



**HAL**  
open science

## Effet de la température et de la teneur en eau sur les mécanismes d'endommagement dans un composite à matrice acrylique et fibres de verre

Eileen Boissin, Christophe Bois, Jean-Christophe Wahl, Thierry Palin-Luc

### ► To cite this version:

Eileen Boissin, Christophe Bois, Jean-Christophe Wahl, Thierry Palin-Luc. Effet de la température et de la teneur en eau sur les mécanismes d'endommagement dans un composite à matrice acrylique et fibres de verre. Journées Nationales sur les Composites 2017, École des Ponts ParisTech (ENPC), Jun 2017, 77455 Champs-sur-Marne, France. hal-01621562

**HAL Id: hal-01621562**

**<https://hal.science/hal-01621562>**

Submitted on 23 Oct 2017

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

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

# **Effet de la température et de la teneur en eau sur les mécanismes d'endommagement dans un composite à matrice acrylique et fibres de verre**

## *Effect of temperature and water content on the damage mechanisms in an acrylic-matrix and glass-fiber-reinforced composite*

**Eileen Boissin<sup>1</sup>, Christophe Bois<sup>1</sup>, Jean-Christophe Wahl<sup>1</sup> et Thierry Palin Luc<sup>2</sup>**

1 : I2M  
Université de Bordeaux, CNRS  
15, rue de Naudet F-33400 Talence  
e-mail : eileen.boissin@u-bordeaux.fr

2 : I2M  
Arts et Métiers ParisTech, CNRS  
Esplanade des Arts et Métiers, F- 33400 Talence  
e-mail : thierry.palin-luc@ensam.eu

### **Résumé**

L'influence de la température et de la teneur en eau sur le scénario d'endommagement d'un composite stratifié à matrice acrylique et fibres de verre soumis à un chargement de traction quasi-statique a été étudiée. Des essais avec observation in-situ des endommagements, sur une tranche des éprouvettes, ont été réalisés à deux températures cibles différentes : 10 et 40°C, certains échantillons ayant été préalablement asséchés dans une étuve à 40°. Ces essais ont montré que la température avait une influence significative sur les mécanismes et le scénario d'endommagement, puisque les échantillons testés à 10°C laissent apparaître de nombreuses fissures transverses avec peu de délaminage alors que les échantillons testés à 40°C laissent apparaître de grandes zones de délaminage mais aucune fissure transverse. Par contre, aucune différence significative n'a été observée entre les échantillons préalablement asséchés et ceux directement testés.

### **Abstract**

The effect of temperature and moisture content on the damage scenario in an acrylic-matrix and glass-fiber reinforced composite under quasi-static tensile loading has been studied. Tests with in-situ investigation of damages on one specimen edge have been carried out at two targeted temperatures: 10 and 40°C, some specimens having been beforehand dried in an oven at 40°C. A significant temperature effect on the damage scenario has been observed, since specimens tested at 10°C show numerous transversal cracks with little delamination, whereas specimens tested at 40°C show large delamination areas but none transversal crack. On the other hand, none significant difference has been observed between beforehand dried specimens and those directly tested.

**Mots Clés :** température, teneur en eau, endommagement, stratifié, matrice acrylique

**Keywords :** temperature, moisture content, damage, laminate, acrylic matrix

## **1. Introduction**

Le domaine éolien, de la même manière que le domaine automobile ou le domaine maritime (construction de bateaux et navires), utilise majoritairement des composites à matrice thermodurcissable pour la fabrication de leurs produits, mais ces derniers sont très difficilement recyclables [1]. Dans le but de réduire l'empreinte environnementale, de nouvelles matrices polymères ont été développées au cours des dernières années : matrices thermodurcissables partiellement ou totalement biosourcées, matrices polymères biodégradables [2] mais aussi matrices thermoplastiques, telles que les matrices acryliques. Ces dernières ont l'avantage d'offrir de meilleures possibilités de recyclage et de réparation mais aussi de permettre une réduction des coûts de fabrication puisque leur polymérisation se fait à température ambiante, contrairement aux autres matrices polymères usuellement utilisées [3]. Malheureusement, là où, pendant ses 20 ans de service, une pale d'éolienne est soumise à l'équivalent de  $10^8$  à  $10^9$  cycles de fatigue [4] et exposée

à des températures variant entre  $-20^{\circ}\text{C}$  et  $60^{\circ}\text{C}$ , que ce soit en zone sèche ou humide, il n'existe que peu ou pas de données sur le comportement en fatigue et la sensibilité à la température et à la teneur en eau des composites à matrice acrylique. Il est donc nécessaire d'étudier et modéliser le comportement en statique et en fatigue de ce type de composite, en prenant en compte les mécanismes et le scénario d'endommagement [5–8], qui peuvent engendrer une dégradation importante des propriétés mécaniques bien avant la rupture du stratifié [9–10], mais aussi en prenant en compte l'influence de la température et la teneur en eau, potentiellement significative dans le cas d'une matrice acrylique. L'étude de cette potentielle influence constitue l'objet du travail présenté ici.

### **1.1 Etat de l'art sur l'influence de la température et de la teneur en eau sur les composite à matrice polymère**

Les résines polymères, selon leur nature, peuvent être plus ou moins sensibles à la température et à la quantité d'eau qu'elles ont absorbée. En effet, plus la température se rapproche de la température de transition vitreuse, plus leur ductilité est augmentée, ce qui entraîne à la fois des modifications de leurs propriétés mécaniques mais aussi de celles des interfaces fibres-matrice. La distribution des contraintes dans le composite peut alors varier et ainsi, entraîner des scénarios d'endommagement différents [11–13].

L'absorption d'eau par ces résines est, quant à elle, principalement due à la présence de liaisons hydrogène fortes [14–15]. Cette absorption conduit à un effet de plastification dans le polymère, c'est-à-dire à une augmentation de la mobilité des chaînes, qui entraîne une réduction de la température de transition vitreuse, du module d'élasticité et de la résistance, tout en augmentant la ductilité de la résine [16–18]. De plus, l'absorption d'eau peut aussi conduire à un effet de gonflement, lorsqu'une certaine quantité est atteinte [19–22]. Dans le cas d'un composite, cet effet peut entraîner l'apparition de contraintes résiduelles au niveau du stratifié du fait de son anisotropie et au niveau des interfaces fibres-matrice et provoquer des décohésion fibres-matrice, réduisant ainsi les propriétés mécaniques de ces interfaces [23], [24]. Enfin, l'absorption d'eau peut aussi conduire à une hydrolyse de la matrice [23]. Là où l'effet de plastification est considérée comme réversible, le vieillissement chimique (hydrolyse se produisant pendant une longue durée), qui fragilise le matériau en provoquant des scissions de chaînes, est, quant à lui, irréversible [25].

Un certain nombre de travaux portent sur l'influence de la température et de la teneur en eau sur les propriétés mécaniques de composites [12, 13, 15, 26–27] mais peu étudie leur influence sur les mécanismes d'endommagement autrement que par le biais de mesures acoustiques. On peut citer les études d'Arif et al. [14] et de Rolland et al. [28] qui montrent une influence significative de la teneur en eau sur le scénario d'endommagement d'un composite à matrice PA66, renforcé avec 30% de fibres de verre courtes, ainsi que l'étude d'El Mourid et al. [11], qui montre une influence non négligeable de la température sur le scénario d'endommagement d'un composite à matrice polymère triaxialement tressé.

### **1.2 Matériau étudié**

Cette étude porte sur un stratifié constitué d'une matrice thermoplastique acrylique de marque ELIUM<sup>®</sup> et de renforts biaxiaux G-Ply<sup>™</sup> (deux plis unidirectionnels superposés avec un angle de  $90^{\circ}$  entre l'orientation de leurs fibres et cousus l'un à l'autre) en fibres de verre E, de grammage  $1005\text{g/m}^2$ , fournis par CHOMARAT. Ces renforts sont optimisés en termes d'ensimage pour être associés à la résine acrylique ELIUM<sup>®</sup> d'ARKEMA. Une Analyse Mécanique Dynamique menée sur cette résine, en traction à une fréquence de 1Hz, a permis de déterminer une température de transition vitreuse voisine de  $106^{\circ}\text{C}$ , ce qui est cohérent avec la valeur donnée par le fournisseur, ARKEMA.

Les plaques de stratifié sont fabriquées par infusion et deux stratifications symétriques,  $[(0^\circ/90^\circ)_2]_S$  et  $[(\pm 45^\circ)_2]_S$ , et deux stratifications non symétriques  $[(0^\circ/90^\circ)_4]$  et  $[(\pm 45^\circ)_4]$  ont été étudiées. Elles ont un taux volumique de fibres de 48%, un taux de porosité inférieur à 3% et font 3mm d'épaisseur. Des échantillons de dimensions 250x25mm<sup>2</sup> ont été découpés dans ces plaques et des talons en stratifiés  $\pm 45^\circ$  par rapport à l'axe longitudinal des éprouvettes, de dimensions 50x25mm<sup>2</sup>, ont été collés à chacune de leurs extrémités.

## 2. Dispositif expérimental et analyse préliminaire

Tous les essais de traction quasi-statique sous enceinte ont été effectués sur une machine électromécanique de type MTS Systems Alliance RF/100, à une vitesse de déplacement de 0.5mm/min et une fréquence d'acquisition d'1Hz. Une enceinte en polystyrène a été conçue pour pouvoir être placée autour des mors de la machine. Deux températures cibles ( $T_{cible}$ ) ont été choisies pour les essais : 10°C et 40°C.

Pour mesurer la température dans l'enceinte, quatre thermocouples reliés à des appareils enregistreurs : un placé sur le mors haut, un placé sur la paroi opposée à celle accueillant la source de chaud/froid, un placé en bas de la partie utile de l'échantillon du côté de l'entrée de la source et le dernier placé en haut de la partie utile de l'échantillon, côté opposé à l'entrée de la source. Les essais ne sont commencés qu'après stabilisation de la température de l'échantillon, des mors et de l'enceinte. De plus, un capteur d'humidité placé dans l'enceinte a permis de mesurer le taux d'humidité à l'intérieur de cette dernière tout au long des essais. Dans tous les cas, l'abaissement ou l'augmentation de la température dans l'enceinte a entraîné une chute du taux d'humidité : entre 16 et 20% pour une température cible de 10°C et entre 10 et 15% pour une température cible de 40°C, permettant ainsi de comparer l'effet de la température sans incertitudes vis-à-vis d'une exposition des éprouvettes à un taux d'humidité très différent pendant les essais.

De même, pour s'assurer que l'effet de la température ne soit pas couplé à l'effet d'un changement en teneur en eau durant les essais, les éprouvettes étant exposées aux taux d'humidité indiqués précédemment jusqu'à 8 heures consécutives, des mesures de désorption ont été effectuées en plaçant sept éprouvettes avec talons en polyester et fibres de verre, une éprouvette dépourvue de talons et quatre échantillons de résine acrylique (pour comparaison avec le composite) dans une étuve à 40°C. La perte en teneur en eau a été quantifiée en pesant régulièrement les échantillons sur une balance précise à 0.0002g, comme cela a pu être fait dans un certain nombre de travaux [15, 23, 29–30] et en calculant ensuite la perte relative en masse  $M_t$ , définie par l'Eq. 1, où  $m_0$  est la masse initiale des éprouvettes et  $m(t)$  la masse des éprouvettes au temps  $t$ . Cela a permis d'établir que la perte massique est moins importante pour les échantillons de composite que pour les échantillons de résine pure, même si compte tenu de la faible masse de ces derniers et de la précision de la balance, il existe un certain bruit sur les mesures (Fig. 1). De plus, étant données les faibles pertes massiques obtenues et vis-à-vis de la littérature, il est possible de conclure que les échantillons stockés à température et humidité ambiantes ont une faible teneur en eau. Les différences observées au niveau de la perte relative en masse des échantillons composite peuvent venir du fait que ces derniers n'ont pas tous été mis dans l'étuve en même temps et n'ont donc pas tous forcément le même état initial.

$$M_t(\%) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} * 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

Des éprouvettes découpées dans les mêmes plaques que celles de cette étude et testées de la même façon mais à température ambiante, sans contrôle de la température (c'est-à-dire entre 15 et 25°C) sont prises comme référence pour comparaison.

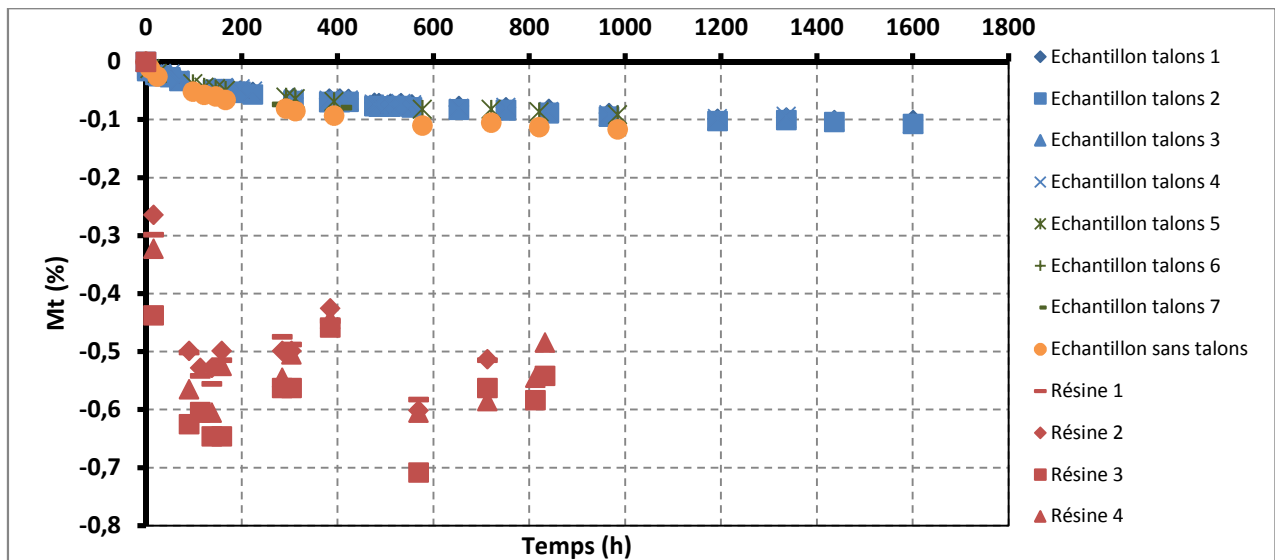


Fig. 1. Perte en masse relative des différents échantillons placés en étuve à 40°C.

### 3. Observation in-situ de l'endommagement dans les stratifications $[(0^\circ/90^\circ)_4]$ et $[(0^\circ/90^\circ)_2]_s$

Pour la stratification  $[(0^\circ/90^\circ)_4]$ , trois échantillons ont été testés par température cible (10 et 40°C), avec l'une d'entre elles préalablement séchée en étuve à 40°C pendant 168 heures pour établir une éventuelle influence de la teneur en eau sur les mécanismes d'endommagement.

Pour la stratification  $[(0^\circ/90^\circ)_2]_s$ , deux échantillons ont été testés par température cible (10 et 40°C). Une des deux éprouvettes testées à  $T_{\text{cible}} = 10^\circ\text{C}$  a été préalablement séchée en étuve à 40°C pendant 418 heures, pour établir une éventuelle influence de la teneur en eau sur les mécanismes d'endommagement.

#### 3.1 Protocole

Le même protocole d'observation in-situ de l'endommagement a été suivi pour tous les échantillons [7, 9, 31-32]. Il consiste à charger l'éprouvette jusqu'à atteindre un certain palier de déformation  $\varepsilon_p$  pour créer de l'endommagement, puis à décharger légèrement afin de prévenir d'éventuelles évolutions dues aux phénomènes visqueux, pour ensuite observer et photographier une zone de l'échantillon testé (dans notre cas, située sur une tranche des éprouvettes) à l'aide d'une caméra montée sur un microscope optique. Ce dernier est lui-même monté sur des tables micrométriques pouvant se déplacer dans les trois directions de l'espace. Ainsi, les images, prises avec un certain recouvrement, peuvent ensuite être assemblées pour reconstruire le champ d'observation des éprouvettes sur des dimensions de l'ordre du centimètre (Fig. 2). Cette méthode permet de réduire considérablement la durée de l'essai et permet d'éviter les erreurs de positionnement lors du remplacement de l'éprouvette, puisqu'il n'est pas nécessaire de démonter l'éprouvette après chaque palier de sollicitation. Enfin, elle facilite aussi l'observation et la détection des endommagements, puisque ces derniers sont plus ouverts sous charge.

Pour nos essais, une zone d'observation de 30mm de long a été choisie. Elle permet de trouver un compromis entre le temps passé à faire l'assemblage de la zone et la nécessité de rester représentatif de l'ensemble de l'échantillon.

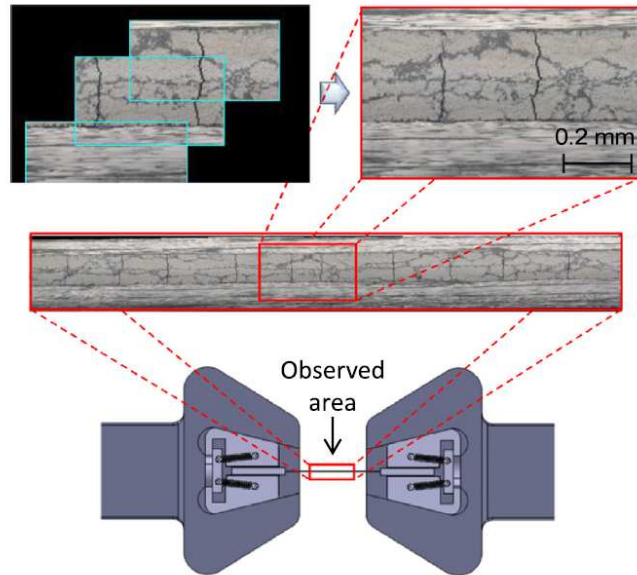


Fig. 2. Reconstruction du champ d'observation d'une éprouvette [7].

### 3.2 Résultats

Le Tab. 1 montre qu'une différence de 4.5% est observée entre le module longitudinal obtenu pour les échantillons testés à  $T_{cible} = 40^{\circ}\text{C}$  et celui obtenu pour les échantillons testés à  $T_{cible} = 10^{\circ}\text{C}$ , ce qui permet de conclure que la température n'a que peu d'influence sur cette grandeur. Ce résultat n'est pas étonnant puisque la raideur des deux stratifications testées est principalement dominée par celle des fibres.

Température cible d'essai ( $^{\circ}\text{C}$ )	40	10	15-25 (référence)
Nombre d'échantillons testés	3 $[(0^{\circ}/90^{\circ})_4] / 2$ 3 $[(0^{\circ}/90^{\circ})_2]_s$	3 $[(0^{\circ}/90^{\circ})_4] / 2$ 3 $[(0^{\circ}/90^{\circ})_2]_s$	5 $[(0^{\circ}/90^{\circ})_4]$
Module longitudinal moyen (GPa)	22.2	23.2	22.9

Tab. 1. Influence de la température sur le module longitudinal de stratifiés  $[(0^{\circ}/90^{\circ})_4]$  et  $[(0^{\circ}/90^{\circ})_2]_s$

Par contre, la température a un effet significatif sur le scénario d'endommagement observé sur les tranches des éprouvettes. En effet, de nombreuses fissures transverses mais peu de zone de délaminage sont observées pour les échantillons testés à  $T_{cible} = 10^{\circ}\text{C}$ , là où de grandes zones de délaminage sont observées sur ceux testés à  $T_{cible} = 40^{\circ}\text{C}$ , sans présence de fissures transverses (Fig. 3 et Fig. 4). De plus, les pointes de torons de fibres semblent s'endommager différemment en fonction de la température. En effet, à  $10^{\circ}\text{C}$ , les pointes de torons ne présentent que de la fissuration tandis qu'à  $40^{\circ}\text{C}$ , les pointes de torons laissent apparaître des « tâches sombres », tout en fissurant légèrement (Fig. 5), ce qui semble indiquer une déformation plastique de la matrice.

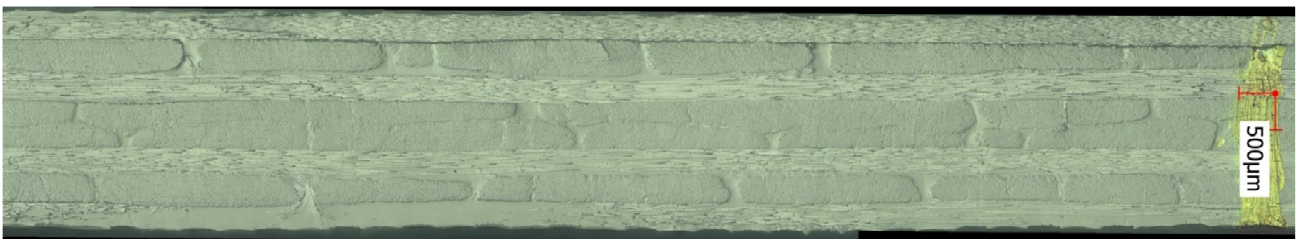


Fig. 3. Zone d'observation de la tranche d'une éprouvette  $[(0^{\circ}/90^{\circ})_2]_s$  testée à  $40^{\circ}\text{C}$  en traction quasi-statique à 2.4% de déformation – aucune fissure transverse observée – grandes zones de délaminage.

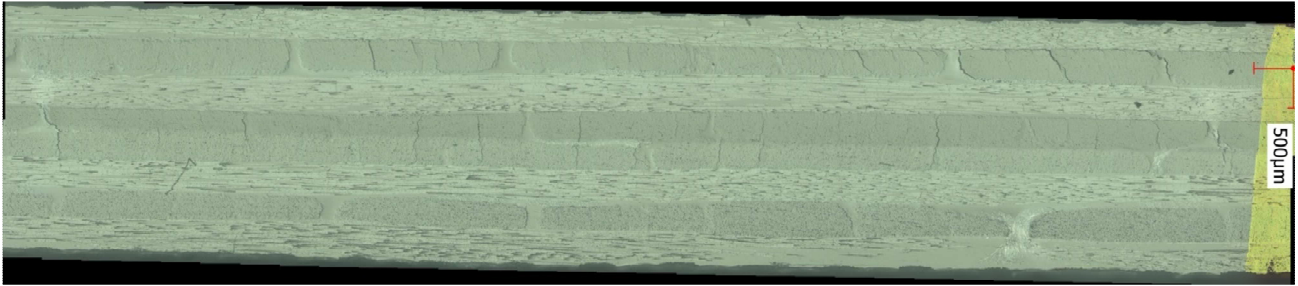


Fig. 4. Zone d'observation de la tranche d'une éprouvette  $[(0^\circ/90^\circ)_2]_S$  testée à  $12^\circ\text{C}$  en traction quasi-statique à 2.4% de déformation – nombreuses fissures transverses observées – peu de délaminage observé

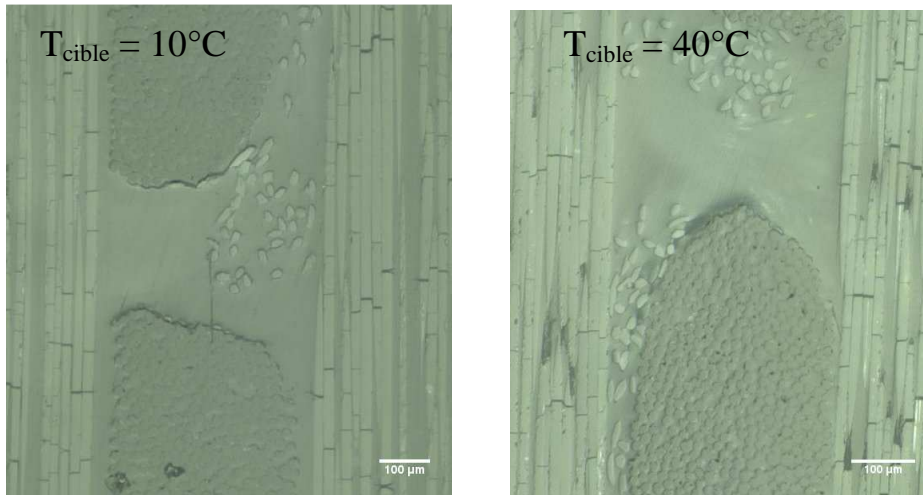


Fig. 5. Différence d'endommagement au niveau des pointes de torons de fibres entre une éprouvette testée à  $T_{cible} = 10^\circ\text{C}$  et une testée à  $T_{cible} = 40^\circ\text{C}$ , à un niveau de déformation de 1.8%.

La différence de scénario d'endommagement observée entre les deux températures d'essai viendrait du fait que la résine acrylique est plus ductile à  $40^\circ\text{C}$  qu'à  $10^\circ\text{C}$ . En effet, là où à  $10^\circ\text{C}$ , les fissures transverses apparaissent avant le délaminage, qui reste peu important, à  $40^\circ\text{C}$ , la capacité de déformation plus importante de la matrice stoppe la formation de fissures transverses et favorise le délaminage, principalement entre les plis à  $0^\circ$  les plus désorientés par rapport à la direction de chargement et les plis à  $90^\circ$  adjacents. Cette désorientation des plis à  $0^\circ$  a deux origines : l'ondulation des torons due au passage du fil de couture des renforts et une mauvaise orientation du renfort pendant le processus de fabrication des plaques, qui est la plus délétère pour le stratifié. Ces deux types de désorientation peuvent être observés dans les échantillons par micro-tomographie aux rayons X, comme le montre la Fig. 6, où  $\alpha_{moy}$  représente l'angle moyen de désorientation des torons de fibres par rapport à la direction de chargement (correspondant à l'axe horizontal des images). Prendre en compte ces deux types de désorientation devrait permettre de différencier les endommagements propres à la configuration du stratifié de ceux dus à un défaut de fabrication.

Par ailleurs, aucune différence significative n'a été observée entre les échantillons préalablement asséchés pendant 168 ou 418 heures et ceux testés directement, que ce soit au niveau du module longitudinal ou du scénario d'endommagement. Ceci semble cohérent puisque les échantillons perdent peu en teneur en eau durant leur assèchement (Fig. 1) et par conséquent, l'état physico-chimique de la matrice ne semble pas subir de grandes modifications.

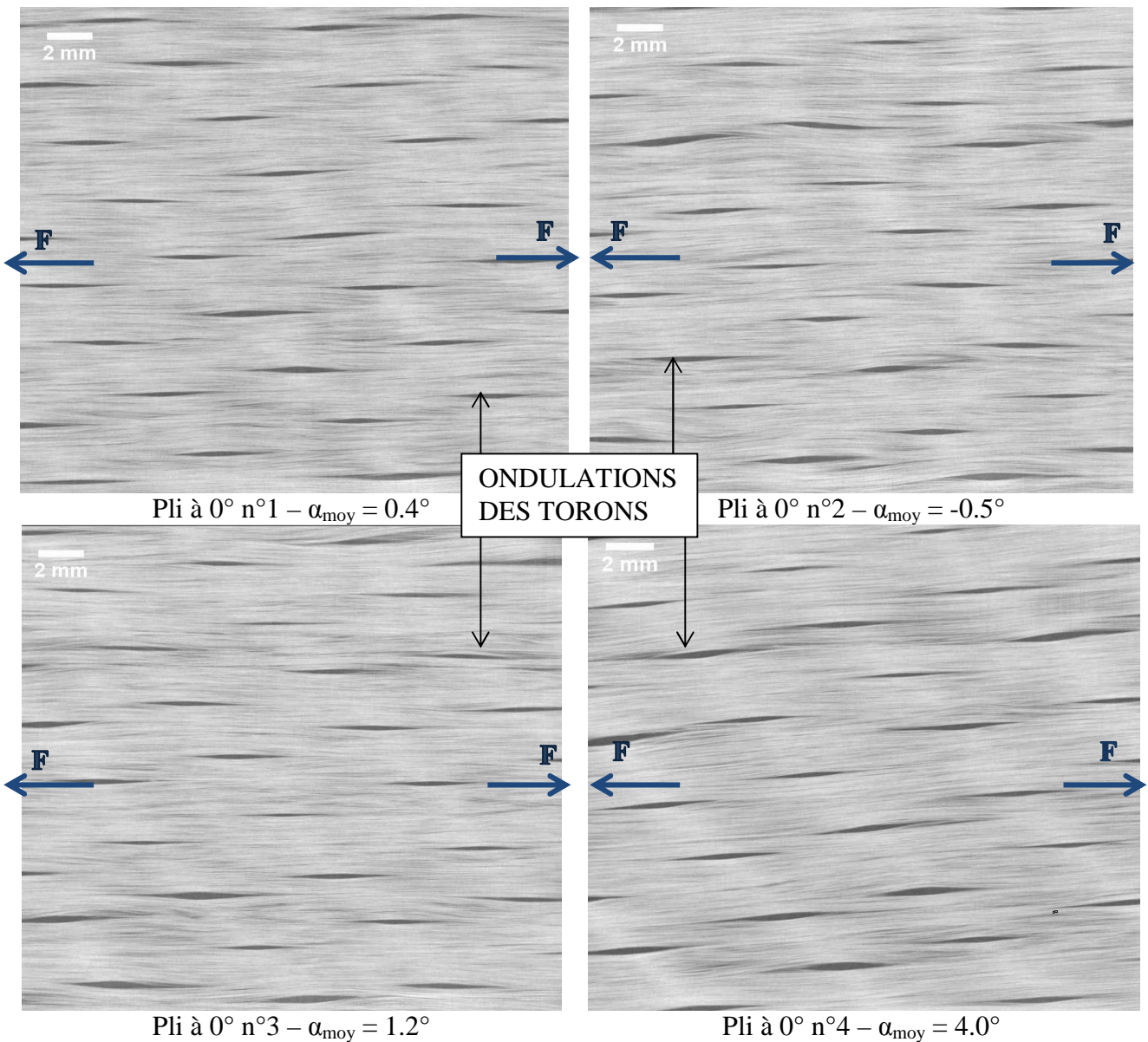


Fig. 6. Coupe dans des plans parallèles à la stratification extraits d'une observation en micro-tomographie mettant en évidence l'ondulation des torons de fibres et la désorientation des plis par rapport à la direction de chargement (illustrée par la direction de la force  $F$  sur les images) dans un échantillon  $[(0/90)_4]$  [33].

#### 4. Essais de traction avec charge-décharge sur la stratification $[(\pm 45^\circ)_4]$

##### 4.1 Protocole

Deux échantillons ont été testés pour chacune des deux températures ciblées pour les essais (10 et 40°C). Des jauges d'extensométrie ont été collées sur chaque éprouvette pour mesurer la déformation longitudinale et transversale. Pour cette stratification, aucun suivi in-situ des endommagements n'a été effectué puisque les endommagements observés sur la tranche des éprouvettes ne sont dus qu'à des effets de bord (confirmé par polissages successifs d'échantillons soumis à une déformation de 2%, et par la littérature [34]). En conséquence, seuls des essais de traction quasi-statique avec charge-décharge, caractéristiques pour obtenir la loi d'endommagement en cisaillement pur d'un stratifié, ont été réalisés. Le principe de ces essais est de charger l'éprouvette jusqu'à atteinte d'un premier palier de déformation, décharger jusqu'à effort nul puis charger à nouveau jusqu'au palier de déformation suivant et ainsi de suite. 7 paliers de déformations longitudinale ont été définis pour ces essais : 0.25%, 0.5%, 1%, 1.5%, 2%, 3% et 4%.



## 4.2 Résultats

Une influence significative de la température est observée sur les propriétés mécaniques (Tab. 2). En effet, le module de cisaillement obtenu pour les échantillons testés à  $T_{\text{cible}} = 40^\circ\text{C}$  est 33% inférieur à celui obtenu pour les échantillons testés à  $T_{\text{cible}} = 10^\circ\text{C}$ . De même, la contrainte de cisaillement maximale, prise à 5% de déformation en cisaillement selon la norme NF EN ISO 14129, est 40% inférieure pour les échantillons testés à  $T_{\text{cible}} = 40^\circ\text{C}$  que pour ceux testés à  $T_{\text{cible}} = 10^\circ\text{C}$ . Ces essais montrent donc que l'état physico-chimique de la matrice acrylique varie en fonction de la température, entraînant des redistributions de contraintes [11–13] qui conduisent à des scénarios et cinétiques d'endommagement différents dans le stratifié.

Température cible d'essai ( $^\circ\text{C}$ )	40	10	15-25 (référence)
Nombre d'échantillons testés	2	2	7
Module en cisaillement (GPa)	3.0	4.2	3.6
Contrainte de cisaillement maximale, prise à 5% de déformation en cisaillement (MPa)	37.1	58.8	54.9

Tab. 2. Influence de la température sur les propriétés mécaniques d'un stratifié  $[(\pm 45^\circ)_4]$ .

L'endommagement d'un échantillon après chaque cycle  $i$ , noté  $d_i$ , est défini par l'Eq. 2, avec  $G_{12}^0$ , le module de cisaillement initial, et  $G_{12}^i$  le module de cisaillement au cycle  $i$ . En traçant l'endommagement en fonction de la déformation en cisaillement pour chaque échantillon, on peut voir que la température semble avoir une légère influence sur l'endommagement en cisaillement pur du stratifié, les éprouvettes testées à  $T_{\text{cible}}=40^\circ\text{C}$  semblant s'endommager légèrement plus que celles à  $T_{\text{cible}}=10^\circ\text{C}$  et les points des éprouvettes testées à température ambiante (15 à  $25^\circ\text{C}$ ) étant intercalés entre les points des éprouvettes à  $T_{\text{cible}}=10^\circ\text{C}$  et  $T_{\text{cible}}=40^\circ\text{C}$  (Fig. 7).

$$d_i = 1 - \frac{G_{12}^i}{G_{12}^0} \quad (\text{Eq. 2})$$

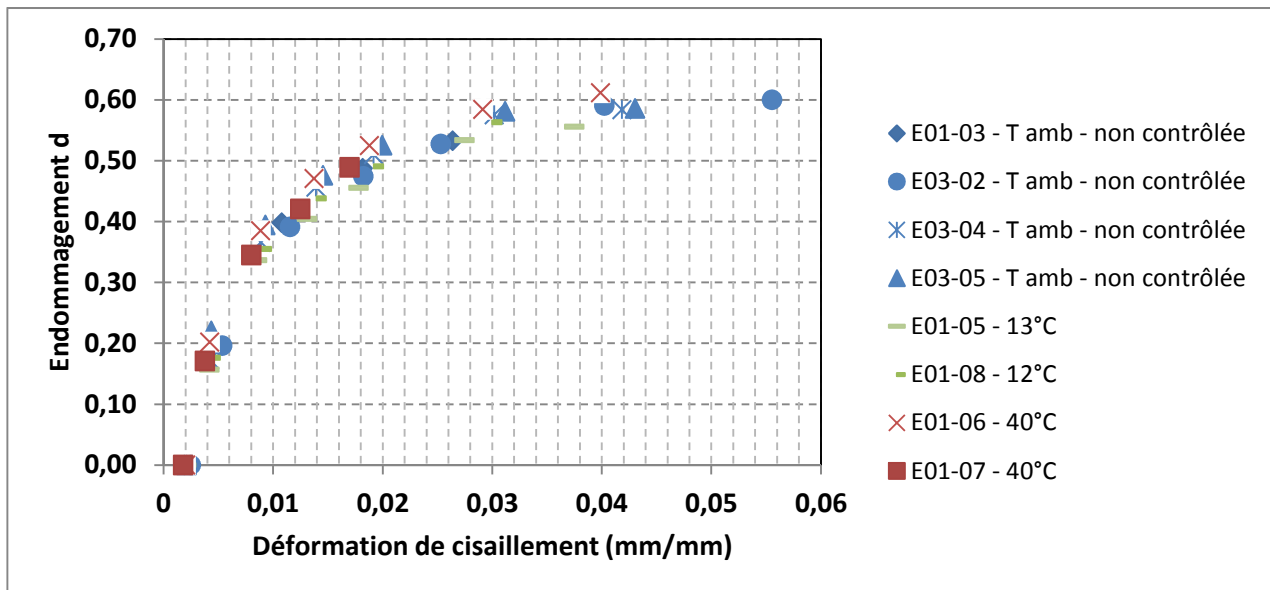


Fig. 7. Influence de la température sur l'endommagement en cisaillement pur du stratifié.

## 5. Conclusion et perspectives

Des éprouvettes  $[(0^\circ/90^\circ)_4]$  et  $[(0^\circ/90^\circ)_2]_s$  ont été soumises à des chargement de traction quasi-statique à deux températures cibles différentes : 10 et 40°C, et des observations in-situ des endommagements sur une des tranches des échantillons ont permis d'établir que la température influait sur ces derniers. En effet, les échantillons testés à  $T_{\text{cible}}=40^\circ\text{C}$  montrent de grandes zones de délaminage, notamment aux endroits où les torons de fibres des plis à 0° sont les plus désorientés par rapport à la direction de chargement, sans présence de fissures transverses, alors que les échantillons à  $T_{\text{cible}}=10^\circ\text{C}$  permettent d'observer de nombreuses fissures transverses, avec des délaminages peu nombreux. Par contre, la température a une influence négligeable sur le module longitudinal des éprouvettes, ce qui est cohérent puisque la raideur de ces stratifications est dominée par celle des fibres. Enfin, les essais réalisés sur des éprouvettes préalablement asséchées en étuve à 40°C pendant 168 ou 418 heures n'ont pas permis d'observer une influence significative de la teneur en eau des échantillons sur le scénario d'endommagement, ce qui peut s'expliquer par la faible perte en teneur en eau des éprouvettes durant l'assèchement.

Dans le cas des éprouvettes  $[(\pm 45^\circ)_4]$ , une influence non négligeable de la température sur les propriétés mécaniques a été observée, indiquant une modification de l'état physico-chimique de la matrice acrylique en fonction de la température. Des essais sur des éprouvettes préalablement asséchées en étuve à 40°C seront effectués pour savoir si la teneur en eau influe sur la l'état physico-chimique de la matrice, et ce, même si cela ne semble pas influencer significativement le scénario d'endommagement se produisant dans le stratifié, lorsque sollicité en mode transverse.

Avant de quantifier les endommagements observés, notamment en termes de densité de fissures et de longueur de délaminage, certaines analyses doivent être effectuées. En effet, certains endommagements observés sur la tranche des éprouvettes peuvent être dus aux effets de bords et donc un polissage successif dans l'épaisseur de deux échantillons par température cible sera effectué pour avoir une idée de la profondeur de ces endommagements. De plus, pour établir une corrélation entre certains de ces endommagements et la désorientation des torons de fibres dans les plis théoriquement à 0° (c'est-à-dire la direction de chargement), une partie des échantillons sera passée en micro-tomographie à rayons X.

Enfin, les niveaux de déformation appliqués au stratifié étant plus faibles lors des essais de fatigue que durant des essais de traction quasi-statique, il n'est pas certain que la température influe de manière aussi important les mécanismes et le scénario d'endommagement et la durée de vie des échantillons. Pour vérifier cela, il sera nécessaire d'effectuer des essais de fatigue à différentes températures.

## Remerciements

Les auteurs remercient la région Nouvelle Aquitaine, l'ADEME et les partenaires du projet EFFIWIND pour leur soutien. Le projet EFFIWIND a été sélectionné par le Conseil régional Nouvelle Aquitaine et par l'ADEME pour un financement dans le cadre du programme Investissements d'Avenir.

## Références

- [1] A. P. Mouritz, E. Gellert, P. Burchill, K. Challis, « Review of advanced composite structures for naval ships and submarines ». *Compos. Struct.*, Vol. 53, n° 1, pp. 21–42, 2001.
- [2] R. Smith, Éd., « Biodegradable Polymers for Industrial Applications ». CRC Woodhead Publishers, 2004.
- [3] C. Bathias, « Matériaux Composites ». Dunod, 2005.
- [4] J. F. Mandell, R. M. Reed, D. D. Samborsky, « Fatigue of fiberglass wind turbine blade materials ». Sandia National Laboratories, 1992.
- [5] C. Hochard, Y. Thollon, « A generalized damage model for woven ply laminates under static and fatigue loading conditions ». *Int. J. Fatigue*, Vol. 32, n° 1, pp. 158–165, 2010.
- [6] J. Payan, C. Hochard, « Damage modelling of laminated carbon/epoxy composites under static and fatigue loadings ». *Int. J. Fatigue*, Vol. 24, n° 2, pp. 299–306, 2002.
- [7] C. Bois, J.-C. Malenfant, J.-C. Wahl, M. Danis, « A multiscale damage and crack opening model for the prediction of flow path in laminated composite ». *Compos. Sci. Technol.*, Vol. 97, pp. 81–89, 2014.

- [8] D. Caous, C. Bois, J.-C. Wahl, T. Palin-Luc, J. Valette, « A method to determine composite material residual tensile strength in the fibre direction as a function of the matrix damage state after fatigue loading ». *Compos Part B Eng*, Vol. submitted.
- [9] N. Revest, « Comportement en fatigue de pièces épaisses en matériaux composites ». Thèse, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, 2011.
- [10] G. N. Praveen, J. N. Reddy, « Transverse matrix cracks in cross-ply laminates: Stress transfer, stiffness reduction and crack opening profiles ». *Acta Mech.*, Vol. 130, n° 3-4, pp. 227-248, 1998.
- [11] A. El Mourid, R. Ganesan, M. Brochu, M. Lévesque, « Effect of temperature on the failure modes of a triaxially braided polymer matrix composite ». *Int. J. Solids Struct.*, Vol. 97-98, pp. 1-15, 2016.
- [12] H. Zhang, Y. Yao, D. Zhu, B. Mobasher, L. Huang, « Tensile mechanical properties of basalt fiber reinforced polymer composite under varying strain rates and temperatures ». *Polym. Test.*, Vol. 51, pp. 29-39, 2016.
- [13] K. Vallons, « The behaviour of carbon fibre - epoxy NCF composites under various mechanical loading conditions ». Thèse, Katholieke Universiteit Leuven, 2009.
- [14] M. F. Arif, F. Meraghni, Y. Chemisky, N. Despringre, G. Robert, « In situ damage mechanisms investigation of PA66/GF30 composite: Effect of relative humidity ». *Compos. Part B Eng.*, Vol. 58, pp. 487-495, 2014.
- [15] A. Malpot, F. Touchard, S. Bergamo, « Effect of relative humidity on mechanical properties of a woven thermoplastic composite for automotive application ». *Polym. Test.*, Vol. 48, pp. 160-168, 2015.
- [16] A. Hassan, N. A. Rahman, R. Yahya, « Moisture absorption effect on thermal, dynamic mechanical and mechanical properties of injection-molded short glass-fiber/polyamide 6, 6 composites ». *Fibers Polym.*, Vol. 13, n° 7, pp. 899-906, 2012.
- [17] N. Jia, H. A. Fraenkel, V. A. Kagan, « Effects of Moisture Conditioning Methods on Mechanical Properties of Injection Molded Nylon 6 ». *J. Reinf. Plast. Compos.*, Vol. 23, n° 7, pp. 729-737, 2004.
- [18] M. Broudin *et al.*, « Water diffusivity in PA66: Experimental characterization and modeling based on free volume theory ». *Eur. Polym. J.*, Vol. 67, pp. 326-334, 2015.
- [19] A. Bergeret, L. Ferry, P. Ienny, « Influence of the fibre/matrix interface on ageing mechanisms of glass fibre reinforced thermoplastic composites (PA-6,6, PET, PBT) in a hygrothermal environment ». *Polym. Degrad. Stab.*, Vol. 94, n° 9, pp. 1315-1324, 2009.
- [20] A. Bergeret, I. Pires, M. P. Foulc, B. Abadie, L. Ferry, A. Crespy, « The hygrothermal behaviour of glass-fibre-reinforced thermoplastic composites: a prediction of the composite lifetime ». *Polym. Test.*, Vol. 20, n° 7, pp. 753-763, 2001.
- [21] I. Carrascal, J. Casado, J. Polanco, F. Gutiérrez-Solana, « Absorption and diffusion of humidity in fiberglass-reinforced polyamide ». *Polym. Compos.*, Vol. 26, n° 5, pp. 580-586, 2005.
- [22] L. Monson, M. Braunwarth, C. W. Extrand, « Moisture absorption by various polyamides and their associated dimensional changes ». *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 107, n° 1, pp. 355-363, 2008.
- [23] L. Gautier, B. Mortaigne, V. Bellenger, « Interface damage study of hydrothermally aged glass-fibre-reinforced polyester composites ». *Compos. Sci. Technol.*, Vol. 59, n° 16, pp. 2329-2337, 1999.
- [24] W. L. Bradley, T. S. Grant, « The effect of the moisture absorption on the interfacial strength of polymeric matrix composites ». *J. Mater. Sci.*, Vol. 30, n° 21, pp. 5537-5542, 1995.
- [25] A. Launay, F. ThomINETTE, J. Verdu, « Hydrolysis of poly (ethylene terephthalate): a kinetic study ». *Polym. Degrad. Stab.*, Vol. 46, n° 3, pp. 319-324, 1994.
- [26] A. Benaarbia, A. Chrysochoos, G. Robert, « Influence of relative humidity and loading frequency on the PA6.6 cyclic thermomechanical behavior: Part I. mechanical and thermal aspects ». *Polym. Test.*, Vol. 40, pp. 290-298, 2014.
- [27] A. Launay, Y. Marco, M. H. Maitournam, I. Raoult, « Modelling the influence of temperature and relative humidity on the time-dependent mechanical behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide ». *Mech. Mater.*, Vol. 56, pp. 1-10, 2013.
- [28] H. Rolland, N. Saintier, G. Robert, « Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during in situ microtomography tensile tests ». *Compos. Part B Eng.*, Vol. 90, pp. 365-377, 2016.
- [29] M. P. Foulc, A. Bergeret, L. Ferry, P. Ienny, A. Crespy, « Study of hygrothermal ageing of glass fibre reinforced PET composites ». *Polym. Degrad. Stab.*, Vol. 89, n° 3, pp. 461-470, 2005.
- [30] T. Glaskova-Kuzmina, A. Aniskevich, A. Martone, M. Giordano, M. Zarrelli, « Effect of moisture on elastic and viscoelastic properties of epoxy and epoxy-based carbon fibre reinforced plastic filled with multiwall carbon nanotubes ». *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, Vol. 90, pp. 522-527, 2016.
- [31] C. Huchette, « Sur la complémentarité des approches expérimentales et numériques pour la modélisation des mécanismes d'endommagement des composites stratifiés ». Thèse, Université Paris VI, 2005.
- [32] H. Laeuffer, C. Bois, J.-C. Wahl, N. Perry, F. Lavelle, « Damage and permeability of composite laminates ». in *20th International Conference on Composite Materials*, Copenhagen, Denmark, 2015.
- [33] PLACAMAT : PLateforme Aquitaine de CARactérisation des MATériaux : UMS 3626, Bordeaux.
- [34] H. Laeuffer, B. Guiot, J.-C. Wahl, N. Perry, F. Lavelle, C. Bois, « Relationship between damage and permeability in liner-less composite tanks : experimental study at the lamina level ». présenté à ECSSMET, Toulouse, 2016.