[0/90/0/90]_S$ et $[(\pm 45)_2]_S$ (Tableau). La limite d'endurance du pli élémentaire chargé en cisaillement se situe légèrement au-dessus de la limite d'élasticité. La limite d'endurance du pli élémentaire chargé transversalement aux sens des fibres est très proche de la limite à rupture, ce qui est cohérent dans le sens où le pli présente un comportement élastique fragile dans cette direction

de sollicitation. Il est intéressant de noter que l'on retrouve ces valeurs de limites d'endurance à partir des essais d'auto-échauffement effectués sur le stratifié quasi-isotrope $[+45/-45/90/0]_S$.

Stratifiés	Limite d'endurance à l'échelle du pli
$[(\pm 45)_2]_S$	$\sigma_{12} = 34 \text{ MPa}$
$[0/90/0/90]_S$	$\sigma_{22} = 70 \text{ MPa}$
$[+45/-45/90/0]_S$	$\sigma_{12} = 32 \text{ MPa}$ $\sigma_{12} = 69 \text{ MPa}$

Tableau 29 : Limites d'endurance du pli élémentaire déterminées à partir des essais d'auto-échauffement

2.3.2 Thermocouples

Durant nos essais, la mesure de l'évolution de la température a été réalisée à l'aide d'une caméra infrarouge. Ce dispositif de mesure de champ a été principalement utilisé pour mesurer le régime établi (régime permanent) et nous a permis de mettre en évidence une évolution de la température relativement homogène en surface de l'éprouvette. L'importante précision et le faible temps de réponse de la caméra infrarouge aurait permis d'analyser plus finement le signal de température en fournissant notamment les évolutions de température synchrone à la fréquence du chargement f_r et une autre synchrone à la fréquence $2 f_r$ (Bremont, 1996). Cependant, nous n'avons pas cherché à synchroniser les signaux température et contrainte dans notre travail. De plus, la technique de thermographie infrarouge demande beaucoup de minutie autant dans la mise en œuvre (calibrer correctement la caméra, faire attention aux perturbations extérieures) que dans le traitement des signaux. Pour ces raisons, il nous a paru intéressant de tester la mesure de la température par thermocouples, dont la simplicité d'utilisation en fait une technique plus abordable pour une application industrielle.

L'utilisation des thermocouples a été testée avec succès sur un essai d'auto-échauffement à contrainte moyenne constante sur une éprouvette de stratification $[0/90/0/90]_S$. Comme nous l'avons remarqué sur les précédentes courbes d'auto-échauffement, il s'agit de la stratification qui présente l'élévation de température la plus faible. De ce fait, si les thermocouples sont capables de mesurer l'élévation de température sur cette stratification, leur fiabilité est garantie pour les autres stratifications.

Cinq thermocouples de type K (Chrome-Alumel) ont été placés comme visible sur la Figure 3.47 ; deux thermocouples ont été placés respectivement sur le mors du haut et le mors du bas. La température en surface de l'éprouvette a été mesurée en faisant la moyenne sur l'enregistrement de trois thermocouples situés sur l'éprouvette. Un des thermocouples a été situé au centre de l'éprouvette (à égale distance des deux mors) et les deux autres thermocouples ont été positionnés symétriquement par rapport au premier (Figure 3.48). L'ensemble des thermocouples est situé sur la ligne médiane de l'éprouvette, c'est-à-dire sur la ligne passant par le milieu de la largeur de l'éprouvette. L'acquisition s'est faite par le biais d'une carte d'acquisition Casio à une fréquence d'échantillonnage de 1 Hz.



Figure 3.47 : Disposition des thermocouples sur l'ensemble machine+ éprouvette

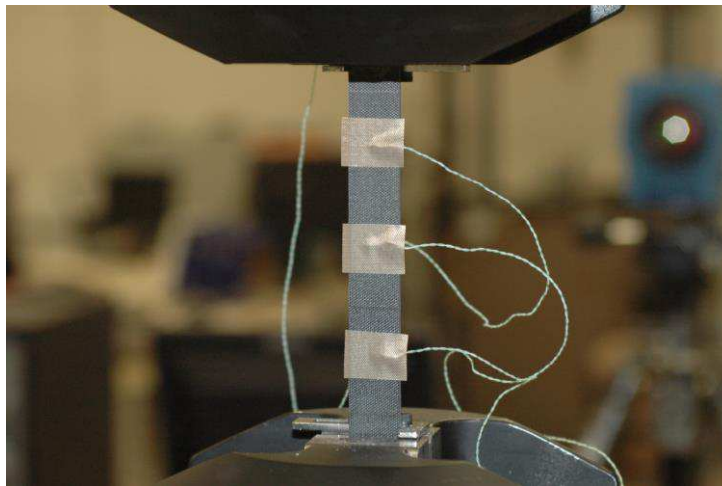


Figure 3.48 : Disposition des thermocouples à l'arrière de l'éprouvette

La Figure 3.49 représente les courbes d'auto-échauffement obtenues pour la stratification $[0/90/0/90]_5$ à partir de mesures par caméra infrarouge et thermocouples. Nous observons immédiatement une importante différence au niveau des élévations de températures mesurées par thermocouples comparées à celles mesurées par caméra infrarouge. Les thermocouples enregistrent des élévations de température plus importantes que la caméra infrarouge. Cette différence est logique puisque les thermocouples fournissent les températures localement et, de par leurs positions centrales, se situent aux points les plus chauds de l'éprouvette. Les mesures par caméra infrarouge s'appuient sur la moyenne surfacique des températures et prennent donc en compte les extrémités de l'éprouvette, plus froides en raison des conditions aux limites thermiques et des échanges qui s'opèrent dans ces régions.

La courbe d'auto-échauffement tracée à partir des mesures faites par thermocouples montre une variation du taux de croissance de la température, tout comme la courbe d'auto-échauffement obtenue par thermographie infrarouge. Nous avons donc appliqué notre méthode d'analyse empirique des courbes d'auto-échauffement dans le but de comparer les valeurs de limite d'endurance fournie par les deux types de mesures thermiques.

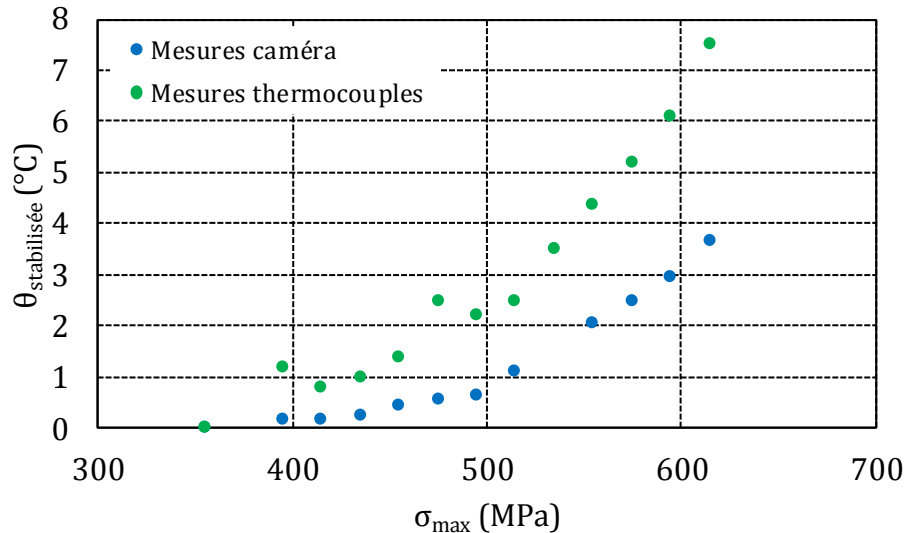


Figure 3.49 : Courbes d'auto-échauffement obtenues à partir de mesures thermiques issues d'une caméra infrarouge et de thermocouples. Essais d'auto-échauffement sur une stratification $[0/90/0/90]_S$ sous contrainte moyenne constante égale à 335 MPa.

La Figure 3.50 présente les courbes d'auto-échauffement dépouillées selon la méthode proposée précédemment.

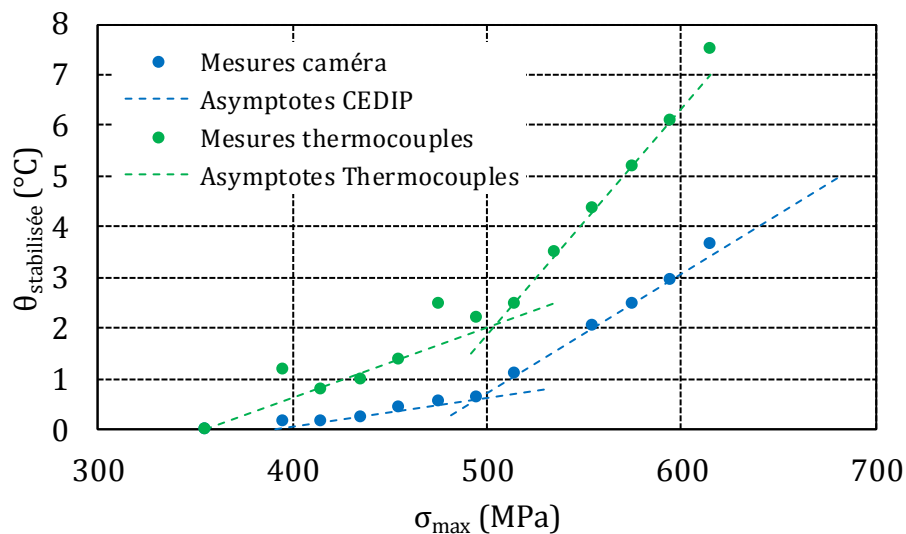


Figure 3.50 : Détermination de la limite d'endurance estimée de la stratification $[0/90/0/90]_S$ à partir des courbes issues de mesures par caméra infrarouge et par thermocouples.

La différence entre les deux valeurs de la limite d'endurance estimée est de l'ordre de grandeur de l'erreur sur l'estimation. La comparaison des résultats thermiques obtenus par thermographie infrarouge et thermocouples pour un essai d'auto-échauffement sur stratification $[0/90/0/90]_S$ nous permet par conséquent d'avancer que l'emploi de thermocouples peut remplacer l'utilisation de caméra infrarouge si le but est d'obtenir une estimation rapide de la limite d'endurance du matériau.

3 Conclusion

Ce chapitre présente les résultats d'une large campagne expérimentale d'essais d'auto-échauffement effectués sur des stratifications de carbone TR50 et résine époxy Structil R367-2. Les stratifications $[(\pm 45)_2]_S$, $[0/90/0/90]_S$ et $[\pm 45/90/0]_S$ ont été testées en traction-traction à contrainte moyenne apparente constante. Les contraintes moyennes macroscopiques pour chacune de ces stratifications ont été choisies de façon à faire travailler les plis à 45° et les plis à 90° à même niveau de chargement dans l'ensemble des stratifications. Des essais d'auto-échauffement à rapport R constant ont également été effectués sur des éprouvettes de stratification quasi-isotrope $[+45/90/-45/0]_S$.

Les courbes d'auto-échauffement obtenues pour les stratifications montrent une évolution similaire ; à partir d'un certain chargement, il y a une rupture de pente du taux de croissance de la température en surface d'éprouvette. Dans tous les cas, le champ de température en surface d'éprouvette reste homogène.

Cependant, pour un chargement identique du pli élémentaire (essais à contrainte moyenne constante), les augmentations de température varient fortement d'une stratification à l'autre. Cette observation confirme que la température dépend de l'orientation des plis et de la séquence d'empilement. Les conditions aux limites thermiques sont prises en compte lors du calcul de la variation de température de l'éprouvette ; par conséquent, elles n'influent pas sur les courbes d'auto-échauffement tracées et les résultats de l'étude.

Le suivi de deux indicateurs d'endommagement macroscopique durant l'ensemble des essais d'auto-échauffement réalisés montrent que la variation du taux de croissance de la température s'accompagne d'un changement de comportement mécanique du matériau.

Les stratifications comprenant des plis orientés à 45° du sens de la sollicitation accusent des augmentations de température deux à trois fois plus importantes que les stratifications constituées uniquement de plis à 0° et/ou à 90° . La dissipation sous-jacente provient de mécanismes d'endommagement plus dissipatifs et de la viscosité du pli élémentaire chargé en cisaillement. L'endommagement des plis soumis aux essais d'auto-échauffement provient principalement de la fissuration matricielle dans le sens des fibres, de la plasticité de la résine et du délaminage. Les fissures créées dans les stratifications $[(\pm 45)_2]_S$ s'accompagnent d'un écoulement plastique de la matrice et sans doute de phénomènes de frottement intralaminaires (Figure 3.51).

L'endommagement des plis à 90° consiste en la création et en l'ouverture de fissures parallèlement aux fibres mais le frottement des fissures intralaminaires est peu probable sachant que le chargement reste en traction. Ce frottement pourrait par contre apparaître en interlaminaire entre les plis à 0° et les plis à 90° dans les stratifications croisées $[0/90/0/90]_S$. Ces hypothèses sont validées par des études tomographiques effectuées sur les différentes stratifications et présentées dans le chapitre suivant.

Les courbes d'auto-échauffement obtenues pour les essais à rapport R constant montrent que la variation du taux de croissance de la température est d'autant plus importante que le rapport R est faible, pour des chargements qui restent en traction. La sollicitation a un impact sur la

réponse thermique de la structure et l'analyse des courbes d'auto-échauffement permet de retrouver des résultats connus sur le comportement en fatigue des composites renforcés de fibres de carbone.

La présence de variations du taux de croissance de la température quelle que soit la stratification et la sollicitation permet de travailler sur l'adaptation de la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance proposée pour les aciers aux stratifiés testés. La méthode que l'on a proposée repose sur le nombre de mécanismes d'endommagement qui peuvent apparaître dans les stratifications testées. Si un seul mécanisme est responsable de la ruine du stratifié, la limite d'endurance est déterminée en traçant l'asymptote à l'infini sur la courbe d'auto-échauffement et en déterminant l'intersection de cette asymptote avec l'asymptote à l'origine. Si plusieurs mécanismes sont responsables de la ruine du stratifié, il s'agit de se concentrer sur le premier mécanisme d'endommagement qui apparaît dans le stratifié soumis à un chargement cyclique. En traçant l'asymptote à l'origine et celle liée à la première élévation de température, l'intersection de ces deux droites fournit la limite d'endurance du stratifié.

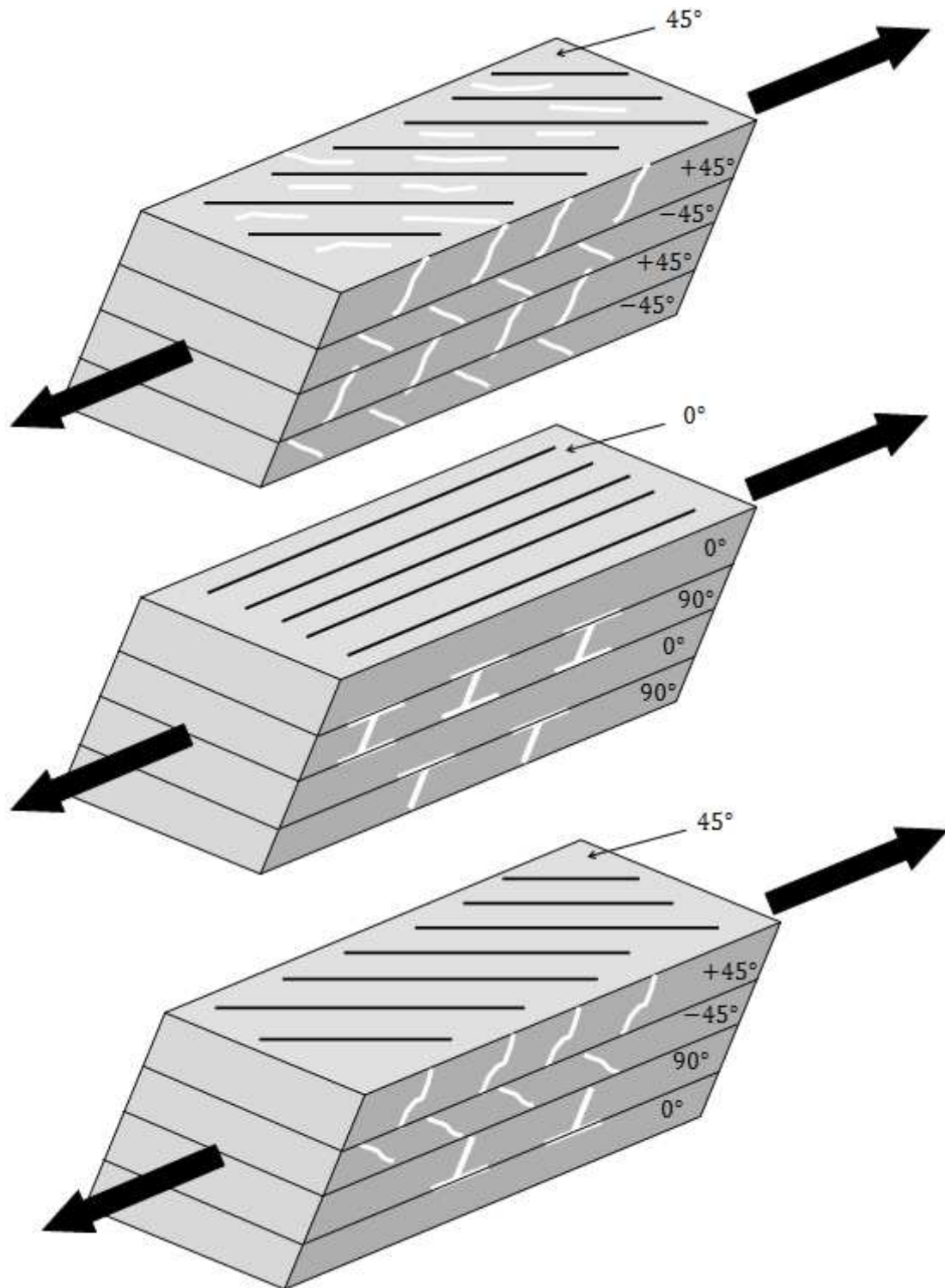


Figure 3.51 : Illustration schématique du réseau de fissures présent dans les stratifications de carbone TR50 et époxy R367-2 étudiées en auto-échauffement. Ces fissures sont complétées par d'autres mécanismes d'endommagement, comme de la plasticité au sein de la résine. La création, la progression et le frottement de ces fissures sont des sources internes de chaleur.

Ce chapitre étudie la fiabilité de la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance proposée dans le chapitre précédent. Une large campagne expérimentale de fatigue permet de construire les courbes de Wöhler pour divers stratifiés du pli élémentaire et de vérifier la cohérence de la limite d'endurance déterminée à partir des essais d'auto-échauffement. Cette vérification passe également par la comparaison qualitative et quantitative de l'endommagement des stratifiés testés en auto-échauffement et en fatigue à très grand nombre de cycles. Ensuite, les courbes d'auto-échauffement sont reconstruites en résolvant numériquement l'équation de la chaleur avec terme source. Les termes sources sont définis comme la dissipation intrinsèque liée au modèle élastoplastique endommageable utilisé au chapitre 1.

Sommaire

1	Comportement en fatigue des stratifiés	205
1.1	Campagne expérimentale	205
1.2	Tenue en fatigue et endommagement	208
1.3	Parallèle avec les essais d'auto-échauffement	232
1.4	Conclusion	241
2	Caractérisation de l'endommagement microscopique	243
2.1	Méthodologie et campagne expérimentale	244
2.2	Analyse des résultats	247
2.3	Conclusion	254
3	Etude des phénomènes dissipatifs	255
3.1	Relier les essais d'auto-échauffement à la tenue en fatigue	255
3.2	Etude énergétique.....	258
3.3	Etude numérique	266
4	Conclusion.....	280

Ce quatrième chapitre est consacré à la compréhension des résultats des essais d'auto-échauffement. Dans le chapitre précédent, nous avons essayé de lier l'endommagement de l'éprouvette aux mesures thermiques pendant un essai d'auto-échauffement dans le but d'établir une méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement et de prédire de façon fiable la limite d'endurance propre à chaque stratification. Il est apparu que la méthode d'analyse rattachée à chacune des stratifications étudiées a fourni des résultats cohérents avec les essais classiques de fatigue.

Nous débuterons ce chapitre en présentant de manière détaillée la campagne expérimentale de fatigue réalisée dans le but d'évaluer la fiabilité de la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance. Nous nous sommes donc intéressés à construire l'allure des courbes de fatigue (courbes S-N) à très grand nombre de cycles, pour chaque stratification testée en auto-échauffement. Ces essais n'ont pas uniquement servi à valider les méthodes d'analyse des courbes d'auto-échauffement, mais nous ont également permis de comparer de manière quantitative l'état d'endommagement d'une éprouvette testée à très grand nombre de cycles à celui d'une éprouvette testée en auto-échauffement, c'est-à-dire n'ayant subi qu'une dizaine de milliers de cycles de chargement. L'étude de l'endommagement des éprouvettes testées en fatigue s'est faite par le biais de jauges biaxiales d'extensométrie, grâce auxquelles nous avons pu calculer la perte de rigidité apparente du stratifié, la déformation plastique et également l'aire de l'hystérésis en fonction du nombre de cycles et du chargement. L'instrumentation de certains essais a été complétée avec une caméra infrarouge, ce qui nous a fourni l'évolution de la réponse thermique sur le long terme et nous a permis d'instaurer une discussion autour des élévations de température durant les essais d'auto-échauffement et les essais de fatigue sous amplitude de contrainte constante.

Après la comparaison quantitative de l'état d'endommagement macroscopique des éprouvettes testées en fatigue classique et en auto-échauffement, nous nous sommes intéressés à l'état d'endommagement à l'échelle microscopique. La deuxième partie de ce chapitre est ainsi dédiée à l'étude qualitative de l'endommagement. Des analyses par tomographie à rayons X ont été réalisées sur un échantillonnage d'éprouvettes représentatif des deux types d'essais. Elles ont notamment permis de caractériser les différents mécanismes d'endommagement progressivement activés lors des essais d'auto-échauffement et ceux présents dans les éprouvettes testées à très grand nombre de cycles. La comparaison entre l'état d'endommagement des éprouvettes testées en auto-échauffement et celui des éprouvettes testées à très grand nombre de cycles permet de confirmer, d'un point de vue physique, la méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement proposée.

La méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement s'appuie sur le suivi de la température moyenne en surface d'éprouvette et fournit uniquement la limite d'endurance du stratifié sous les conditions de chargement testées. Dans la troisième partie de ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'ensemble des phénomènes dissipatifs et aux échanges thermiques qui apparaissent entre le stratifié et son environnement au cours d'un chargement cyclique, et plus particulièrement tout au long d'un essai d'auto-échauffement. Nous nous sommes intéressés non plus à la température moyenne en surface mais aux évolutions du champ thermique durant chaque bloc de chargement cyclique, de façon à évaluer les échanges thermiques par convection, conduction et rayonnement. Connaissant les énergies dissipées en

chaleur, le respect de l'équation d'équilibre énergétique (premier principe de la thermodynamique) permet de quantifier l'énergie d'endommagement ou l'énergie stockée dans le stratifié. Nous comparerons cette énergie obtenue par démarche énergétique à l'énergie d'endommagement obtenue au travers de la dissipation intrinsèque du modèle de comportement élastoplastique endommageable appliqué aux différents stratifiés testés en auto-échauffement. Bien que ce modèle de comportement reproduise fidèlement la réponse mécanique du pli élémentaire et des stratifiés, les études énergétiques comparatives menées sur les différents stratifiés soumis à différentes conditions de chargement cyclique montrent qu'un ou plusieurs mécanismes dissipatifs ne sont pas correctement modélisés. Cette partie se termine sur la reconstruction des courbes d'auto-échauffement expérimentales par simulation numérique à l'aide du logiciel éléments finis Cast3M. L'équation de la chaleur avec terme source est résolue en régime stationnaire. Les élévations de température simulées sont dans certains cas inférieures ou supérieures aux élévations de températures mesurées expérimentalement, et ces différences sont particulièrement importantes pour les chargements d'amplitude supérieure à la limite d'endurance. Ces écarts sont cohérents avec les résultats de l'étude sur l'énergie d'endommagement et signalent l'existence de mécanismes dissipatifs qui ne sont pas pris en compte dans le modèle numérique. Il pourrait s'agir de mécanismes de frottement, apparaissant à la suite de la formation de fissures intra et interlaminaires. Dans le bilan énergétique ainsi que dans la simulation numérique, le stratifié est traité comme un matériau homogène continu. L'introduction de discontinuités physiques (fissures) contredit cette formulation ainsi que l'hypothèse des propriétés physiques constantes durant l'essai.

1 Comportement en fatigue des stratifiés

L'objectif de cette partie est d'étudier le comportement en fatigue sous chargements d'amplitude constante des stratifiés testés en auto-échauffement. Nous nous focaliserons plus particulièrement sur le comportement et la tenue à grand nombre de cycles de ces stratifiés, de façon à se rapprocher de conditions de chargement proches de la limite d'endurance.

La perte de rigidité, la déformation résiduelle, l'aire des boucles d'hystérésis et la température moyenne en surface d'éprouvette seront suivies régulièrement pendant l'ensemble des essais de fatigue sur stratifiés. Nous chercherons à faire un lien entre la valeur de ces indicateurs en fatigue à grand nombre de cycles avec les valeurs obtenues à différents stades d'un essai d'auto-échauffement.

1.1 Campagne expérimentale

1.1.1 Construction des courbes de fatigue

Dans notre étude, les essais de fatigue, dits classiques, consistent à mener une éprouvette jusqu'à rupture lorsque celle-ci subit un chargement cyclique d'amplitude de contrainte et de fréquence constantes. Les essais classiques de fatigue ont été menés sur les mêmes stratifications et sous les mêmes conditions de chargement que les essais d'auto-échauffement. Les éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ ont été testées sous deux niveaux de contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 50 \text{ MPa}$ et $\bar{\sigma}_{xx} = 60 \text{ MPa}$. Les éprouvettes de stratification $[0/90/0/90]_S$ ont été testées sous une contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} =$

335 MPa. Les éprouvettes de stratification $[\pm 45/90/0]_S$ ont été testées sous une contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 250 \text{ MPa}$. Les éprouvettes de stratification $[+ 45/90/-45 /0]_S$ ont été testées sous un rapport de charge $R = 0,1$ et $R = 0,5$. En respectant ces caractéristiques, l'application de différentes amplitudes de contraintes a permis de construire la courbe S-N (contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à rupture) pour chaque stratification. La fréquence de sollicitation cyclique a été de 5 Hz pour l'ensemble des essais. Nous tenons à préciser qu'il s'agit ici d'un travail exploratoire. Par conséquent, le nombre d'éprouvettes consacrées à la construction des courbes S-N reste limité.

1.1.2 Suivi de l'endommagement des stratifiés

Les courbes S-N fournissent directement la tenue sous chargement de fatigue du matériau testé, mais ne donnent aucune indication concernant les mécanismes d'endommagement, la présence de fissures et leurs comportements ou la variation des caractéristiques mécaniques du matériau en raison du processus de fatigue. Pour pouvoir relier les résultats des essais d'auto-échauffement à ceux de fatigue classique à rupture, il est indispensable de pouvoir quantifier et qualifier, les différents mécanismes d'endommagement apparaissant sous chargement répété ainsi que leur cinétique. Cette comparaison nous permettra ensuite de valider la méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement proposée dans le chapitre précédent.

Par conséquent, nous avons étudié l'évolution de l'état d'endommagement macroscopique des stratifiés au travers de la mesure de la perte de rigidité apparente, de la déformation plastique résiduelle et de l'aire des boucles d'hystérésis en fonction du nombre de cycles. La perte de rigidité apparente est définie par la variable scalaire D_{xx} liée au module apparent dans le sens de la sollicitation E_{xx}^* du stratifié. Sous la notion de déformation plastique résiduelle, nous entendons la déformation résiduelle du stratifié dans le sens de la sollicitation ε_{xx}^p après relaxation de la contrainte. Quant à l'aire des boucles d'hystérésis, elle a été calculée en sommant les aires des trapèzes sous la courbe contrainte-déformation du stratifié ($\sigma_{xx} = f(\varepsilon_{xx})$), comme illustré sur la Figure 4.1.

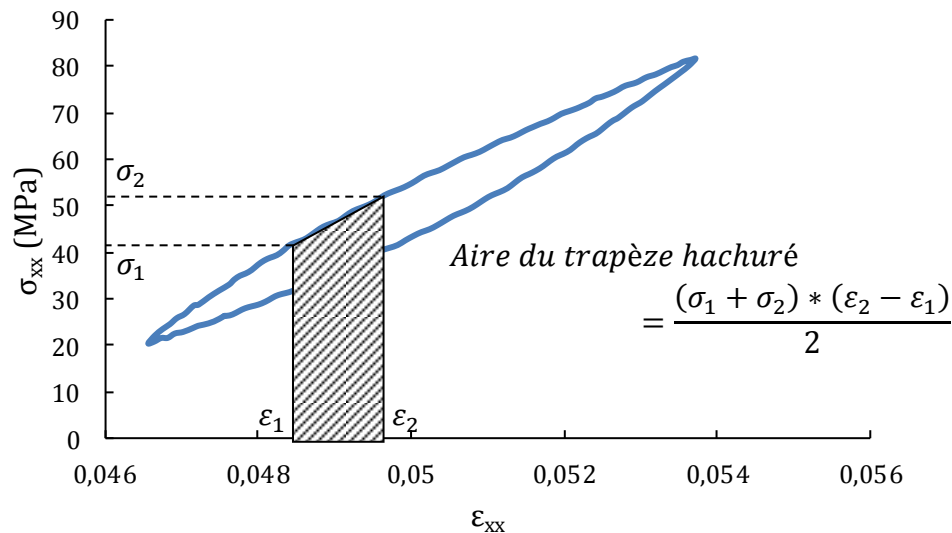


Figure 4.1 : Calcul de l'aire d'une boucle d'hystérésis décrite par un stratifié

1.1.3 Mesures thermiques

Les techniques de mesures thermographiques sont utilisées depuis plusieurs années pour caractériser les émissions de chaleur dans les composites (Reifsnider & Williams, 1974), pour évaluer l'influence de la fréquence de sollicitation sur l'accumulation d'endommagement (Kharrazi & Sarkani, 2001) ou encore pour mesurer et localiser les endommagements internes (Pye & Addams, 1981) (Steinberger, et al., 2006). Selon (Reifsnider & Williams, 1974), la génération de chaleur dans les matériaux chargés de façon cyclique provient à la fois de mécanismes dépendants du taux de déformation et indépendants du taux de déformation. Les premiers sont associés à la viscosité et leur puissance dissipée peut être quantifiée, connaissant les caractéristiques d'amortissement du matériau. Le second comportement est relié à l'endommagement interne et, dans le cas des stratifiés, celui-ci dépend de la stratification et des mécanismes d'endommagement en compétition, comme la fissuration matricielle, le délaminage, la décohésion fibre/matrice ou la rupture de fibres. De plus, l'endommagement et la dégradation thermique de la résine peuvent modifier la génération de chaleur dans les stratifiés chargés en fatigue en modifiant notamment les caractéristiques du comportement thermoélastique. Par exemple, la chaleur de frottement causée par le glissement des surfaces libres des fissures est conditionnée par les propriétés de la résine et par le réseau de fissures présent.

Des études plus récentes sur les matériaux métalliques montrent que décomposer la réponse thermique en séries de Fourier permet de quantifier la part de chaque mécanisme dissipatif dans la source de chaleur totale en faisant ressortir des termes en phase (illustrant la thermoélasticité) et déphasés (Bremont & Potet, 1994). Cette technique de traitement des images thermiques est utilisée sur les aciers pour déterminer la limite d'endurance de façon plus précise qu'avec uniquement la variation de température moyenne par cycle (Krapez, et al., 2000). A notre connaissance, les études sur le comportement des stratifiés en fatigue utilisent les informations thermiques uniquement sous la forme d'évolution moyenne par

cycle (Steinberger, et al., 2006) (Naderi, et al., 2012) (Montesano, et al., 2013) (Dattoma & Giancane, 2013).

Dans ce paragraphe sont présentés les résultats de mesures thermiques réalisées durant plusieurs essais de fatigue sur les stratifiés à matrice époxy renforcés des fibres de carbone. Notre étude s'intéresse principalement aux variations de la température moyenne en surface des éprouvettes, calculée à partir des mesures de champ obtenues à l'aide d'une caméra infrarouge. Les variations de la température moyenne $\Delta T(t)$ sont calculées par :

$$\Delta T(t) = \bar{T}_{\text{épreuve}}(t) - \frac{T_{\text{mors haut}}(t) + T_{\text{mors bas}}(t)}{2} \quad 4.1$$

où $\bar{T}_{\text{épreuve}}(t)$, $T_{\text{mors haut}}(t)$ et $T_{\text{mors bas}}(t)$ représentent respectivement la température moyenne de l'éprouvette, la température du mors haut et la température du mors bas à l'instant t .

Cette expression prend en compte les conditions aux limites thermiques par le biais des évolutions de la température des mors, ce qui permet d'analyser uniquement la chaleur résultant des mécanismes dissipatifs internes au matériau. L'équation calcule l'écart à l'état d'équilibre thermique de l'éprouvette.

La fréquence d'acquisition de la caméra infrarouge étant de 25 Hz pour l'ensemble des essais réalisés, nous avons accès à 5 images thermiques par cycle de chargement mécanique. Un suivi de l'évolution du signal temporel avec le chargement et le nombre de cycles viendra compléter l'étude des couplages thermomécaniques dans les stratifiés carbone/époxy sollicités en fatigue.

1.2 Tenue en fatigue et endommagement

Dans cette partie sont présentés les principaux résultats des essais de fatigue réalisés sur les stratifiés cités ci-dessus. Nous discuterons des courbes de fatigue S-N obtenues pour chacune des stratifications du pli élémentaire ainsi que de l'évolution de l'endommagement macroscopique sous chargement cyclique. Dans cette étude, l'endommagement des stratifiés a été mesuré par le biais de la perte de rigidité apparente, de la déformation plastique résiduelle dans le sens de la sollicitation et de l'aire des boucles d'hystérésis décrites par le matériau.

L'instrumentation de certains essais de fatigue avec une caméra infrarouge a également permis d'étudier l'évolution de la température en surface des éprouvettes en fonction de l'amplitude du chargement et de la stratification. Les augmentations de la température moyenne mesurées ont été comparées à l'évolution des indicateurs macroscopiques d'endommagement.

1.2.1 Stratification $[(\pm 45)_2]_5$

Les résultats des essais de fatigue à amplitude de contrainte constante sur la stratification $[(\pm 45)_2]_5$ sont tracées sur la Figure 4.2 sous la forme d'un graphique semi-logarithmique reliant la contrainte maximale apparente au nombre de cycles à rupture.

Ce graphique illustre la tenue en fatigue de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ sous deux niveaux de contrainte moyenne apparente, $\bar{\sigma}_{xx} = 50$ MPa et $\bar{\sigma}_{xx} = 60$ MPa. Chaque essai est réalisé à une amplitude de contrainte fixe, ce qui permet de relier son nombre de cycles à rupture à la contrainte maximale du chargement cyclique subi. Les résultats de ces essais reflètent la tenue en fatigue du pli élémentaire soumis à un chargement en cisaillement plan.

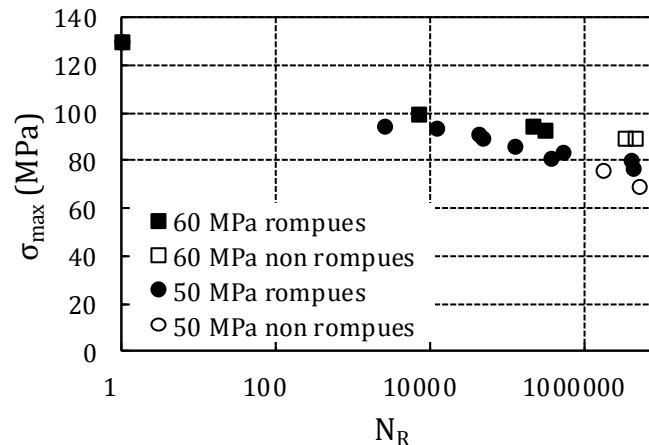


Figure 4.2 : Tenue en fatigue de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous deux niveaux de contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 50$ MPa et $\bar{\sigma}_{xx} = 60$ MPa. Les puces vides matérialisent les éprouvettes non rompues.

La Figure 4.2 illustre l'influence de la contrainte moyenne sur la tenue en fatigue de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$. Au regard des résultats exposés, augmenter la contrainte moyenne du chargement cyclique offre au matériau une meilleure résistance aux chargements de fatigue. En effet, à contrainte maximale apparente égale, les éprouvettes testées sous une contrainte moyenne de $\bar{\sigma}_{xx} = 60$ MPa accusent un nombre de cycles avant rupture supérieur aux éprouvettes testées sous une contrainte moyenne de $\bar{\sigma}_{xx} = 50$ MPa. De plus, la limite d'endurance sous une contrainte moyenne de 60 MPa semble plus élevée de 20 MPa de celle sous une contrainte moyenne de 50 MPa. Cette constatation est vérifiée si l'on définit la limite d'endurance comme le chargement maximal pour lequel le matériau survit au-delà de $5 \cdot 10^6$ cycles.

La meilleure résistance en fatigue des éprouvettes testées sous une contrainte moyenne de 60 MPa peut s'expliquer par le renforcement du matériau dû à un réalignement des fibres dans le sens de la sollicitation. Cette hypothèse est tirée d'observations faites ex situ sur des éprouvettes rompues. Sur la Figure 4.3, nous pouvons remarquer un phénomène de striction et un réalignement des fibres dans le sens de la sollicitation. Des mesures angulaires ont permis de noter des réorientations de fibres allant jusqu'à -4° (l'angle que forme la fibre du pli avec l'axe de l'éprouvette est dans ce cas de 41° , au lieu de 45° initialement). Toutefois, ces mesures peuvent être surévaluées en raison du phénomène d'arrachement qui se produit lors de la rupture de l'éprouvette en traction.

En plus de modifier les propriétés mécaniques de l'éprouvette, ce phénomène engendre une variation de sa géométrie, en diminuant notamment la section utile. Dans ce cas, la commande

en force conduit à un niveau de contrainte qui évolue en fonction de l'alignement des fibres et de l'état d'endommagement du matériau.

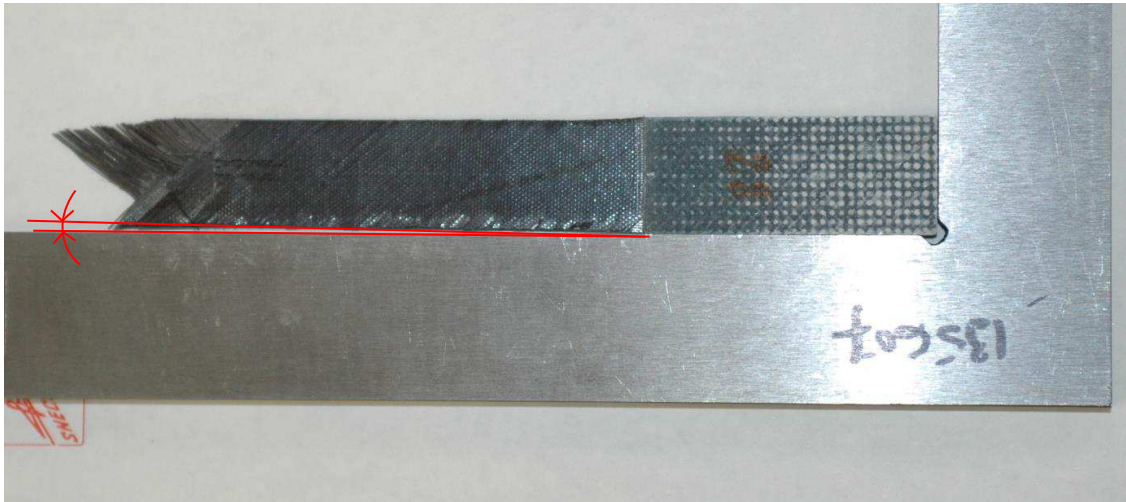


Figure 4.3 : Illustration du phénomène de striction observé sur les éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testées en fatigue

Un renforcement des stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$ a également été observé pour des chargements cycliques sous une contrainte moyenne apparente de 50 MPa (Figure 4.4). Les mesures du module d'élasticité des stratifiés E_{xx} tout au long des essais de fatigue signale que le phénomène de réorientation des fibres n'apparaît que durant les essais pour lesquels la contrainte maximale dépasse une certaine valeur. Ce seuil de contrainte se situe entre 77 et 80 MPa (amplitude de contrainte 27 et 30 MPa sous une contrainte moyenne de 50 MPa), c'est-à-dire proche de la limite du domaine élastique linéaire de cette stratification en quasi-statique (Figure 1.36). Ce renforcement n'a pas été observé pour des sollicitations quasi-statiques. Il peut s'expliquer par un changement des mécanismes de dégradations avec le taux de déformation (Sohn & Hu, 1995), qui pourraient favoriser la réorientation des fibres dans le sens de la sollicitation. La viscosité de la résine, activée par l'augmentation de température, peut également être à l'origine d'une certaine mobilité des fibres. Elle joue un rôle important dans le comportement et la tenue du pli unidirectionnel chargé en cisaillement (Laurin, et al., 2007).

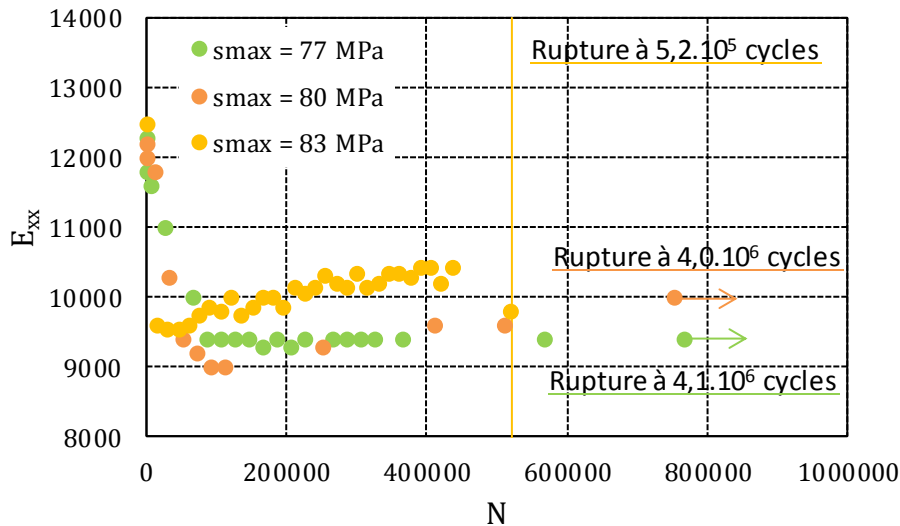


Figure 4.4 : Mise en évidence du renforcement des éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ soumises à des chargements cycliques sous une contrainte moyenne apparente $\bar{\sigma}_{xx} = 50$ MPa

La Figure 4.5 montre la réponse en cisaillement d’une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ soumise à un chargement de fatigue à contrainte moyenne apparente constante 50 MPa. L’amplitude du chargement est de 26,42 MPa. Le graphique est exprimé dans la base d’orthotropie du pli élémentaire. Nous observons que le chargement cyclique a un impact sur le module statique en cisaillement du pli élémentaire (inclinaison des pentes de mise en charge du matériau), sur son module dynamique (inclinaison des boucles d’hystérésis) et introduit progressivement une déformation résiduelle. L’aire des boucles d’hystérésis semble également augmenter avec le nombre de cycles.

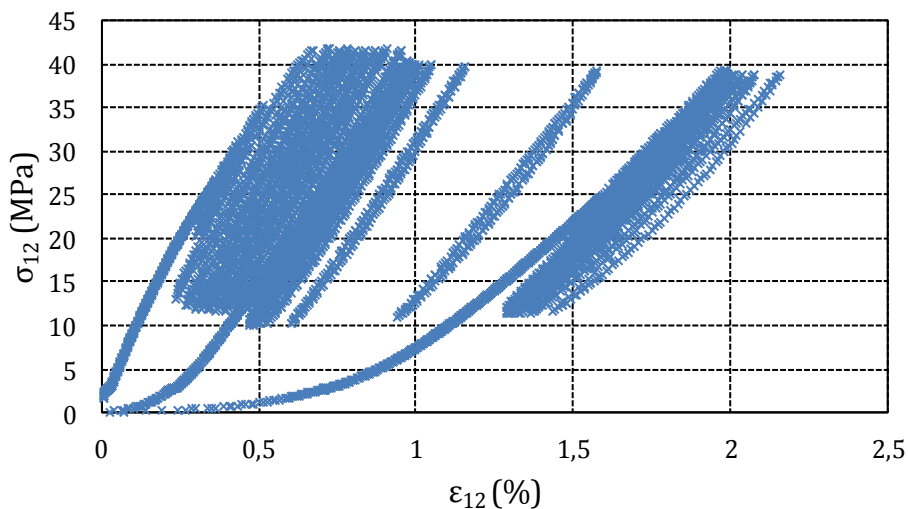


Figure 4.5 : Evolution du comportement sous sollicitations cycliques de la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ pour des conditions de chargements $\sigma_{xx} = 50 \pm 26,42$ MPa

❖ Variable d'endommagement et déformation résiduelle

Nous nous sommes intéressés à l'évolution de l'endommagement des stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$ sollicités sous une contrainte moyenne apparente de 50 MPa en fonction de l'amplitude de contrainte. La Figure 4.6 représente l'influence de l'amplitude de contrainte sur l'évolution de la variable d'endommagement D_{xx} des stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$. Le graphique se limite à l'évolution durant les 300000 premiers cycles. La variable d'endommagement D_{xx} , calculée à partir de la perte de rigidité du stratifié, évolue de façon similaire quelle que soit l'amplitude du chargement. Elle augmente plus ou moins rapidement avant de se stabiliser autour d'une valeur fonction du niveau de chargement cyclique.

L'endommagement D_{xx} est généralement attribué à la création de fissures matricielles parallèlement aux fibres ou à de la décohésion fibre/matrice (Van Paepegem & Degrieck, 2003) (Aghazadeh Mohandesi & Majidi, 2009). Reifsnider a montré dans ses travaux que la densité de fissuration dans les plis orientés atteint un état asymptotique, appelé l'état d'endommagement critique, pour lequel les fissurations sont organisées en un réseau régulier (Reifsnider & Talug, 1980).

L'augmentation rapide de D_{xx} observée sur la Figure 4.6 rend compte de la création d'un réseau de fissures dès les premiers cycles de chargement, ce qui illustre parfaitement la particularité des matériaux composites à pouvoir remplir leurs fonctions malgré un état d'endommagement important. En effet, alors qu'un réseau de fissures plus ou moins important s'est formé au sein du stratifié, la durée de chargement cyclique avant rupture peut encore être de plusieurs millions de cycles dans certains cas.

Globalement, le développement du réseau de fissures matricielles est d'autant plus long que l'amplitude de contrainte est basse (Figure 4.6). De plus, il semble qu'en deçà de certaines amplitudes de contrainte, le stratifié n'atteigne jamais un état de fissuration « critique ». Sur la Figure 4.7, nous pouvons en effet observer que la variable D_{xx} continue d'augmenter lentement lorsque l'amplitude de contrainte est de 19 MPa. Il en est de même pour l'essai à amplitude de contrainte 26 MPa. Toutefois, ces deux niveaux d'amplitude de contrainte n'ont pas mené à la rupture du stratifié après $2 \cdot 10^6$ cycles.

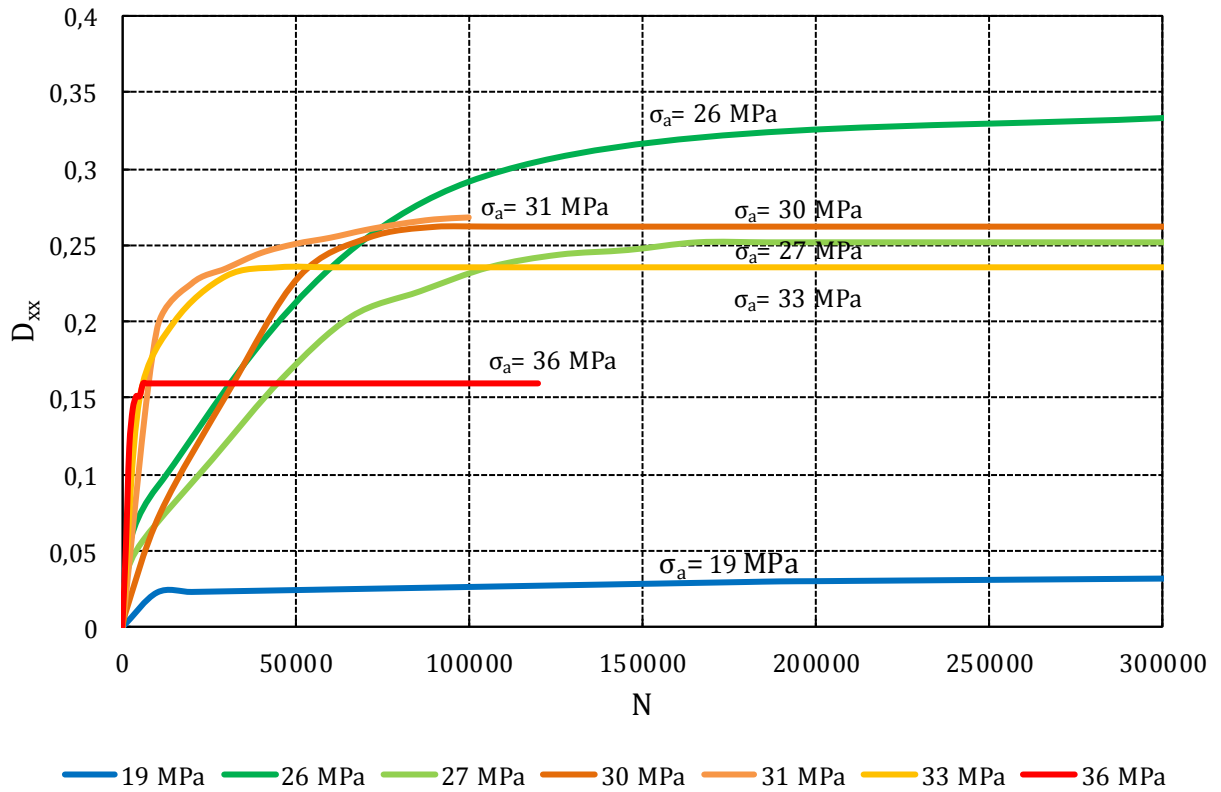


Figure 4.6 : Influence de l'amplitude de contrainte sur la variable d'endommagement macroscopique D_{xx} d'une stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 50$ MPa. Zoom sur l'intervalle $0 < N < 300000$ cycles.

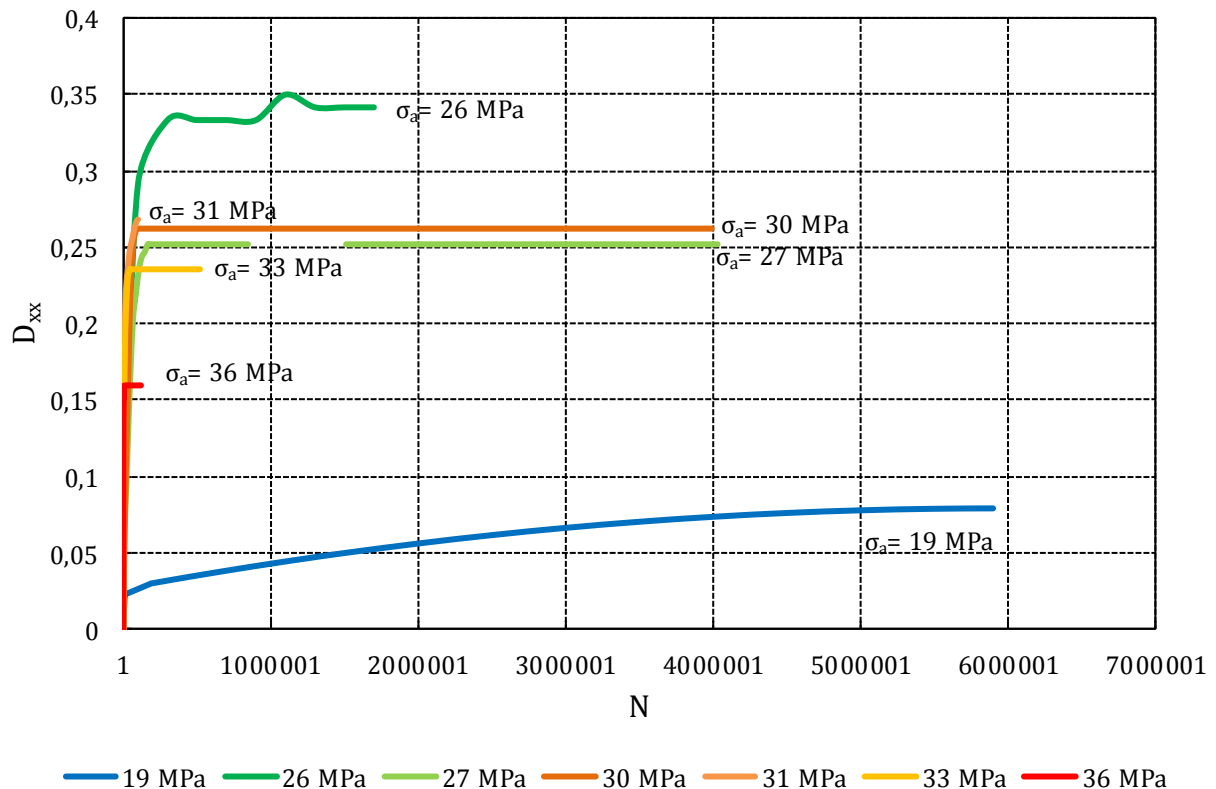


Figure 4.7 : Influence de l'amplitude de contrainte sur la variable d'endommagement macroscopique D_{xx} d'une stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 50$ MPa.

Généralement, la valeur de stabilisation de D_{xx} augmente avec l'amplitude de chargement cyclique pour des composites à matrice époxy renforcés de fibres de carbone (Toubal, et al., 2006). Nos résultats (Figure 4.6 et Figure 4.7) ne permettent pas de retrouver systématiquement cette dépendance. Les essais de fatigue pour lesquels la durée de vie de l'éprouvette est inférieure à 1 million de cycles (amplitudes de contrainte 31, 33 et 36 MPa) conduisent à des états d'endommagement d'autant plus sévères que l'amplitude de contrainte est faible. D'emblée, ces résultats paraissent illogiques. Cependant, ils peuvent être expliqués par la dispersion expérimentale inhérente à la comparaison de module d'élasticité en monotone comme en cyclique. En effet, chacune des courbes représente un essai unique. Dans notre cas, les évolutions observées peuvent être le fait d'éprouvettes dont les propriétés seraient éloignées des propriétés moyennes du lot matière.

La Figure 4.8 trace l'évolution de la déformation plastique résiduelle dans le sens de la sollicitation en fonction de l'amplitude de contrainte du chargement cyclique des stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$ sollicités sous une contrainte moyenne apparente de 50 MPa. Il apparaît que la déformation plastique résiduelle des stratifiés est d'autant plus importante que l'amplitude de contrainte est élevée, à nombre de cycles égal. Son évolution est également plus lente lorsque l'amplitude de contrainte est faible. Ces résultats sont cohérents avec les évolutions de la variable d'endommagement D_{xx} présentées précédemment ; l'apparition d'une déformation

plastique dès les premiers cycles de chargement provient du développement d'un réseau de fissures transverses, justifié par la croissance de la variable d'endommagement D_{xx} . Lorsque l'état de fissuration critique est atteint dans le stratifié (la variable D_{xx} se stabilise), la croissance plus douce de la déformation plastique peut provenir de l'apparition de zones de microplasticité au sein de la résine dans le pli chargé en cisaillement. L'évolution de la déformation plastique alors que l'endommagement s'arrête, peut également s'expliquer par la thermomécanique couplée (et notamment le rééquilibrage des contraintes résiduelles).

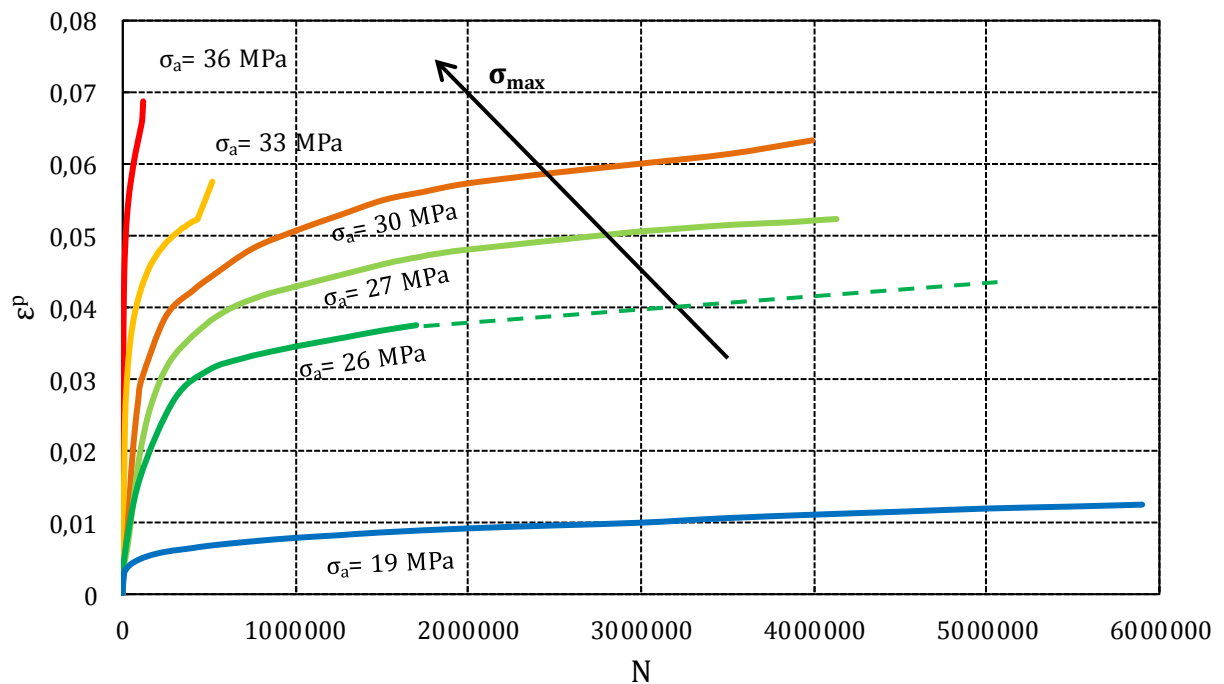


Figure 4.8 : Influence de l'amplitude de contrainte sur la déformation plastique résiduelle d'une stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 50 \text{ MPa}$

❖ Boucles d'hystérésis

Le suivi de la variable d'endommagement D_{xx} et de la déformation plastique résiduelle en fonction du nombre de cycle, tous deux indicateurs d'endommagement à l'échelle macroscopique, révèle une progression non-linéaire de l'endommagement dans les stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$ soumis à des chargements de fatigue en traction-traction. Une dégradation des stratifiés apparaît dès les premiers cycles de chargement et ceci, quelque soit l'amplitude du chargement. L'endommagement progressif des stratifiés soumis à des chargements cycliques peut également être étudié au travers d'un autre paramètre important relié à l'endommagement de fatigue : l'aire des boucles d'hystérésis. Elle correspond à l'énergie absorbée par le stratifié, qui peut être soit dissipée sous forme de chaleur, soit stockée dans le matériau et contribue dans ce cas à l'endommagement interne du matériau selon la

thermodynamique des processus irréversibles. (Steinberger, et al., 2006) (Dattoma & Giancane, 2013).

La Figure 4.9 représente l'aire des boucles d'hystérésis de trois éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ soumises à trois niveaux d'amplitude de contrainte différents.

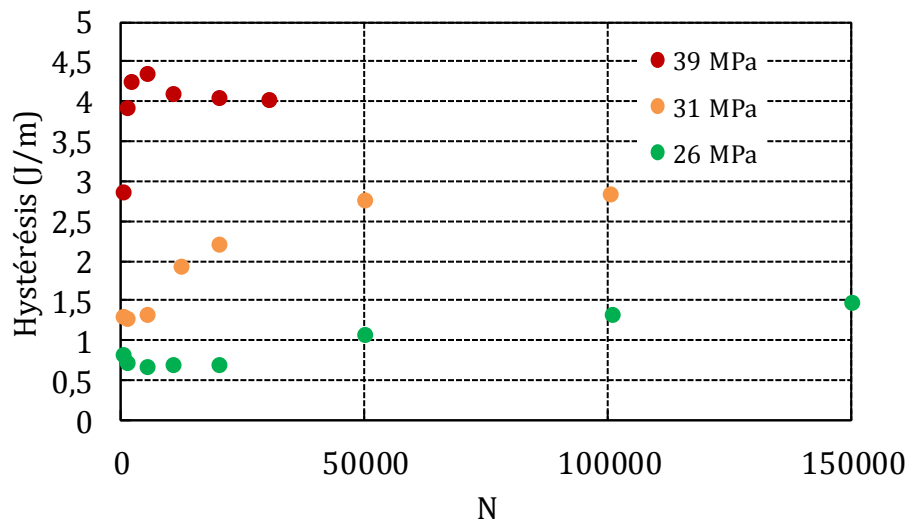


Figure 4.9 : Aire de la boucle d'hystérésis décrite par les éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testées sous une contrainte moyenne constante 50 MPa et sous différentes amplitudes de contrainte. Zoom sur l'intervalle $0 < N < 1,5 \cdot 10^5$ cycles.

Sous une contrainte moyenne constante, plus l'amplitude de chargement est grande, plus l'aire des boucles d'hystérésis est importante (Figure 4.9). Cependant, l'évolution de l'hystérésis avec le nombre de cycles de chargement varie en fonction de l'amplitude de chargement. Les éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testées sous les amplitudes de contrainte 26 et 31 MPa montrent une stabilisation de l'hystérésis en début d'essai, avant que celle-ci ne finisse par augmenter avec le nombre de cycles subi par l'éprouvette. Cette phase de stabilisation est d'autant plus longue que l'amplitude de chargement est faible, mais est inexistante lorsque l'amplitude dépasse une certaine valeur (pas de stabilisation de l'hystérésis pour une amplitude de chargement de 39 MPa, par exemple).

Si l'on étudie en parallèle la variable d'endommagement D_{xx} et l'aire des boucles d'hystérésis, on observe que l'aire de la boucle d'hystérésis augmente lorsque D_{xx} se stabilise. L'augmentation des boucles d'hystérésis s'explique par l'effet cumulé de la viscosité de la résine, accentuée par l'augmentation de la température du matériau, et de l'augmentation de l'endommagement interne. Elle traduit l'augmentation de l'énergie absorbée par le stratifié. Une partie de cette énergie est dissipée sous forme de chaleur et provoque une augmentation de la température du stratifié, comme nous le présentons dans le paragraphe suivant.

❖ Température

La Figure 4.10 ci-dessous présente l'évolution du champ de température moyenne mesuré par thermographie infrarouge lors d'essais de fatigue en traction-traction à fréquence 5 Hz sur des éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testées sous une contrainte moyenne de 50 MPa. L'augmentation de la température en surface d'éprouvette est d'autant plus importante que l'amplitude du chargement est importante pour des sollicitations à contrainte moyenne constante. Il s'agit d'un résultat cohérent avec les évolutions de l'endommagement du stratifié et de l'énergie absorbée, présentées précédemment.

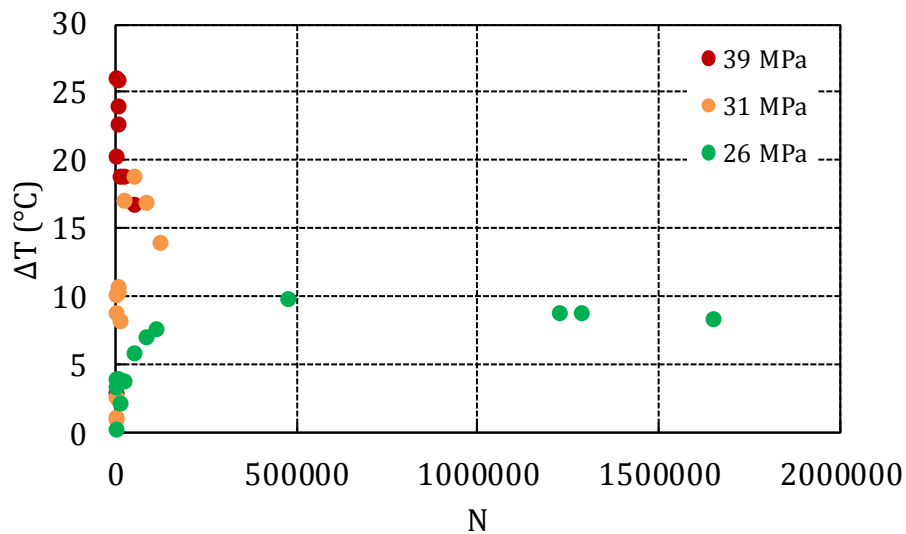


Figure 4.10 : Variations de température moyenne en surface d'éprouvettes de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testées sous différentes amplitudes de chargement cyclique pour une contrainte moyenne de 50 MPa. Zoom sur l'intervalle $0 < N < 2 \cdot 10^5$ cycles.

Si l'on s'intéresse à l'évolution de la variation de la température moyenne en surface d'éprouvette durant un essai de fatigue, on s'aperçoit qu'après une rapide augmentation, puis une stabilisation, celle-ci commence à décroître lentement. Ce phénomène est clairement visible sur la Figure 4.11 pour l'essai à amplitude 26 MPa.

Cette évolution peut s'expliquer par le bilan des échanges énergétiques (Équation 4.2) (Dattoma & Giancane, 2013).

$$H = (E_{th} + Q_{dissip}) + E_{damage} \tag{4.2}$$

↓

Accumulée thermiquement

↘

échangée

↘

dissipée

L'énergie absorbée par le stratifié H , égale à l'aire de l'hystérésis, est à la fois dissipée sous forme de chaleur et accumulée thermiquement dans le matériau (en relation avec la capacité thermique de ce dernier). L'énergie dissipée sous forme de chaleur provient à la fois de la dissipation Q_{dissip} due aux échanges thermiques par convection, conduction et rayonnement avec l'environnement et de la dissipation E_{damage} liée à l'endommagement du stratifié. L'énergie Q_{dissip} échangée avec l'environnement est d'autant plus importante que la différence de température avec l'ambiante est élevée (Dattoma & Giancane, 2013). La baisse de la température moyenne en surface d'éprouvette signale une diminution de l'énergie thermique E_{th} accumulée au sein du stratifié. Elle est causée conjointement par l'augmentation de l'énergie thermique dissipée par convection et conduction Q_{dissip} et par la diminution du terme source E_{damage} , liée à la stabilisation progressive de la boucle d'hystérésis ; la baisse de température moyenne en surface s'accompagne de la stabilisation de D_{xx} (Figure 4.11) et d'une évolution faible de la déformation plastique (Figure 4.12).

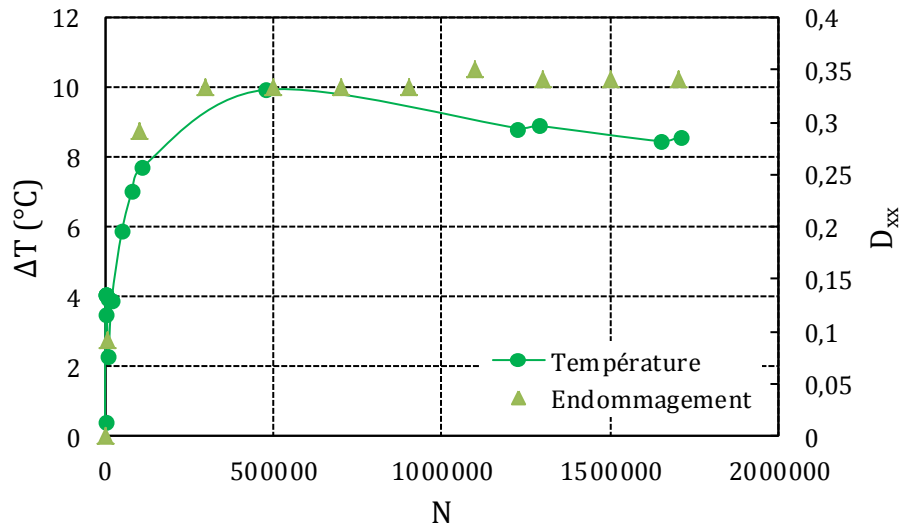


Figure 4.11 : Evolution de la température moyenne en surface et de la variable d'endommagement D_{xx} d'une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ soumise à un chargement de fatigue à contrainte moyenne apparente 50 MPa et d'amplitude 26 MPa. L'essai a été arrêté à $1,7 \cdot 10^6$ cycles.

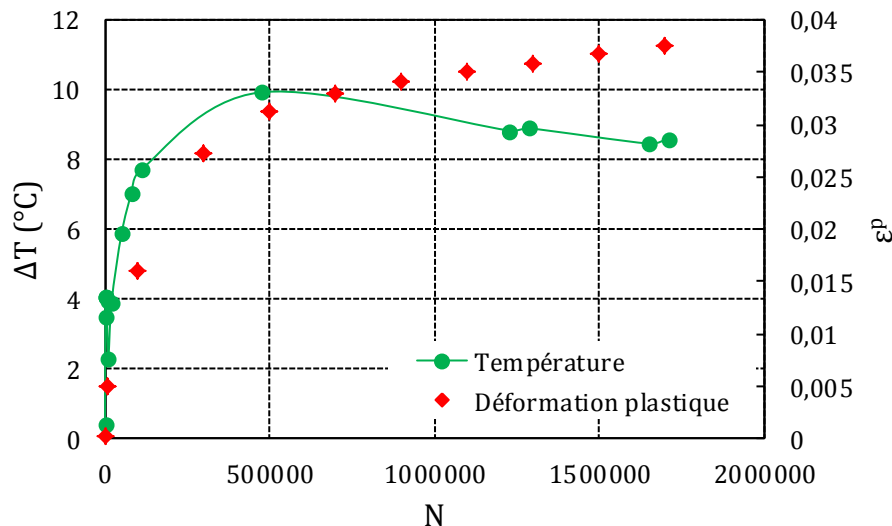


Figure 4.12 : Evolution de la température moyenne en surface et de la déformation plastique ε^p d'une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ soumise à un chargement de fatigue à contrainte moyenne apparente 50 MPa et d'amplitude 26 MPa. L'essai a été arrêté à $1,7 \cdot 10^6$ cycles.

1.2.2 Stratification $[0/90/0/90]_S$

Les résultats des essais de fatigue à amplitude de contrainte constante sous une contrainte moyenne de $\bar{\sigma}_{xx} = 335$ MPa sur la stratification $[0/90/0/90]_S$ sont tracés sur la Figure 4.13 sous la forme d'un graphique semi-logarithmique reliant la contrainte maximale apparente au nombre de cycles à rupture. Ce graphique illustre la résistance en fatigue du pli élémentaire sous des sollicitations générant un comportement couplé transversal/longitudinal. La résistance de ce type de stratifié dépend du scénario de formation des fissures transverses et du champ de contraintes à l'interface des plis $0^\circ/90^\circ$, influencés par les propriétés du pli telles que la résistance en traction normale aux fibres et la résistance à la rupture associée à la croissance de fissures le long des fibres (Veer Singh & Talreja, 2010).

Le manque de points s'explique par le facteur limitant qui est le passage de l'éprouvette en compression pour des sollicitations en traction-traction. Dans ces conditions, la contrainte maximale qui peut être atteinte sous une contrainte moyenne apparente de 335 MPa est de 670 MPa.

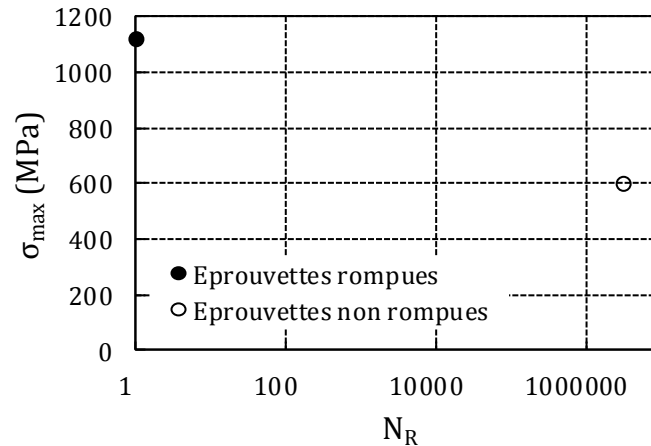


Figure 4.13 : Tenue en fatigue de la stratification $[0/90/0/90]_S$ testées sous une contrainte moyenne apparente $\bar{\sigma}_{xx} = 335$ MPa.

Les éprouvettes de stratification $[0/90/0/90]_S$ testées sous sollicitation cyclique montrent une rupture des plis à 90° bien avant la rupture totale du stratifié. Des craquements sont audibles dès les premiers cycles de chargement du stratifié. Ils témoignent du développement de macro-délaminages et d'une séparation totale des plis à 0° et 90° . Ces délaminages apparaissent en pointe de fissure après le développement très rapide d'un réseau de fissures transverses le long des fibres dans les plis à 90° (Lafarie-Frenot, et al., 2001) (De Baere, et al., 2011).

La Figure 4.15 représente l'évolution du module apparent et de la déformation plastique résiduelle d'un stratifié $[0/90/0/90]_S$ soumis à un chargement de fatigue à contrainte moyenne apparente 335 MPa. L'augmentation du module apparent du stratifié entre le 1^{er} et le 5000^{ème} cycle provient de la rupture des plis à 90° et de la reprise de l'effort par les plis à 0° , dans lesquels les fibres se réalignent sous l'effort de tension. La rupture des plis à 90° crée une déformation résiduelle du stratifié dans le sens de la sollicitation (Figure 4.15). Elle entraîne également une redistribution des contraintes sur les plis à 0° et de nouveaux mécanismes d'endommagement apparaissent, comme de la fissuration le long des fibres dans les plis à 0° ou de la rupture de fibres (Figure 4.14). Ces mécanismes d'endommagement sont responsables de la chute progressive du module apparent du stratifié observé sur la Figure 4.15. Il est important de noter que dès lors que les plis à 90° sont rompus, le stratifié est scindé en quatre éprouvettes.

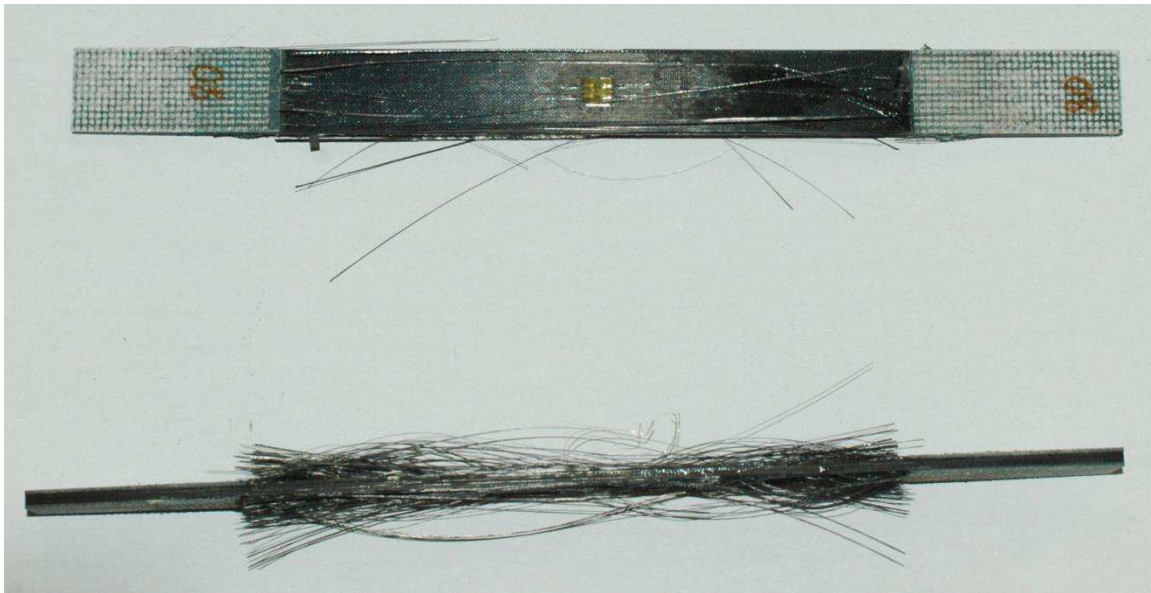


Figure 4.14 : Photographie illustrant la rupture des fibres à 0° et le décollement des fibres en surfaces d'éprouvette dans un stratifié $[0/90/0/90]_S$ soumis à un chargement cyclique de fatigue

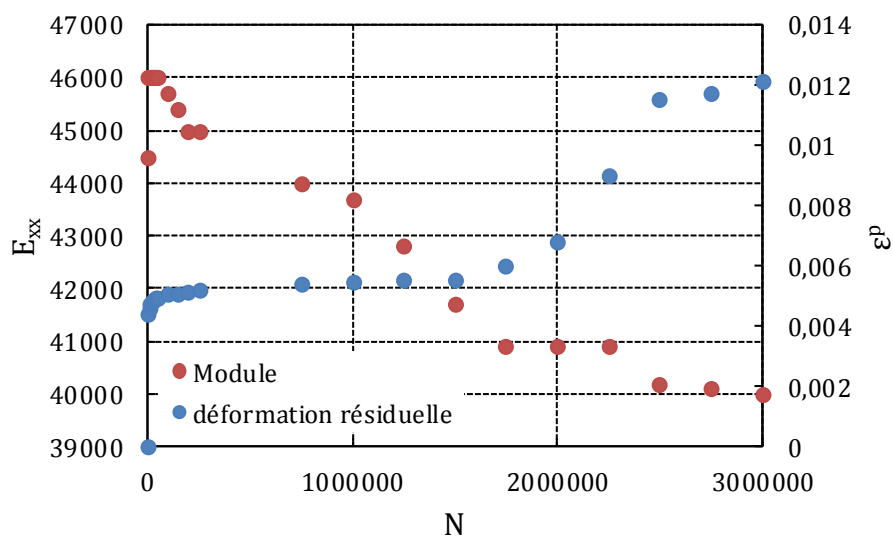


Figure 4.15 : Evolution du module et de la déformation résiduelle d'un stratifié $[0/90/0/90]_S$ soumis à un chargement de fatigue $\sigma_{xx} = 335 \pm 267$ MPa

1.2.3 Stratification $[\pm 45/90/0]_S$

Le comportement en fatigue de stratifiés multidirectionnels, tels que les stratifiés $[\pm 45/90/0]_S$ ou $[+45/90/-45/0]_S$, dépend de la résistance et du comportement du pli élémentaire unidirectionnel mais également du degré d'interaction des plis adjacents. En effet, la tenue en fatigue de ces stratifiés est tributaire de l'épaisseur du stratifié, du nombre de plis adjacents

ayant la même orientation, et de la séquence d'empilement des plis d'orientation différente (Veer Singh & Talreja, 2010). Pour ces raisons, nous avons choisi d'étudier la tenue de deux types de stratifiés multidirectionnels chargés en fatigue.

La Figure 4.16 trace les résultats des essais classiques de fatigue en traction-traction sur la stratification $[\pm 45/90/0]_S$ sollicitée sous une contrainte moyenne apparente de 250 MPa. La limite d'endurance à $5 \cdot 10^6$ cycles du stratifié se situe aux alentours de 400 MPa pour une contrainte moyenne apparente de 250 MPa.

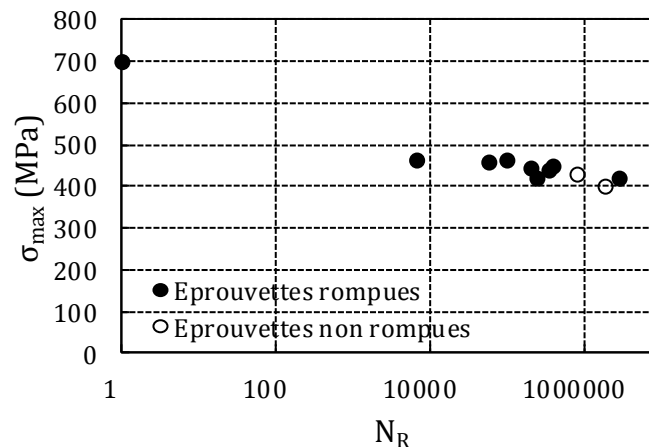


Figure 4.16 : Résultats de fatigue pour la stratification $[\pm 45/90/0]_S$ testée sous une contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 250$ MPa

La progression de l'endommagement des stratifiés est reportée sur les Figure 4.17 et Figure 4.18 en fonction de l'amplitude de contrainte ou de la contrainte maximale.

La Figure 4.17 reporte l'évolution de la variable d'endommagement D_{xx} lié à la perte de rigidité du stratifié, en fonction de l'amplitude du chargement et du nombre de cycles écoulé. Comme ce qui a été observé sur la stratification $[(\pm 45)_2]_S$, la variable d'endommagement D_{xx} ne suit pas une évolution linéaire. Elle augmente rapidement dès les premiers cycles de chargement puis une rupture de pente visible sur la Figure 4.17 marque le début d'une seconde progression, plus douce et linéaire jusqu'à la rupture du stratifié. Ce changement de comportement de la variable d'endommagement apparaît d'autant plus tard que l'amplitude de chargement est basse.

La croissance rapide de la variable d'endommagement D_{xx} s'accompagne d'une déformation plastique résiduelle, qui évolue de façon similaire à D_{xx} en début d'essai (Figure 4.18). Cette observation nous permet de rattacher la première phase d'évolution de la variable d'endommagement D_{xx} au mécanisme de fissuration matricielle qui apparaît dans les plis orientés du stratifié $[\pm 45/90/0]_S$.

La fissuration matricielle dans les plis orientés est le premier mécanisme d'endommagement qui apparaît dans le stratifié multidirectionnel $[\pm 45/90/0]_S$ soumis à un chargement cyclique et ceci, quelque soit l'amplitude du chargement (Aghazadeh Mohandesi & Majidi, 2009). La fissuration des plis à 90° cause une redistribution locale des contraintes dans les autres plis du

stratifié qui mène à une augmentation du chargement des plis à 45° et à 0° . Les interfaces 90/45 sont des sites préférentiels pour l'initiation et la propagation des fissures (Rehan, et al., 2011). Ainsi, l'endommagement du stratifié se poursuit par la fissuration transverse des plis extérieurs à $\pm 45^\circ$, en commençant par le pli intérieur.

Après la fissuration matricielle des plis orientés, un second mécanisme d'endommagement est responsable de la progression plus lente de la variable d'endommagement (observée sur la Figure 4.17) et de la déformation plastique résiduelle (Figure 4.18). Ce second mécanisme dépend de l'amplitude du chargement et disparaît pour des chargements très élevés (Aghazadeh Mohandesi & Majidi, 2009). Il engendre peu ou pas de déformation résiduelle dans le stratifié (Figure 4.18). Il peut s'agir de fissurations matricielles qui apparaissent parallèlement aux fibres dans les plis intérieurs à 0° et de ruptures de fibres.

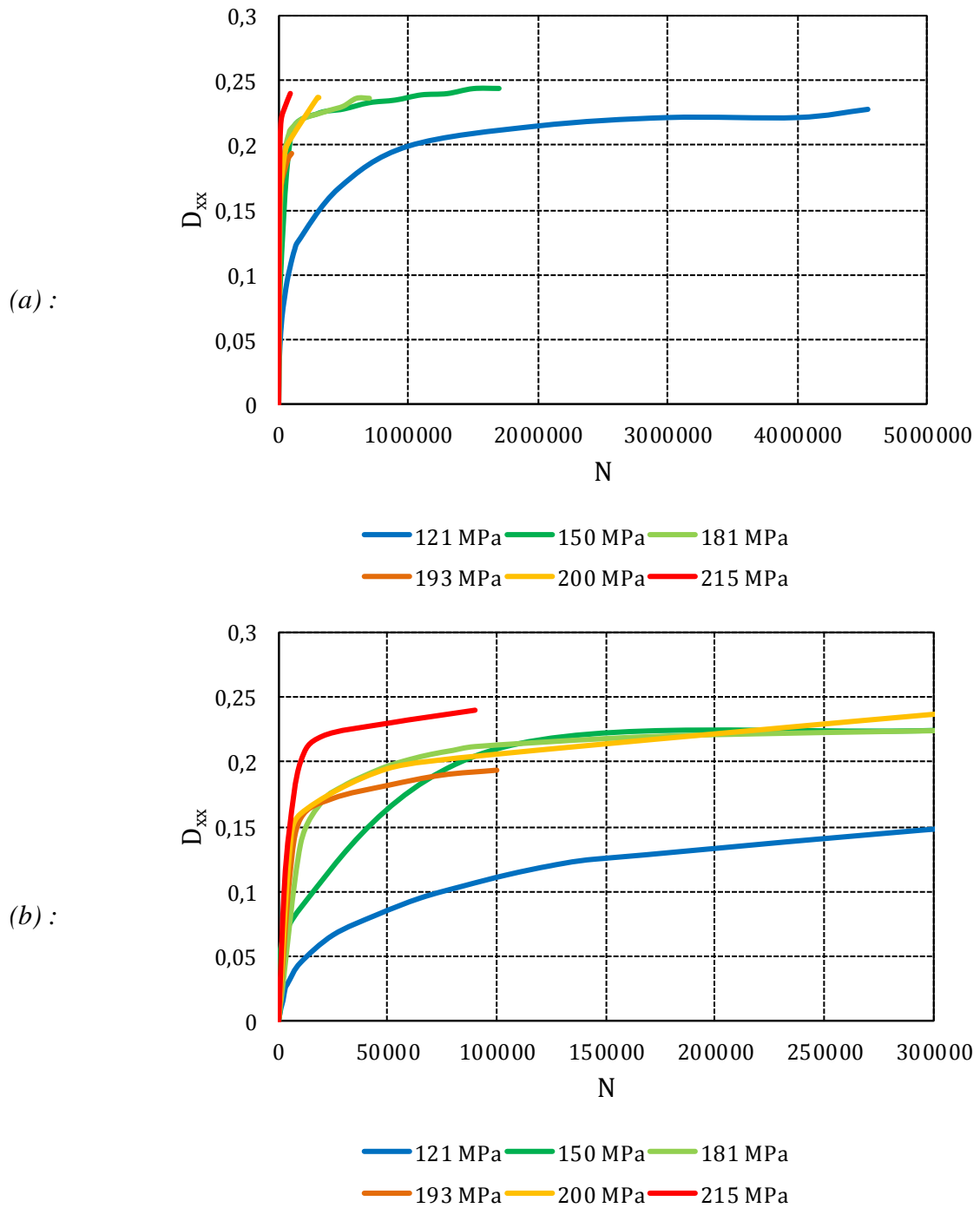
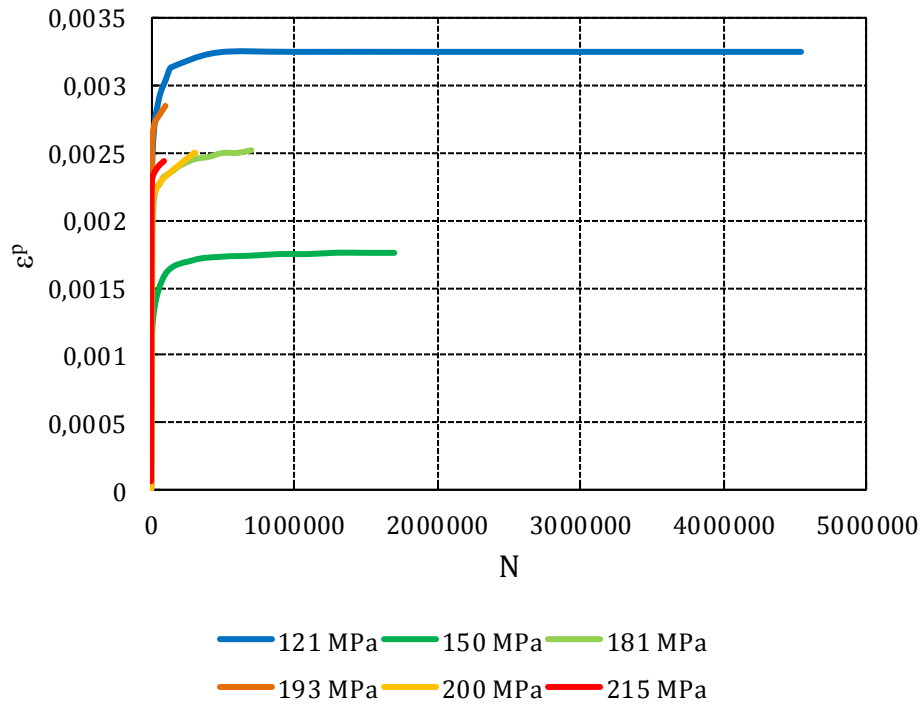
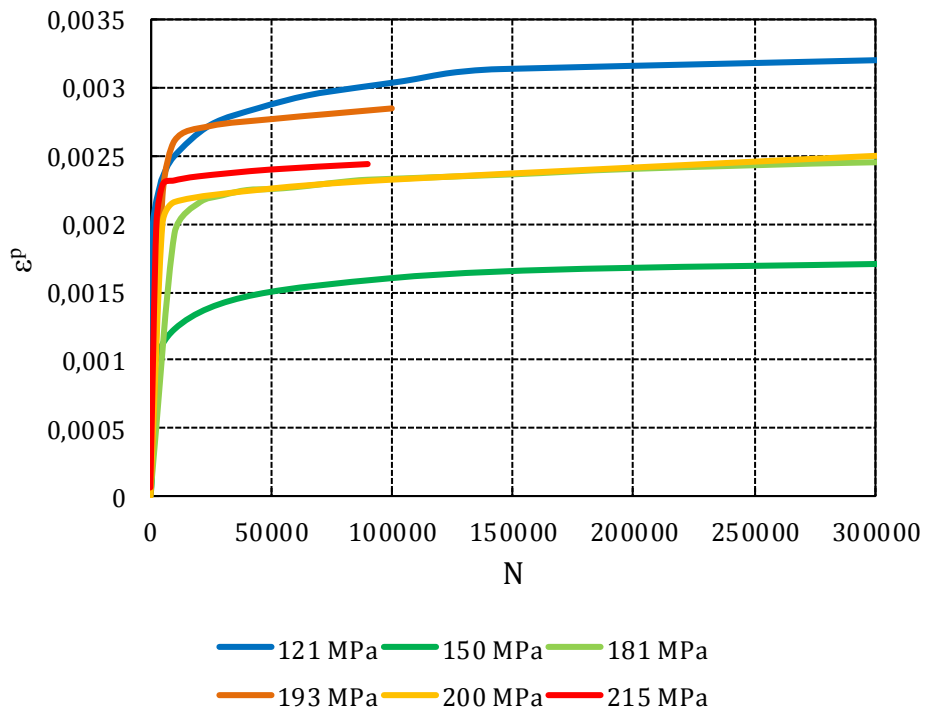


Figure 4.17 : (a) Influence de l'amplitude de contrainte ou de la contrainte maximale sur la variable d'endommagement macroscopique D_{xx} d'une stratification $[\pm 45/90/0]_S$ testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 250$ MPa. (b) Zoom sur l'intervalle $0 < N < 300000$ cycles.



(a)



(b)

Figure 4.18 : (a) Influence de l'amplitude de contrainte sur la déformation résiduelle ε^p d'une stratification $[\pm 45/90/0]_S$ testée sous chargement cyclique à contrainte moyenne constante $\bar{\sigma}_{xx} = 250$ MPa. (b) Zoom sur l'intervalle $0 < N < 300,000$ cycles.

La Figure 4.19 montre l'évolution de la variation de température en surface d'éprouvette et de la variable d'endommagement D_{xx} d'un stratifié testé en fatigue sous une contrainte moyenne apparente de 250 MPa et une amplitude de contrainte de 193 MPa. La stabilisation de la température de l'éprouvette s'effectue vers 3000 cycles. Après 5000 cycles de sollicitation cyclique, la température décroît progressivement alors que le stratifié continue de se dégrader (Figure 4.19). Sur la Figure 4.20, nous pouvons suivre l'évolution de l'aire des boucles d'hystérésis générées par le chargement cyclique piloté en contrainte en fonction du nombre de cycles. Nous remarquons que l'aire des boucles d'hystérésis, correspondant à l'énergie mécanique absorbée par le stratifié, augmente et se stabilise de façon similaire à la variation de température sur les 5000 premiers cycles ; cette évolution signifie que durant cette période, une fraction fixe de l'énergie absorbée par le stratifié est accumulée thermiquement. Au-delà de cette période, l'énergie accumulée thermiquement diminue, entraînant une variation de température moins importante, alors que l'énergie absorbée par le stratifié augmente fortement. La variation d'endommagement étant moins importante à ce moment, cette évolution signifie qu'une autre source de dissipation ou de stockage de l'énergie absorbée est apparue. Il peut s'agir de pertes d'énergie par convection ou rayonnement, que nous n'avons pas quantifiée dans cette étude, ou de modifications du comportement dynamique du stratifié (modification des caractéristiques de viscosité, par exemple) que la mesure de D_{xx} et ε^p ne suffit pas à détecter.

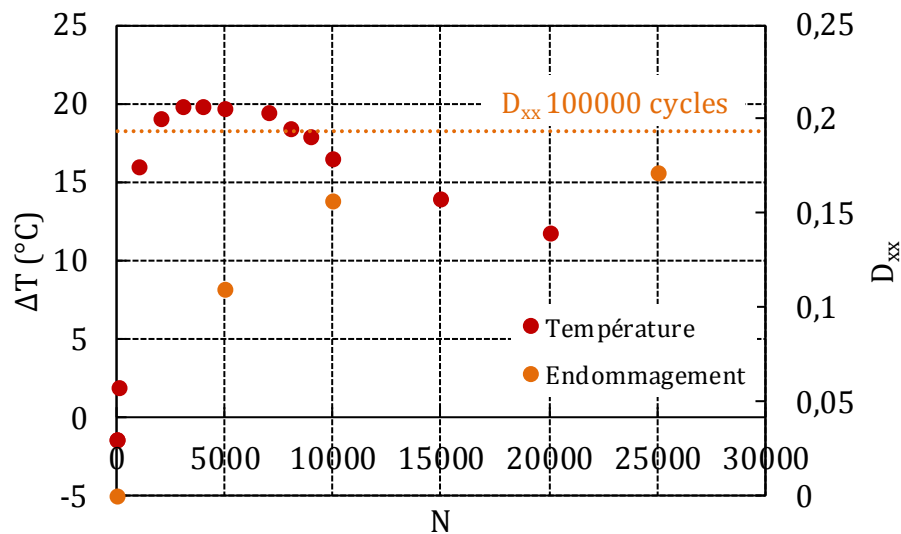


Figure 4.19 : Evolution de la variation de température en surface d'éprouvette et de la variable d'endommagement D_{xx} pour un stratifié quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ testé en fatigue sous un chargement à amplitude constante $\sigma_{xx} = 250 \pm 193$ MPa.

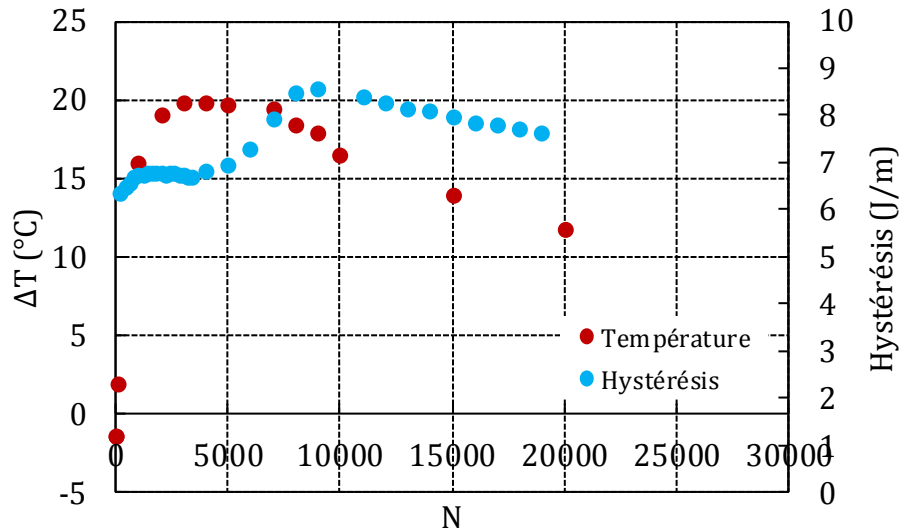


Figure 4.20 : Evolution de la variation de température en surface d'éprouvette et de l'aire des boucles d'hystérésis pour un stratifié quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ testé en fatigue sous un chargement à amplitude constante $\sigma_{xx} = 250 \pm 193$ MPa.

1.2.4 Stratification $[+45/90/-45/0]_S$

Les stratifiés $[+45/90/-45/0]_S$ ont été testés en fatigue sous deux niveaux de rapport de charge $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$. Ces stratifiés possèdent théoriquement les mêmes propriétés élastiques que les stratifiés $[\pm 45/90/0]_S$ présentés dans le paragraphe précédent. Toutefois, ils possèdent des interfaces interlaminaires à 45° plus sensibles au chargement que les interfaces à 90° (Rehan, et al., 2011). Bien que les mécanismes d'endommagement à l'échelle mésoscopique soient identiques pour les deux stratifiés quasi-isotropes, leur apparition et leur progression dans chacun des stratifiés dépendent du niveau de chargement et de l'orientation des plis adjacents.

Dans cette étude, nous n'avons pas comparé l'endommagement des stratifiés quasi-isotrope sous sollicitation de fatigue en fonction de leur séquence d'empilement. Les stratifiés $[+45/90/-45/0]_S$ ont été testés en fatigue sous deux niveaux de rapport de charge, de façon à étudier l'influence de l'amplitude de contrainte sur le comportement en fatigue en traction-traction. La Figure 4.21 trace les résultats des essais de fatigue réalisés sous rapports de charge constants $R = 0,1$ et $R = 0,5$. Nous pouvons clairement observer une dépendance de la tenue en fatigue des stratifiés à l'amplitude du chargement. Ceux-ci sont plus sensibles aux grandes amplitudes de chargement ($R = 0,1$). Ces résultats sont identiques à ceux que l'on trouve dans la littérature (Kawai & Koizumi, 2007).

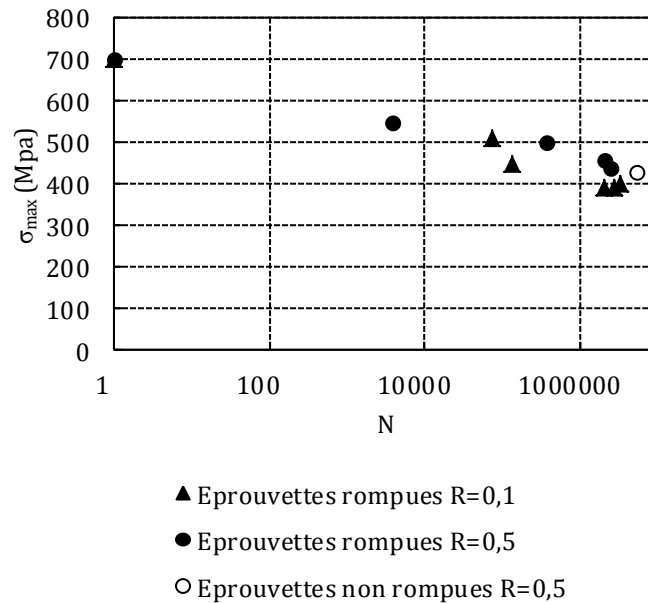


Figure 4.21 : Résultats de fatigue pour la stratification $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous rapport de charge $R = 0,1$ et $R = 0,5$

Les évolutions de la variable d'endommagement D_{xx} et de la déformation résiduelle ε^p durant les essais de fatigue sur les stratifiés $[+45/90/-45/0]_S$ sollicités sous un rapport de charge de $R = 0,5$ sont présentées dans les Figure 4.22 et Figure 4.23 ci-dessous. Les Figure 4.24 et Figure 4.25 renseignent sur la durée des différentes phases d'évolution de la variable d'endommagement rapportée au nombre de cycles à rupture des stratifiés en fonction du chargement.

Durant les essais de fatigue, la raideur des échantillons suit une évolution caractéristique à trois phases. Cette évolution est particulièrement visible sur les Figure 4.24 et Figure 4.25 pour l'essai à contrainte maximale 500 MPa. La première phase correspond à une décroissance rapide de la raideur de l'éprouvette. Durant la seconde phase, l'évolution croît légèrement ou se stabilise. Plus la contrainte maximale est élevée, plus le taux de variation de D_{xx} ($\frac{dD_{xx}}{dN}$) durant cette seconde phase est élevé (Figure 4.22). On remarque également que lorsque la contrainte maximale du chargement cyclique se rapproche de la limite d'endurance du stratifié, la progression de la variable d'endommagement D_{xx} durant cette seconde phase n'est pas continue mais celle-ci croît puis se stabilise. Ce phénomène est observable pour les stratifiés testés sous une contrainte maximale de 430 et 440 MPa et s'accroît lorsque le chargement se rapproche de la limite d'endurance (Figure 4.25). Il indique qu'il existe une progression différente des mécanismes d'endommagement dans les stratifiés sollicités à contrainte maximale basse et à contrainte maximale élevée. Par conséquent, l'état d'endommagement ne peut pas être simplement caractérisé à partir d'une loi de Miner (exprimée à l'aide du rapport du nombre de cycle sur le nombre de cycle à rupture $\frac{dn}{dN}$). Pendant les premiers cycles de chargement, l'endommagement se développe sous la forme de fissures matricielles dans les plis orientés. En poursuivant la sollicitation cyclique, la densité de fissuration augmente et des délaminages locaux ou totaux apparaissent (Figure 4.26). Etant

donné que les états de contrainte en pointe de fissures matricielles et en pointe de fissures de délaminages sont différents, la vitesse de propagation de ces deux types d'endommagement et par conséquent la vitesse d'accumulation d'endommagement pour ces mécanismes ne sont pas identiques (Aghazadeh Mohandesi & Majidi, 2009).

La troisième phase d'évolution de D_{xx} correspond à l'accélération du processus menant à la rupture de l'échantillon.

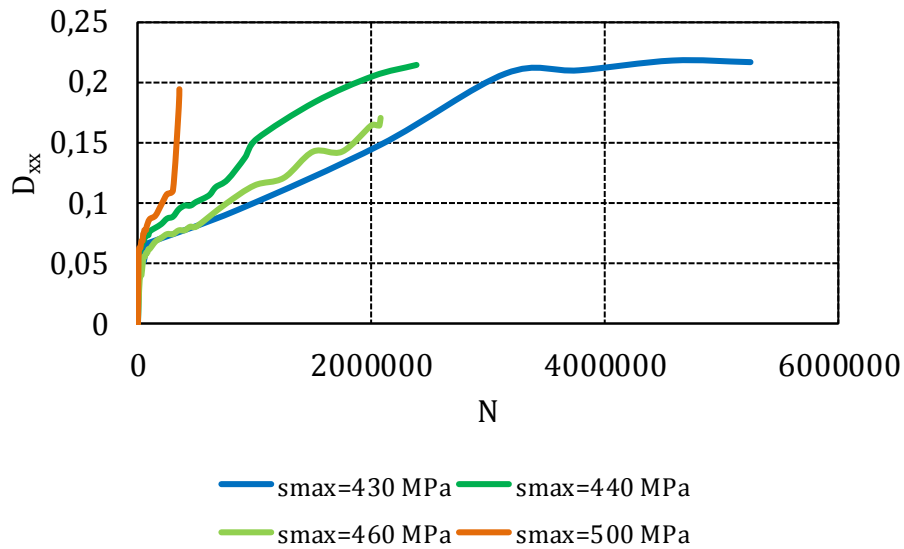


Figure 4.22 : Influence de contrainte maximale sur la variable d'endommagement D_{xx} de stratifiés $[+45/90/-45/0]_S$ testés sous chargement cyclique à rapport de charge $R = 0,5$.

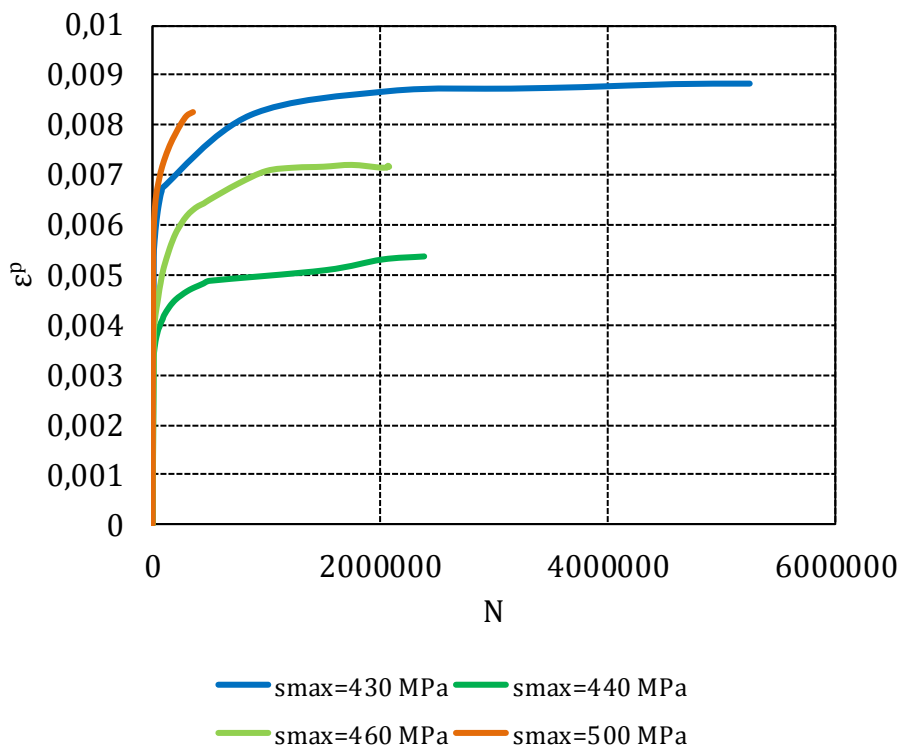


Figure 4.23 : Influence de contrainte maximale sur la déformation résiduelle ϵ^p de stratifiés $[+45/90/-45/0]_S$ testés sous chargement cyclique à rapport de charge $R = 0,5$.

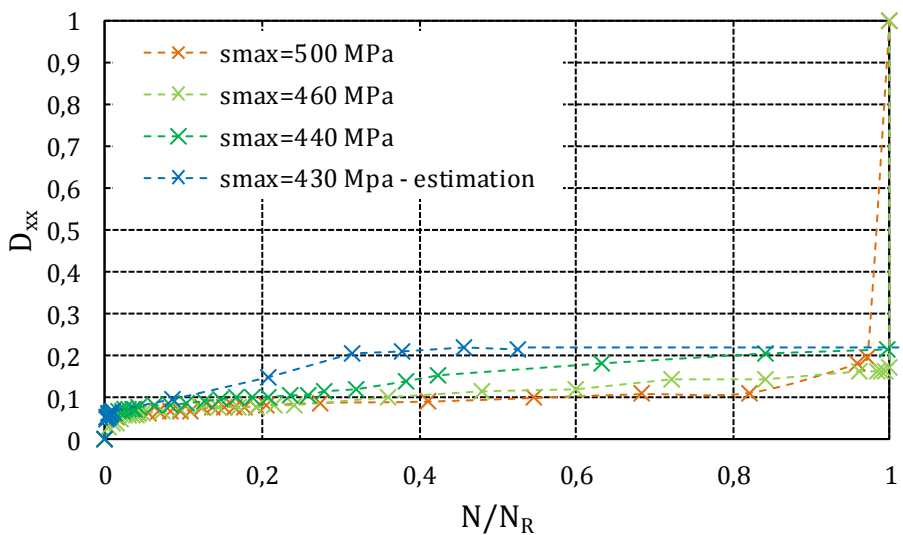


Figure 4.24 : Evolution de la variable d'endommagement D_{xx} de stratifiés quasi-isotropes $[+45/90/-45/0]_S$ testés sous un rapport de charge de $R = 0,5$.

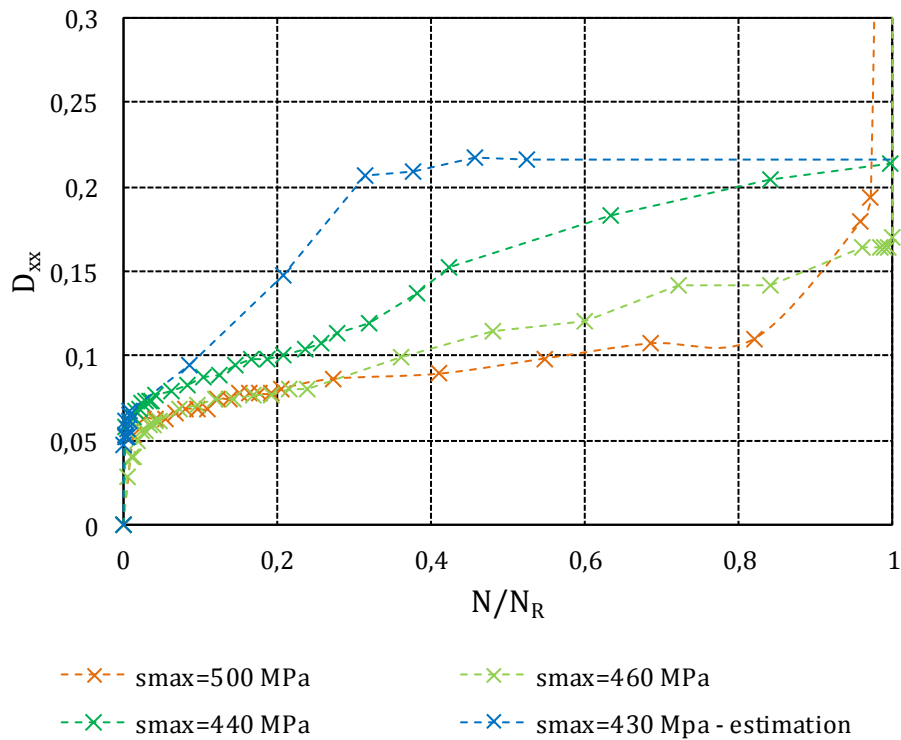


Figure 4.25 : Mise en évidence de l'existence de différents mécanismes d'endommagement, fonction de la contrainte maximale appliquée, et de leur progression dans les stratifiés $[+45/90/-45/0]_S$ testés sous un rapport de charge de $R = 0,5$.

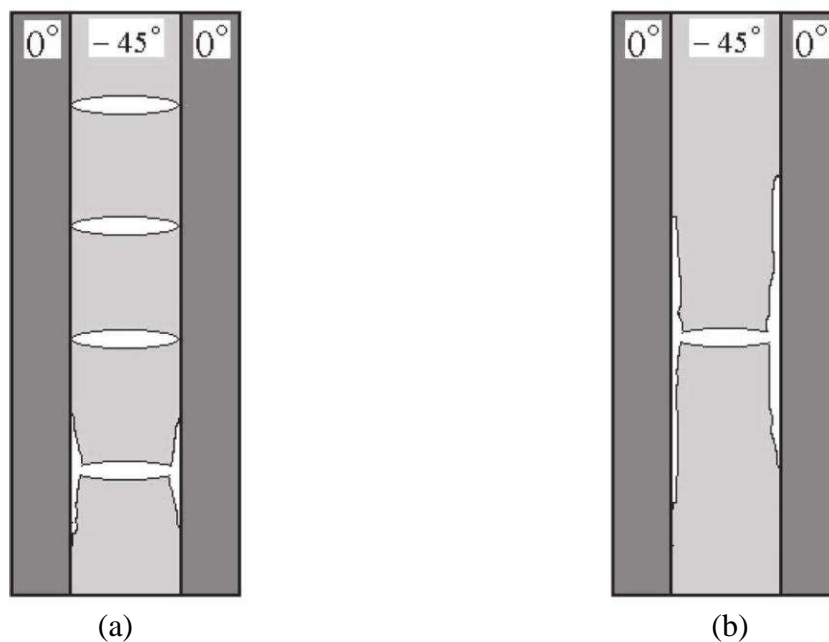


Figure 4.26 : Illustration schématique des fissurations transverses dans les plis à 45° et de la croissance des fissures de délaminage sous : (a) contrainte maximale élevée, (b) contrainte maximale faible. (Aghazadeh Mohandesi & Majidi, 2009)

1.3 Parallèle avec les essais d'auto-échauffement

1.3.1 Variation de température

Les mesures de champ thermique effectuées durant les essais classiques de fatigue ont révélé une stabilisation de la température en surface d'éprouvette au bout de 3000 cycles de chargement et ceci, quelle que soit la stratification étudiée et les caractéristiques du chargement (contrainte moyenne et amplitude de contrainte). Cette stabilisation de la température en surface d'éprouvette traduit l'établissement d'un régime thermique stationnaire entre l'éprouvette et son environnement en tout début d'essai. Théoriquement, le temps caractéristique pour atteindre ce régime est tributaire des propriétés de conductivité du matériau, c'est-à-dire qu'il dépend du stratifié et de son état d'endommagement. Il dépend également des échanges par convection et rayonnement sur les faces avant et arrières de l'éprouvette. Les résultats de nos essais de fatigue et d'auto-échauffement montrent pourtant que la stratification n'a que peu d'influence sur la durée nécessaire à l'établissement de l'équilibre thermique. L'amplitude du chargement, responsable de la vitesse d'endommagement du stratifié, ne semble pas non plus influencer ce temps caractéristique mais augmente les variations de la température moyenne et l'amplitude des oscillations thermoélastiques. Elle accélère le changement de régime thermique, comme nous pouvons le remarquer sur la Figure 4.27. Le régime stabilisé est pratiquement inexistant pour le stratifié testé sous une amplitude de 39 MPa.

Les mesures thermiques effectuées durant les essais classiques de fatigue et d'auto-échauffement nous ont conduits à comparer les températures moyennes stabilisées atteintes en 3000 cycles pendant les deux types d'essais. La Figure 4.27 représente les variations moyennes de températures durant les 5000 premiers cycles en fonction de l'amplitude de contrainte pour trois essais de fatigue à contrainte moyenne constante sur des stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$. Nous avons ajouté en pointillé les températures moyennes stabilisées obtenues sur les blocs de mêmes amplitudes durant l'essai d'auto-échauffement sur cette stratification testée dans les mêmes conditions de contrainte moyenne. Une différence notable entre la température stabilisée en début d'essai de fatigue et la température stabilisée enregistrée sur un bloc de chargement cyclique de même amplitude durant un essai d'auto-échauffement est observée.

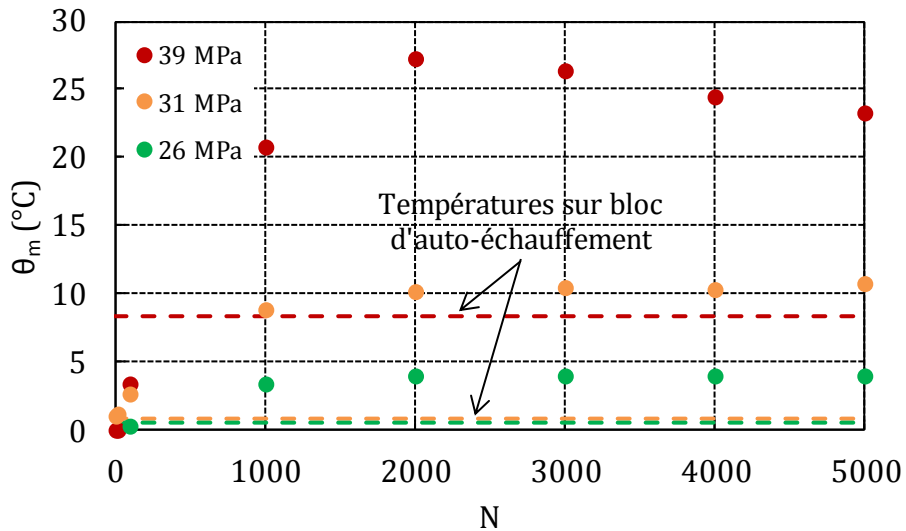


Figure 4.27 : Comparaison des variations de température moyenne en surface d'éprouvette durant un essai de fatigue classique avec celle enregistrée sur un bloc de chargement d'amplitude identique durant un essai d'auto-échauffement. Les lignes pointillées représentent la température moyenne stabilisée atteinte sur un bloc d'auto-échauffement de 3000 cycles. Résultats pour des stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$.

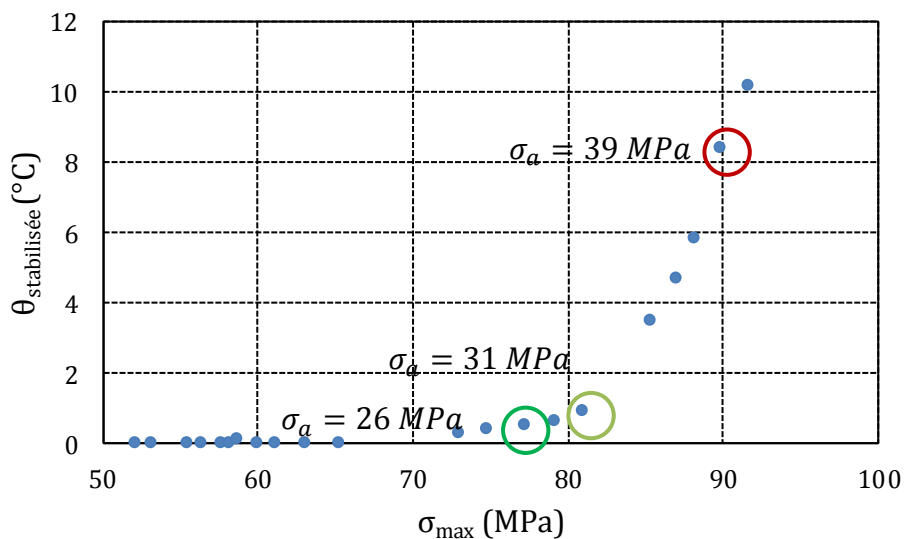


Figure 4.28 : Positionnement des blocs de chargement correspondants aux amplitudes de contrainte testées en fatigue classique et reportés sur la Figure 4.27, durant l'essai d'auto-échauffement sur stratifié $[(\pm 45)_2]_S$.

Ces écarts de température peuvent s'expliquer par les différences entre les variations d'endommagement d'un bloc d'auto-échauffement à un autre et la progression de l'endommagement durant un essai de fatigue classique. La Figure 4.29 illustre schématiquement les variations d'endommagement et de température durant un essai d'auto-échauffement et un essai de fatigue classique à amplitude de chargement constante. Sur cette

figure, les surfaces coloriées correspondent aux énergies dissipées en 3000 cycles, que ce soit sous forme de chaleur (dans ce cas, il s'agit de l'aire sous la courbe de variation de température) ou d'endommagement interne (dans ce cas, il s'agit de l'aire sous la courbe de variation de l'endommagement).

Ce schéma nous fait remarquer que la contribution du chargement à amplitude σ_{a2} à l'endommagement du stratifié testé en auto-échauffement n'est pas forcément identique à celle en début d'essai de fatigue de même amplitude. Cela signifie que l'énergie mise en jeu pour l'endommagement du stratifié durant un bloc d'amplitude donné d'un essai d'auto-échauffement est différente de celle dissipée durant les 3000 premiers cycles d'un essai de fatigue. Cette observation explique que les énergies dissipées sous forme de chaleur et par conséquent les variations de température des stratifiés ne soient pas non plus identiques.

De plus, sur la Figure 4.29, le passage du niveau d'endommagement D_1 au niveau d'endommagement D_2 durant un essai d'auto-échauffement nécessite une quantité d'énergie fonction de l'histoire du chargement.

Les essais d'auto-échauffement, par le fait qu'ils sont constitués d'une succession de blocs d'amplitudes différentes, font intervenir la notion d'adaptation et de cumul d'endommagement.

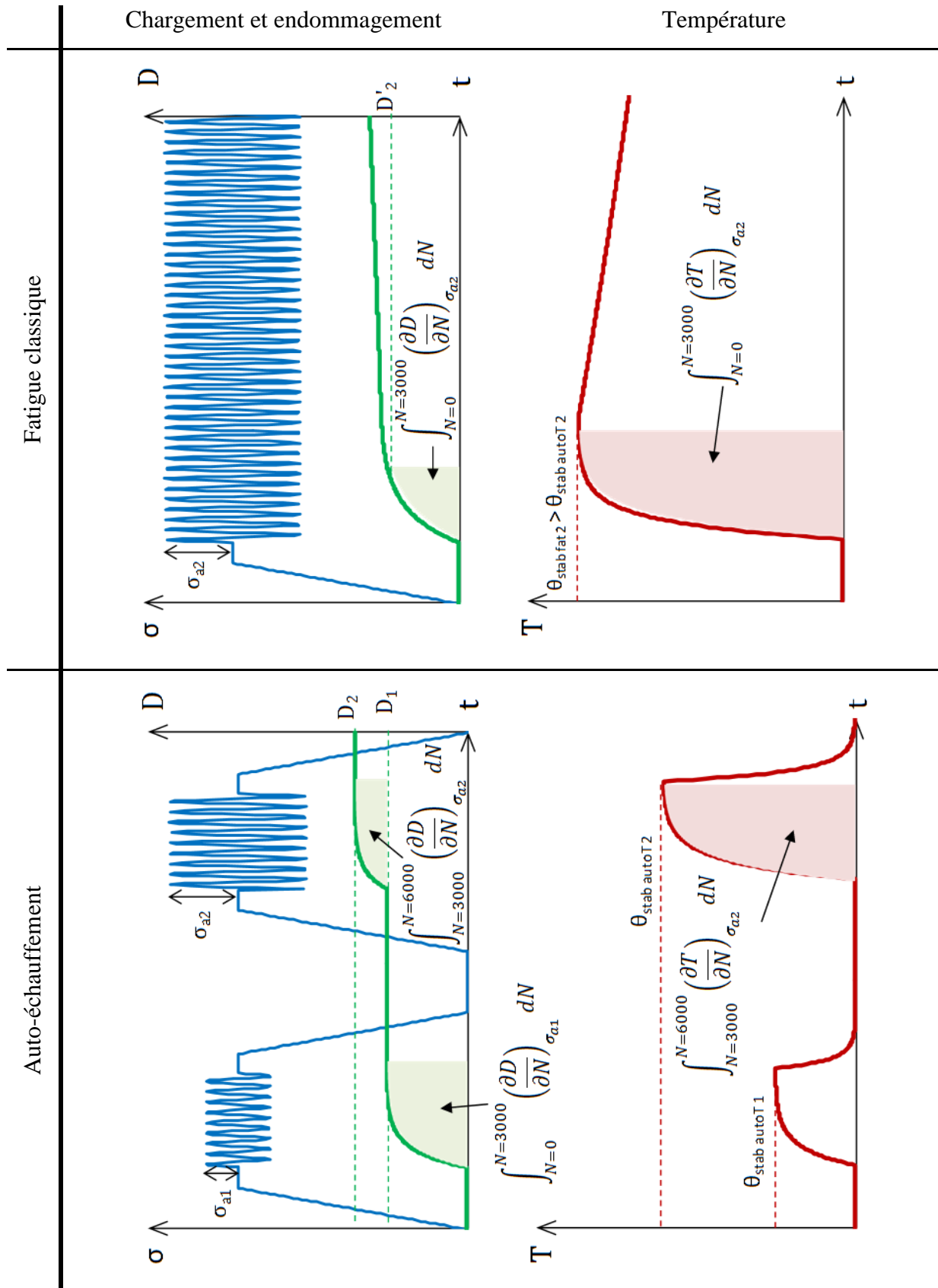


Figure 4.29 : Représentation schématique des évolutions du chargement, de l'endommagement et de la température d'un stratifié durant un essai d'auto-échauffement et un essai de fatigue classique à même niveau de contrainte moyenne.

1.3.2 Endommagement

Les essais d'auto-échauffement sont constitués d'une succession de blocs de chargement cyclique d'amplitude croissante. Nous avons vu dans le paragraphe précédent qu'il n'existe pas de lien direct entre la température stabilisée en fin de bloc de chargement cyclique et la température stabilisée sur les 3000 premiers cycles d'un essai de fatigue de même amplitude. Etablir un lien entre l'essai d'auto-échauffement, permettant de retrouver la limite d'endurance et l'essai de fatigue à très grand nombre de cycles ne passe donc pas par l'étude des variations de température entre les deux types d'essais.

Les variations de température enregistrées durant chaque bloc d'un essai d'auto-échauffement sont liées, par bilan énergétique, à l'accumulation d'endommagement au sein du stratifié. Nous nous sommes alors demandés si le lien entre les deux types d'essais provenait de l'état d'endommagement du stratifié. Quel niveau d'endommagement présente un stratifié testé en auto-échauffement par rapport à un stratifié testé en fatigue à très grand nombre de cycles, c'est-à-dire sous un chargement proche de la limite d'endurance ? Quelles différences y a-t-il entre l'état d'endommagement avant et après le point critique de croissance de la température ?

Pour répondre à ces questions, nous avons comparé les valeurs de la variable d'endommagement D_{xx} et de la déformation résiduelle ε_{xx}^p d'un stratifié pour chacun des blocs de chargement d'un essai d'auto-échauffement avec celles mesurées en fin d'essai de fatigue à très grand nombre de cycles ($N_{RUPTURE} > 5$ millions de cycles).

Les Figure 4.30 et Figure 4.31 présentent l'évolution des deux indicateurs d'endommagement pour des stratifiés $[\pm 45/90/0]_5$ et $[(\pm 45)_2]_5$ soumis aux essais classiques de fatigue. Les résultats sont issus d'essais à très grand nombre de cycles n'ayant pas mené les éprouvettes à rupture ($N_{RUPTURE} > 5$ millions de cycles), ce qui signifie que les chargements sont légèrement inférieurs à la limite d'endurance respective de chacun des empilements associée à 5 millions de cycles. Sur les Figure 4.30 et Figure 4.31, les lignes continues représentent les niveaux d'endommagement atteints en fin de bloc de chargement durant un essai d'auto-échauffement sur chacun des stratifiés. Les derniers graphiques (c) de chacune des figures permettent de visualiser le positionnement sur la courbe d'auto-échauffement des blocs de chargement qui ont servi à la comparaison.

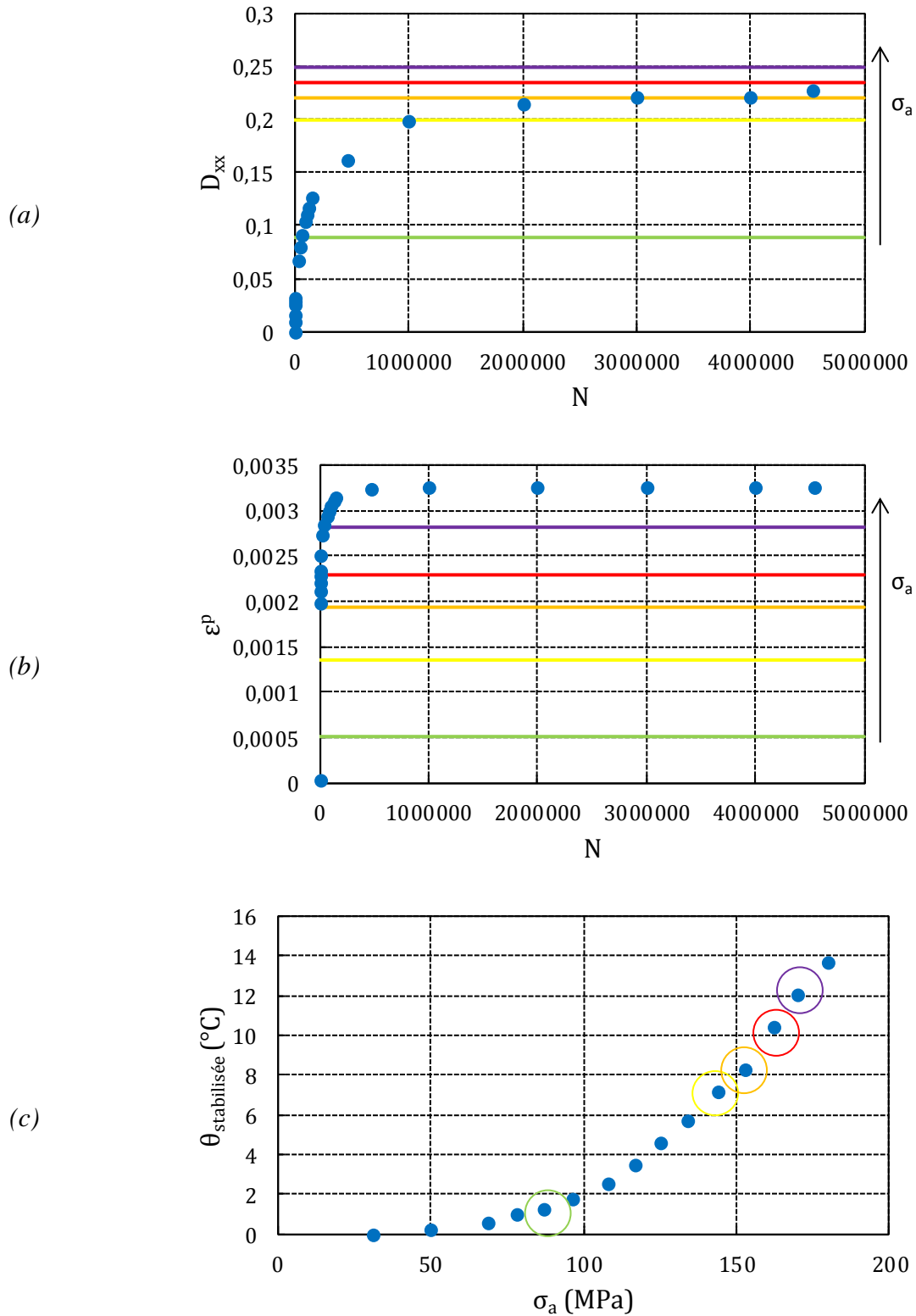


Figure 4.30 : Evolution de la variable d'endommagement D_{xx} (a) et de la déformation résiduelle (b) d'un stratifié quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ testé en fatigue à très grand nombre de cycles sous un chargement cyclique $\sigma_{xx} = 250 \pm 121$ MPa, et niveaux d'endommagement atteints à la suite des blocs de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement sur la même stratification.

L'étude de la variable D_{xx} et de la déformation permanente ε^p pour la stratification quasi-isotrope testée à très grand nombre de cycles (essai stoppé à $N=5121000$ cycles) montre le caractère asymptotique de leur évolution (Figure 4.30). On relève une valeur asymptotique pour D_{xx} de 0,24 tandis que la déformation résiduelle ε^p à très grand nombre de cycles tend vers 0,33%.

Le tracé des niveaux d'endommagement atteints après les blocs de chargement cyclique de l'essai d'auto-échauffement montre que le stratifié en fin d'essai d'auto-échauffement se rapproche de l'état d'endommagement atteint en fatigue à très grand nombre de cycles. Les valeurs de la variable d'endommagement et de la déformation résiduelle du stratifié au point d'emballlement de la température, désigné comme le chargement proche de la limite d'endurance, sont très éloignées des valeurs obtenues en fatigue classique à très grand nombre de cycles. Celles-ci sont matérialisées par les tracés en couleur verte sur la Figure 4.30.

La comparaison entre les valeurs de deux indicateurs d'endommagement à l'échelle du stratifié montre que l'état d'endommagement de stratifiés quasi-isotropes $[\pm 45/90/0]_S$ testés sous des amplitudes de contrainte proches de la limite de fatigue est proche de l'état final des stratifiés testés en auto-échauffement. Des études tomographiques, présentées dans la seconde partie de ce chapitre, confirment que la densité de fissures observée à la fin de la courbe d'auto-échauffement est similaire à celle obtenue après un essai de fatigue classique à très grand nombre de cycles.

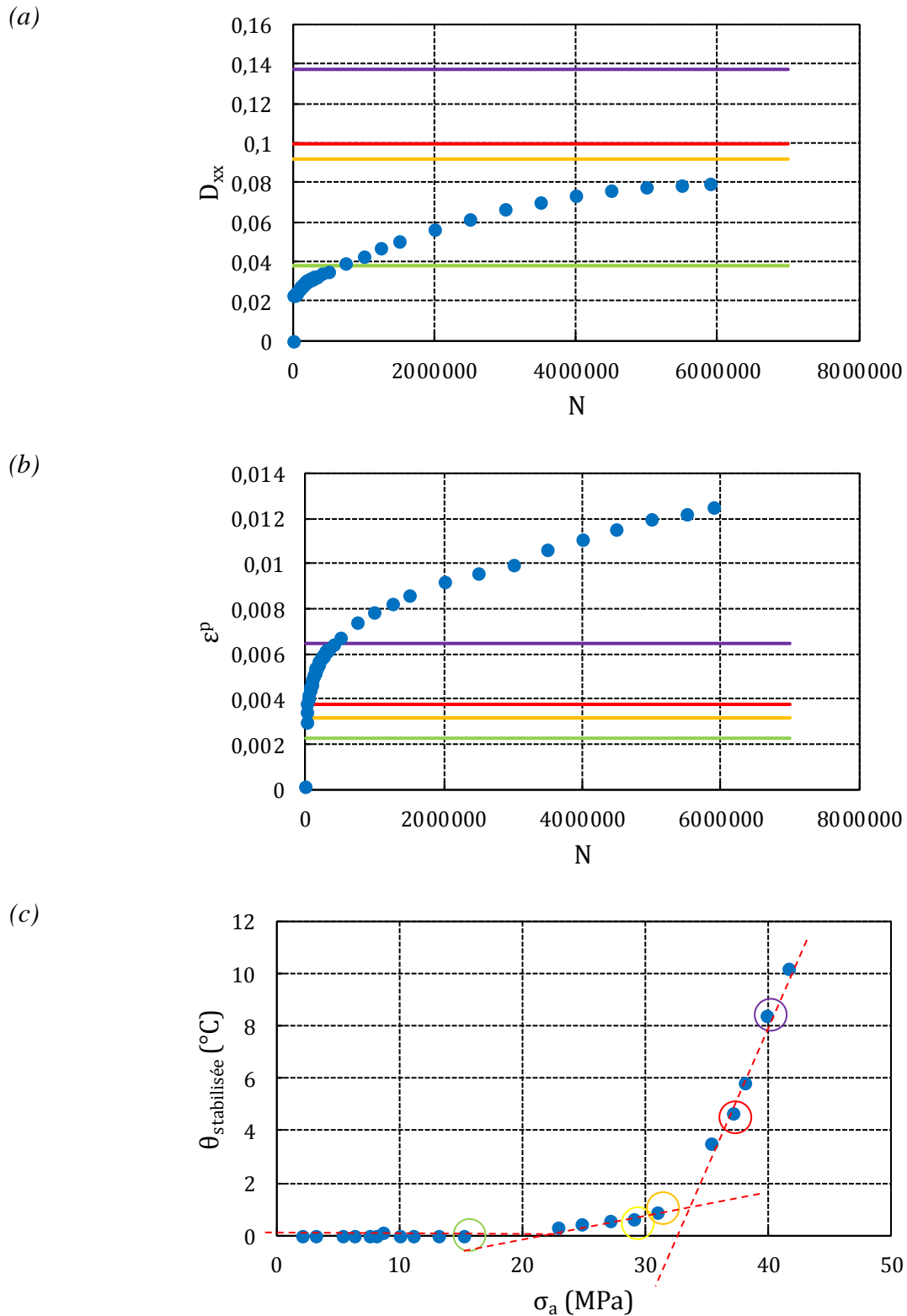


Figure 4.31 : Evolution de la variable d'endommagement D_{xx} (a) et de la déformation résiduelle (b) d'un stratifié $[(\pm 45)_2]_5$ testé en fatigue à très grand nombre de cycles sous un chargement cyclique $\sigma_{xx} = 50 \pm 19$ MPa, et niveaux d'endommagement atteints à la suite des blocs de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement sur la même stratification.

L'étude de la variable D_{xx} pour la stratification croisée $[(\pm 45)_2]_S$ testée à très grand nombre de cycles montre le caractère asymptotique de son évolution (Figure 4.31). On relève une valeur asymptotique pour la variable d'endommagement D_{xx} de 0,08 pour un essai de fatigue arrêté à $N = 5 \cdot 10^6$ cycles. La déformation résiduelle ε^p dans le sens de la sollicitation relevée durant l'essai de fatigue ne montre pas d'évolution asymptotique mais croît continûment jusqu'à l'arrêt de l'essai. Cette croissance de la déformation résiduelle avec le nombre de cycles provient du fluage et de la déformation plastique de la résine due à sa fissuration. La viscosité de la résine, déjà mise en avant dans les études sur l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement en cisaillement du pli élémentaire, est à l'origine du fluage du pli élémentaire sous chargement cyclique de cisaillement. En raison de ce comportement visqueux de la résine, les niveaux de déformation résiduelle atteints durant l'essai d'auto-échauffement sur le stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ sont beaucoup plus faibles que celui relevé à très grand nombre de cycles, pour un chargement de fatigue sous une amplitude de contrainte proche de la limite d'endurance.

Les valeurs de la variable d'endommagement D_{xx} obtenues durant un essai d'auto-échauffement, tracées sur la Figure 4.31 (a), encadrent la valeur de D_{xx} relevée en fin d'essai de fatigue à très grand nombre de cycles. Le niveau d'endommagement le plus proche de celui relevé à très grand nombre de cycles est obtenu après les blocs de chargement cyclique marquant la fin de la première phase de croissance de la température et matérialisé par les couleurs jaune et orange sur la Figure 4.31. La pente de cette première phase de croissance de la température a été utilisée pour déterminer la limite d'endurance du stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ dans le chapitre 3 de ce manuscrit. Le mécanisme d'endommagement rattaché à cette phase de croissance de la température est de la fissuration matricielle.

La comparaison des niveaux d'endommagement durant un essai d'auto-échauffement et en fatigue à très grand nombre de cycles pour un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ montre que la valeur de la variable d'endommagement D_{xx} obtenue à la fin du dernier bloc de chargement cyclique de la deuxième asymptote de la courbe d'auto-échauffement est très proche de la valeur asymptotique de D_{xx} lorsque le stratifié est chargé en fatigue sous une amplitude proche de la limite d'endurance (Figure 4.31).

1.4 Conclusion

Nous avons réalisé une large campagne expérimentale de fatigue sur des stratifiés renforcés de fibres de carbone TR50 et résine époxy R367-2. Ces essais de fatigue nous ont servi à identifier le comportement sous chargement cyclique d'amplitude constante des stratifiés testés en auto-échauffement. Pour ce faire, les stratifiés ont été testés en fatigue dans les mêmes conditions de chargement que celles utilisés durant les essais d'auto-échauffement, à savoir sous une contrainte moyenne constante pour les stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$, $[0/90/0/90]_S$ et quasi-isotropes $[\pm 45/90/0]_S$ et sous un rapport de charge constant pour les stratifiés quasi-isotropes $[+45/90/-45/0]_S$.

L'instrumentation des éprouvettes avec des jauges bidirectionnelles d'extensométrie a permis de relever la progression de l'endommagement des stratifiés au travers de la perte de rigidité, de la déformation résiduelle et de l'aire des boucles d'hystérésis. Les résultats montrent que pour l'ensemble des stratifiés étudiés, contrairement aux matériaux homogènes comme les métaux, le taux de variation de l'endommagement sous amplitude de chargement constante n'est pas constant. L'endommagement se développe rapidement dès les premiers cycles de chargement avant de se rapprocher progressivement d'un état limite stable. La vitesse et le niveau d'endommagement limite atteint dépendent du niveau de contrainte appliqué. La vitesse d'établissement d'un état d'endommagement critique est d'autant plus élevée que la contrainte maximale est élevée.

L'ajout d'une caméra infrarouge au dispositif expérimental pour certains essais de fatigue a permis de suivre l'évolution des variations de température en surface d'éprouvette en fonction du chargement et du nombre de cycles. L'étude révèle que la variation de température atteint son maximum et se stabilise après 3000 cycles de chargement et ceci, quelle que soit l'amplitude du chargement et le stratifié. La baisse de température qui s'ensuit est expliquée par des modifications dans la partition des énergies dissipées par rapport à la quantité d'énergie absorbée par le stratifié. Au-delà de 5000 cycles de chargement, l'ensemble des stratifiés étudiés montre également une modification de l'aire des boucles d'hystérésis, c'est-à-dire de la quantité d'énergie dissipée. Cette modification est consécutive à l'endommagement du stratifié et à l'augmentation de température qui a un impact sur le comportement de la résine. Cependant, la variation de l'aire des boucles d'hystérésis n'apparaît pas simultanément à l'endommagement des stratifiés, un délai existe entre les deux phénomènes.

Nous avons comparé les températures stabilisées enregistrées pendant les 3000 premiers cycles de chargement cyclique des essais de fatigue avec les températures stabilisées des essais d'auto-échauffement, mais aucun lien direct n'a été mis en avant. Les différences entre les variations de températures enregistrées pendant les deux types d'essai proviennent des écarts entre les quantités d'énergie d'endommagement mises en jeu pendant un bloc de chargement cyclique et pendant 3000 cycles de fatigue. L'éprouvette testée en fatigue est vierge de tout endommagement tandis que celle testée sur un bloc de chargement aléatoire en auto-échauffement possède un historique de chargement et par conséquent un état d'endommagement initial non nul. Un essai d'auto-échauffement est constitué d'une série de blocs de chargement d'amplitudes différentes. Par conséquent, déterminer l'état

d'endommagement d'un stratifié testé en auto-échauffement repose sur un cumul de l'endommagement pour les niveaux de chargements retenus.

La dernière étude de cette partie a comparé l'état d'endommagement d'un stratifié testé en fatigue à très grand nombre de cycles avec les différents niveaux d'endommagements atteints pendant un essai d'auto-échauffement. L'objectif est de s'informer si un essai d'auto-échauffement, en jouant sur le cumul d'endommagement sous différents niveaux de chargement, peut reproduire un état d'endommagement dans le stratifié proche de celui obtenu à très grand nombre de cycles sous un chargement proche de la limite d'endurance. La comparaison a été faite pour des stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$ et quasi-isotropes $[\pm 45/90/0]_S$, en s'appuyant sur les valeurs de la variable d'endommagement D_{xx} des stratifiés et de la déformation résiduelle ε^p dans le sens de la sollicitation. Pour les deux stratifiés, l'étude révèle que la valeur de la variable d'endommagement D_{xx} obtenue à la fin du dernier bloc de chargement cyclique de la deuxième asymptote de la courbe d'auto-échauffement est très proche de la valeur asymptotique de D_{xx} lorsque le stratifié est chargé en fatigue sous une amplitude proche de la limite d'endurance. L'intersection de ces asymptotes avec l'asymptote à l'origine a permis de déterminer la limite d'endurance de ces stratifiés (chapitre 3).

Ces résultats sont très encourageants puisqu'ils établissent une égalité entre la rigidité des stratifiés chargés jusqu'à un certain bloc de chargement en auto-échauffement avec celle obtenue à très grand nombre de cycles sous une amplitude de contrainte proche de la limite d'endurance. Les études sur le stratifié quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ révèlent que l'on peut également retrouver en fin d'essai d'auto-échauffement une déformation résiduelle égale à celle obtenue à très grand nombre de cycles sous un chargement proche de la limite d'endurance. Ce résultat s'appuie sur l'évolution asymptotique de la déformation résiduelle de ce stratifié chargé en fatigue. Ce résultat n'est pas vrai pour le stratifié croisé $[(\pm 45)_2]_S$ chargé en fatigue, pour lequel le comportement visqueux lié au fluage de la résine est responsable d'une croissance continue de la déformation résiduelle du stratifié.

Cette dernière étude s'est basée sur la comparaison de deux indicateurs macroscopiques d'endommagement sur des essais de fatigue et des essais d'auto-échauffement. Dans la partie suivante, nous analyserons l'endommagement pour les deux types d'essai mais à l'échelle microscopique à partir d'analyses par tomographie à rayons X.

2 Caractérisation de l'endommagement microscopique

La méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement proposée dans le chapitre 3 s'appuie sur l'existence d'un mécanisme d'endommagement critique pour chaque stratification, responsable de la ruine du stratifié en fatigue. Pour les stratifications $[(\pm 45)_2]_S$, la fissuration matricielle intralaminare dans les plis chargés cycliquement en cisaillement correspond au mécanisme d'endommagement précurseur de la ruine du stratifié en fatigue. Pour les stratifications comprenant des plis à 0° , ce sont les ruptures des fibres dans le sens de la sollicitation qui annoncent la ruine imminente du stratifié.

Dans la partie précédente, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'endommagement macroscopique des stratifiés soumis à des chargements de fatigue. En comparant les valeurs de deux indicateurs d'endommagement, pour des éprouvettes testées en auto-échauffement et d'autres en fatigue à grand nombre de cycles, nous nous sommes rendus compte de la nécessité d'avoir accès à l'état d'endommagement microscopique interne des stratifiés. En effet, les indicateurs macroscopiques que nous avons utilisés ne sont pas rattachés à des mécanismes d'endommagement distincts mais illustrent l'accumulation de diverses formes d'endommagement. Or, cette démarche s'appuie sur l'apparition chronologique de ces mécanismes. Nous nous sommes donc tournés vers une technologie qui permettrait de qualifier les divers types d'endommagements présents à toutes les échelles du stratifié, la tomographie à rayons X.

Les matériaux stratifiés sont par nature hétérogènes, car obtenus à partir de l'assemblage de différents constituants, et c'est à l'interface fibre/matrice que s'amorcent préférentiellement les fissures de fatigue (Subramanian, et al., 1995). Les études microstructurales précédentes ont exploité une grande variété de techniques pour capturer l'initiation de l'endommagement ainsi que sa progression dans les composites stratifiés chargés, comme la microscopie optique (Marston, et al., 1996) (Pickering, et al., 1998), la microscopie électronique à balayage (Pagano, 1998) ou l'émission acoustique (Pickering, et al., 1998), ainsi que des méthodes de préparation des échantillons tels que la digestion d'acides (Pickering, et al., 1998). L'inspection ultrasonique (C-Scan) a également été employée pour détecter des mécanismes d'endommagement plus importants comme du délaminage (Cantwell & Morton, 1992), cependant les capacités de résolution de ce type de techniques ne permet pas de détecter des endommagements à l'échelle microscopique, tels que de la rupture de fibres. Les méthodes citées précédemment sont d'une utilité limitée puisqu'elles sont soit destructrices, longues, de résolution spatiale limitée, ou fondée sur l'analyse surfacique. Par exemple, la microscopie optique ou à balayage offre une large résolution spatiale pour l'observation des mécanismes d'endommagement, mais ne peut être utilisée que pour l'analyse de surfaces, ce qui limite son utilisation à l'étude post-mortem d'échantillons stratifiés, qui devront préalablement être sectionnés. Les étapes de polissage et de découpe obligatoires avant l'analyse par microscopie peuvent également induire des artefacts qui faussent l'étude.

La tomographie à rayons X est de plus en plus perçue comme un outil puissant dans l'étude de la mécanique des matériaux (Wright, et al., 2008). Les progrès réalisés depuis une dizaine d'années font de l'imagerie 3D une pratique relativement courante pour l'étude des objets solides à l'échelle micrométrique voire inférieure. Cette technique est devenue très populaire

en sciences de l'ingénieur et sciences des matériaux pour déterminer les caractéristiques internes des matériaux et leur comportement (Busignies, et al., 2006). Dans les études portant sur les stratifiés renforcés de fibres longues, la tomographie est employée pour identifier les caractéristiques du matériau, comme l'orientation des fibres ou la fraction volumique de fibre dans le pli élémentaire (Thomas, 2008), et les mécanismes d'endommagement tels que la fissuration intralaminare (Moffat, et al., 2008) (Wright, et al., 2008) (Wright, et al., 2010) (Moffat, et al., 2010) et la rupture de fibres (Sinclair, et al., 2004) (Aroush, et al., 2006).

L'objectif de cette partie est d'utiliser la tomographie pour identifier les mécanismes d'endommagement présents à l'échelle microscopique dans les éprouvettes testées en auto-échauffement et de les comparer à ceux présents dans les éprouvettes de fatigue à grand nombre de cycles. La méthodologie mise en place pour y parvenir est présentée dans le paragraphe suivant.

2.1 Méthodologie et campagne expérimentale

2.1.1 Géométrie des éprouvettes

La démarche expérimentale adoptée consiste à exploiter certaines éprouvettes utilisées pour la caractérisation des propriétés en fatigue et pour l'auto-échauffement. Nous tirerons profit de l'ensemble des stratifications testées afin d'enrichir la description de l'endommagement du pli élémentaire. En effet, les chargements macroscopiques choisis pour chaque stratification de la base canonique d'étude mènent à un chargement moyen identique des plis de même orientation.

Dans cette étude, il ne s'agit pas de quantifier la progression de l'endommagement ou sa dépendance au nombre de cycles, mais de comparer l'endommagement proche de la limite de fatigue avec l'endommagement observé à différents stades d'un essai d'auto-échauffement.

L'analyse tomographique est réalisée sur trois éprouvettes de stratifications $[(\pm 45)_2]_S$ et quasi-isotropes $[\pm 45/90/0]_S$. Une des trois éprouvettes de chaque stratification a soit subi un essai d'auto-échauffement dans son intégralité (jusqu'au chargement maximal avant le passage en compression) soit celui-ci a été arrêté au bloc de chargement pour lequel une rupture du taux de croissance de la température a été observée. La seconde éprouvette est choisie parmi les éprouvettes non rompues testées en fatigue classique à grand nombre de cycles. Le nombre de cycles subi par cette éprouvette est supérieur à $4 \cdot 10^6$ cycles. La troisième éprouvette n'a subi aucun chargement et constitue ainsi l'éprouvette de référence.

Les examens tomographiques sont effectués après essai, sur les éprouvettes à l'état relâché, ce qui ne permet sûrement pas de visualiser l'intégralité des fissures présentes pendant la sollicitation.

Les analyses par tomographie à rayons X ont été menées sur des échantillons prélevés sur les éprouvettes citées ci-dessus. Les échantillons ont été découpés systématiquement au centre des éprouvettes (Figure 4.32). De cette manière, on évite d'étudier les endommagements liés aux effets de bords et éventuellement à la découpe des éprouvettes.

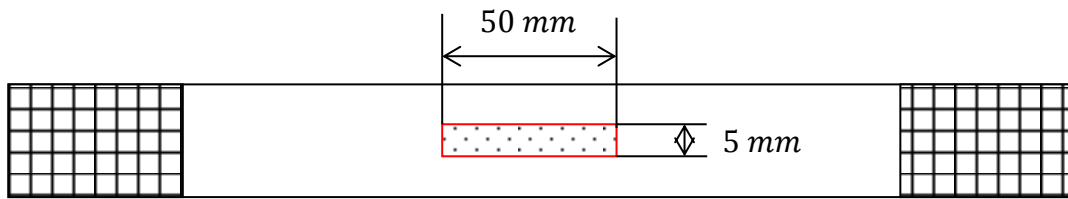


Figure 4.32 : Découpe des échantillons étudiés par tomographie à rayons X au centre des éprouvettes stratifiées.

La taille réduite des échantillons nous a permis d'atteindre une résolution de l'ordre de 7 micromètres et par conséquent d'observer des endommagements apparaissant à l'échelle du pli. La résolution des images 3D obtenue ne nous a pas permis de détecter des dégradations à l'échelle des constituants, comme des ruptures de fibres.

2.1.2 Le microtomographe

Le micro-tomographe à rayons X, que nous avons utilisé, est un modèle X CT 400. La micro-tomographie est une technique non destructive qui permet une reconstruction 3D de la structure des pièces, ou échantillons, soumis à un faisceau incident de rayons X. Son principe repose sur l'analyse de l'absorption des rayons X par l'échantillon, ou l'objet, placé dans le champ. Les rayons X traversent la matière et sont ensuite projetés sur une matrice de détecteurs CCD. Cette projection dépend de la composition (coefficient d'atténuation linéique ou d'absorption) et de l'épaisseur du matériau traversé. Ce phénomène est décrit par la Loi de Beer-Lambert :

$$I = I_0 e^{-\int_s \mu(s) ds} = I_0 e^{-\mu x} \quad 4.3$$

où I_0 et I représentent respectivement l'intensité du faisceau incident et l'intensité du faisceau émergent, $e^{-\mu x}$ représente la probabilité qu'un photon traverse une épaisseur x sans interaction, μ représente le coefficient d'absorption du matériau et s représente le trajet dans la matière.

Cette équation peut faire apparaître la masse volumique ρ du matériau afin de visualiser directement les différences de densité à partir du contraste observé. La Loi de Beer-Lambert s'écrit alors :

$$I = I_0 e^{-\frac{\mu}{\rho} \rho x} = I_0 e^{-\mu_m \rho x} \quad 4.4$$

Ainsi, pour une position donnée de l'objet, une image numérique 2D est calculée et discrétisée en pixels. Elle traduit la densité du matériau dans une tranche donnée du volume. Une rotation par pas inférieur à 1° et sur 180° permet la reconstruction tridimensionnelle microstructurale de la matière sous forme de « voxels » (Figure 4.33). Ce dernier est une

extension volumique des pixels et prend la forme d'un élément cubique. Ses dimensions donnent la résolution spatiale de la mesure, elle-même directement liée à la taille et à la géométrie de l'échantillon puisque l'ensemble de l'objet mesuré doit être intégralement dans le champ de mesure. En effet, plus l'échantillon est petit et peu complexe géométriquement, plus la distance « foyer-objet » (FOD) sera faible et plus un élément de volume sera traduit en un grand nombre de « voxels ».

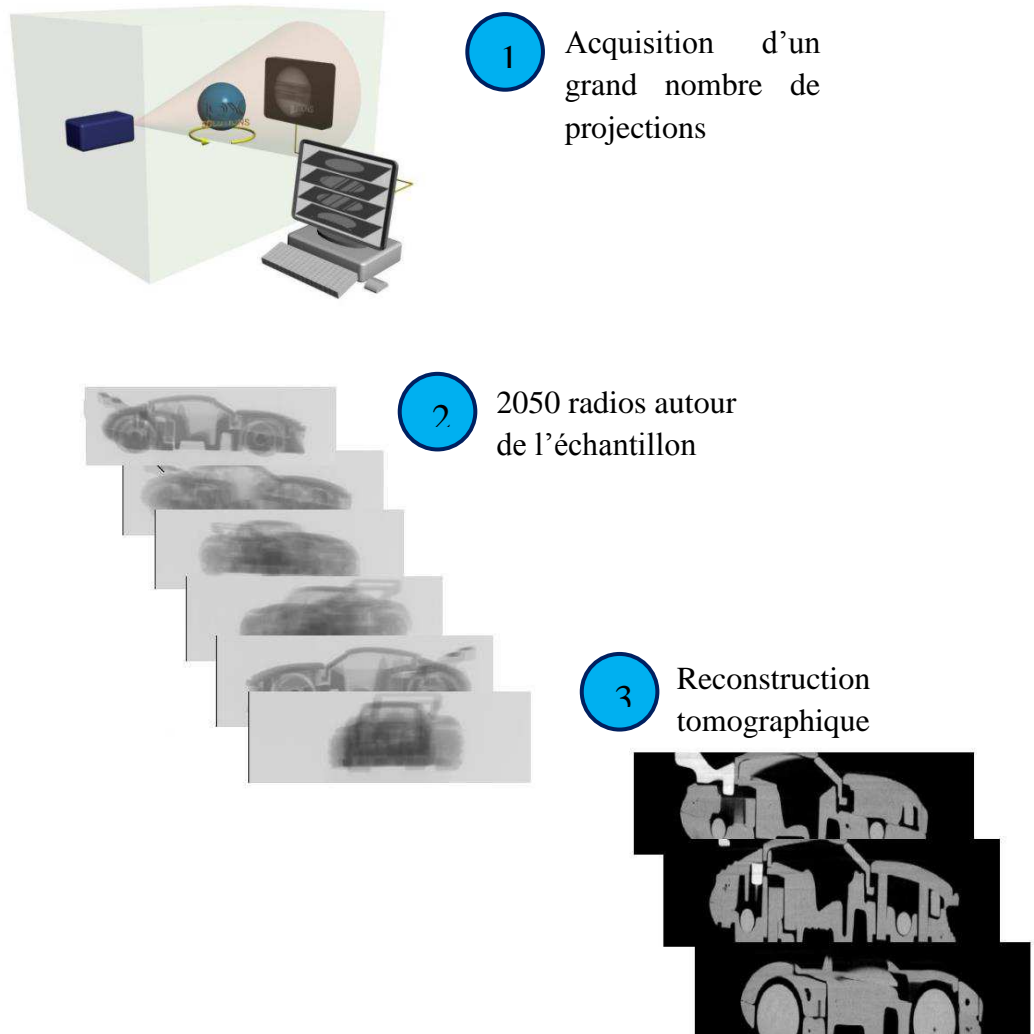


Figure 4.33 : Principe de mesure et d'analyse d'un microtomographe à rayons X

Lors des mesures, les échantillons sont placés dans un étai que l'on positionne le plus près possible du capteur CCD, de façon à avoir un grossissement 1. Changer le grossissement revient à changer l'objectif de l'émetteur à rayon X. Le capteur est composé d'une matrice 2048*2048 pixels. Les échantillons sont mis en rotation sur 180° et le pas angulaire est défini par la géométrie de l'éprouvette et résulte d'un compromis entre la résolution souhaitée et la durée de l'analyse. L'acquisition s'élève à 2050 images par échantillon. La résolution spatiale obtenue est un voxel de 7 μ m de côté. Les paramètres de mesure sont résumés dans le Tableau 30 ci- dessous.

Caractéristiques	Valeurs
Tension Tube RX	40 kV
Temps de mesure/image	1-10 s/image
Temps total de mesure	6 - 12h
FOD	≈ 10 mm
FDD	≈ 10 mm
Résolution (pixel)	7 μm (jusqu'à 1 μm au maximum)

Tableau 30 : Caractéristiques des mesures effectuées par tomographie à rayons X sur les échantillons composés de fibres de carbone TR50 et résine époxy R367-2.

La micro-tomographie nous permet donc d'accéder au cœur de nos matériaux en mettant en évidence vides ou porosités qui le constituent. Néanmoins, notons que la résolution spatiale obtenue (voxel de 7μm de coté) reste insuffisante pour distinguer individuellement les fibres, mais aussi pour distinguer les vides ou porosités de taille inférieure. La reconstruction volumique a été effectuée par un logiciel propriétaire de XRADIA. Les résultats obtenus sont présentés dans le paragraphe suivant.

2.2 Analyse des résultats

2.2.1 Stratifié $[(\pm 45)_2]_s$

La première observation concerne une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_s$ qui a subi un essai d'auto échauffement dans son intégralité. Le dernier point de la courbe d'auto-échauffement (Figure 4.34) correspond à l'ultime chargement subi par l'éprouvette. Les Figure 4.35 et Figure 4.36 correspondent à deux vues en coupe de l'échantillon, observées respectivement dans le plan (13) et dans le plan (12) du pli élémentaire (Figure 1.2). Sur la Figure 4.35, on visualise les 8 plis constituant la stratification. Plusieurs points sont à noter. La fissuration concerne l'intérieur des plis, n'est jamais interlaminaire et est constituée d'une fissuration de la matrice sur toute l'épaisseur des plis unidirectionnels. Tous les plis sont fissurés. La densité de fissuration (définie comme le nombre de fissures dans un pli par unité de longueur) dans les plis extérieurs est telle que la distance entre deux fissures consécutives atteint l'épaisseur d'un pli (0,23 mm). La fissuration matricielle dans ces plis a atteint un état de saturation, également défini comme l'état de fissuration critique (Kashtalyan & Soutis, 2005). L'état de fissuration des plis intérieurs, ayant même orientation, est moindre. L'unique fissure que l'on peut observer intéresse l'ensemble des deux plis. Bien que le nombre de fissures visibles dans les plis intérieurs soit plus faible que dans les plis extérieurs, cela ne veut pas dire que la densité de fissuration critique n'est pas atteinte dans ces plis (Kashtalyan & Soutis, 2005).

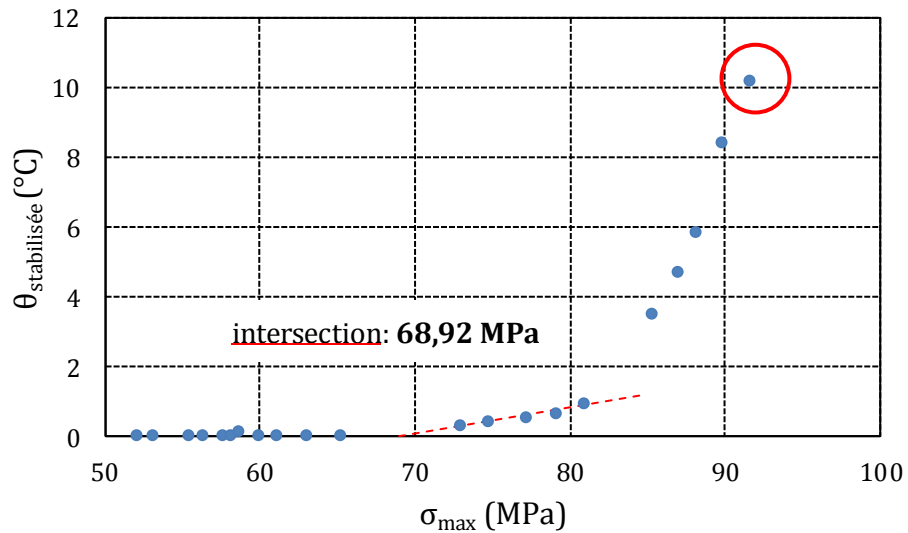


Figure 4.34 : Représentation de l'histoire du chargement du stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ analysé par tomographie à rayons X et dont le résultat est présenté dans la Figure 4.35. L'intersection des deux asymptotes matérialise la limite d'endurance du stratifié, qui est ici de 69 MPa.

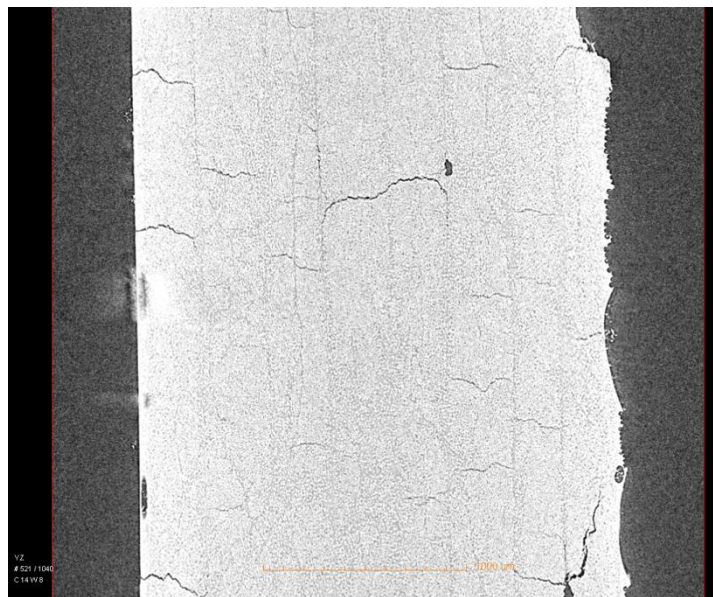


Figure 4.35 : Vue en coupe dans le plan (13) d'un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement dans son intégralité, comme indiqué sur la Figure 4.34.

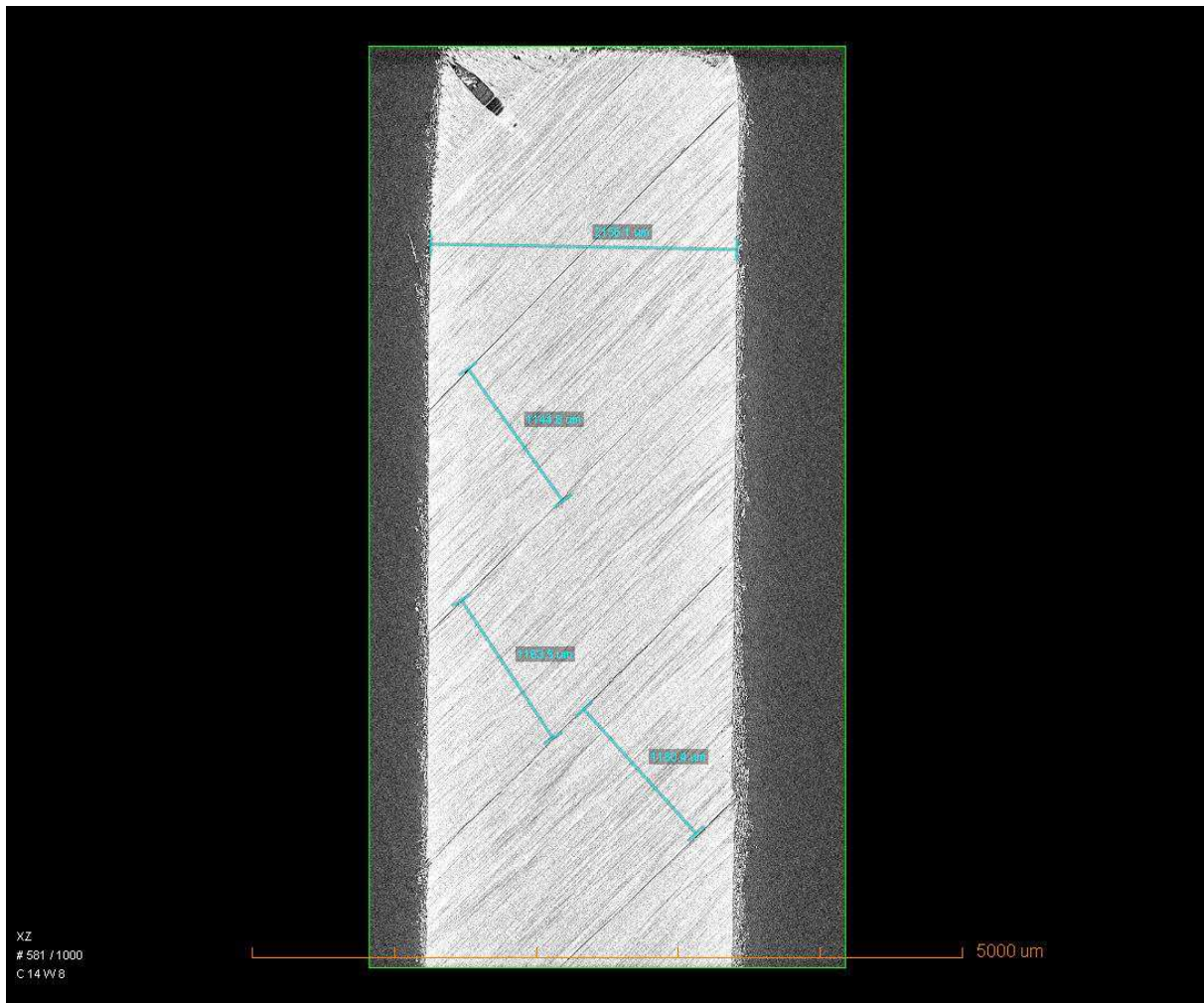


Figure 4.36 : Vue en coupe dans le plan (12) d'un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement dans son intégralité, comme indiqué sur la Figure 4.34.

La Figure 4.38 présente un échantillon prélevé d'une éprouvette de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement jusqu'à un bloc de chargement cyclique dont le chargement maximal est légèrement supérieur à celui désigné comme limite de fatigue par l'analyse empirique des courbes d'auto-échauffement (Figure 4.37). La contrainte maximale atteinte pendant l'essai d'auto-échauffement est de 81 MPa. Cette fois-ci, on ne distingue pas de fissuration dans les plis pour ce niveau de contrainte maximale. Cela montre qu'à l'échelle d'observation la structure reste saine et que la série de blocs de chargement cyclique qu'a subi l'éprouvette ne mène pas à la génération de fissures matricielles dans les plis à 45° .

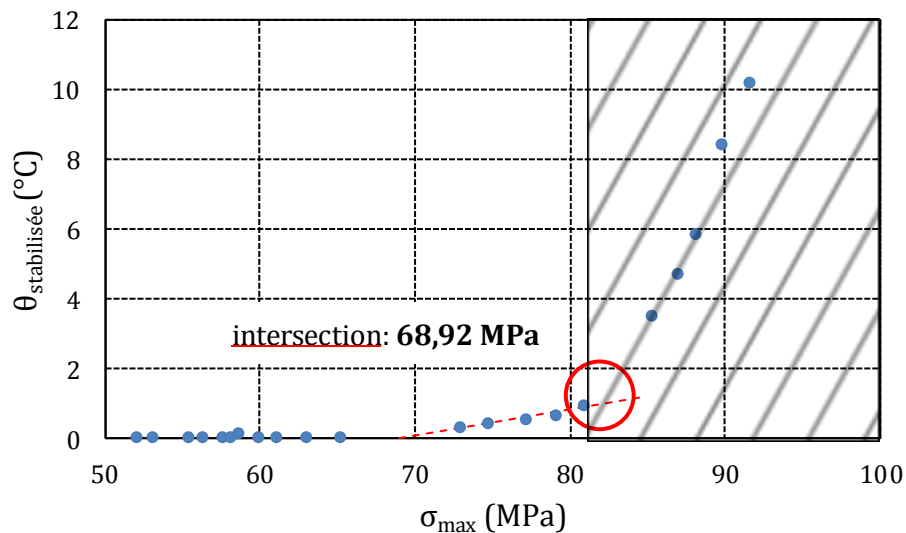


Figure 4.37 : Représentation de l'histoire du chargement du stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ analysé par tomographie à rayons X et dont le résultat est présenté dans la Figure 4.38. La zone hachurée comprend les blocs de chargements que l'éprouvette n'a pas effectués. L'intersection des deux asymptotes matérialise la limite d'endurance du stratifié, qui est ici de 69 MPa.

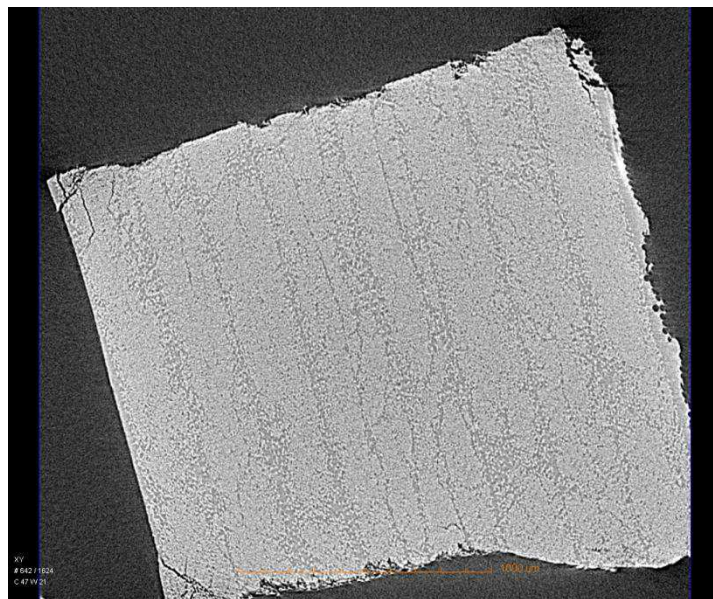


Figure 4.38 : Vue en coupe dans le plan (13) d'un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement jusqu'au chargement $\sigma_{xx \max} = 82$ MPa, comme indiqué sur la Figure 4.37.

La Figure 4.39 présente un échantillon d'une éprouvette $[(\pm 45)_2]_S$ ayant subi un essai de fatigue à amplitude constante à très grand nombre de cycles ($N_R > 5$ millions de cycles). La contrainte maximale du chargement est de 82 MPa. Ce chargement correspond à la contrainte maximale subie par l'échantillon testé en auto-échauffement dont l'analyse tomographique est présentée en Figure 4.38. Au regard des résultats de l'analyse tomographique (Figure 4.39), on s'aperçoit que pour ce type de stratification, la fissuration obtenue à très grand nombre de

cycles est comparable à celle obtenue en fin d'essai d'auto-échauffement (Figure 4.35) : la fissuration est intralaminare et consiste en une fissuration de la matrice sur toute l'épaisseur des plis. On constate également qu'en certains points on atteint la densité de fissuration limite.

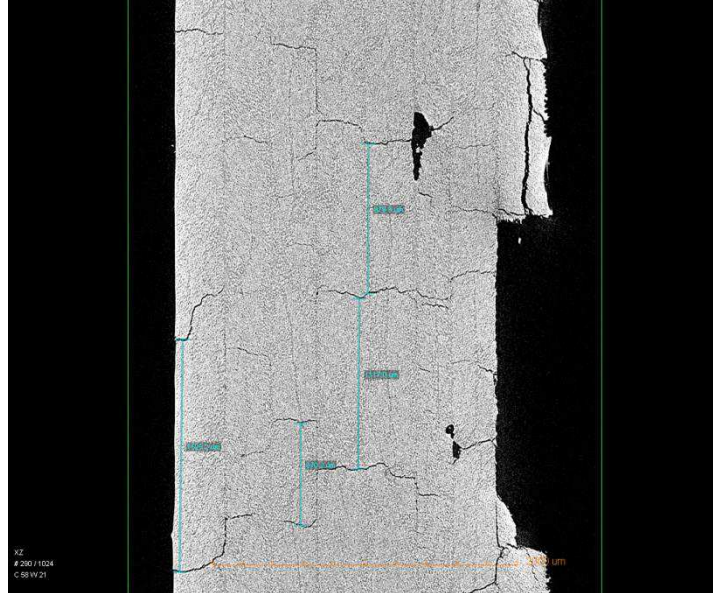


Figure 4.39 : Vue en coupe dans le plan (13) d'un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ ayant subi un essai de fatigue sous amplitude constante, de contrainte maximale $\sigma_{xx \max} = 82 \text{ MPa}$.

2.2.2 Stratifié $[\pm 45/90/0]_S$

La Figure 4.41 présente un échantillon prélevé d'une éprouvette de stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement dans son intégralité. Le chargement maximal subi par l'éprouvette se situe sur le dernier point de la courbe d'auto-échauffement de la Figure 4.40. On distingue la fissuration de la matrice dans les plis à 90° ainsi que des fissures dans la matrice dans les plis extérieurs à $\pm 45^\circ$. Dans les plis à 90° , on note en certains points que l'on a atteint la densité de fissuration limite. Par contre, les deux plis centraux à 0° restent totalement exempts de fissuration. Un échantillon prélevé sur une autre éprouvette testée dans les mêmes conditions donne des résultats identiques en termes de fissuration (quantité, densité, types de plis fissurés) indiquant la bonne reproductibilité de ce type de résultats.

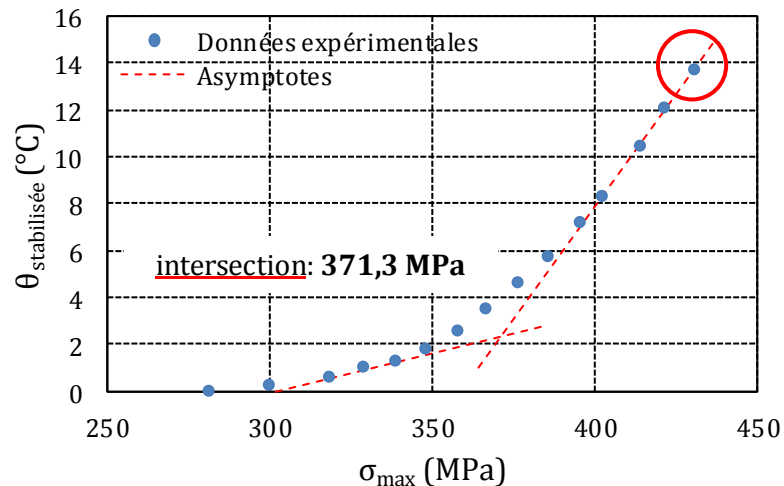


Figure 4.40 : Représentation de l'histoire du chargement du stratifié $[\pm 45/90/0]_S$ analysé par tomographie à rayons X et dont le résultat est présenté dans la Figure 4.35. L'intersection des deux asymptotes matérialise la limite d'endurance du stratifié, qui est ici de 371 MPa.

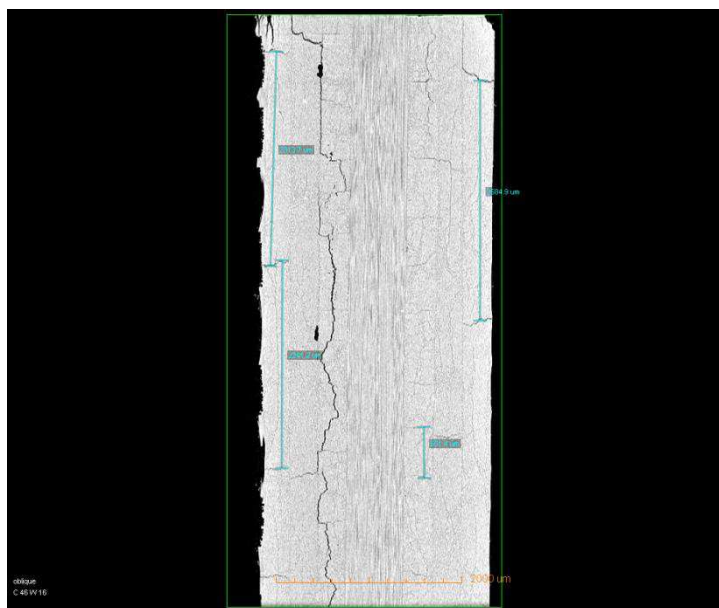


Figure 4.41 : Vue en coupe selon le plan (13) d'un stratifié $[\pm 45/90/0]_S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement jusqu'au chargement maximum, comme indiqué sur la Figure 4.40.

La Figure 4.43 présente une vue en coupe d'un échantillon prélevé sur une éprouvette de stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ ayant subi un essai d'auto échauffement tel que le chargement cyclique maximal correspond au chargement proche de celui désigné comme limite d'endurance par l'analyse empirique des courbes d'auto-échauffement proposé au chapitre 3 (Figure 4.42), soit $\sigma_{\max}=352,1$ MPa. Cette fois-ci, seuls les plis à 90° ont subi une fissuration de la matrice. Les autres plis ne présentent pas de fissuration. Ce qui signifie que lorsqu'on se situe à la limite d'endurance déterminée par auto-échauffement, la fissuration est absente dans les plis à 45° . La différence essentielle, entre une éprouvette testée en auto-

échauffement jusqu'au chargement maximal (Figure 4.41) et une éprouvette testée jusqu'au chargement désigné comme limite d'endurance (Figure 4.43) réside dans la présence de fissures dans les plis à $\pm 45^\circ$.

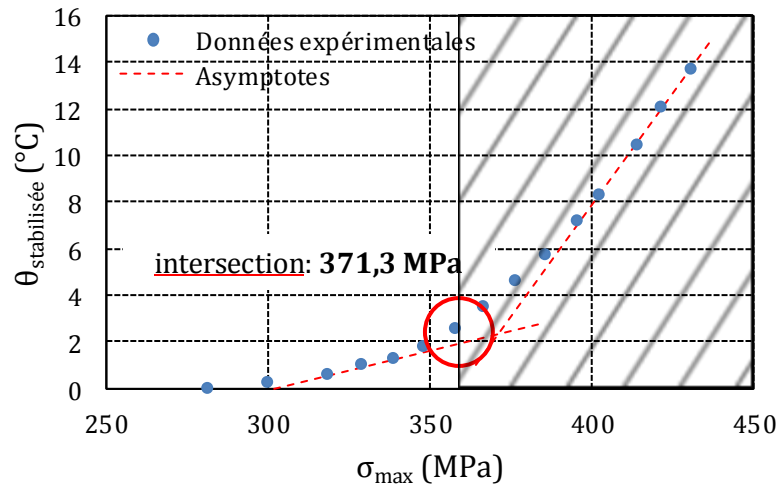


Figure 4.42 : Représentation de l'histoire du chargement du stratifié $[\pm 45/90/0]_S$ analysé par tomographie à rayons X et dont le résultat est présenté dans la Figure 4.43. La zone hachurée comprend les blocs de chargements que l'éprouvette n'a pas effectué. L'intersection des deux asymptotes matérialise la limite d'endurance du stratifié, qui est ici de 371 MPa.

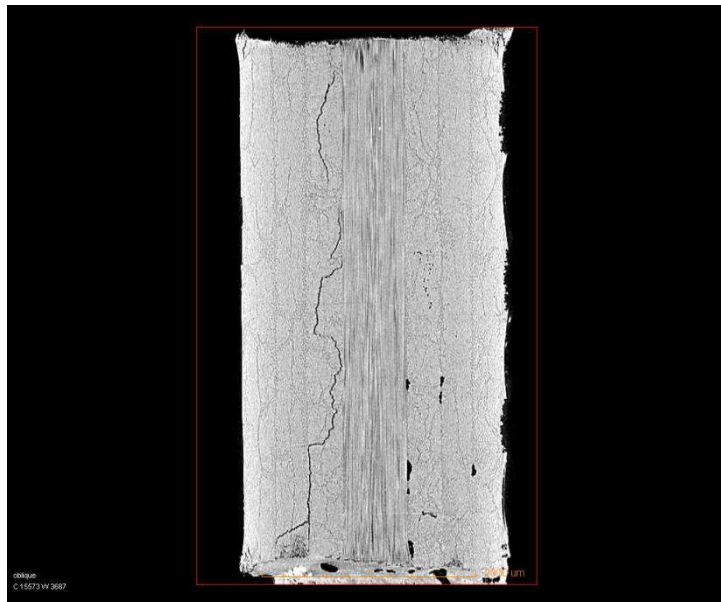


Figure 4.43 : Vue en coupe selon le plan (13) d'un stratifié $[\pm 45/90/0]_S$ ayant subi un essai d'auto-échauffement jusqu'au chargement maximum, comme indiqué sur la Figure 4.42.

2.3 Conclusion

Cette partie présente les analyses tomographiques réalisées sur des échantillons de stratifiés croisés $[(\pm 45)_2]_S$ et quasi-isotropes $[\pm 45/90/0]_S$. Ces stratifiés ont été préalablement testés en auto-échauffement ou en fatigue sous amplitude constante à très grand nombre de cycles. L'objectif de cette étude est double ; il s'agit dans un premier temps de relier l'endommagement des stratifiés étudiés dans la première partie de ce chapitre par le biais de la perte de rigidité et de la déformation plastique résiduelle aux mécanismes d'endommagement présents à l'échelle microscopique. Dans un second temps, comparer l'état d'endommagement microscopique des stratifiés en différents instants de l'essai d'auto-échauffement à l'état d'endommagement des stratifiés en fatigue à très grand nombre de cycles, nous a permis d'expliquer l'augmentation brutale de la température observée durant un essai d'auto-échauffement et de justifier l'analyse empirique des courbes d'auto-échauffement permettant de retrouver la limite d'endurance du stratifié et proposée dans le chapitre 3.

Les analyses tomographiques réalisées sur le stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ révèlent que l'état d'endommagement microstructural observé à très grand nombre de cycles est pratiquement identique à celui que l'on retrouve en fin d'essai d'auto-échauffement. Dans les deux cas, l'échantillon présente un état de fissuration matricielle critique. Aucune fissuration interlaminaire n'est observée. L'échantillon de stratification $[(\pm 45)_2]_S$ n'ayant subi qu'une partie de l'essai d'auto-échauffement ne présente pas de signe d'endommagement à l'échelle d'observation. Le chargement maximal qu'il a subi est pourtant identique à celui atteint par l'échantillon testé à très grand nombre de cycles, porteur de nombreuses fissurations matricielles. Cette différence d'état d'endommagement a déjà été révélée dans l'étude de l'endommagement de fatigue dans la partie précédente et résulte d'une modification du comportement du stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ avec le temps, en raison principalement du caractère visqueux de la résine. Les chargements successifs d'amplitude croissante subis par l'éprouvette testée par auto-échauffement ont cependant mené à une élévation de la température moyenne en surface, ce qui signifie que des mécanismes dissipatifs ont été activés. Il peut s'agir de mécanismes d'endommagement qui ne seraient pas visibles à l'échelle d'observation, comme de la décohésion fibre/matrice. Au regard de ces résultats, la première croissance de la température observée sur les courbes d'auto-échauffement des stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$ serait due à de la décohésion fibre/matrice suivie du développement d'un réseau de fissures matricielles. Ce dernier, responsable du second changement de croissance de la température, atteindrait un état critique en fin d'essai d'auto-échauffement.

Les tomographies réalisées sur deux échantillons issus d'éprouvettes $[\pm 45/90/0]_S$ testées en auto-échauffement révèlent que la variation brutale du taux de croissance de la température apparaît parallèlement à la formation de fissures matricielles dans les plis à 45° . Les élévations de températures relevées en début d'essai d'auto-échauffement proviennent de la fissuration des plis à 90° . Des analyses tomographiques sur une éprouvette $[\pm 45/90/0]_S$ testée en fatigue à très grand nombre de cycles sont prévues, afin de pouvoir comparer les états d'endommagement en auto-échauffement et fatigue pour cette stratification.

3 Etude des phénomènes dissipatifs

Les essais d'auto-échauffement permettent une estimation rapide de la limite d'endurance et sont donc une alternative intéressante aux longs essais de fatigue traditionnels. Cependant, en n'utilisant que l'analyse empirique des courbes d'auto-échauffement tirées de ces essais, leur utilité est restreinte, dans le sens où le comportement du matériau en fatigue reste inconnu. Il est alors intéressant d'étudier les phénomènes dissipatifs et les échanges d'énergie qui apparaissent tout au long des essais. Le suivi de ces phénomènes peut se révéler un outil particulièrement riche pour relier le comportement du stratifié testé en auto-échauffement à celui en fatigue.

Cette étude débute par la présentation de deux approches différentes reliant les mesures thermiques pendant un essai d'auto-échauffement au comportement en fatigue d'un matériau. La première approche s'appuie sur la création d'un critère énergétique de rupture en fatigue dont l'application permet de reconstruire la courbe de Wöhler à partir d'un unique essai d'auto-échauffement. Cependant, nous verrons que les hypothèses sur lesquelles se basent ce critère sont incohérentes avec les résultats relevés sur nos stratifiés. La seconde approche consiste à effectuer un bilan énergétique sur chaque bloc de chargement d'un essai d'auto-échauffement de façon à évaluer l'énergie d'endommagement du stratifié. Cette énergie d'endommagement, à l'inverse de la température mesurée en surface, peut devenir un paramètre intéressant pour la caractérisation en fatigue, dans le sens où la géométrie, la fréquence et les conditions aux limites thermiques, qui déterminent le taux de transfert de chaleur avec l'environnement, n'influencent pas les résultats.

3.1 Relier les essais d'auto-échauffement à la tenue en fatigue

3.1.1 Critère d'endurance énergétique

Dans la littérature, on trouve des travaux défendant l'idée d'un critère énergétique qui permet de reconstruire les courbes de Wöhler d'un acier (Doudard, 2003) ou d'un composite renforcé de fibres courtes (Jegou, 2012) à partir des données extraites d'un essai d'auto-échauffement. Ce critère énergétique relie le nombre de cycles à rupture sous un chargement de fatigue à amplitude constante à l'énergie dissipée durant un bloc de chargement de même amplitude d'un essai d'auto-échauffement. Cette relation se présente sous la forme :

$$\Delta^* N^b = C \quad 4.5$$

dans laquelle Δ^* est l'énergie dissipée sur un cycle stabilisé d'un bloc d'amplitude donné de l'essai d'auto-échauffement, N est le nombre de cycles à rupture de l'essai de fatigue mené sous la même amplitude de chargement, et b et C sont des paramètres du modèle, fonctions du matériau d'étude.

La dissipation est calculée par l'Équation 4.6, basée sur la résolution de l'équation de la chaleur en régime permanent en fin de bloc de chargement cyclique de l'essai d'auto-échauffement. Elle dépend de la température moyenne stabilisée sur un bloc de chargement cyclique $\bar{\theta}$, de la fréquence de sollicitation sinusoïdale f_r , de la masse volumique ρ et de la

capacité calorifique c du matériau, et d'une constante thermique τ_{eq} liée aux échanges thermiques par convection de l'éprouvette avec l'air ambiant.

$$\Delta^* = \frac{\rho c \bar{\theta}}{f_r \tau_{eq}} \quad 4.6$$

La constante τ_{eq} est déterminée expérimentalement durant la phase de refroidissement suivant chaque bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement. La Figure 4.44 représente l'évolution de la température moyenne en surface d'éprouvette à la fin d'un bloc de chargement cyclique d'amplitude 27,70 MPa d'un stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ testé en auto-échauffement sous une contrainte moyenne constante $\sigma_{xx} = 50$ MPa.

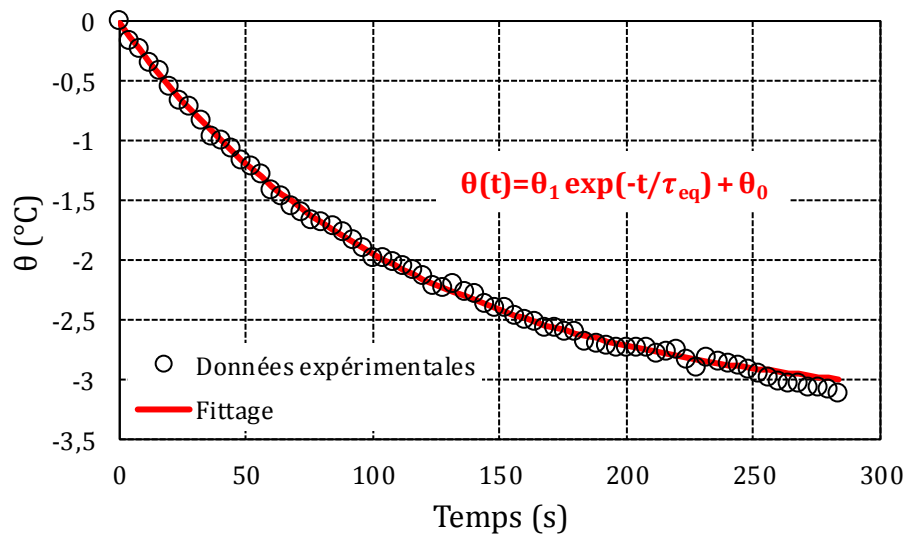


Figure 4.44 : Identification de la constante thermique du système après le bloc de chargement $\sigma_{xx} = 50 \pm 27,70$ MPa pour le stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ testé en auto-échauffement

Les constantes b et C dépendent du matériau étudié et sont déterminées à partir de l'Équation 4.5 appliquée au dernier bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement qui est mené jusqu'à rupture de l'éprouvette. Le nombre de cycles à rupture lié à l'amplitude du dernier bloc de chargement cyclique de l'essai d'auto-échauffement est ainsi considéré comme le nombre de cycles à rupture sous une sollicitation de fatigue de même amplitude. L'accumulation d'endommagement dans le matériau, dû au chargement cyclique des blocs précédents de l'essai d'auto-échauffement, est négligée.

Ce critère énergétique a fait largement ses preuves sur des matériaux isotropes à l'échelle macroscopique, comme les aciers (Doudard, 2003), les élastomères (Le Saux, et al., 2010) ou les composites renforcés de fibres courtes (Jegou, 2012). Toutefois, il se base sur deux hypothèses fortes : la première consiste à dire que l'énergie dissipée cycliquement pendant un bloc de 3000 cycles sous une amplitude de chargement donnée durant un essai d'auto-échauffement est égale à l'énergie dissipée cycliquement pendant un essai de fatigue sous

cette même amplitude de chargement. Or, le suivi de l'endommagement durant les essais de fatigue sur divers stratifiés a révélé que l'aire de l'hystérésis augmente avec le nombre de cycles pour une durée de chargement supérieure à 5000 cycles (Figure 4.9, Figure 4.15 et Figure 4.20). La deuxième considère l'essai d'auto-échauffement comme un essai non destructif, en négligeant l'apparition d'endommagement au sein du matériau pour des chargements cycliques d'une durée inférieure à 3000 cycles. Cette hypothèse permet aux auteurs de calculer les paramètres du modèle énergétique en considérant le nombre de cycles à rupture d'une éprouvette testée en auto-échauffement comme le nombre de cycles à rupture d'une éprouvette saine testée en fatigue sous les conditions de chargement du dernier bloc d'auto-échauffement. Une fois que ces paramètres sont identifiés, le critère énergétique permet de construire la courbe de Wöhler du matériau en associant un nombre de cycles à rupture à chaque amplitude de chargement testé en auto-échauffement. Or, notre étude sur le suivi de l'endommagement dans les stratifiés testés en auto-échauffement révèle qu'une dégradation des stratifiés apparaît dès les premiers cycles de chargement en auto-échauffement, confirmée par la perte de rigidité du matériau et l'apparition d'une déformation plastique résiduelle, et que celle-ci prend la forme de fissures matricielles dans les plis orientés d'après nos analyses tomographiques. Contrairement aux matériaux métalliques, pour lesquels l'amorçage d'une fissure peut nécessiter plusieurs milliers de cycles de sollicitation, l'endommagement dans les stratifiés sollicités en traction-traction s'opère dès les premiers cycles de chargement et ceci, quelle que soit l'amplitude du chargement.

3.1.2 Comportement en fatigue et énergie d'endommagement

Le critère énergétique présenté dans le paragraphe précédent a permis de construire les courbes de Wöhler à partir des mesures de température relevées pendant un essai d'auto-échauffement sur matériaux métalliques (Doudard, 2003), élastomères (Le Saux, 2010) ou composites renforcés de fibres courtes (Jegou, 2012). Ce critère s'appuie sur des hypothèses qui ne sont pas vérifiées pour les composites stratifiés que nous étudions. De plus, il ne renseigne pas sur l'état d'endommagement interne du matériau et sur sa progression durant un essai d'auto-échauffement comparée à celle durant un essai de fatigue.

L'endommagement de fatigue et les mécanismes de rupture des composites stratifiés impliquent la combinaison de différents mécanismes tels la fissuration matricielle, la décohésion fibre/matrice et la rupture de fibres. Ces mécanismes sont multiples et considérablement plus complexes que ceux présents dans les matériaux isotropes comme les métaux ou les élastomères, dans lesquels typiquement une fissure se forme puis se propage jusqu'à la rupture de la structure. Dans les matériaux stratifiés, de nombreuses microfissurations s'initient dès les premiers cycles de chargement de fatigue, et la croissance de l'endommagement de fatigue dépend fortement de la densité et de l'architecture de ce réseau. Déterminer la limite d'endurance d'un stratifié sous chargement cyclique à partir d'un essai d'auto-échauffement ne suffit pas à prédire son comportement avant rupture par fatigue ou l'influence d'un chargement d'amplitude plus élevé sur son comportement et sa durée de vie. Les informations thermiques enregistrées pendant l'essai d'auto-échauffement peuvent pourtant servir à estimer l'endommagement du stratifié. Des études basées sur un bilan des énergies mises en jeu pendant une sollicitation cyclique de fatigue ont permis de déterminer la progression de l'endommagement dans un stratifié renforcés de fibres de verre à partir des

mesures thermiques moyennes effectuées en surface (Naderi, et al., 2012). Résoudre localement l'équation de la chaleur à partir de l'analyse du champ de température en surface permet également de définir la cartographie de progression de l'endommagement et la localisation des futures zones de rupture (Giancane, et al., 2009) (Dattoma & Giancane, 2013).

3.2 Etude énergétique

Cette étude commence par définir les différentes énergies mises en jeu durant un essai de chargement cyclique. Le respect de l'équilibre énergétique durant un bloc de chargement d'un essai d'auto-échauffement permet ensuite de quantifier la source de dissipation inconnue qu'est la dissipation liée d'endommagement à partir de la connaissance de l'évolution du champ de température en surface du stratifié et de l'aire des boucles d'hystérésis. Ce calcul s'appuie sur la résolution analytique de l'équation du bilan énergétique (premier principe de la thermodynamique) dans le cas unidimensionnel.

Nous comparerons l'énergie d'endommagement tirée de cette démarche énergétique analytique à la quantité calculée à partir du suivi expérimental de la dégradation des propriétés du stratifié et qui s'appuie sur l'écriture thermodynamique de la dissipation intrinsèque du modèle de comportement élastoplastique endommageable décrit en chapitre 1.

3.2.1 Les énergies mises en jeu

Durant un chargement cyclique, une certaine quantité d'énergie mécanique est fournie au stratifié ; il s'agit de l'aire d'une boucle d'hystérésis. Cette énergie peut soit être stockée dans le matériau, soit dissipée sous forme de chaleur. L'énergie stockée dans le matériau modifie l'énergie interne de la structure. Au-delà d'un certain seuil d'énergie stockée (fonction du matériau, de son état d'endommagement, de sa température...), la microstructure du matériau va utiliser l'énergie absorbée pour se dégrader, dans le but de diminuer son énergie interne. L'énergie totale « dissipée » (perdue) par cycle peut être divisée en une énergie dissipée volumique E_{vol} , une énergie associée à la capacité thermique E_{ct} (stockée thermiquement), et une énergie d'endommagement E_{endo} (Naderi & Khonsari, 2013) :

$$H = E_{vol} + E_{ct} + E_{endo} \quad 4.7$$

L'énergie de capacité thermique est responsable de l'augmentation de la température du matériau. L'énergie d'endommagement, que l'on a choisi d'appeler E_{endo} , est notamment liée à la formation de fissures au sein du matériau. Dans le cas d'un matériau présentant un comportement plastique, une partie de l'énergie d'endommagement reste stockée dans le matériau et est responsable par exemple de l'écrouissage du matériau.

L'énergie absorbée sur un cycle H_{cycle} peut être calculée comme l'intégrale sur un cycle de la contrainte par la déformation (Équation 4.8).

$$H_{cycle} = \oint \sigma d\varepsilon \quad 4.8$$

Le cycle n'est pas forcément stabilisé (ce qui entraîne que la boucle d'hystérésis n'est pas fermée) et les déformations irréversibles se cumulent durant le chargement cyclique. Les variations d'inclinaison, de largeur et de longueur de la boucle d'hystérésis sont causées par l'endommagement (Figure 4.45). Par conséquent, l'endommagement, le comportement plastique et visqueux du stratifié ont un impact direct sur l'énergie absorbée par ce dernier. Il existe bien un lien entre la microstructure d'un matériau et son équilibre énergétique à tout instant.

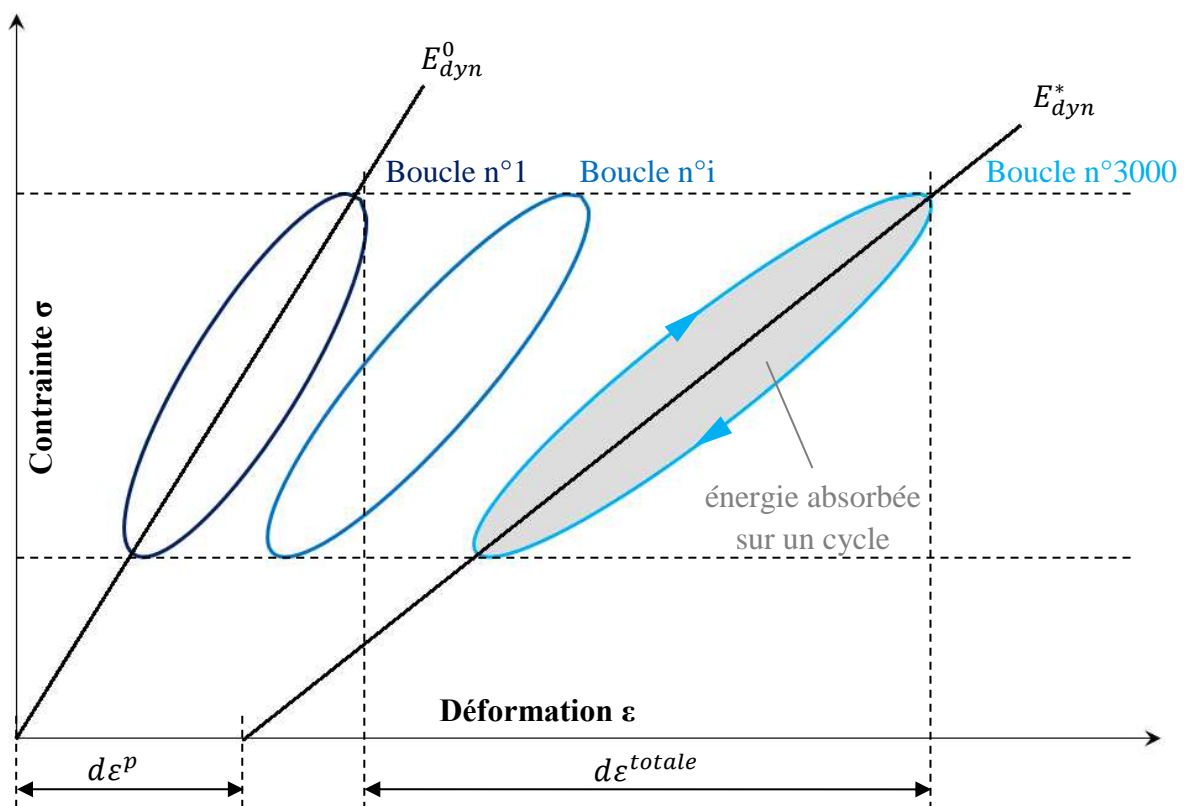


Figure 4.45 : Représentation schématique de l'évolution de la boucle d'hystérésis durant un bloc de chargement cyclique. L'aire de la boucle donne l'énergie totale absorbée par le matériau.

3.2.2 Dissipation de chaleur

Une partie de l'énergie mécanique absorbée par le stratifié est dissipée par convection, conduction et rayonnement selon l'Équation 4.9.

$$E_{vol} = E_{conv} + E_{cond} + E_{rad}$$

4.9

La Figure 4.46 illustre les différents mécanismes de dissipation thermique mis en jeu dans notre dispositif expérimental.

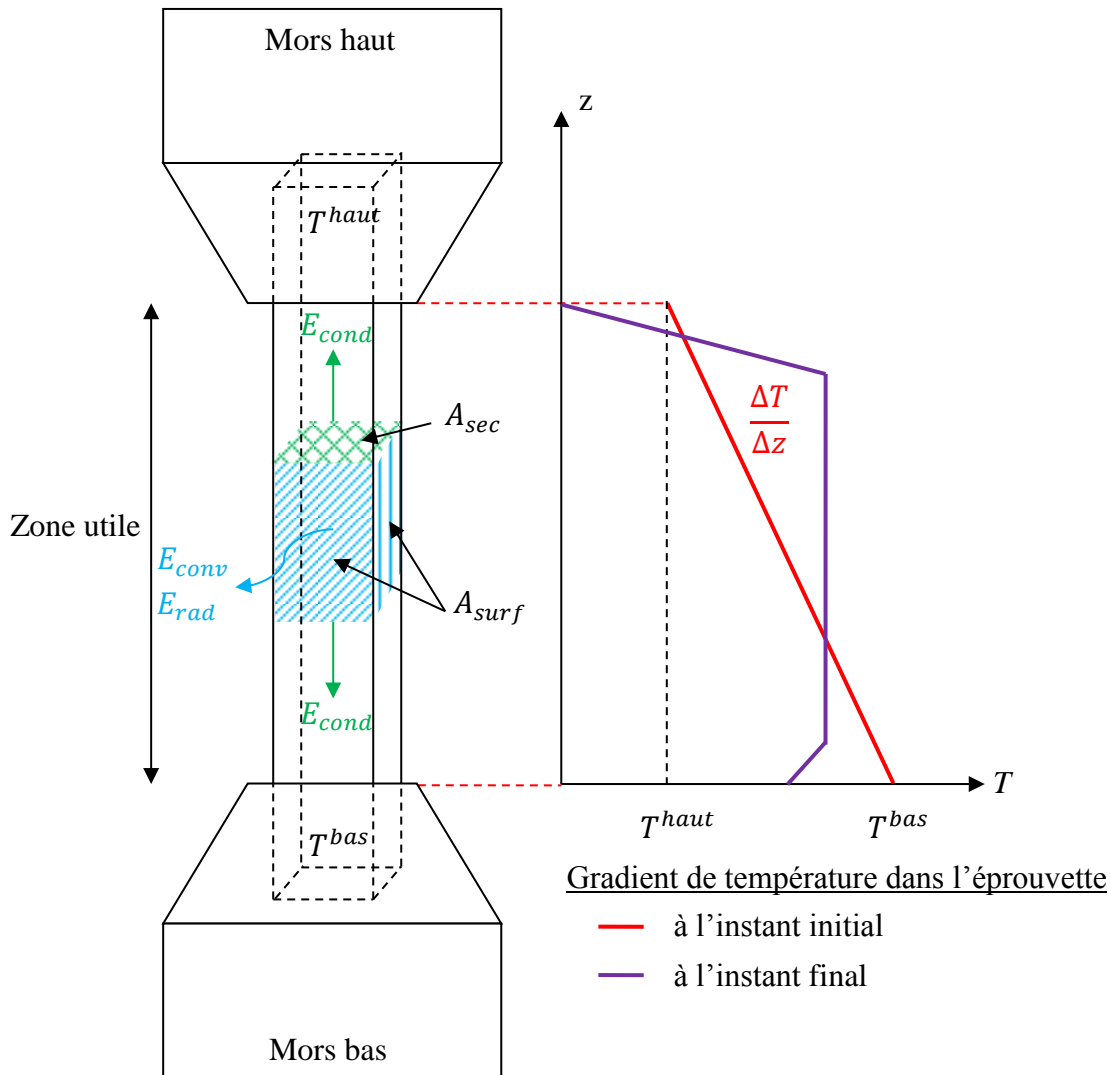


Figure 4.46 : Représentation schématique des mécanismes de dissipation thermique par convection, conduction et rayonnement durant un bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement

Dans notre cas d'étude, il existe initialement un gradient de température dans le sens longitudinal de l'éprouvette (sens de la sollicitation), en raison d'une étape de chauffage de l'huile dans la chambre du vérin avant le lancement de l'essai. Cette phase de chauffage de la machine introduit une différence de température entre le mors haut et le mors bas. De plus, plus le chargement imposé à l'éprouvette est important, plus l'huile s'échauffe, accentuant cette différence de température. Cependant, durant les blocs de chargement cyclique, la température dans la zone centrale de l'éprouvette tend rapidement à être uniforme, en raison

de l'endommagement diffus du stratifié. Dans ce cas, la puissance thermique perdue peut s'exprimer par l'Équation 4.10.

$$P_{vol}(J.s^{-1}.m^{-3}) = \frac{A_{surf}}{V} [h(T_s)(T_s - T_a) + e\beta(T_s^4 - T_a^4)] + \frac{2\lambda A_{sec}}{V} \frac{\Delta T}{\Delta z} \quad 4.10$$

Dans l'Équation 4.10, T_s et T_a représentent la température en surface d'éprouvette et la température ambiante respectivement. Le paramètre $h(T_s)$ est le coefficient de transfert par convection naturelle qui dépend de la température de surface, e est l'émissivité de la surface de l'éprouvette, β est la constante de Stefan-Boltzmann ($5,67 \cdot 10^{-8} Jm^{-2}s^{-1}K^{-4}$) et $\lambda = \lambda_{xx}$ est la conductivité dans le sens longitudinal du stratifié. Le volume de la section utile de l'éprouvette est noté V et A_{surf} et A_{sec} sont respectivement l'aire de la surface et l'aire de la section de la zone utile de l'éprouvette. $\frac{\Delta T}{\Delta z}$ est le gradient de température dans l'axe de l'éprouvette.

Le coefficient de transfert par convection naturelle h a été évalué pour chaque température de surface T_s par l'Équation 4.11. Cette fonction provient d'une formule empirique couramment employée dans le cas des plaques minces de dimensions inférieures à 300 millimètres. Les paramètres du modèle a et b dépendent des propriétés physiques et thermiques du pli élémentaire.

$$\begin{aligned} h &= a * (T_s - T_a)^{1/b} \\ a &= 2,02 \\ b &= 3,99 \end{aligned} \quad 4.11$$

Dans l'Équation 4.11, L correspond à la longueur utile de l'éprouvette en mètre tandis que $T_s - T_a$ représente la différence de température entre la surface de l'éprouvette et l'air ambiant. Le coefficient h est exprimé en $W.m^{-2}.\text{°C}^{-1}$.

L'énergie dissipée par conduction E_{cond} a été calculée en supposant le coefficient de conductivité constant sur la plage de température balayée. Celui-ci a été choisi dans la plage de température 20-30°C. La mesure expérimentale de la conductivité du pli élémentaire est détaillée dans le chapitre 2.

En partant de l'équation 4.10, nous avons calculé les valeurs des dissipations thermiques par conduction, convection et rayonnement pour chaque bloc de chargement des essais d'auto-échauffement et pour une éprouvette de chaque stratification. La Figure 4.47 suivante présente l'évolution des puissances dissipées par convection, conduction et rayonnement durant le dernier bloc d'un essai d'auto-échauffement sur un stratifié $[0/90/0/90]_s$. La convection reste le processus de dissipation dominant quel que soit le chargement et le stratifié. Les pertes de chaleur par rayonnement sont très faibles (Figure 4.47).

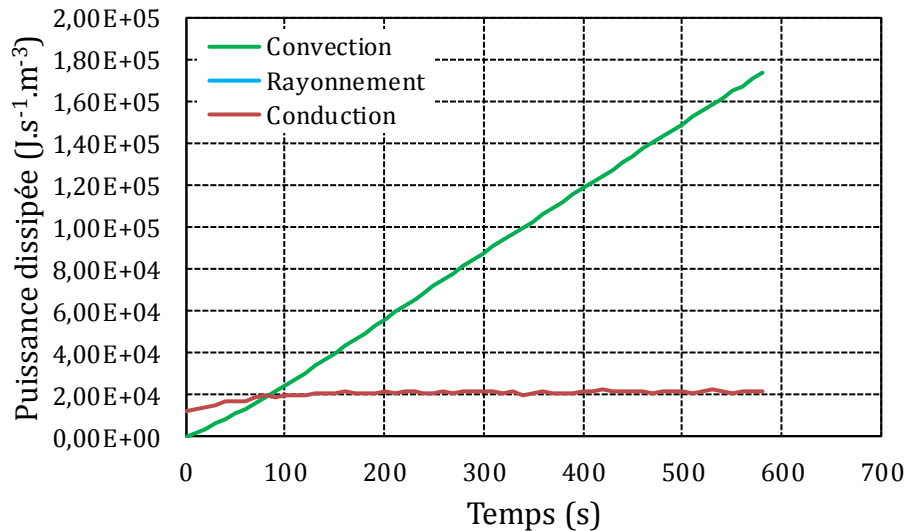


Figure 4.47 : Evolution de la puissance dissipée par conduction, convection et rayonnement durant un bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement sur stratifié $[0/90/0/90]_s$. Chargement $\sigma_{xx} = 335 \pm 300$ MPa.

3.2.3 Accumulation d'énergie thermique

L'accumulation d'énergie thermique est définie par l'Équation 4.12. Elle correspond à la part de l'énergie absorbée qui reste stockée thermiquement dans la microstructure du matériau.

$$E_{ct} = \int P_{ct} dt \quad 4.12$$

avec $P_{ct} = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t}$

3.2.4 Dissipation de chaleur liée à l'endommagement

En poursuivant notre démarche énergétique, l'énergie d'endommagement E_{endo} , énergie dissipée en chaleur durant chaque bloc d'auto-échauffement en raison de l'endommagement du stratifié, peut être déduite de l'Équation 4.7, après avoir déterminé les énergies thermiques E_{ct} et E_{vol} et l'énergie absorbée H associées. Ce calcul peut nous informer sur l'importance de cette énergie d'endommagement par rapport à la quantité d'énergie absorbée par le stratifié (H).

Nous avons également calculé l'énergie d'endommagement à partir de la définition de la dissipation intrinsèque liée au modèle de comportement élastoplastique endommageable du stratifié, dont la formulation est présentée dans le chapitre 1 de ce manuscrit.

- ❖ Dissipation intrinsèque liée au modèle de comportement élastoplastique endommageable du chapitre 1

L'énergie dissipée par endommagement irréversible de la microstructure est l'intégrale de la dissipation mécanique intrinsèque (puissance) sur un intervalle de temps t :

$$E_{endo} = \int \Delta_{int} dt \quad 4.13$$

Dans le cas d'un matériau au comportement élastoplastique endommageable, la dissipation mécanique intrinsèque peut s'écrire comme la somme de la dissipation due au processus de décohésion et de fissuration matricielle $\Delta_d = Y\dot{D}$ et de la dissipation plastique $\Delta_p = \sigma : \dot{\varepsilon}^p - R\dot{p}$.

$$\Delta_{int} = Y\dot{D} + \sigma : \dot{\varepsilon}^p - R\dot{p} \quad 4.14$$

Cette dissipation mécanique intrinsèque peut être calculée pour chaque bloc de chargement cyclique des essais d'auto-échauffement. En effet, durant l'ensemble de l'essai, la réponse contrainte-déformation a été enregistrée. A partir de ces données, nous sommes capables de retrouver l'évolution du module d'Young de la structure et de la déformation plastique résiduelle.

Nous pouvons écrire la dissipation élémentaire due aux processus de décohésion comme :

$$YdD = \frac{1}{2}(\sigma d\varepsilon^e - \varepsilon^e d\sigma) \text{ avec } d\varepsilon^e = d\varepsilon^{totale} - d\varepsilon^p \quad 4.15$$

L'énergie de dissipation due aux processus de décohésion pour un bloc de chargement débutant à $t = 0$ et terminant à $t = t_{fin}$ vaut :

$$E_d(J.m^{-3}) = \frac{1}{2} \left(\int_0^{t_{fin}} \sigma \dot{\varepsilon}^e dt - \int_0^{t_{fin}} \varepsilon^e \dot{\sigma} dt \right) \quad 4.16$$

Pour un chargement cyclique à contrainte imposée, la contrainte s'exprime comme :

$$\sigma(t) = \bar{\sigma} + \Delta\sigma \cdot \sin(2\pi f \cdot t) \quad 4.17$$

Enfin, pour un bloc de chargement cyclique d'une durée de t_{fin} , pour lequel la contrainte évolue sinusoïdalement à une fréquence f autour d'une valeur moyenne $\bar{\sigma}$ et avec une amplitude $\Delta\sigma$, l'énergie dissipée due aux processus de décohésion dépend du taux de déformation élastique, c'est-à-dire de l'évolution du domaine élastique entre le début et la fin du bloc de chargement. Dans le cas où la limite de déformation élastique évolue linéairement durant un bloc de chargement cyclique d'un essai d'auto-échauffement, la puissance dissipée par endommagement se réduit à l'Équation 4.18.

$$P_d(J.s.m^{-3}) = \frac{1}{2} \varepsilon^e \left[-\frac{\Delta\sigma}{2\pi f} \cdot \cos(2\pi f \cdot t) + \bar{\sigma} t \right]_0^{t_{fin}} \quad 4.18$$

Cependant, nous n'avons pas d'indication expérimentale sur la fonction d'évolution de la déformation élastique (ou de la déformation plastique) durant un essai d'auto-échauffement. Celle-ci n'est sans doute pas linéaire mais présente plutôt une évolution comparable à celle de la déformation résiduelle mise en avant dans l'étude des stratifiés en fatigue (se référer aux résultats de la première partie de ce chapitre). Dans cette étude, nous avons toutefois supposé un taux de déformation $\dot{\varepsilon}^e$ constant, ce qui nous a permis d'évaluer l'énergie d'endommagement comme présentée dans l'Équation 4.18.

De la même manière, nous pouvons exprimer l'énergie dissipée plastiquement au travers de l'Équation 4.19 par l'intégrale de la dissipation plastique sur un bloc de chargement.

$$E_p = \int_0^{t_{fin}} (\sigma \dot{\varepsilon}^p - R \dot{p}) dt \quad 4.19$$

En remplaçant par l'expression de la contrainte sur un bloc de chargement de fréquence f à contrainte moyenne $\bar{\sigma}$ et d'amplitude $\Delta\sigma$, nous obtenons la nouvelle expression de la puissance dissipée plastiquement sur un bloc (Équation 4.20). Cette expression simplifiée est obtenue en supposant un taux de déformation $\dot{\varepsilon}^p$ constant sur chaque bloc cyclique.

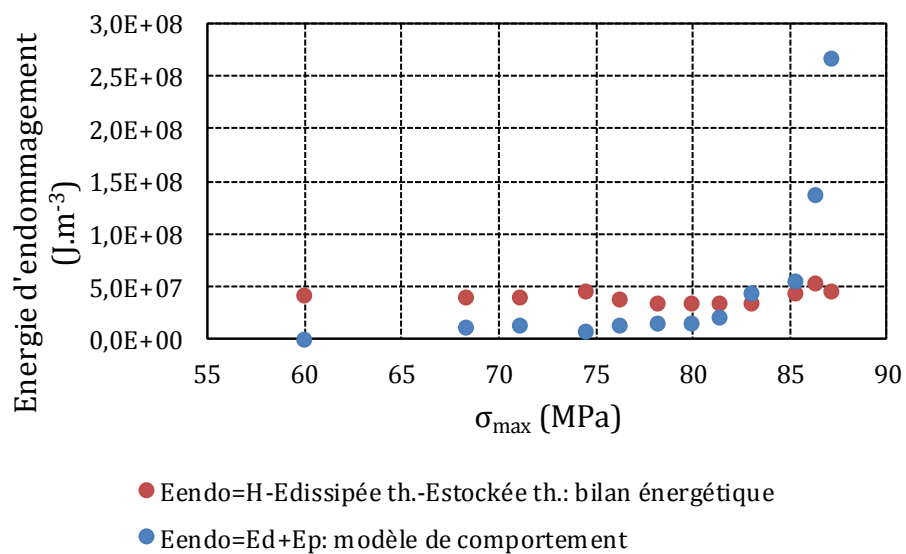
$$P_p = \frac{1}{2} \dot{\varepsilon}^p \left[-\frac{\Delta\sigma}{2\pi f} \cdot \cos(2\pi f \cdot t) + \bar{\sigma} t \right]_0^{t_{fin}} \quad 4.20$$

❖ Comparaison avec l'énergie d'endommagement obtenue par démarche énergétique

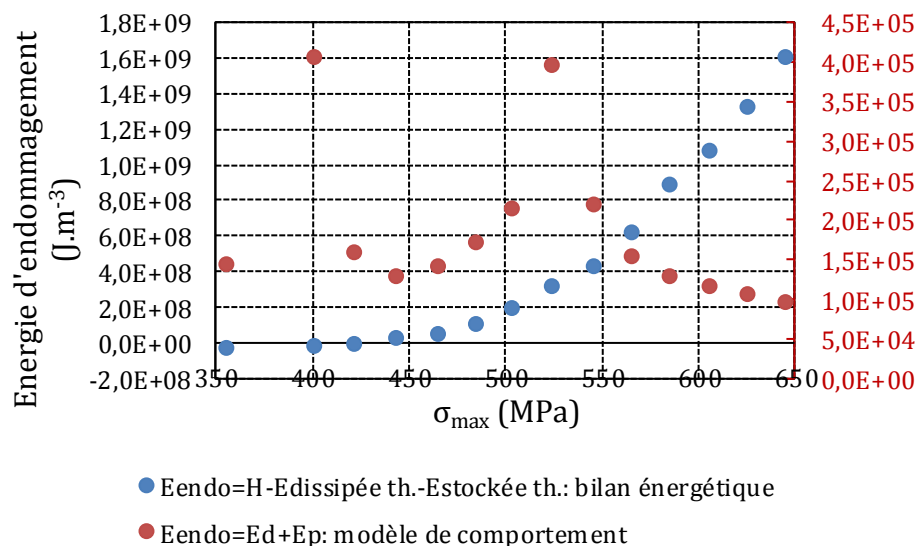
Nous avons calculé l'énergie d'endommagement de deux façons différentes, à savoir par bilan énergétique et par le biais de la dissipation intrinsèque du modèle de comportement élastoplastique endommageable appliqué au stratifié. Le calcul de l'énergie d'endommagement par bilan énergétique nous a permis de quantifier le pourcentage de l'énergie absorbée (aire des boucles d'hystérésis) qui est perdue dans les processus d'endommagement du stratifié. Les résultats de cette étude ont montré que pour les stratifiés quasi-isotropes $[\pm 45/90/0]_S$ testés sous une contrainte moyenne apparente de 250 MPa, jusqu'à 47% de l'énergie absorbée de façon irréversible est utilisée pour l'endommagement. L'autre part de l'énergie absorbée est dissipée sous forme de chaleur ou stockée thermiquement (par le biais de la capacité thermique). Dans les stratifiés $[0/90/0/90]_S$, jusqu'à 99% de l'énergie absorbée sert à endommager le matériau. Ce résultat va de pair avec les faibles élévations de températures observées pour ce stratifié.

Nous avons également calculé pour chaque bloc cyclique de chaque essai d'auto-échauffement l'énergie d'endommagement rattachée au modèle de comportement, correspondant à la somme de l'énergie dissipée en raison des phénomènes de décohérence et de plasticité (Équation 4.13). La Figure 4.48 compare l'énergie d'endommagement obtenue par bilan énergétique à l'énergie d'endommagement obtenue par la dissipation intrinsèque du modèle de comportement, pour trois stratifiés testés en auto-échauffement. Nous observons que l'énergie d'endommagement obtenue par bilan énergétique présente une évolution

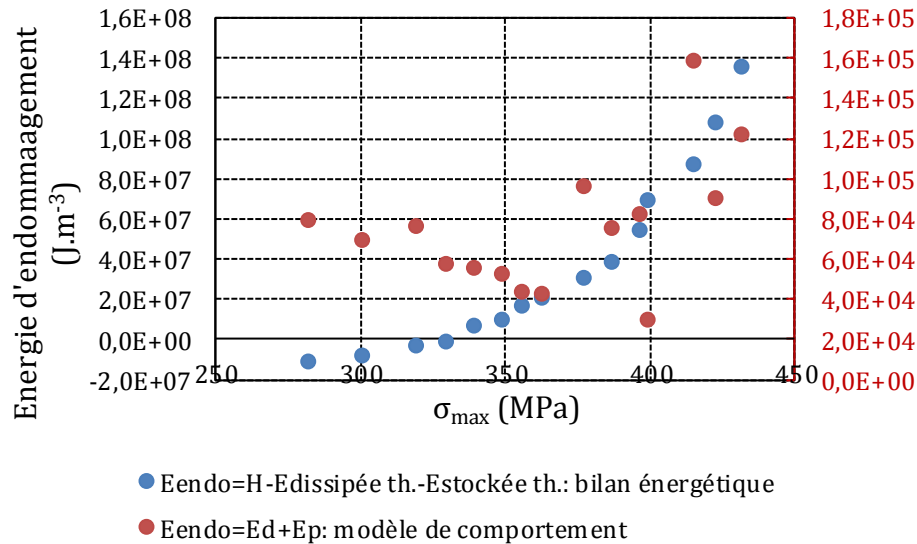
similaire à la variation de température moyenne mesurée durant les essais d'auto-échauffement. L'énergie d'endommagement liée à la dissipation intrinsèque présente au contraire une évolution totalement anarchique, à laquelle il nous semble difficile de relier les emballements de températures relevés expérimentalement. Les différences importantes entre les évolutions des deux énergies d'endommagement peuvent provenir des hypothèses de calcul (quelles évolutions des déformations élastiques et plastiques sur un bloc cyclique donné ?) ou de l'oubli d'un mécanisme d'endommagement dissipatif dans la formulation de la dissipation intrinsèque. Nous reviendrons sur ces points dans le paragraphe suivant.



(a)



(b)



(c)

Figure 4.48 : Evolution de l'énergie thermique liée à l'endommagement E_{endo} calculée par bilan énergétique et à partir du modèle de comportement durant un essai d'auto-échauffement sur stratifiés (a) $[(\pm 45)_2]_S$, (b) $[0/90/0/90]_S$, (c) quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$.

3.3 Etude numérique

Dans cette partie sont présentés les résultats de simulations numériques de l'état thermique en régime établi de différents stratifiés soumis à une source volumique interne de chaleur. Il s'agit de retrouver par simulation numérique la température moyenne stabilisée de chacun des stratifiés en fin de bloc cyclique d'un essai d'auto-échauffement. Les sources internes correspondent aux énergies d'endommagement calculées à partir du modèle de comportement dans la partie précédente.

Le problème de conduction thermique est résolu pour chaque source (c'est-à-dire pour chaque bloc cyclique de l'essai d'auto-échauffement) avec le code Eléments Finis Cast3m. Deux conditions aux limites différentes ont été utilisées, de telle façon que le problème a été résolu deux fois pour chaque source interne. Le premier cas d'étude néglige les échanges thermiques par rayonnement entre la zone utile du stratifié et son environnement et par conséquent les conditions aux limites modélisées correspondent à des échanges thermiques par convection uniquement. Dans le second cas d'étude, les échanges par rayonnement sont ajoutés aux conditions aux limites précédentes et le problème à résoudre devient non linéaire.

Dans le paragraphe suivant, nous énonçons le problème de conduction thermique et les conditions aux limites employées.

3.3.1 Enoncé des problèmes thermiques

Les simulations numériques sont réalisées avec le logiciel de calcul par éléments finis Cast3M du CEA.

Elles sont conduites en deux temps. La première étape est la résolution du problème de conduction thermique sans terme source (Équation 4.21) pour retrouver la température initiale moyenne du stratifié. Les conditions aux limites de ce problème comprennent les températures aux extrémités de la zone de l'éprouvette, qui correspondent aux températures initiales des mors haut et bas mesurées expérimentalement, et les échanges, uniquement par convection naturelle, sur les deux faces de la zone utile (Figure 4.49).

$$\left[\begin{array}{l} \text{div}(\vec{q}) = 0 \\ \vec{q} = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}}T \\ \vec{q} \cdot \vec{n} = h(T - T_a) \\ T_{\text{arête supérieure}} = T_{i \text{ mors haut}} \\ T_{\text{arête inférieure}} = T_{i \text{ mors bas}} \end{array} \right. \quad 4.21$$

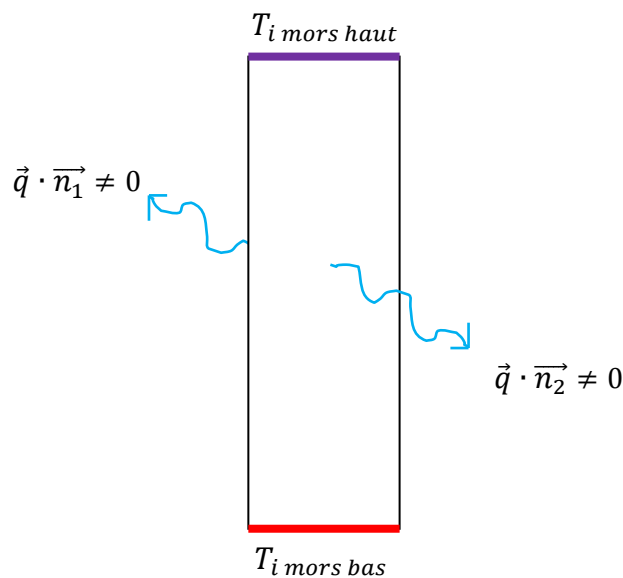


Figure 4.49 : Conditions aux limites du problème de conduction thermique

Le problème thermique 4.21 est résolu par éléments finis en prenant le vecteur des

conductivités thermiques $\lambda = \begin{bmatrix} \lambda_{xx} \\ \lambda_{yy} \\ \lambda_{zz} \end{bmatrix}$, où (x, y, z) correspond au repère du stratifié. Celui-ci est

calculé à partir des composantes du vecteur des conductivités thermiques du pli élémentaire, grâce à l'Équation 2.35 explicitée au chapitre 2. Le coefficient h est pris constant sur chaque bloc de chargement cyclique et est déterminé pour chaque bloc de façon à minimiser l'écart entre la température initiale expérimentale et la température initiale simulée en surface d'éprouvette.

La deuxième étape des simulations numériques est la résolution du problème de conduction thermique avec terme source non nul. L'état thermique de la zone utile en régime établi peut être déterminé en résolvant l'Équation 4.22 sur chaque pli des stratifiés.

$$\begin{cases} \text{div}(\vec{q}) - S = 0 \\ \vec{q} = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T \\ \text{Conditions aux limites} \end{cases} \quad 4.22$$

Le terme source S est pris égal à la somme de la dissipation intrinsèque associée au modèle élastoplastique endommageable présenté dans le chapitre 1 et de 3000 fois l'aire de la boucle d'hystérésis décrite pendant le bloc considéré (Équation 4.23).

$$S = \Delta_{int} + 3000 * f * A_{hyst} \quad 4.23$$

La dissipation intrinsèque sur un pli d'un stratifié est défini par :

$$\Delta_{int} = 2\sigma_{12}\dot{\varepsilon}_{12}^p + \sigma_{22}\dot{\varepsilon}_{22}^p + Y_{12}\dot{d}_{12} + Y_{22}\dot{d}_{22} - R(p)\dot{p} \quad 4.24$$

Les conditions aux limites comprennent le champ de température initiale en surface d'éprouvette, déterminé lors de la première étape de la simulation, et les conditions d'échanges thermiques en surface de la zone utile. Celles-ci s'expriment par les Équations 4.25 ou 4.26 en fonction des échanges thermiques pris en compte.

Lorsque les échanges par rayonnement entre la zone utile de l'éprouvette et l'environnement sont négligés, les conditions aux limites sur les faces de la zone utile correspondent à des échanges par convection naturelle (Équation 4.25).

$$\vec{q} \cdot \vec{n} = h(T_s - T_a) \quad 4.25$$

Le problème thermique 4.21 est alors résolu par simulation thermique linéaire, en prenant le coefficient h constant. Lorsque les échanges par rayonnement entre la zone utile de l'éprouvette et l'environnement sont pris en compte, les conditions aux limites sur les faces de la zone utile correspondent à des échanges par convection naturelle et rayonnement (Équation 4.26).

$$\vec{q} \cdot \vec{n} = h(T_s - T_a) + e\beta(T_s^4 - T_a^4) \quad 4.26$$

Le problème thermique 4.22 est alors résolu par simulation thermique non-linéaire.

Le modèle géométrique discrétisé est présenté en Figure 4.50. La discrétisation spatiale est réalisée avec des éléments plaques stratifiés qui proposent une variation quadratique de la température dans l'épaisseur. Les degrés de liberté sont la température sur la surface moyenne, la température sur la surface supérieure et la température sur la surface inférieure (Figure 4.51).

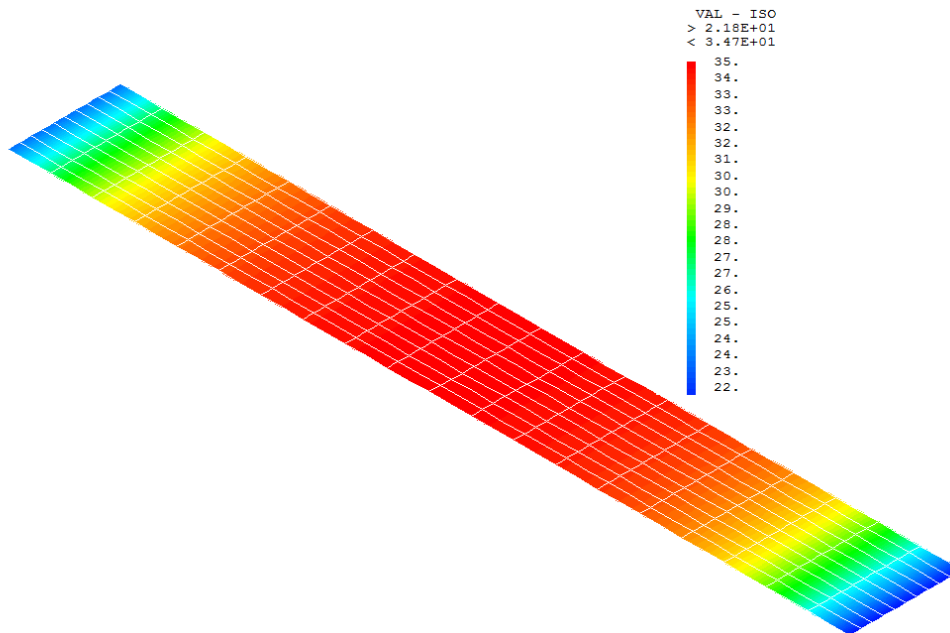


Figure 4.50 : Modèle géométrique discrétisé employé pour les simulations thermiques

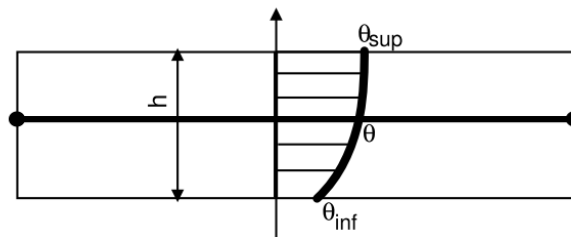


Figure 4.51 : Plaque avec répartition quadratique de la température dans l'épaisseur

3.3.2 Analyse numérique

Dans ce paragraphe sont présentés les résultats des analyses numériques effectuées sur chacune des stratifications testées par auto-échauffement. La première analyse a consisté en l'optimisation du coefficient de convection h de façon à retrouver par simulation les élévations de températures expérimentales. Nous retrouvons par simulation que le coefficient h dépend de la température de surface du stratifié. La comparaison des valeurs de h issues de la simulation avec les valeurs théoriques calculées par la formule 4.11 nous informe sur la pertinence du calcul des termes sources S et ainsi sur la fiabilité, d'un point de vue énergétique, du modèle de comportement utilisé. Dans la seconde analyse, nous utilisons l'évolution théorique de h avec la température de surface pour simuler les élévations de température des stratifiés en fonction des termes sources appliqués. L'objectif de cette seconde étude est de reconstruire les courbes d'auto-échauffement pour chacun des stratifiés et d'analyser l'écart entre la simulation et les résultats expérimentaux.

La Figure 4.52 présente l'évolution du coefficient de convection h en fonction de la température de surface simulée pour les deux conditions aux limites testées (convection seule et convection associée à du rayonnement), pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$. L'évolution du coefficient théorique avec la température est également présentée sous la forme d'une courbe pointillée.

Sur cette figure, nous observons que le coefficient d'échange dans le cas de convection seule est supérieur à celui employé dans le cas de convection et rayonnement. Il s'agit d'un résultat classique, dans le sens où rajouter des modes d'échanges de chaleur (rayonnement par exemple) diminue la température de surface du stratifié en question. Pour obtenir la même température de surface dans les deux cas d'étude, il est indispensable de diminuer la quantité de chaleur échangée par convection dans le cas où convection et rayonnement sont pris en compte, c'est-à-dire de diminuer le coefficient h dans ce cas d'étude. Nous observons également que les courbes d'évolution de h avec la température dans les deux cas d'étude sont simplement décalées l'une par rapport à l'autre mais présentent la même évolution. Cette observation nous fait dire qu'il est possible de retrouver nos résultats expérimentaux par simulation linéaire, en introduisant uniquement des échanges par convection naturelle. Dans ce cas, le coefficient d'échange « global » doit être supérieur à la valeur théorique pour notre stratifié, de façon à simuler les pertes par rayonnement.

Le coefficient h optimisé, dans le cas où convection et rayonnements sont pris en compte, montre un petit écart avec la valeur théorique (courbe pointillée). Pour des températures de surface supérieures à 25°C, la valeur de h doit être inférieure à la valeur théorique pour retrouver les élévations de températures expérimentales, ce qui signifie que les sources volumiques appliquées au modèle sont trop faibles. Au contraire, pour des températures de surface inférieures à 25°C, la valeur de h doit être supérieure à la valeur théorique, ce qui signifie que, dans ce cas, les sources sont trop importantes.

Bloc	Paramètres d'entrées simulation		Résultats							
	Convection	Convection + Rayonnement	Terme source volumique (J/m/pli)	h ($W.s^{-1}.^{\circ}C^{-1}$)	$T_{initiale\ exp}$ ($^{\circ}C$)	$T_{initiale\ simu}$ ($^{\circ}C$)	erreur (%)	$\Delta T\ exp$ ($^{\circ}C$)	$\Delta T\ simu$ ($^{\circ}C$)	erreur (%)
Bloc 1	Convection	Convection + Rayonnement	685							
Bloc 2	Convection	Convection + Rayonnement	6784	11,3	26,19	26,53	1,30	0,53	0,53	0,13
	Convection	Convection + Rayonnement		8,6	26,19	26,53	1,30	0,53	0,53	0,18
Bloc 3	Convection	Convection + Rayonnement	9075	7,2	26,24	26,66	1,59	1,02	1,03	0,34
	Convection	Convection + Rayonnement		4,5	26,24	26,66	1,59	1,02	1,02	0,38
Bloc 4	Convection	Convection + Rayonnement	8469	3,1	26,35	26,93	2,21	1,78	1,78	0,15
	Convection	Convection + Rayonnement		0,3	26,35	26,93	2,21	1,78	1,79	0,49
Bloc 5	Convection	Convection + Rayonnement	16766	4,6	26,38	26,85	1,78	2,66	2,67	0,64
	Convection	Convection + Rayonnement		1,8	26,38	26,85	1,78	2,66	2,68	0,79
Bloc 6	Convection	Convection + Rayonnement	19902	4,8	26,55	26,95	1,50	3,08	3,08	0,11
	Convection	Convection + Rayonnement		2	26,55	26,95	1,50	3,08	3,08	0,15
Bloc 7	Convection	Convection + Rayonnement	25169	4,1	26,71	27,09	1,43	4,39	4,36	0,70
	Convection	Convection + Rayonnement		1,2	26,71	27,09	1,43	4,39	4,42	0,56
Bloc 8	Convection	Convection + Rayonnement	32234	4,1	26,83	27,19	1,32	5,59	5,58	0,07
	Convection	Convection + Rayonnement		1,2	26,83	27,19	1,32	5,59	5,63	0,72
Bloc 9	Convection	Convection + Rayonnement	46380	4,7	27,00	27,29	1,09	7,32	7,28	0,47
	Convection	Convection + Rayonnement		1,8	27,00	27,29	1,09	7,32	7,29	0,30
Bloc 10	Convection	Convection + Rayonnement	59641	4,1	27,00	27,33	1,22	10,37	10,33	0,37
	Convection	Convection + Rayonnement		1,1	27,00	27,33	1,22	10,37	10,43	0,59
Bloc 11	Convection	Convection + Rayonnement	105951	5,9	27,10	27,35	0,94	14,07	14,02	0,35
	Convection	Convection + Rayonnement		2,9	27,10	27,35	0,94	14,07	14,01	0,45
Bloc 12	Convection	Convection + Rayonnement	174195	7,4	26,62	26,96	1,28	19,25	19,29	0,23
	Convection	Convection + Rayonnement		4,3	26,62	26,96	1,28	19,25	19,32	0,38

Tableau 31 : Résultats des analyses par simulation numérique des conditions aux limites sur le flux dans un problème de conduction thermique avec terme source pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$.

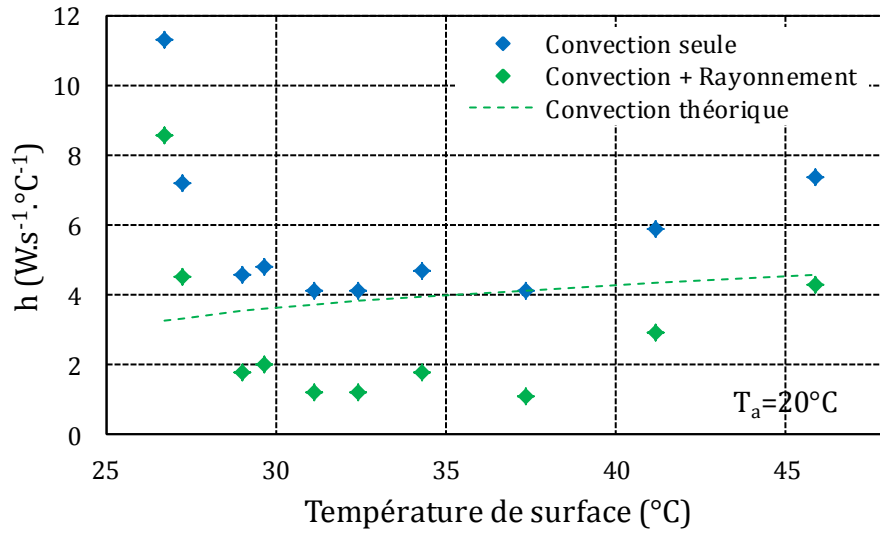


Figure 4.52 : Evolution du coefficient de convection h en fonction de la température de surface du stratifié dans les deux cas d'étude et en théorie. Résultat issu de l'essai d'auto-échauffement sur la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\overline{\sigma_{xx}} = 50 \text{ MPa}$.

La Figure 4.53 présente la reconstruction de la courbe d'auto-échauffement par simulation en utilisant l'évolution théorique du coefficient d'échange par convection h avec la température et en introduisant des pertes par rayonnement. Les sources volumiques appliquées restent celles qui ont été calculées à partir du modèle de comportement élastoplastique endommageable et de la formule 4.23. Les deux courbes ont une évolution similaire, mais les élévations de température obtenues par simulation sont moins importantes que celles mesurées expérimentalement. Cette observation est clairement visible en fin de courbe d'auto-échauffement, ce qui a, a fortiori, une répercussion sur le tracé de l'asymptote pour déterminer la limite d'endurance. Compte-tenu des remarques faites sur les valeurs du coefficient h optimisé (Figure 4.52), cette évolution était attendue. Elle réaffirme l'idée d'une sous-estimation des termes source pour cette stratification, particulièrement pour des contraintes maximales apparentes supérieures à 350 MPa.

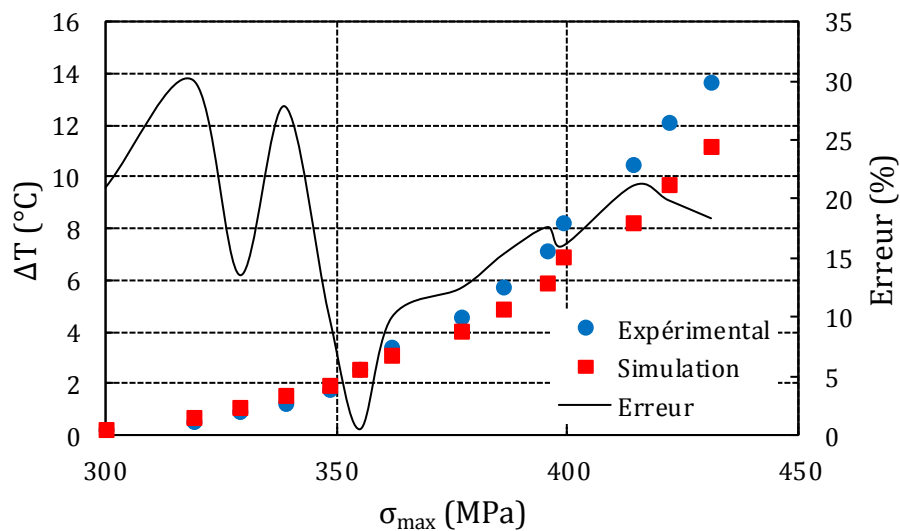


Figure 4.53 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\overline{\sigma_{xx}} = 250$ MPa.

La Figure 4.54 présente l'évolution du coefficient d'échange par convection $h(T)$ dans les deux cas de conditions aux limites étudiées sur le stratifié $[(\pm 45)_2]_S$. Celui-ci montre une évolution avec la température de surface beaucoup plus anarchique que pour le stratifié quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$. Le coefficient h optimisé est largement supérieur à sa valeur théorique pour les deux premiers blocs cycliques ; cette tendance a déjà été observée pour le stratifié quasi-isotrope $[\pm 45/90/0]_S$ (Figure 4.52). Elle signale une surestimation des termes sources calculés pour ces blocs. Le coefficient h passe ensuite sous la courbe théorique, ce qui révèle que les termes sources associés aux blocs cycliques de chargement maximal supérieur sont au contraire sous-estimés. On retrouve ces résultats sur la Figure 4.55 où sont tracées les courbes d'auto-échauffement issues des essais et de la simulation effectuée avec les valeurs théoriques de $h(T)$. Les élévations de températures restent numériquement sous-

estimées à partir du troisième bloc de chargement cyclique. Toutefois, les deux variations du taux de croissance de la température moyenne, remarqués expérimentalement pour ce stratifié (cf. chapitre 3) sont retrouvés par simulation (Figure 4.55).

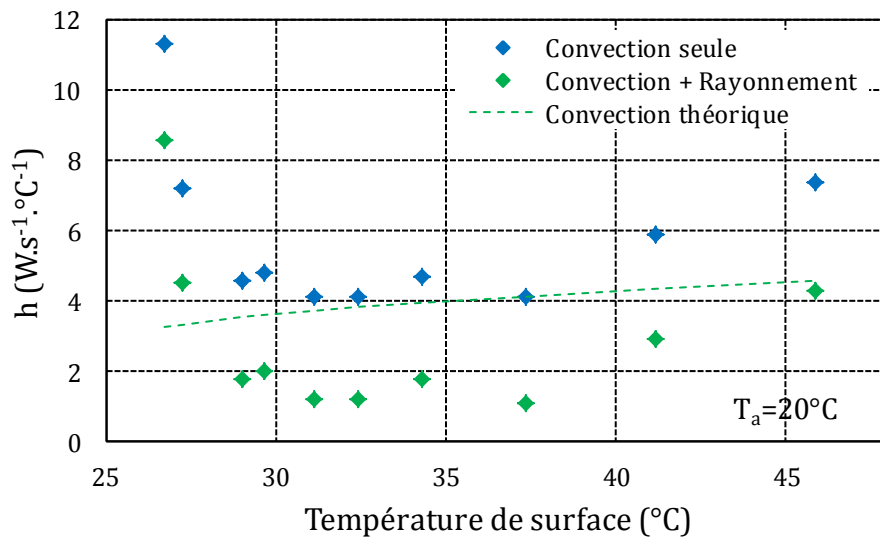


Figure 4.54 : Evolution du coefficient de convection h en fonction de la température de surface du stratifié dans les deux cas d'étude et en théorie. Résultat issu de l'essai d'auto-échauffement sur la stratification quasi-isotrope $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\bar{\sigma}_{xx} = 50$ MPa.

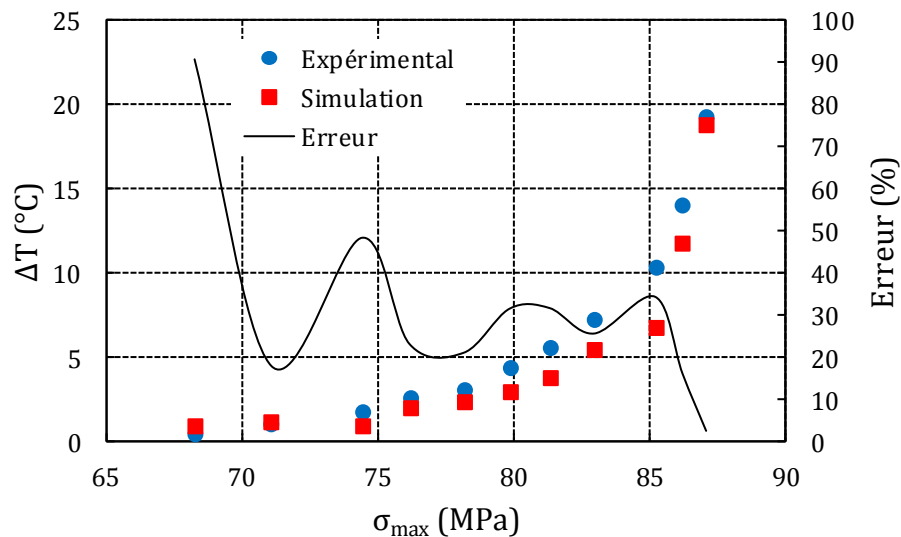


Figure 4.55 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification $[(\pm 45)_2]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\bar{\sigma}_{xx} = 50$ MPa. La courbe simulée est obtenue en utilisant l'évolution théorique de $h(T)$ avec la température de surface de l'éprouvette.

La Figure 4.56 montre les courbes d'auto-échauffement issues de l'expérimental et de la simulation sur le stratifié $[0/90/0/90]_S$ testé sous une contrainte moyenne apparente constante $\overline{\sigma_{xx}} = 335 \text{ MPa}$.

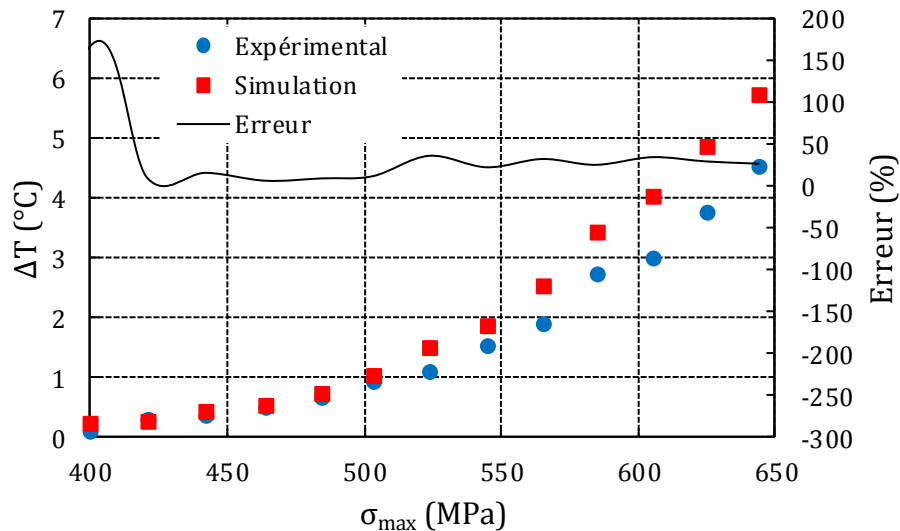


Figure 4.56 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification $[0/90/0/90]_S$ testée sous une contrainte moyenne apparente $\overline{\sigma_{xx}} = 335 \text{ MPa}$.

Les simulations menées sur les stratifiés quasi-isotropes $[+45/90/-45/0]_S$ ont montré qu'un facteur multiplicateur, dépendant du chargement, était nécessaire pour retrouver des élévations de température par simulation de même ordre de grandeur que les élévations de température expérimentales. Ces simulations ont été effectuées en attribuant une évolution théorique du coefficient $h(T)$ avec la température de surface du stratifié.

Le Tableau 32 rassemble les facteurs par lesquels ont été multipliés les termes sources associés à chaque stratifié. Le facteur multiplicateur employé pour le stratifié $[+45/90/-45/0]_S$ testé sous un rapport $R = 0,5$ signale que les termes source expérimentaux sont pratiquement 25 fois trop important (rapport 1/24,4). Cela signifie que la dissipation intrinsèque du modèle élastoplastique endommageable présenté au chapitre 1 est surestimée pour ce stratifié.

Stratifiés et conditions de chargement	Facteur multiplicateur a $S_{simu} = a * S_{exp}$ S_{simu} : source volumique utilisée pour la simulation S_{exp} : source calculée à partir des données expérimentales		Significations
[+45/90/-45/0] _S R = 0,1	8,7	Pour information, $\Delta T_{max} = 20^{\circ}C$	La source issue du modèle de comportement engendre une élévation de température trop <u>faible</u> .
[+45/90/-45/0] _S R = 0,5	$\frac{1}{24,4}$	Pour information, $\Delta T_{max} = 2^{\circ}C$	La source issue du modèle de comportement engendre une élévation de température trop <u>importante</u> .

Tableau 32 : Facteurs multiplicateurs des termes sources associés aux stratifiés quasi-isotropes testés par auto-échauffement sous rapports de charge constants.

Les Figure 4.57 et Figure 4.58 suivantes montrent les courbes d'auto-échauffement issues de l'expérimental et de la simulation sur les stratifiés quasi-isotropes [+45/90/-45/0]_S testés sous des rapports de charge R constants. La reconstruction numérique de ces courbes d'auto-échauffement a été effectuée en utilisant les facteurs multiplicateurs sur les termes sources présentés dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** précédent. On constate pour les stratifiés quasi-isotropes [+45/90/-45/0]_S que les élévations de température sont sous-estimées par la simulation numérique et d'autant plus après le chargement critique marquant l'emballement de la température moyenne. Pour ces chargements, les élévations de températures simulées sont inférieures aux élévations de température mesurées expérimentalement. Ces différences apparaissent pour les blocs de chargement situés au milieu de l'essai d'auto-échauffement mais aucun écart n'est visible sur le dernier bloc de chargement (dernier point des courbes d'auto-échauffements sur les Figure 4.57 et Figure 4.58). La sous-estimation des termes source se produit lorsque le chargement déterminé comme la limite d'endurance du stratifié est dépassé. Elle peut résulter d'une erreur de calcul des termes sources, mais le choix d'une évolution linéaire de la limite élastique avec le nombre de cycles ($\dot{\epsilon}^e = cste$ sur un bloc) durant les chargements cycliques de chaque bloc n'a pas d'influence sur le calcul de l'énergie d'endommagement dissipée en chaleur (Figure 4.59 et Tableau 33).

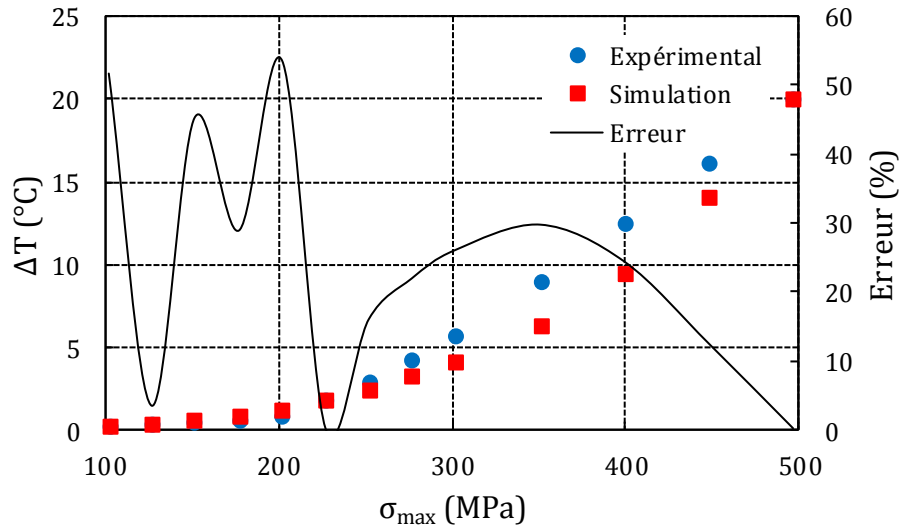


Figure 4.57 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification quasi-isotrope $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous un rapport $R = 0,1$.

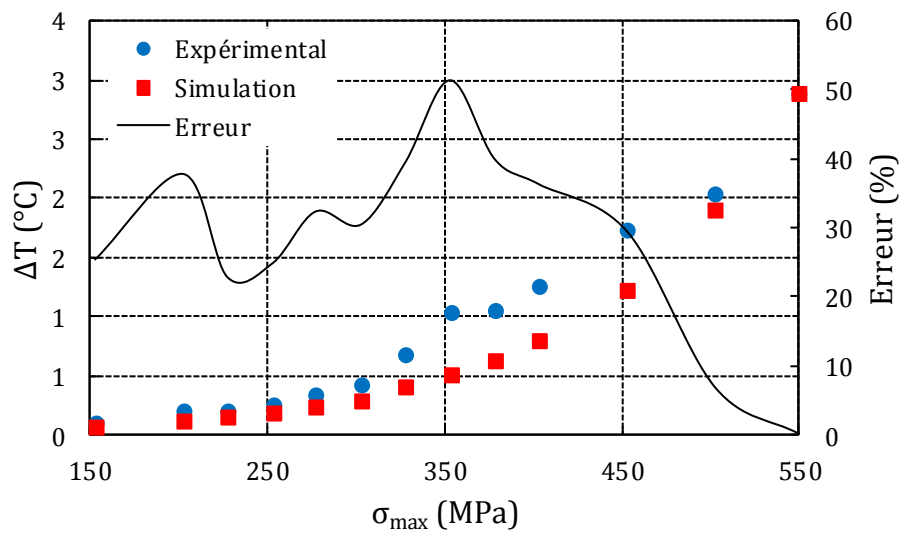


Figure 4.58 : Courbe d'auto-échauffement expérimentale et simulée pour la stratification quasi-isotrope $[+45/90/-45/0]_S$ testée sous un rapport $R = 0,5$.

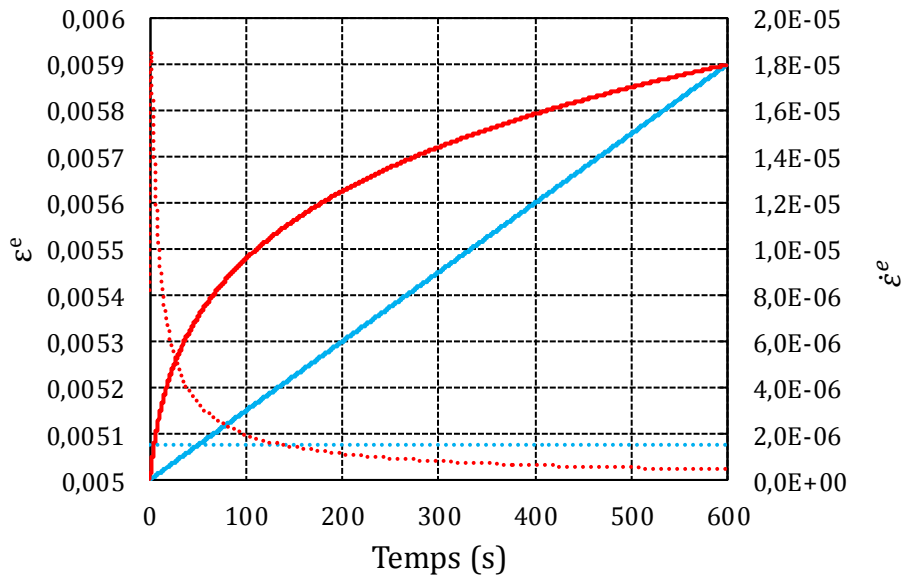


Figure 4.59 : Tracé de deux évolutions différentes de la déformation élastique et de leur dérivée associée sur un bloc quelconque d'un essai d'auto-échauffement. L'énergie dissipée par endommagement est calculée par l'aire sous la courbe $\frac{1}{2} \sigma \dot{\epsilon}^e$.

- Progression linéaire de la déformation élastique et dérivée associée
- Progression non-linéaire de la déformation élastique et dérivée associée

	Energie dissipée par endommagement $E_d(J.m^{-3}) = \int_0^{600} \frac{1}{2} (\sigma \dot{\epsilon}^e - \dot{\sigma} \epsilon^e) dt$
Progression linéaire de la déformation élastique sur un bloc cyclique (—)	$0,0225 \pm 0,013782. 10^{-6}$
Progression non linéaire de la déformation élastique sur un bloc cyclique (—)	$0,0225 \pm 0,027896. 10^{-4}$

Tableau 33 : Energie dissipée par endommagement calculée pour les deux progressions de la déformation élastique proposées sur la Figure 4.59.

Au regard du Tableau 32, la modélisation des stratifiés quasi-isotropes [+45/90/−45/0]_S induit soit une surestimation ou une sous-estimation des termes sources, celles-ci étant fonctions du rapport de charge. Dans le cas d'un chargement à $R = 0,1$ (correspondant à un chargement cyclique de grandes amplitudes), le facteur multiplicateur 8,7 signale une sous-estimation des termes sources issus du modèle d'endommagement. Cela signifie qu'une dissipation rattachée à l'endommagement des stratifiés n'a pas été mesurée ni incluse dans le calcul. Il peut s'agir d'une énergie de frottement, qui augmente en même temps que le réseau

de fissures intra- et interlaminaires. Cet oubli expliquerait l'erreur grandissante entre les élévations de température expérimentales et les simulées à mesure que l'amplitude de chargement augmente, remarquée pour le stratifié quasi-isotrope en Figure 4.53.

4 Conclusion

Ce chapitre s'est intéressé à la compréhension de la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance basée sur les essais d'auto-échauffement. Nous avons conclu dans le chapitre précédent qu'en utilisant une analyse raisonnée des courbes d'auto-échauffement des divers stratifiés, il était possible d'accéder à la limite d'endurance, tout au moins à un chargement qui s'en approche. Dans ce chapitre, nous avons voulu comprendre comment le suivi de la température en surface d'un stratifié chargé sur quelques milliers de cycles peut nous mener à la limite d'endurance de ce stratifié, alors que celle-ci est d'ordinaire évaluée après plusieurs millions de cycles et nécessite de nombreux tests destructifs.

Dans un premier temps, cette étude est passée par la comparaison qualitative et quantitative de l'endommagement des stratifiés testés en auto-échauffement et en fatigue classique. Les variations du taux de croissance de la température observées sur les courbes d'auto-échauffement traduisent en effet l'apparition de mécanismes dissipatifs, synonymes d'endommagement pour ce type de matériau. L'objectif de cette étude est de s'informer si un essai d'auto-échauffement, en jouant sur le cumul d'endommagement sous différents niveaux de chargement, peut reproduire un état d'endommagement dans le stratifié proche de celui obtenu à très grand nombre de cycles sous un chargement proche de la limite d'endurance. La mesure qualitative de l'endommagement a été réalisée au travers d'analyses tomographiques sur des échantillons représentatifs des deux types d'essais cycliques. Les échantillons représentatifs de l'état d'endommagement obtenu en fatigue à très grand nombre de cycles ont été prélevés sur des éprouvettes ayant subi des durées de chargement supérieures à 5 millions de cycles, ce qui signifie que leur chargement est proche de la limite d'endurance. Les échantillons représentatifs des états d'endommagement atteints pendant un essai d'auto-échauffement ont été prélevés sur des éprouvettes ayant subi un essai d'auto-échauffement jusqu'au bout ainsi que sur des éprouvettes pour lesquelles l'essai d'auto-échauffement a été stoppé à un chargement où un emballement de température a été mesuré. Les analyses tomographiques réalisées sur le stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ révèlent l'existence de deux mécanismes d'endommagement apparaissant l'un à la suite de l'autre durant les essais d'auto-échauffement. Le premier emballement de température relevé sur les courbes d'auto-échauffement de ce stratifié est dû à l'apparition d'endommagement à l'échelle microscopique comme de la décohésion fibre/matrice. Sous chargements répétés, les décohésions fibre/matrice sont des sites d'amorçage de fissures matricielles, fatales à long terme pour le stratifié. Des fissures matricielles sont justement présentes sous la forme d'un réseau de fissuration critique dans le stratifié $[(\pm 45)_2]_S$ testé jusqu'au bout de l'essai d'auto-échauffement ainsi que dans le stratifié testé à très grand nombre de cycles. La méthode d'analyse de la courbe d'auto-échauffement, proposée dans le chapitre 3, s'appuie ainsi sur l'apparition du mécanisme précurseur de la rupture par fatigue. Pour les stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$, il s'agit de la décohésion fibre/matrice.

La mesure quantitative de l'endommagement dans les stratifiés testés en auto-échauffement et en fatigue sous amplitude constante a été étudié de façon identique au chapitre précédent, à savoir à l'échelle du stratifié par le biais de la perte de rigidité, de la déformation résiduelle et de l'aire des boucles d'hystérésis. Le suivi de ces indicateurs macroscopiques

d'endommagement durant les essais de fatigue a montré que le taux de variation de l'endommagement dans les stratifiés n'est pas constant et dépend de l'amplitude du chargement. Une perte de rigidité rapide des stratifiés est observé durant les premiers 10% de la durée de vie et celle-ci est d'autant plus importante que la contrainte maximale est élevée. Les propriétés élastiques des stratifiés se stabilisent ensuite, en raison de l'établissement d'un réseau de fissures critique dépendant de la sévérité du chargement. Nous avons comparé la valeur asymptotique de la rigidité des stratifiés testés en fatigue à la rigidité des stratifiés testés en auto-échauffement. Pour les stratifiés $[(\pm 45)_2]_S$ et $[\pm 45/90/0]_S$, l'étude révèle que la valeur de la variable d'endommagement D_{xx} obtenue à la fin du dernier bloc de chargement cyclique de l'essai d'auto-échauffement est très proche de la valeur asymptotique de D_{xx} lorsque le stratifié est chargé en fatigue sous une amplitude proche de la limite d'endurance. Ce résultat est cohérent avec les états de fissuration révélés par tomographie pour les deux types d'essais. La variable d'endommagement D_{xx} , dépendante de la rigidité des stratifiés, reflète leur état de fissuration. L'importance du comportement visqueux du pli élémentaire chargé en cisaillement est mis en avant par la comparaison de la déformation résiduelle du stratifié croisé $[(\pm 45)_2]_S$ testé en fatigue à grand nombre de cycles et en auto-échauffement.

Dans un deuxième temps, une démarche énergétique a été suivie afin de quantifier les évolutions de l'énergie d'endommagement des stratifiés durant un essai d'auto-échauffement à partir des mesures de champ thermique. Cette énergie d'endommagement a été comparée à l'énergie tirée de la dissipation intrinsèque des stratifiés dont le comportement est approché avec le modèle élastoplastique endommageable présenté au chapitre 1. Des écarts sont à noter, particulièrement lorsque le chargement dépasse la limite d'endurance des stratifiés. Ils peuvent s'expliquer par l'apparition d'un mécanisme dissipatif, comme du frottement interlaminaire, qui n'est pas modélisé. La reconstruction par simulation numérique des courbes d'auto-échauffement à l'aide des valeurs de la dissipation intrinsèque corrobore cette hypothèse. L'apparition de friction entre les plis, particulièrement importante dans le cas du stratifié multidirectionnel $[+45/90/-45/0]_S$ testé sous un rapport de charge $R = 0,1$, résulte de la création et de l'expansion des zones délaminées en surface des plis à 90° . Ce phénomène remet en cause, à ce stade d'endommagement, l'hypothèse d'un milieu continu homogène équivalent sur laquelle est basée la théorie des stratifiés. Elle introduit la problématique qui est la limite de l'utilisation de la mécanique des milieux continus au profit de la mécanique de la rupture. Dans ce cas, un modèle de délaminage pourrait sans doute permettre de prendre en compte la séparation des plis dans le calcul énergétique.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

*« Si nous avons chacun un objet et que nous les échangeons, nous avons chacun un objet. Si nous avons chacun une idée et que nous les échangeons, nous avons chacun deux idées. »
Proverbe chinois*

Les composites stratifiés renforcés de fibres de carbone, en raison principalement de leurs importantes propriétés spécifiques, remplacent de plus en plus les matériaux métalliques dans les structures porteuses du domaine des transports. Leur emploi dans les structures nautiques ou aéronautiques renforce le besoin de mieux comprendre leur comportement et les mécanismes de rupture sous chargement cyclique. Comprendre la rupture par fatigue nécessite d'étudier l'apparition et la progression de l'endommagement dans ces matériaux composites sous différents niveaux de chargement. En effet, contrairement aux matériaux métalliques qu'ils remplacent, les composites stratifiés peuvent développer un état d'endommagement dès les premiers cycles. Cependant, après cette phase d'adaptation, la rupture par fatigue peut se produire plusieurs millions de cycles plus tard. Les composites stratifiés renforcés de fibres de carbone présentent cette particularité. Ils sont sensibles à la fatigue, et plus particulièrement lorsque la direction du chargement est différente de l'axe de renforcement. Dans ce cas-là, il faut comprendre que la grande rigidité des fibres de carbone ne protège plus le stratifié contre le phénomène de fatigue mais que la tenue du stratifié va dépendre également de la qualité de l'interface fibre/matrice et des propriétés de la matrice, entre autres. Les industriels du secteur nautique se penchent depuis quelques années sur le phénomène de fatigue dans les composites stratifiés carbone. Compte-tenu des expériences malheureuses survenues à plusieurs reprises sur des multicoques de course utilisant ces matériaux (rupture du mât du catamaran Orange en 2002, rupture du bras de flotteur arrière du trimaran Groupama 3 en 2009), le sujet n'est effectivement pas à prendre à la légère. A la suite de ces sinistres, le dimensionnement en fatigue de structures stratifiées, réalisé en appliquant de forts coefficients de sécurité aux propriétés obtenues sous chargements statiques, est en passe d'être revu. Dans cette optique, de larges études sur le comportement en fatigue des stratifiés sont nécessaires, lesquelles s'accompagnent naturellement de campagnes expérimentales consommatrices de temps et de matière. Dans le contexte actuel, où les industriels doivent s'orienter vers une « éco-conception » et une consommation raisonnée des réserves fossiles d'où sont tirées les fibres de carbone, ces larges campagnes expérimentales doivent être réduites à leur strict minimum. On comprend alors que la mise en point d'une méthode de détermination rapide de la limite d'endurance fondée sur des essais d'auto-échauffement durant moins de 3h est intéressante. Cette mise au point passe par une caractérisation du comportement thermomécanique cyclique des matériaux stratifiés de façon à lier la progression de l'endommagement aux mécanismes dissipatifs de fatigue. Comment relier l'endommagement de fatigue à une mesure de champ de température ?

Le présent travail a porté sur l'application des essais d'auto-échauffement à l'étude du comportement en fatigue de stratifiés à matrice époxy renforcée de fibres de carbone. Les essais d'auto-échauffement sont présentés comme une alternative très intéressante aux

longues campagnes expérimentales de fatigue constituées d'essais sous amplitude de chargement constante. Ce type d'essai a fait ses preuves dans le cas d'éprouvette « volume élémentaire » en matériau métallique, élastomère ou polymère renforcé de fibres courtes en tant qu'outil de prévision de la tenue à la fatigue. Différents modèles ont déjà été développés pour ces matériaux et sont capables de rendre compte du comportement thermique voire de fatigue des éprouvettes testées. Nous étions donc en droit de nous demander dans quelle mesure cette technique était ou non transposable aux matériaux plus hétérogènes et anisotropes à l'échelle macroscopique, tels que les composites renforcés de fibres longues. Nous avons donc effectué une large campagne expérimentale d'essais d'auto-échauffement sur diverses stratifications de notre matériau, un pli élémentaire de carbone TR50 et résine époxy de classe 120. Les stratifications testées ont été choisies de façon à faire ressortir le comportement dans l'axe et hors axe du pli élémentaire, ainsi que les comportements couplés. Nous nous sommes intéressés à des chargements de traction/traction uniquement et la plus grande partie des essais cycliques a été effectuée à contrainte moyenne constante. Il s'agit de conditions de chargement habituellement rencontrées par les structures de coques de voiliers, conçues précontraintes. Les chargements alternant traction et compression ont été abandonnés dans le but de simplifier l'étude, en évitant notamment d'aborder la question de l'interaction entre endommagement de traction et endommagement de compression. Dans le souci de pouvoir revenir au comportement du pli élémentaire à partir de l'étude du comportement des différents stratifiés choisis, les niveaux de contrainte moyenne appliqués aux stratifiés multidirectionnels étudiés ont été choisis de façon à atteindre le niveau de contrainte subi par le pli élémentaire testé dans sa direction transverse et en cisaillement dans les stratifiés unidirectionnels. Il s'agit des directions de sollicitation du pli élémentaire les plus sensibles au phénomène de fatigue.

Les courbes d'auto-échauffement des différents stratifiés ont été construites à partir de mesures de champ thermique relevées par une caméra infrarouge. Elles tracent la température moyenne stabilisée pour un bloc de 3000 cycles sous une amplitude de contrainte donnée, obtenue en moyennant les températures de l'ensemble des pixels contenus dans la zone utile de l'éprouvette. La variation du taux de croissance de la température moyenne des stratifiés soumis aux essais d'auto-échauffement nous a permis de proposer une méthode d'analyse des courbes d'auto-échauffement dont le but est de déterminer la limite d'endurance du matériau. Cette méthode s'est appuyée sur des analyses à l'échelle macroscopique et microscopique des mécanismes d'endommagement se développant au sein des différents stratifiés pendant les essais. En effet, les modifications du taux de croissance de la température signalent l'apparition de mécanismes d'endommagement les plus importants dépendant de la stratification testée. La présence de plusieurs ruptures de pente sur les courbes d'auto-échauffement révèle l'apparition progressive de différents mécanismes. L'endommagement des stratifiés multidirectionnels, par exemple, débute par la fissuration des plis transverses avant d'atteindre les plis dont l'axe des fibres est proche de la direction de sollicitation. Les essais d'auto-échauffement effectués sur les stratifiés croisés $[\pm 67,5]_5$ et unidirectionnels $[90]$ n'ont pas abouti clairement à une telle évolution de la température. Nous avons mis ce résultat sur le compte des conditions de chargement (traction/traction), qui ne permettent pas, pour ce type de stratifiés, de faire « travailler » les fissures matricielles. Des essais de charge/décharge quasi-statiques sur ces deux stratifiés ont confirmé le caractère

endommageable du pli élémentaire dans ces directions mais les mesures thermiques effectuées par caméra infrarouge révèlent une baisse continue de la température moyenne de l'éprouvette malgré cet endommagement progressif certain. Par conséquent, les variations du taux de croissance de la température observés sur les courbes d'auto-échauffement pour les stratifiés multidirectionnels ne proviennent pas des plis transverses mais de l'endommagement des plis orientés ou des plis longitudinaux. Ainsi, pour des chargements de traction/traction, il est illusoire d'espérer déterminer la limite d'endurance de stratifiés multidirectionnels si on la définit comme le chargement limite marquant la fatigue des plis transverses. Dans notre étude, nous avons considéré la rupture par fatigue des stratifiés multidirectionnels comme la rupture des plis à 0°. De ce fait, l'augmentation de température durant les essais d'auto-échauffement provient essentiellement de la fissuration des plis sollicités en cisaillement.

Une large campagne de fatigue a été réalisée dans le but de valider la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance par essais d'auto-échauffement proposée pour les stratifiés. Des essais de fatigue sous amplitude de contrainte constante ont été menés sur chacun des stratifiés testés préalablement en auto-échauffement. Ils nous ont permis de construire les courbes de Wöhler et ont prouvé la cohérence de la limite d'endurance déterminée par auto-échauffement. L'évolution de l'endommagement des stratifiés testés en fatigue et en auto-échauffement a également été étudiée dans le but d'évaluer la logique de la méthode. Est-il possible de relier l'état d'endommagement du stratifié à la fin du bloc cyclique dont le chargement est le plus proche de la limite d'endurance (c'est-à-dire également proche du chargement pour lequel une rupture de pente a été observée) à celui du stratifié testé à très grand nombre de cycles ? Les analyses tomographiques, effectuées sur des stratifiés soumis aux deux types d'essai, révèlent que les stratifiés atteignent à la fin d'un essai d'auto-échauffement un état de fissuration identique à celui détecté dans les stratifiés testés en fatigue à très grand nombre de cycles. La variation du taux de croissance de la température moyenne signale l'apparition du mécanisme critique responsable de la rupture du stratifié en fatigue. Ces résultats issus de l'analyse de l'endommagement à l'échelle microscopique ont été validés par le suivi d'indicateurs macroscopiques d'endommagement tels que la rigidité du stratifié, la déformation résiduelle dans l'axe de la sollicitation et l'aire des boucles d'hystérésis. Les valeurs de ces indicateurs obtenues en fin d'essai de fatigue à très grand nombre de cycles ont été comparées à celles atteintes durant les essais d'auto-échauffement. Lorsque le comportement visqueux de la résine n'influe que légèrement sur le comportement global du stratifié, les stratifiés testés par auto-échauffement accusent une perte de rigidité et une déformation résiduelle proches de celles relevées sur les stratifiés testés à très grand nombre de cycles.

L'objectif de la dernière partie de ce travail de thèse a été la reconstruction des courbes d'auto-échauffement à partir des mesures d'endommagement. En effectuant un bilan énergétique des stratifiés sur chacun des blocs cycliques des essais d'auto-échauffement, nous avons pu évaluer le pourcentage d'énergie dissipée par endommagement par rapport à l'énergie initiale absorbée. Les propriétés thermiques du pli élémentaire, telles que la capacité calorifique ou les conductivités thermiques, déterminées expérimentalement, nous ont permis d'évaluer les énergies perdues par convection, conduction et rayonnement à partir de

l'évolution du champ thermique. Pour les stratifiés multidirectionnels testés (stratifiés quasi-isotropes), entre 20 et 40% de l'énergie absorbée par le matériau est dissipée par les processus irréversibles. Ce pourcentage croît avec l'amplitude du chargement. L'énergie d'endommagement issue de cette démarche énergétique « 0D » est ensuite comparée à l'énergie calculée par le biais de la dissipation intrinsèque liée au modèle élastoplastique endommageable utilisé. Pour chaque bloc cyclique d'auto-échauffement, l'énergie d'endommagement issue du modèle est calculée et utilisée pour retrouver les élévations de températures expérimentales par simulation numérique. La dissipation intrinsèque est appliquée comme source de chaleur volumique à un modèle géométrique constitué d'éléments finis de type plaque. Les élévations de température issues de la simulation permettent de reconstruire les courbes d'auto-échauffement expérimentales obtenues pour les stratifiés $[\pm 45]_S$ et quasi-isotropes. Les simulations thermiques conduites sur les stratifiés $[0/90]_S$ révèlent une sous-estimation du terme source dans l'équation de la chaleur. Les fissures interlaminaires et intralaminaires apparaissant sur toute la longueur de l'éprouvette peuvent être à l'origine de phénomènes de frottement. Générateurs de chaleur, ces phénomènes sont d'autant plus prononcés que l'amplitude du chargement est élevée. Cette hypothèse concorde avec les résultats de la comparaison entre les élévations de températures expérimentales et simulées pour ce type de stratifié croisé.

Cette dernière remarque introduit la problématique de la cohérence de la réponse mécanique et énergétique des modèles de comportement. Un modèle de comportement peut en effet être mécaniquement fiable sur une gamme de sollicitations sans pour autant être énergétiquement cohérent. Les résultats de la comparaison expérimental/simulation réalisée montrent qu'il serait pertinent de réécrire la dissipation intrinsèque en incluant par exemple un terme lié à la dissipation visqueuse et un terme lié aux frottements inter- et intralaminaires. Pour évaluer ce terme, nous pourrions commencer par revenir à la théorie de la tribologie en nous intéressant au coefficient de frottement d'un pli sur un autre. D'autres perspectives à court ou moyen termes peuvent être envisagées. Entre autres, l'approche énergétique utilisée s'est appuyée sur des propriétés physiques et thermiques indépendantes de la température et de l'état d'endommagement du pli élémentaire. Or l'endommagement, par la formation de fissures, introduit des discontinuités supplémentaires au sein des stratifiés. Ces discontinuités sont présentes aussi bien à l'échelle microscopique, par le biais des décohésions fibre/matrice qu'à l'échelle macroscopique, sous forme de délaminages partiels ou totaux (perte de cohésion entre les différents plis du stratifié). Nous avons montré dans ce manuscrit deux simulations visant à étudier l'impact d'une fissure intralaminare sur les propriétés de conductivité du pli élémentaire puis d'un stratifié croisé. Cependant, la dépendance des propriétés thermiques du matériau à l'état d'endommagement nous semble une problématique suffisamment importante pour approfondir davantage cette étude. Nous proposerions par exemple d'effectuer des mesures expérimentales du tenseur des conductivités de stratifiés à différents stades de fissuration. En dehors d'augmenter la fiabilité de l'approche « 0D » pour le calcul de l'énergie d'endommagement proposée dans ce manuscrit, l'introduction de la dépendance des propriétés thermiques à l'état d'endommagement et à la température permettra a posteriori d'effectuer des simulations non-isothermes du comportement en fatigue du pli élémentaire.

Ce travail ouvre également des perspectives à plus long terme. Nous avons montré l'intérêt des essais d'auto-échauffement pour la détermination de la limite d'endurance de stratifiés soumis à des sollicitations de fatigue en traction. Nous imaginons que cette méthode pourrait également être utilisée pour déterminer la durée de vie restante d'un stratifié endommagé, en comparant par exemple la courbe d'auto-échauffement du matériau sain avec celle du matériau endommagé. De plus, par cette idée, nous saisissons l'opportunité d'étudier le phénomène de cumul d'endommagement dans les stratifiés en profitant du gain de temps offert par les essais d'auto-échauffement. Tester ces essais sur des stratifiés soumis à des chargements alternés ou de compression permettraient d'étudier la fiabilité de la méthode de détermination rapide de la limite d'endurance en fonction des sollicitations. Ce travail de thèse a montré l'utilité des essais d'auto-échauffement pour l'étude du comportement en fatigue des composites renforcés de fibres longues et déterminer la limite d'endurance en réduisant drastiquement la durée et le nombre d'essais. Il s'agirait maintenant d'élargir le champ d'application de cette méthode aux tissus et aux composites tissés 3D.

RÉFÉRENCES

- Aghazadeh Mohandesi, J. & Majidi, B., 2009. Fatigue damage accumulation in carbon/epoxy laminated composites. *Materials and Design*, Volume 30, pp. 1950-1956.
- Aglan, H., Gan, Y., Chu, F. & Zhong, W., 2003. Fatigue fracture resistance analysis of polymer composites based on the energy expanded on damage formation. *Journal of Reinforced Plastics Composites*, Volume 22, pp. 339-360.
- Allix, O. & Deü, J.-F., 1997. Delayed-damage modelling for fracture prediction of laminated composites under dynamic loading. *Engineering Transactions*, Volume 45, pp. 29-46.
- Argon, A., 1976. Stresses in and around slender elastic rods and platelets of different modulus in an infinite elastic medium under uniform. *Fiber Science and Technology*, pp. 265-275.
- Aroush, D. et al., 2006. A study of fracture of unidirectional composites using in situ high resolution synchrotron x-ray microtomography. *Composites Science and Technology*, 66(10), pp. 1348-1353.
- Auriault, J.-L., Boutin, C. & Geindreau, C., 2009. *Homogénéisation de phénomènes couplés en milieux hétérogènes I*. Paris: Lavoisier.
- Bailleul, J.-L. et al., 1996. Identification des propriétés thermiques de composites fibres de verre/résines therm durcissables. *Revue Générale de Thermique*, Volume 35, pp. 65-77.
- Balageas, D. et al., 2006. Thermography as a routine diagnostic for mechanical testing of composites. *QIRT Journal*, Volume 10, pp. 1-22.
- Beck, J. & Marnoldorlet, J., 1977. *Parameter estimation of non linear parameters*. New York: John Wiley & Sons.
- Bernay, P., 1992. *Les préimprégnés dans le nautisme*. Paris, s.n.
- Besson, J., Cailletaud, G., Chaboche, J. & Forest, S., 2001. *Mécanique non linéaire des matériaux*. s.l.:Hermès Science.
- Blassiau, S., Thionnet, A. & Bunsell, A., 2006. Micromechanisms of load transfer in a unidirectional carbon fibre reinforced epoxy composite due to fibre failures. Part E/ Influence of viscoelastic and plastic matrices on the mechanisms of load transfer. *Composites Structures*, 74(3), pp. 319-331.
- Boutaous, A., Peseux, B., Gornet, L. & Belaidi, A., 2006. A new modeling of plasticity coupled with the damage and identification for carbon fibre composite laminates. *Composite Structures*, Volume 74, pp. 1-9.
- Bremont, P., 1996. La thermographie pour voir les contraintes. *Mesures*, Volume 653, pp. 53-56.

- Bremont, P. & Potet, P., 1994. *Démodulation synchrone des images thermiques: application à l'analyse expérimentale des structures*. s.l., Thermographie Quantitative.
- Busigniesa, V. et al., 2006. Quantitative measurements of localized density variations in cylindrical tablets using x-ray microtomography. *European Journal of Pharmacy*, Volume 64, pp. 38-50.
- Cantwell, W. & Morton, J., 1992. The significance of damage and defects and their detection in composites materials - a review. *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, Volume 27, pp. 29-42.
- Chaboche, J., 1993. Development of CDM for elastic solids sustaining anisotropic and unilateral damage. *International Journal of Damage Mechanics*, Volume 2, pp. 311-329.
- Chaboche, J., 1996. Thermodynamic formulation of constitutive equations and application of viscoplasticity and viscoelasticity of metals and polymers. *International Journal of Solids and Structures*, 34(18), pp. 2239-2254.
- Chaboche, J., Lesne, O. & Pottier, T., 1998. Continuum Damage Mechanics of composites: towards a unified approach. Dans: *Damage Mechanics in Engineering Materials*. s.l.:Elsevier Science, pp. 3-26.
- Charkaluk, E. & Constantinescu, A., 2006. Estimation of the mesoscopic thermoplastic dissipation in High-Cycle Fatigue. *Compte-rendus Mécanique*, Volume 334, pp. 373-379.
- Charkaluk, E., Constantinescu, A., Maitournam, H. & Dang Van, K., 2009. Revisiting the Dang Van criterion. 1(143-146).
- Chatain, M., 1993. *Comportement physique et thermomécanique des plastiques*, a3110: Techniques de l'Ingénieur.
- Chrysochoos, A. & Louche, H., 2000. An experimental image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation. *International Journal of Engineering Science*, Volume 38, pp. 1759-1788.
- Chrysochoos, A. & Peyroux, R., 1998. Analyse expérimentale et modélisation numérique des couplages thermomécaniques dans les matériaux solides. *Revue Générale de Thermique*, Volume 37, pp. 582-606.
- Clienti, G. et al., 2010. A first approach to the analysis of fatigue parameters by thermal variations in static tests on plastics. *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 77, pp. 2158-2167.
- Coirier, J., 2001. *Mécanique des milieux continus: cours et exercices corrigés*. s.l.:Sciences Sup. Dunod, 2e édition.
- Coronado, P. et al., 2012. Influence of temperature on a carbon-fibre epoxy composite subjected to static and fatigue loading under mode-I delamination. *International Journal of Solids and Structures*, 49(21), pp. 2934-2940.

- Costa Mattos, H. & Abreu Martins, S., 2013. Plastic behavior of an epoxy polymer under cyclic tension. *Polymer Testing*, Volume 32, pp. 1-8.
- Dattoma, V. & Giancane, S., 2013. Evaluation of energy of fatigue damage into GFRC through digital image correlation and thermography. *Composites: Part B*, Volume 47, pp. 283-289.
- De Baere, I., Van Paepegem, W., Quaresimin, M. & Degrieck, J., 2011. On the tension-tension fatigue behavior of a carbon reinforced thermoplastic part I: Limitations of the ASTM D3039/D3479 standard. *Polymer Testing*, 30(6), pp. 625-632.
- Decolon, C., 2000. *Structures composites - calcul des plaques et des poutres multicouches*. Paris: Hermès Science Publications.
- Degrieck, J. & Van Paepegem, W., 2001. Fatigue damage modeling of fibre-reinforced composite materials: Review. *Applied Mechanics Review*, Volume 54, pp. 279-299.
- Dixon, W., 1965. The Up-and-Down Method for Small Samples. *Journal of the American Statistical Association*, pp. 967-978.
- Doudard, C., 2003. *Détermination rapide de la limite d'endurance d'acier*. LBMS, Université de Bretagne Occidentale: Thèse de Doctorat.
- Doudard, C. et al., 2004. Identification of the scatter in high cycle fatigue from temperature measurements. *Comptes Rendus Mécanique*, Volume 332, pp. 795-801.
- Eshelby, J., 1957. The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion. *Procedures Royal Society of London*, pp. 376-396.
- Ezanno, A. et al., 2010. Fast characterization of high-cycle fatigue properties of a cast copper-aluminium alloy by self-heating measurements under cycling loadings. *Procedia Engineering*, Volume 2, pp. 967-976.
- Feltner, C. & Morrow, J., 1961. Microplastic strain hysteresis energy as a criterion for fatigue fracture. *Journal Basic Engineering*, pp. 15-22.
- Gamstedt, E., Redon, O. & Bronsted, P., 2001. Fatigue dissipation and failure in unidirectional and angle-ply glass fiber/carbon fiber hybrid laminates. *Key Engineering Materials*, Volume 35, pp. 221-222.
- Gamstedt, E. & Sjoegren, B., 1999. Micromechanisms in tension-compression fatigue of composite laminates containing transverse plies. *Composites Science and Technology*, Volume 59, pp. 167-178.
- Garnier, B. & Danes, F., 1994. Critère de choix d'un appareil de type calorimétrie différentielle à balayage pour l'étude des cinétiques chimiques et du terme source dans l'équation de la chaleur. *Journal of Thermal Analysis*, Volume 41, pp. 1619-1627.
- Gay, D., 1991. *Matériaux composites*. s.l.:Lavoisier.

- Germain, P., 1973. *Cours de Mécanique des Milieux Continus*. s.l.:Masson et Cie.
- Giancane, S., Chrysochoos, A., Dattoma, V. & Wattrisse, B., 2009. Deformation and dissipated energy for high cycle fatigue of 2024-T3 aluminium alloy. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, Volume 2, pp. 117-121.
- Giancane, S., Panella, F. & Dattoma, V., 2010. Characterization of fatigue damage on long fiber epoxy composite laminates. *International Journal of Fatigue*, 32(1), pp. 46-53.
- Goidescu, C. et al., 2013. Damage investigation in CFRP composites using full-field measurement techniques: combination of digital image stereo-correlation, infrared thermography and X-ray tomography. *Composites: Part B*, Volume 48, pp. 95-105.
- Gornet, L., Marckmann, G. & Lombard, M., 2009. *Détermination des coefficients d'élasticité et de rupture d'âmes en nids d'abeilles Nomex: homogénéisation périodique et simulation numérique*. s.l., Comptes-rendus des JNC16 Toulouse 2009, pp. 595-604.
- Gorris, T., 2012. *Mécanismes de rupture des composites [0/90] avec la méthode TLS*. Ecole Centrale de Nantes: Thèse de Doctorat.
- Grandidier, J.-C., Casari, P. & Jochum, C., 2012. A fibre direction compressive failure criterion for long fibre laminates at ply scale, including stacking sequence and laminate thickness effects. *Composite Structures*, Volume 94, pp. 3799-3806.
- Halford, G., 1997. Cumulative fatigue damage modeling - crack nucleation and early growth. *International Journal of Fatigue*, Volume 19, pp. 253-260.
- Harris, B., Gathercole, N. & Reiter, H., 1997. Fatigue of carbon-fibre-reinforced plastics under block-loading conditions. *Composites Part A*, Volume 28, pp. 327-337.
- Harrison, R. & Bader, M., 1983. Damage development in CFRP laminates under monotonic and cyclic stressing. *Fiber Science and technology*, pp. 163-180.
- Herakovitch, C., 2012. Mechanics of composites: a historical review. *Mechanic Research Communications*, Volume 41, pp. 1-20.
- Hoover, J., Kujawski, D. & Ellyin, F., 1997. Transverse cracking of symmetric and unsymmetric glass-fibre/epoxy-resin laminates. *Composites Science and Technology*, Volume 57, pp. 1513-1526.
- Jannot, Y. & Acem, Z., 2007. A quadrupolar complete model of the hot disc. *Measurement science and technology*, 18(5), pp. 1229-1234.
- Jegou, L., 2012. *Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère renforcé de fibres courtes, pour une application automobile*. LBMS, Université de Bretagne Occidentale: Thèse de Doctorat.
- Jegou, L., Marco, Y., Le Saux, V. & Calloch, S., 2013. Fast prediction of the Wöhler curve from heat build-up measurements on SHort Fiber Reinforced Plastic. *International Journal of Fatigue*, Volume 47, pp. 259-267.

- Jiang, M., Jasiuk, I. & Ostoja-Starzewski, 2002. Apparent thermal conductivity of periodic two-dimensional composites. *Computational Materials Science*, 25(3), pp. 329-338.
- Kachanov, L., 1958. Time of the rupture process under creep conditions. *Isv. Akad. Nauk. SSR. Otd Tekh. Nauk*, Volume 8, pp. 26-31.
- Kaleta, J., Blotny, R. & Harig, H., 1986. A method for determining the heat energy of the fatigue process in metals under uniaxial stress: Part1.Determination of the amount of heat liberated from a fatigue tested specimen. *International Journal of Fatigue*, 8(1), pp. 29-33.
- Kashtalyan, M. & Soutis, C., 2005. Analysis of composite laminates with intra- and interlaminar damage. *Progress in Aerospace Sciences*, 41(2), pp. 152-173.
- Kawai, M. & Honda, N., 2008. Off-axis fatigue behavior of a carbon/epoxy cross-ply laminate and predictions considering inelasticity and in situ strength of embedded plies. *International Journal of Fatigue*, Volume 30, pp. 1743-1755.
- Kawai, M. & Koizumi, M., 2007. Nonlinear constant fatigue life diagrams for carbon/epoxy laminates at room temperature. *Composites: Part A*, Volume 38, pp. 2342-2353.
- Kawai, M. & Matsuda, Y., 2012. Anisomorphic constant fatigue life diagrams for a woven fabric carbon/epoxy laminates at different temperatures. *Composites: Part A*, 43(4), pp. 647-657.
- Kawai, M. & Murata, T., 2010. A three-segment anisomorphic constant life diagram for the fatigue of symmetric angle-ply carbon/epoxy laminates at room temperature. *Composites: Part A*, Volume 41, pp. 1498-1510.
- Kawai, M. & Teranuma, T., 2012. A multiaxial fatigue failure criterion based on the principal constant life diagrams for unidirectional carbon/epoxy laminates. *Composites: Part A*, Volume 43, pp. 1252-1266.
- Kharrazi, M. & Sarkani, S., 2001. Frequency-dependant fatigue damage accumulation in fiber-reinforced plastics. *Journal of Composite Materials*, 35(21), pp. 1924-1953.
- Krapez, J.-C., Pacou, D. & Gardette, G., 2000. Lock-in thermography and fatigue limit of metals. *Proceedings of QIRT*, pp. 277-282.
- Kriz, R. & Stinchcomb, W., 1979. Elastic Moduli of Transversely Isotropic Graphite Fibers and Their Composites. *Experimental Mechanics*, 19(2), pp. 41-49.
- Kulkarni, M. & Brady, R., 1997. A model of global thermal conductivity in laminated carbon/carbon composites. *Composites Science and Technology*, Volume 57, pp. 277-285.
- Kumar, R. & Talreja, R., 2003. A continuum damage model for linear viscoelastic composite materials. *Mechanics of Materials*, 35(3-6), pp. 463-480.
- La Rosa, G. & Risitano, A., 2000. Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components. *International Journal of Fatigue*, 21(1), pp. 65-73.

- Ladeveze, P., 1986. *Sur la mécanique de l'endommagement des composites*. Compte-rendus des JNC5, pp.667-683.
- Ladeveze, P., Allix, O., Deu, J. & Leveque, D., 2000. A mesomodel for localisation and damage computation in laminates. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, Volume 183, pp. 105-122.
- Lafarie-Frenot, M.-C., Henaff-Guardin, C. & Gamby, D., 2001. Matrix cracking induced by cyclic ply stresses in composite laminates. *Composites Science and Technology*, Volume 61, pp. 2327-2336.
- Lagattu, F. & Lafarie-Frenot, M.-C., 2000. Variation of PEEK matrix crystallinity in APX-2 composite subjected to large shearing deformations. *Composites Science and Technology*, 60(6617), pp. 605-612.
- Launay, A. et al., 2011. Cyclic behavior of short glass fibre reinforced polyamide: Experimental study and constitutive equations. *International Journal of Plasticity*, 27(8), pp. 1267-1293.
- Laurin, F., Carrere, N. & Maire, J.-F., 2007. A multiscale progressive failure approach for composite laminates based on thermodynamical viscoelastic and damage models. *Composites Part A*, pp. 198-209.
- Le Dantec, E., 1989. *Contribution à la modélisation du comportement des composites stratifiés*. Université Pierre et Marie Curie: Thèse de Doctorat.
- Le Saux, V., 2010. *Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique: de la caractérisation accélérée au calcul de structure*, LBMS, Université de Bretagne Occidentale: Thèse de Doctorat.
- Le Saux, V. et al., 2010. An energetic criterion for the fatigue of rubbers: an approach based on a heat build-up protocol and microtomography measurements. *Procedia Engineering*, Volume 2, pp. 949-958.
- Lemaitre, J., 1985. Coupled elastoplasticity and damage constitutive equations. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, pp. 31-49.
- Lemaitre, J. & Chaboche, J., 1990. *Mechanics of solids materials*. s.l.:Cambridge University Press.
- Lemaitre, J., Desmorat, R. & Sauzay, M., 1999. Loi d'évolution de l'endommagement anisotrope. *International Journal of Solids and Structures*, Volume 327, pp. 1231-1236.
- Levenberg, K., 1944. A method for the solution of certain problems in least squares. *Quart. Applied Mathematics*, Volume 2, pp. 164-168.
- Lindhagen, J. & Berglund, L., 1997. Temperature changes in polymer composites during tensile loading. *Journal of Materials Science*, Volume 32, pp. 4071-4076.

- Linhone, C., 1995. *Un modèle de comportement élastoplastique endommageable pour les structures composites stratifiées*. ONERA: Thèse de Doctorat.
- Liu, J. & Qi, H., 2010. Dissipated energy function, hysteresis and precondition of a viscoelastic solid model. *Nonlinear Analysis: real World Applications*, 11(2), pp. 907-912.
- Louche, H. & Chrysochoos, A., 2001. Thermal and dissipative effects accompanying Lüders band propagation. *Materials Science and Engineering A*, Volume A307, pp. 15-22.
- Luong, M., 1995. Infrared thermographic scanning of fatigue in metals. *Nuclear Engineering and Design*, Volume 158, pp. 363-376.
- Maillet, D., Jarny, Y. & Petit, D., 2010. *Problèmes inverses en diffusion thermique - Formulation et résolution du problèmes des moindres carrés*, s.l.: Techniques de l'Ingénieur.
- Maire, J.-F. & Chaboche, J.-L., 1997. A New Formulation of Continuum Damage Mechanics (CDM) for Composites Materials. *Aerospace Science and Technology*, 1(4), pp. 247-257.
- Marguet, S., 2007. *Contribution à la modélisation du comportement mécanique des structures soumises à l'impact*. Ecole Centrale de Nantes: Thèse de Doctorat.
- Marquis, D., 1989. *Phénoménologie et thermodynamique - Application au couplage entre la thermoélasticité, la plasticité, le vieillissement et l'endommagement*. Université de Paris 6: Thèse de doctorat d'état.
- Marston, C., Gabbitas, B. & Adams, J., 1996. Failure characteristics in carbon/epoxy composites tows. *Composites Part A*, pp. 1183-1194.
- Maxwell, J., 1873. *Treatise on electricity and magnetism*. s.l.:Clarendon Press.
- McHugh, J., Fideu, P., Herrmann, A. & Stark, W., 2010. Determination and review of specific heat capacity measurements during isothermal cure fo an epoxy using TM-DSC and standard DSC techniques. *Polymer Testing*, pp. 759-765.
- Miller, K. & Akid, R., 1996. The application of microstructural mechanics to various metal surface states. *Proceedings of The Royal Society A*, pp. 1411-1432.
- Minak, G., 2010. On the determination of the fatigue life of laminated graphite-epoxy composite by means of temperature measurements. *Journal of Composite Materials*, 44(14), pp. 1739-1752.
- Moffat, A. et al., 2008. Micromechanisms of damage in 0 degrees splits in a [90/0](s) composite material using synchrotron radiation computed tomography. *Scripta Materialia*, Volume 39, pp. 1043-1046.
- Moffat, A. et al., 2010. In situ synchrotron computed laminography of damage in carbon fibre-epoxy [90/0](s) laminates. *Scripta Materialia*, pp. 97-100.

- Montesano, J., Fawaz, Z. & Bougherara, H., 2013. *Characterization of Fatigue Loaded Carbon Fiber Reinforced Polymer Matrix Composites Using Infrared Thermography*, Toronto: Sciences and Techniques Organization - OTAN.
- Mulle, M. et al., 2009. Assessment of cure-residual strains through the thickness of carbon-epoxy laminates using FBGs Part II: Technological specimen. 40(1534-1544).
- Munier, R., Doudard, C., Calloch, S. & Weber, B., 2010. Towards a faster determination of high cycle fatigue properties taking into account the influence of a plastic pre-strain from self-heating measurements. *Procedia Engineering*, Volume 2, pp. 1741-1750.
- Naderi, M., Kahirdeh, A. & Khonsari, M., 2012. Dissipated thermal energy and damage evolution of Glass/Epoxy using infrared thermography and acoustic emission. *Composites: Part B*, Volume 43, pp. 1613-1620.
- Naderi, M. & Khonsari, M., 2013. On the role of damage energy in the fatigue degradation characterization of a composite laminate. *Composites: Part B*, Volume 45, pp. 528-537.
- Okabe, T., Nishikawa, M. & Takeda, N., 2008. Numerical modelling of progressive damage in fiber reinforced plastic cross-ply laminates. *Composites Science and Technology*, 68(10-11), pp. 2282-2289.
- Olivier, P. et al., 2006. *Assessment of the effects of voids on some physical, mechanical and damage mechanics properties of carbon/polymeric composites*. Proceedings of ECCM12-15TH EUROPEAN CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS, Biarritz.
- Pagano, N., 1998. On the micromechanical failure modes in a class of ideal brittle matrix composites, Part 1: coated fibre composites. *Composites Part B*, Volume 29, pp. 93-119.
- Pastor, J., Ohayon, J. & Disdier, C., 1998. Homogénéisation périodique et composites à fibres actives. *Mécanique des solides et des structures*, pp. 599-604.
- Pickering, K., Bader, M. & Kimber, A., 1998. Damage accumulation during the failure of uniaxial carbon fibre composites. *Composites Part A*, Volume 29, pp. 435-441.
- Poncelet, M. et al., 2007. Prediction of self-heating measurements under proportional and non-proportional multiaxial cyclic loadings. *Comptes Rendus Mécanique*, Volume 335, pp. 81-86.
- Pye, C. & Addams, R., 1981. Heat Emission from Damaged Composite Materials and its Use in Nondestructive Testing. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Volume 14, pp. 927-941.
- Rabbe, P., Lieurade, H.-P. & Galtier, A., 2000. *Essais de fatigue - Partie I*, s.l.: Techniques de l'Ingénieur.
- Rayleigh, L., 1892. On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium. *Philosophical Magazine*, Volume 34, pp. 481-502.
- Rehan, M. et al., 2011. Effects of fiber orientation of adjacent plies on the mode I crack propagation in a carbon-epoxy laminates. *Engineering Procedia*, Volume 10, pp. 3179-3184.

- Reifsnider, K. & Talug, A., 1980. Analysis of fatigue damage in composites laminates. *International Journal of Fatigue*, 2(1), pp. 3-11.
- Reifsnider, K. & Williams, R., 1974. Determination of Fatigue-related Heat Emission in Composite Materials. *Experimental Mechanics*, pp. 479-485.
- Renard, J., Favre, J. & Jeggy, P., 1992. Influence of transverse cracking on ply behavior: introduction of a characteristic damage variable. *Composites Science and Technology*, Volume 46, pp. 29-37.
- Revest, N., 2011. *Comportement en fatigue de pièces épaisses en matériaux composites*. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris: Thèse de Doctorat.
- Rozycki, P., 2000. *Contribution au développement de lois de comportement pour matériaux composites soumis à l'impact*. LAMIH Valenciennes: Thèse de Doctorat.
- Schieffer, A., 2003. *Analyse multiéchelle du comportement mécanique des Composites à Matrice Organique et effets du vieillissement thermique*. ONERA: Thèse de Doctorat.
- Schieffer, A., Maire, J.-F. & Leveque, D., 2002. A coupled analysis of mechanical behaviour and ageing for polymer-matrix composites. *Composites Science and Technology*, 62(4), pp. 543-549.
- Schijve, J., 2003. Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of art. *International Journal of Fatigue*, Volume 25, pp. 679-702.
- Sinclair, R. et al., 2004. The effect of fibre fractures in the bridging zone of fatigue cracked ti-6al-4v/sic fibre composites. *Acta Materialia*, 52(6), pp. 1423-1438.
- Sjoegren, B. & Berglund, L., 2000. The effects of matrix and interface on damage in GRP cross-ply laminates. *Composites Science and Technology*, pp. 9-21.
- Sohn, M.-S. & Hu, X.-Z., 1995. Comparative study of dynamic and static delamination behavior of carbon fibre/epoxy composites laminates. *Composites*, pp. 849-858.
- Steinberger, R. et al., 2006. Infrared thermographic techniques for non-destructive damage characterization of carbon fibre reinforced polymers during tensile fatigue testing. *International Journal of Fatigue*, Volume 28, pp. 1340-1347.
- Stolz, C., 1987. *Anélasticité et stabilité*. Université Pierre et Marie Curie, Paris VI: Thèse de Doctorat ès Sciences.
- Stolz, C., 1998. *Approche variationnelle du comportement des milieux hétérogènes en thermoélasticité linéaire*. s.l., Mécanique des solides et des structures.
- Subramanian, S., Reifsnider, K. & Stinchcomb, W., 1995. A cumulative damage model to predict the fatigue life of composite laminates including the effect of a fibre/matrix interphase. *International Journal of Fatigue*, 17(5), pp. 343-351.

- Suquet, P., 1982. *Plasticité et homogénéisation*. Université Pierre et Marie Curie, Paris VI: Thèse de Doctorat ès Sciences.
- Talreja, R., 2008. Damage and fatigue in composites - a personal account. *Composites Science and Technology*, 68(13), pp. 2585-2591.
- Tamuzs, V., Dzelzitis, K. & Reifsnider, K., 2008. Prediction of the cyclic durability of woven composite laminates. *Composites Science and Technology*, 68(13), pp. 2717-2721.
- Thionnet, A., Chambon, L. & Renard, J., 2002. A theoretical and experimental study to point out the notion of loading mode in damage mechanics - Application to the identification and validation of a fatigue damage modeling for laminates composites. *International Journal of Fatigue*, Volume 24, pp. 147-154.
- Thomas, M., 2008. *Propriétés thermiques de matériaux composites: caractérisation expérimentale et approches microstructurales*, Nantes: Thèse de Doctorat.
- Thomas, M. et al., 2010. An experimental device for the simultaneous estimation of the thermal conductivity 3-D tensor and the specific heat of orthotropic composite materials. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Volume 53, pp. 5487-5498.
- Thomas, M. et al., 2008. Representative volume element of anisotropic unidirectional carbon-epoxy composite with high-fibre volume fraction. *Composite Science and Technology*, Volume 68, pp. 3184-3192.
- Toubal, L., Karama, M. & Lorrain, B., 2006. Damage evolution and infrared thermography in woven composite laminates under fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, Volume 28, pp. 1867-1872.
- Van Paepegem, W., De Baere, I., Lamkanfi, E. & Degrieck, J., 2007. Poisson's ratio as a sensitive indicator of (fatigue) damage in fiber-reinforced plastics. *Fatigue Fracture Engineering Material and Structures*, 30(4), pp. 269-276.
- Van Paepegem, W. & Degrieck, J., 2003. Modelling damage and permanent strain in fibre reinforced composites under in-plane fatigue loading. *Composites Science and Technology*, 63(5), pp. 677-694.
- Van Walpole, R. & Myers, R., 1993. *Probability and statistics for engineers and scientists*. New York: Macmillan Publishing & Co..
- Veer Singh, C. & Talreja, R., 2010. Evolution of ply cracks in multidirectional composite laminates. *International Journal of Solids and Structures*, 47(10), pp. 1338-1350.
- Vogler, T., Hsu, S.-Y. & Kyriakides, S., 2001. On the initiation and growth of kink-bands in fiber composites. Part. II: analysis. *International Journal of Solids and Structures*, Volume 38, pp. 2653-2682.
- Voyiadjis, G. & Kattan, P., 1999. *Advances in damage mechanics: metals and metal matrix composites*. s.l.:Elsevier.

Wisnom, M. & Hallett, S., 2009. The role of delamination in strength, failure mechanism and hole size effect in open hole tensile tests on quasi-isotropic laminates. *Composites: Part A*, 40(4), pp. 335-342.

Wright, P., Fu, X., Sinclair, I. & Spearing, S., 2008. Ultra high resolution computed tomography of damage in notched carbon fibre-epoxy composites. *Journal of Composites Materials*, pp. 1993-2002.

Wright, P., Moffat, A. & Spearing, S., 2010. High resolution tomographic imaging and modelling of notch tip damage in a laminated composite. *Composites Science and Technology*, 70(10), pp. 1444-1452.

Yerramalli, C. & Waas, A., 2003. A failure criterion for fiber reinforced polymer composites under combined compression-torsion loading. *Solids and Structure*, 40(5), pp. 1139-1164.

Zhao, F. & Takeda, N., 2000. Effect of interfacial adhesion and statistical fiber strength on tensile strength of unidirectional glass fiber/epoxy composites. Part. II: comparison with prediction. *Composites: Part A*, 31(11), pp. 1215-1224.