



# Fluage en torsion de composite à renforts filamentaires et matrice polymère : influence de l'humidité.

Mohamed Tayeb Lachi

## ► To cite this version:

Mohamed Tayeb Lachi. Fluage en torsion de composite à renforts filamentaires et matrice polymère : influence de l'humidité.. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1992. Français. NNT : . tel-01773879

**HAL Id: tel-01773879**

**<https://hal.science/tel-01773879>**

Submitted on 23 Apr 2018

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

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

UNIVERSITE  
CLAUDE BERNARD LYON 1  
N° d'ordre: 237-92

Ecole des Mines de Saint-Etienne  
Département Mécanique et Matériaux  
Année : 1992

THESE

présentée devant  
L'UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1

pour l'obtention

du **DIPLOME DE DOCTORAT**

Spécialité : Matériaux Macromoléculaires et Composites

par

**Mohand Tayeb LACHI**

Ingénieur en technologie de construction mécanique de l'Université de Annaba

Titre de la thèse:

**FLUAGE EN TORSION DE COMPOSITES A RENFORTS FILAMENTAIRES  
ET MATRICE POLYMERES : INFLUENCE DE L'HUMIDITE.**

Soutenue à Lyon le 23 octobre 1992

Composition du jury :

G. VERCHERY	Président
C. OYTANA	Rapporteur
P. JODIN	Rapporteur
B. CHABERT	Examineur
P. HENRAT	Examineur
J.P SOULIER	Examineur
Y. SURREL	Examineur
A. VAUTRIN	Examineur



UNIVERSITE  
CLAUDE BERNARD LYON 1  
N° d'ordre: 237-92

Ecole des Mines de Saint-Etienne  
Département Mécanique et Matériaux  
Année : 1992

THESE

**C.I.D.E.M.**

présentée devant  
**L'UNIVERSITE CLAUDE BERNARD - LYON 1**

pour l'obtention

du **DIPLOME DE DOCTORAT**

Spécialité : Matériaux Macromoléculaires et Composites

**ÉCOLE NATIONALE  
SUPÉRIEURE DES MINES**  
158, cours Fauriel  
42023 ST-ÉTIENNE CÉDEX 2

par

**Mohand Tayeb LACHI**

Ingénieur en technologie de construction mécanique de l'Université de Annaba

Titre de la thèse:

**FLUAGE EN TORSION DE COMPOSITES A RENFORTS FILAMENTAIRES  
ET MATRICE POLYMERE : INFLUENCE DE L'HUMIDITE.**

Soutenue à Lyon le 23 octobre 1992

Composition du jury :

G. VERCHERY	Président
C. OYTANA	Rapporteur
P. JODIN	Rapporteur
B. CHABERT	Examineur
P. HENRAT	Examineur
J.P SOULIER	Examineur
Y. SURREL	Examineur
A. VAUTRIN	Examineur



(1)



100

100

100

100



Président de l'Université  
1er Vice-Président Fédération Santé  
1er Vice-Président Fédération Sciences  
Président du Comité de Coordination  
des Etudes Médicales  
Secrétaire Général

M. le Professeur G. FONTAINE  
M. le Professeur P. ZECH  
M. Le Professeur Y. LEMOIGNE  
  
M. le Professeur P. ZECH  
M. F. MARIANI

### FEDERATION SANTE

- UFR de Médecine GRANGE-BLANCHE
- UFR de Médecine ALEXIS-CARREL
- UFR de Médecine LYON-NORD
- UFR de Médecine LYON-SUD
- Institut des Sciences Biologiques  
et Pharmaceutiques
- UFR d'ODONTOLOGIE
- INSTITUT DES TECHNIQUES DE  
READAPTATION
- Département de BIOLOGIE HUMAINE
- Département d'INNOVATION ET DE  
COORDINATION PEDAGOGIQUE

Directeur : Mme le Pr. PELLET  
Directeur : M. le Pr. EVREUX  
Directeur : M. le Pr. PATRICOT  
Directeur : M. le Pr. DEJOUR  
Directeur : M. le Pr. VILLARD  
  
Directeur : M. le Pr. MAGLOIRE  
Directeur : M. le Pr. EYSSETTE  
  
Directeur : M. le Pr. BRYON  
Directeur : M. le Pr. LLORCA

### FEDERATION SCIENCES

- Institut DES SCIENCES DE LA MATIERE
- Institut DES SCIENCES DE L'INGE-  
NIEURIE ET DU DEVELOPPEMENT  
TECHNOLOGIQUES
- Institut DE CHIMIE ET BIOLOGIE
- Institut d'ANALYSE DES SYSTEMES  
BIOLOGIQUES ET SOCIO-ECONOMIQUES
- Institut DES SCIENCES DE LA TERRE  
DE L'OCEAN, DE L'ATMOSPHERE, DE  
L'ESPACE ET DE L'ENVIRONNEMENT
- UFR des ACTIVITES PHYSIQUES ET  
SPORTIVES
- I.U.T. A
- I.U.T. B
- Département de 1er Cycle  
pluridisciplinaire Sciences
- Département de 2ème Cycle
  - Sciences de la Vie et de la  
Terre
  - Sciences pour l'Ingénieur
  - Sciences de l'Analyse et de  
la Matière

Directeur : M. le Pr. ELBAZ  
Directeur : M. le Pr. DIMNET  
  
Directeur : Mme VARAGNAT, M.C.  
Directeur : M. le Pr. LEGAY  
  
Directeur : M. le Pr. ELMi  
  
Directeur : M. le Pr. CAMY  
  
Directeur : M. le Pr. GIELLY  
Directeur : M. le Pr. PIVOT  
Directeur : M. PONCET, M.C.  
  
Directeur : M. le Pr. BLANCHET  
Directeur : M. le Pr. BETHOUX  
  
Directeur : M. le Pr. VIALLE



## *Remerciements*

*Je remercie sincèrement Monsieur G. VERCHERY, Professeur à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, de m'avoir accueilli au sein du Département Mécanique et Matériaux qu'il dirige, et d'avoir honoré mon travail en présidant le jury.*

*Je remercie particulièrement Monsieur A. VAUTRIN, Professeur à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne et directeur de thèse pour la richesse de la formation scientifique et humaine que j'ai reçue tout au long de mon activité de recherche et de ses précieux conseils qui m'ont beaucoup aidé à achever mes travaux de recherches.*

*Je remercie spécialement Monsieur C. OYTANA Professeur à l'Université de Franche-Comté (Faculté des Sciences et des Techniques), d'avoir accepté la charge de rapporteur.*

*Je tiens à remercier Monsieur P. JODIN Ingénieur de recherches Docteur habilité à l'Université de Metz (Faculté des Sciences), d'avoir bien voulu accepter d'être le rapporteur de ce travail de recherches.*

*Messieurs B. CHABERT, Professeur à l'Université Claude Bernard Lyon 1, P. HENRAT, Chef de Département du Service Technique et du Développement à Hexcel Génin, J.P SOULIER, Maître de conférence à l'Université Claude Bernard Lyon 1, et Y. SURREL, Chargé de recherches à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, ont accepté de participer au jury de thèse. Je les en remercie sincèrement.*

*Je remercie très sincèrement Messieurs D. MARTY et G. GAILLARD pour leur aide technique pour la réalisation de mes essais expérimentaux.*

*Je remercie également tous mes collègues du Département de Mécanique et Matériaux, en particulier les "Durs" qui m'ont toujours apporté une aide morale, amicale et fructueuse.*

*Je remercie toutes les personnes du Service d'Edition de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne qui ont assuré avec efficacité le tirage de cette thèse.*

*La frappe de cette thèse a été assurée par l'auteur à l'aide d'un ordinateur 'Macintosh Plus'.*



## SOMMAIRE

RESUME

ABSTRACT

INTRODUCTION 1

I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE 4

I.1 Les essais de cisaillement 4

I.1.1 Application directe d'un effort de cisaillement 4

I.1.1.1 Méthode du " cadre de cisaillement " 4

I.1.1.2 Rails de cisaillement 6

I.1.2 Flexion sur appuis rapprochés 7

I.1.3 Sollicitation de type traction 8

I.1.4 Sollicitation de torsion 9

I.2 L'essai de torsion 10

I.2.1 Note historique 10

I.2.2 Problème de la torsion d'un cylindre 10

I.2.2.1 Enoncé du problème 10

I.2.2.2 Cas d'un barreau à isotropie transverse 11

I.2.3 Les différents essais de torsion 13

I.2.3.1 Tube à paroi mince 13

I.2.3.2 Cylindre à section droite circulaire 15

I.2.3.3 Cylindre à section droite rectangulaire 16

I.2.3.3.1 Rappel théorique 17

I.2.3.3.2 Exploitation de l'essai 20

I.3 Conclusion 22

I.4 Absorption d'eau 22

I.4.1 Introduction 22

I.4.2 Les mécanismes d'absorption d'eau par les composites 25

I.4.3 Le modèle de diffusion de Fick 27

I.4.4 Les écarts à la loi de Fick 30

I.4.5 Conclusion 32

II.CONCEPTION DES MACHINES	35
II.1 Introduction	35
II.2 Essai de fluage et de recouvrance en torsion	35
II.2.1 Essai de fluage	35
II.2.2 Essai de recouvrance	36
II.3 Machine de fluage en torsion horizontale	37
II.3.1 Détermination des sections maximales	37
II.3.2 Domaine de couples utiles	38
II.3.3 Description de la machine	38
II.3.4 Principe de fonctionnement	40
II.3.5 Système de fixation des éprouvettes	43
II.3.6 Dimensions admissibles	43
II.3.7 Test de validation	44
II.3.8 Conclusion	47
II.4 Machine de fluage en torsion verticale	47
II.4.1 Introduction	47
II.4.2 Choix du matériaux	48
II.4.3 Cahier des charges	48
II.4.4 Description de la machine	49
II.4.5 Principe de fonctionnement	51
II.4.6 Système de fixation des éprouvettes	54
II.4.7 Différentes phases de réglage	55
II.4.8 Protection des éléments roulants	59
II.4.8.1 Conception du joint sans frottement	59
II.4.8.2 Choix de la matière	59
II.4.8.3 Technique de fabrication	59
II.4.9 Domaine des couples utiles	60
II.4.10 Dimensions admissibles	60
II.4.11 Principe de mise en charge	60
II.4.12 Test de validation	60
II.4.13 Conclusion	62

III. MODELISATION DES CINETIQUES D'ABSORPTION	63
III.1 Introduction	63
III.2 Cas d'un solide isotrope	64
III.3 Cas d'un solide anisotrope	64
III.4 Anisotropie de la diffusion	65
III.5 Solution de la loi de Fick dans le cas d'une plaque plane	65
III.6 Diffusion tridimensionnelle	70
III.6.1 Cas d'une poutre rectangulaire de section droite rectangulaire	70
III.6.1.1 Solution aux temps courts	71
III.7 Diffusion tridimensionnelle des composites unidirectionnels	73
III.7.1 Eprouvettes à fibres longitudinales	73
III.7.2 Eprouvettes à fibres transverses	75
III.7.3 Eprouvettes renforcés par un tissu équilibré	76
III.7.4 Conclusion	77
III.8 Technique et méthodes expérimentales des cinétiques d'absorption	79
III.8.1 Présentation des matériaux	79
III.8.1.1 Matériau 1	79
III.8.1.2 Matériau 2	80
III.8.1.3 Matériau 3	81
III.8.2 Découpage des échantillons	81
III.8.3 Conditionnement des échantillons en humidité	82
III.8.4 Programme expérimental	82
III.8.5 Choix du taux d'humidité et la température	83
III.8.6 Conditionnement en ambiance humide	83
III.8.7 Désorption des éprouvettes	84
III.8.8 Précautions d'emploi	84
III.8.9 Equipement	84
III.8.10 Résultats et exploitations des cinétiques d'absorption	86
III.8.10.1 Exploitation des courbes de prise de poids	86
III.8.10.2 Détermination des diffusivités globales	86
III.8.10.3 Détermination des diffusivités effectives DL et DT	87
III.8.11 Discussion et interprétation des résultats	88



III.8.11.1	Courbes de prise et perte de poids	88
III.8.11.2	Courbes de prise de poids de la deuxième absorption	89
III.8.11.3	Résultats des diffusivités globales	90
III.8.11.4	Evaluation des diffusivités effectives $D_L$ et $D_T$	91
III.8.12	Conclusion	93
IV. FLUAGE EN TORSION D'UN BARREAU COMPOSITE UNIDIRECTIONNEL DANS UN MILIEU HUMIDE		113
IV.1	Introduction	113
IV.2	Eprouvette et équipement extensométrique	114
IV.3	Procédure expérimentale	114
IV.3.1	Fixation de l'éprouvette	114
IV.3.2	Position de la machine à vide	115
IV.3.3	Position de la machine chargée	115
IV.3.4	Montage de la chaîne de mesure	115
IV.4	Mesure des déformations de cisaillement	116
IV.5	Calcul des modules de cisaillement	117
IV.6	Programme expérimental envisagé	117
IV.7	Présentation des résultats expérimentaux	118
IV.7.1	Résultats de fluage et recouvrance	118
IV.7.1.1	Echantillons à fibres longitudinales	119
IV.7.1.1.1	Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage à couple variable et humidité relative et humidité relative fixe	119
IV.7.1.1.2	Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage et recouvrance à couple fixe et humidité relative variable	120
IV.7.1.2	Résultats des échantillons à fibres transverse	130
IV.8	Endommagement et rupture d'un barreau composite unidirectionnel	136
IV.8.1	Observation microscopique	140
IV.9	Discussion et interprétation des résultats	145
IV.10	Conclusion	150
IV.11	Analyse des résultats	151
IV.11.1	Principe d'équivalence humidité temps	151

IV.11.2 Principe et détermination du facteur de glissement horizontal	152
IV.11.3 Conclusion	161
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	163
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	167
ANNEXE	172
Couples appliqués en fonction des déformations de cisaillement instantanées pour différentes humidités relatives.	



## RESUME

Cette étude se situe dans le contexte général de la caractérisation du comportement en cisaillement de composites à fibres de carbone ou verre et matrice polymère. Les éprouvettes parallélépipédiques à fibres longitudinales ou transverses sont soumises à des essais de fluage en torsion aux différents taux d'humidité relative 0, 60, 80 et 96% à la température constante de 60°C.

Une étude introductive rappelle le problème de la caractérisation des propriétés de cisaillement et les bases théoriques du problème de torsion. Les phénomènes d'absorption d'eau des composites à matrice organique sont également présentés.

La conception et la réalisation des machines d'essais de fluage en torsion simples peu encombrantes et de coût de fabrication raisonnable sont ensuite décrites. Ces machines permettent d'effectuer des essais en parallèle dans les enceintes de conditionnement.

Les cinétiques d'absorption d'eau sont modélisés a priori par la loi de Fick. Le choix d'un barreau composite de section droite carrée à fibres longitudinales ou transverses permet en principe de déterminer les diffusivités effectives suivant les trois directions x, y et z de l'éprouvette.

Trois composites à matrice polymère ont été étudiés : deux matériaux à base de fibres de verre E unidirectionnelles et tissées et un matériau à fibres de carbone unidirectionnelles. L'absorption d'eau suivant la direction des fibres est en général plus rapide que suivant la direction transverse, on caractérise ainsi l'anisotropie de la diffusion macroscopique des composites unidirectionnels. De plus les diffusivités expérimentales du composite renforcé par un tissu de verre équilibré sont pratiquement indépendantes des humidités relatives et de l'orientation chaîne et trame.

Les essais de fluage d'échantillons saturés, testés à différents couples, permettent l'étude de la variation de la complaisance de cisaillement dans le temps en fonction de la quantité d'eau absorbée. Les courbes de complaisance les plus marquantes sont celles des échantillons verre/époxyde conditionnés à 80 et 96 % HR où l'on met en évidence la grande sensibilité du comportement en cisaillement à la concentration en eau. En outre l'endommagement observé des échantillons à fibres longitudinales se traduit par des fissures longitudinales suivant la direction des fibres alors que les transverses se rompent en traction transverse. Enfin, les courbes maîtresses obtenues et la courbe d'évolution du facteur de glissement en fonction de la concentration en eau permettent raisonnablement de prévoir le comportement du matériau dans un large domaine temps-concentration en eau.

**Mots clés :** composite à matrice polymère, cisaillement, torsion, fluage, humidité, comportement mécanique.



## ABSTRACT

The major objective of the investigation is the experimental characterization and modelization of the shear behaviour of polymer matrix composites reinforced with long glass or carbon fibres. Three different composites have been conditioned and subjected to short term torsion creep at 0, 60, 80 and 96 % relative humidities and 60 °C using new torsion rigs.

A brief overview of the experimental approaches to characterize the shear properties is first given. A theoretical introduction to the classical problem of the torsion of a cylinder is then presented and the moisture diffusion phenomenon mentioned as well.

The design and practical realization of the creep torsion rigs are described focusing on their main advantages : design simplicity, small size and low cost. They are quite suitable for testing in environmental chambers. The moisture diffusion is described using Fick's law through out the present work. It is shown that the use of square section beams can easily lead to the determination of the principal effective diffusivities of the material.

The moisture diffusion along the fibre direction takes place at a higher speed than that transverse to the fibre direction, this obviously reveals the anisotropy of water diffusion phenomenon through fibre reinforced composites. Dealing with a composite reinforced with balanced glass fabrics, the experimental diffusivities can be considered as independent of the relative humidities and the diffusion orientation.

The creep tests of fully saturated specimens at various torsion torques directly lead to the shear compliances as functions of time and moisture contents. The highest sensitivity to moisture content has been obtained for the glass/epoxy resin composite exposed at 80 and 96 % relative humidity. The damage of the samples under torsion is characterized by cracking parallel to the fibre direction for the longitudinal fibre samples although transverse sample failure is due to transverse tension.

Finally, data reduction using compliance master curves based on the well-known time-moisture content equivalence principle can be regarded as an interesting approach to the difficult problem of the prediction of the shear behaviour as a function of time and moisture content.

**KEY WORDS :** polymer matrix composites, shear, torsion, creep, humidity, moisture content, mechanical behaviour.



## INTRODUCTION





## INTRODUCTION

Les matériaux composites à matrice polymère et à renfort filamentaire sont de plus en plus utilisés dans des domaines très divers comme l'aéronautique, l'automobile, les constructions navales et autres. L'emploi de ces matériaux nécessite une compréhension de leur comportement intrinsèque dès qu'ils entrent dans la constitution des structures soumises à des environnements sévères et complexes : sollicitations mécaniques et thermohygrométriques. Un composite, comme son nom l'indique, est un matériau constitué de plusieurs composants ; on distingue généralement le renfort constitué de fibres, la matrice enrobant les fibres et l'interface entre la matrice et la fibre de renfort. Ces constituants ont chacun un rôle bien défini. Les propriétés mécaniques des composites dépendent en grande partie de l'efficacité de la liaison fibre/matrice. Ces liaisons sont susceptibles d'être rompues par l'arrivée de molécules d'eau à l'interface. C'est pourquoi il est essentiel de connaître la cinétique d'absorption d'eau dans les composites lorsque ces structures vont être utilisées en environnements naturel, humide ou en immersion dans l'eau et d'établir des modèles prédictifs bien fondés afin de prévoir leur comportement à moyen et long termes.

Les paramètres les plus pénalisants sont :

- la diffusion de l'eau dans les structures composites dans la résine ou par capillarité à l'interface fibre-matrice, qui provoque à terme des modifications physico-chimiques réversibles ou irréversibles, plastification réversible de la résine, l'érosion et la microfissuration de la surface, décohésion de l'interface fibre-matrice, entraînant notamment une chute des caractéristiques mécaniques,
- les contraintes externes qui peuvent créer un endommagement du matériau, la fissuration de la résine, et éventuellement des décohésions à l'interface réduisant la durée de vie et entraînant également une réduction des performances mécaniques.

L'objectif de cette étude consiste à évaluer en fonction du temps, les effets combinés de l'eau et d'une contrainte de cisaillement pur sur le comportement mécanique des composites carbone ou verre époxyde. Pour atteindre cet objectif, il s'avère nécessaire de définir un protocole d'essai de conditionnement précis, et de concevoir des machines d'essais adaptées à ce sujet de recherche, en prenant en compte les conditions réelles d'utilisation de la structure (barreau composite découpé dans les axes d'orthotropie). L'approche retenue a pour objectif de mieux comprendre la cinétique d'absorption d'eau

dans le contexte des poutres et les modifications du comportement en cisaillement en milieu humide.

L'étude que nous présentons comprend quatre parties principales :

le premier chapitre présente un aperçu bibliographique portant sur :

- les différents tests de cisaillements, basés sur des essais de traction, torsion et autres utilisés pour caractériser le comportement des matériaux composites . Au vu de cette partie bibliographique, nous montrons que l'essai de torsion d'un barreau, représentatif d'une structure réelle, donne un état de cisaillement pur relativement bien défini et peut donc conduire à une modélisation bien fondée sur le plan mécanique,
- l'absorption d'eau par les composites polymériques, les mécanismes d'absorption, la loi de diffusion de Fick et les nombreux écarts à ce modèle.

Le second chapitre est consacré à la conception et à la réalisation des machines de fluage en torsion verticale de capacité maximale 10 N.m. Le choix du matériau de conception a une importance primordiale du fait des risques de corrosion par l'eau et la vapeur d'eau. Une réflexion est menée pour la protection des éléments roulants, un joint d'étanchéité a été spécialement conçu et réduit très fortement les couples parasites résistants. Un système de serrage identique à géométrie variable, de section droite carrée ou circulaire, bien contrôlé sur chaque face, a été conçu de façon à garantir une bonne reproductibilité des résultats.

Le troisième chapitre se compose de deux divisions.

La première partie comprend la modélisation des cinétiques d'absorption d'eau dans le contexte des plaques épaisses. La formulation tridimensionnelle de la loi de Fick est appliquée pour déterminer l'absorption d'eau d'un barreau composite de section droite carrée dont les fibres sont longitudinales ou transverses.

La seconde division comprend le conditionnement des matériaux étudiés : la description des matériaux, le découpage et le conditionnement des éprouvettes en humidité, le tracé des courbes d'absorption et de désorption d'eau, les résultats concernant les diffusivités globales et les courbes de prise de poids globale en

coordonnées réduites afin de caractériser l'écart entre la diffusion réelle et celle prévue par le modèle de Fick.

Le quatrième partie enfin présente les essais expérimentaux de fluage et recouvrance des échantillons saturés dans un environnement contrôlé en humidité et température afin de caractériser l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique en cisaillement, la présente comportera donc :

- le tracé des courbes d'évolution des complaisances de cisaillement en fonction du temps ,
- l'évolution des modules de cisaillement plan et transverse en fonction de la concentration en eau,
- l'observation microscopique de la rupture ultime en torsion,
- les courbes maîtresse et l'évolution du facteur de glissement en fonction de la concentration d'eau,

Une conclusion générale permet de souligner les principaux résultats et d'évoquer certains prolongements à ce travail, dont l'objet essentiel est la mise au point d'une méthodologie d'étude du fluage en cisaillement sous environnement contrôlé.



## ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE



## **I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.**

### **I.1. Les essais de cisaillement.**

Les chercheurs ont jusqu'ici proposé des méthodes très diverses pour mesurer l'adhésion fibre/matrice ou la résistance globale au cisaillement, en vue de mieux connaître les performances des matériaux existants ou d'en contrôler les caractéristiques après fabrication, afin d'utiliser ces matériaux avec une sécurité optimale.

Ces différentes méthodes ont été analysées et exploitées entre autres par Davis (1964), Renard (1982), Barreau et Laroze (1983) Abdel-Hady et Vautrin (1987) pour ne citer que quelques références.

Dans ce qui suit, l'analyse bibliographique est effectuée en s'attachant plus particulièrement à mettre en évidence :

- la nature de l'état mécanique de l'éprouvette,
- le type d'éprouvette, souvent plus en moins proche de la pièce réelle dont on souhaite évaluer les performances,
- la nature des résultats : la résistance au cisaillement, le module de cisaillement,
- la simplicité de la géométrie des éprouvettes, le barreau plat et le barreau à section rectangulaire ou carrée étant plus faciles à fabriquer, ils peuvent, en effet, être plus aisément extraits de pièces industrielles.

Nous allons dans la suite examiner ces différents méthodes en les regroupant suivant le type d'essai qui est utilisé et qui induit un cisaillement dans l'éprouvette en sollicitant celle-ci en flexion, en traction ou en cisaillement pur.

#### **I.1.1 Application directe d'un effort de cisaillement.**

##### **I.1.1.1 Méthode du "cadre de cisaillement ".**

Cette méthode, appelée en anglais "picture frame shear test", fut initialement mise au point pour les stratifiés bois, puis transposée aux matériaux composites (Adams & Thomas, 1967 ; Dastin, Lubin & Munyak, 1969 ; Cardon & Verchery, 1984). Elle utilise une plaque encastrée dans un cadre métallique carré, articulé à ses sommets (Fig. I.1a). La traction sur deux des extrémités opposées du cadre crée des contraintes de cisaillement sur les 4 côtés de la plaque. Pour éviter le flambement de l'échantillon lors du test Lee et Munro (1986) suggèrent de définir les dimensions de l'échantillon en sachant que la charge critique au flambage est :



$$P_{cr} = 1,414 \pi^2 K \frac{D_y}{a} \quad (I.1)$$

$P_{cr}$  : charge critique au flambage,

$a$  : côté de la plaque ,

$D_x, D_y$  : rigidités longitudinale et transverse de la plaque,

$K$  : coefficient au flambage qui dépend de  $D_x/D_y$ .

La loi de comportement en cisaillement d'un stratifié orthotrope  $[0^\circ, 90^\circ]_s$  est donnée par Cardon et Verchery, 1984 elle est égale à :

$$\sigma_{12} = \frac{P L \frac{\sqrt{2}}{2}}{e b^2} \quad (I.2)$$

$$G_{12} = \frac{P L \frac{\sqrt{2}}{2}}{2 b^2 e \epsilon_{45^\circ}} \quad (I.3)$$

$P$  : charge de cisaillement appliquée,

$e$  : épaisseur de la plaque,

$b$  : côté de la plaque,

$L$  : côté du cadre de cisaillement,

$\epsilon_{45^\circ}$  : déformation de cisaillement mesurée par jauge d'extensométrie disposée à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de l'éprouvette (Fig. I.1b ).

Le principal inconvénient de cette méthode est l'appareillage assez lourd qu'elle nécessite.

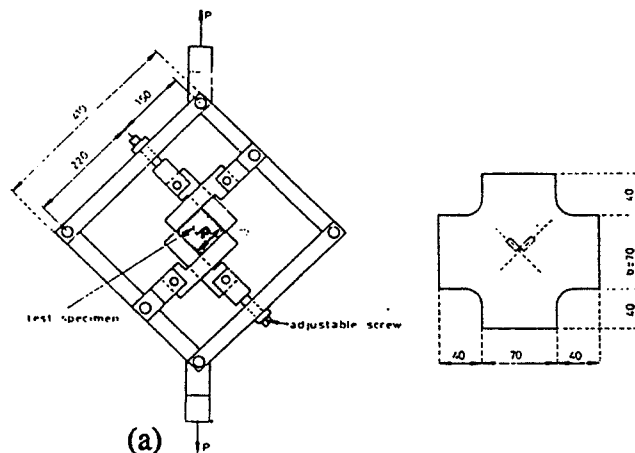


Figure I.1 : Cadre de cisaillement des structures composites (tiré de Cardon et Verchery, 1984).

### I.1.1.2 Rails de cisaillement.

La méthode d'essai des rails de cisaillement appelée en anglais "rail shear test" a été analysée par Sims (1973). Il introduit un montage symétrique des rails de cisaillement et élimine ainsi la nature dissymétrique du chargement relatif au stratifié du montage classique qui ne comportait que deux rails (Whitney, 1971).

Le stratifié testé a un empilement orthotrope  $[0^\circ/90^\circ]_{ns}$ , et est enserré entre 3 rails parallèles disposés comme l'indique la figure I.2.

La théorie classique des stratifiés en membrane montre que le stratifié étudié est globalement orthotrope et que les axes principaux de contraintes et de déformations coïncident dans le cas de cet essai. On obtient ainsi la loi de comportement en cisaillement

$$\sigma_{12} = \frac{P}{2a} \quad (I.4)$$

$$G_{12} = \frac{P}{4a\epsilon_{45^\circ}} \quad (I.5)$$

P : est l'effort exercé,

a : aire de la surface de la section longitudinale parallèle à l'effort,

$\epsilon_{45^\circ}$  : la mesure de la déformation de cisaillement donnée par la jauge d'extensométrie disposée à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de l'éprouvette.

On constate que les valeurs du module de cisaillement d'un stratifié carbone/époxyde données par Yeow et Brinson (1978) sont très sensibles à l'empilement utilisé. Ce module est égale à 6,9 GPa pour un empilement  $[0^\circ]_{8s}$  et 4,1 GPa pour un empilement  $[0^\circ/90^\circ]_{8s}$ . Sims (1973) souligne que la présence des rails d'acier induit un état de contrainte complexe et la rupture de la plaque aux coins est à l'origine de la rupture de l'éprouvette. Enfin Yeow et Brinson (1978) indiquent une rupture faisant intervenir non seulement du délaminage mais aussi des ruptures interplis. Elle fait donc intervenir des effets de couplage entre les plis.

A cause du coût et surtout du montage qui est assez complexe, l'utilisation de ce test reste très limitée.

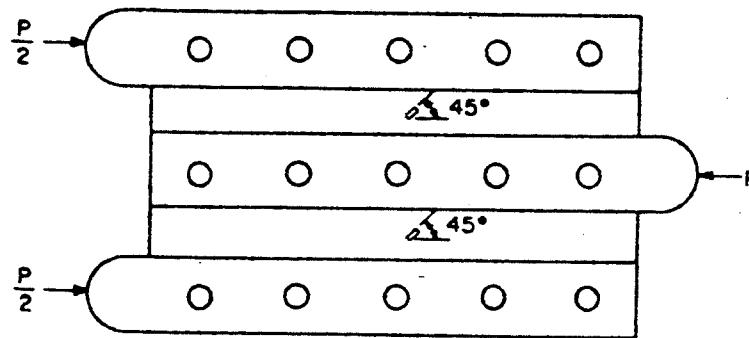


Fig I.2 Rails de cisaillement (tiré de Yeow et Brinson, 1978).

### I.1.2 Flexion sur appuis rapprochés.

La flexion sur appuis rapprochés produit une contrainte de cisaillement qui est maximum dans le plan médian de l'éprouvette perpendiculaire à la charge appliquée P, cette contrainte est égale à :

$$\sigma_{12} = \frac{3}{4} \frac{P}{bh} \quad (\text{I.6})$$

où :

$\sigma_{12}$ : valeur maximale de la contrainte qui est liée à la charge,

b : largeur de l'éprouvette (10 mm environ),

h : épaisseur,

l : longueur de l'éprouvette entre appuis ( $l = 6h$ ).

L'éprouvette servant pour ce test est un barreau plat qui repose sur deux appuis et qui est soumis à un effort de flexion (Fig. I.3). Vu l'extrême simplicité de l'essai, ce test, bien que soulevant de nombreuses difficultés d'interprétation, est encore utilisé dans un grand nombre de laboratoires universitaires et industriels. Il fait l'objet de la norme NF ISO 4585 (1990).

Un certain nombre d'auteurs (Davis, 1964 ; Menges, 1969 ; Hanna & Steingiser, 1969 ; Sattar & Kellog, 1969) ont étudié en détail les divers facteurs qui pouvaient influencer les valeurs mesurées de la contrainte de cisaillement à la rupture obtenue. Le plus important de ceux-ci est le rapport  $l/h$  de la distance entre appuis à l'épaisseur de l'éprouvette. Lorsque ce rapport décroît de 20 à 6, on passe successivement d'une

rupture en flexion à une rupture complexe faisant intervenir du cisaillement et de la compression. Dans la plupart des cas, cet essai ne permet pas d'obtenir des valeurs de la contrainte à rupture qui correspondent à une rupture en cisaillement pur. Ce test ne permet donc pas de mesure quantitative des performances des matériaux mais seulement une classification qualitative au mieux.

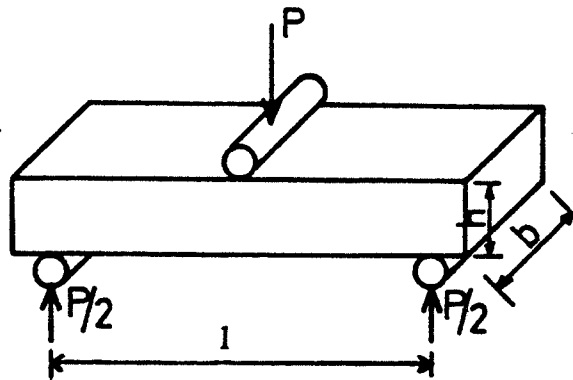


Figure I.3 : Flexion trois points.

### I.1.3 Sollicitation de type traction.

**Traction d'une éprouvette entaillée** (Adams, 1972 ; Markham & Dawson, 1975).

L'éprouvette à tester est un stratifié unidirectionnel, de forme parallélépipédique, dont les fibres coïncident avec l'axe principal de l'éprouvette, et munie de deux entailles opposées (Fig. I.4).

Elle est sollicitée en traction. La zone du plan médian comprise entre les deux entailles, d'une longueur de 12,5 mm d'après la norme ASTM D 2733 (1974), est soumise à une contrainte de cisaillement dont la valeur moyenne est définie par :

$$\sigma_{12}^m = \frac{P}{a L} \quad (I.7)$$

a : largeur de 25,4 mm,

P : l'effort appliqué,

L : distance entre entailles.

Les valeurs moyennes de résistance en cisaillement obtenues par Chiao (1977) pour un composite Kevlar/époxyde ( $V_f = 65\%$ ) varie entre 7,71 et 23,46 MPa. La dispersion

des valeurs de résistance en cisaillement dépend fortement de la précision d'usinage des encoches et la géométrie des éprouvettes qui est très difficile à respecter, or c'est cette même géométrie qui conditionne la fiabilité et la reproductivité du test. Ainsi les résultats obtenus pour la contrainte à la rupture apparaissent souvent comme aléatoires. Même si ce test fait l'objet d'une norme ASTM D 2733 (1974), ce test n'est plus utilisé actuellement.

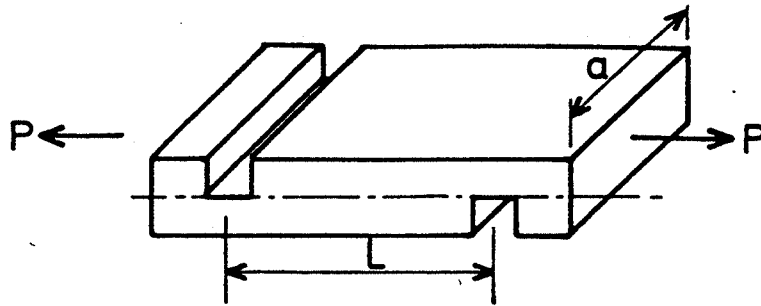


Figure I.4 : Traction d'une éprouvette entaillée.

#### I.1.4 Sollicitation en torsion.

La connaissance des propriétés de cisaillement est indispensable à toute conception de structure mécanique, de nombreuses difficultés de natures expérimentale et théorique sont soulevées dans le cas des matériaux composites.

Les travaux de recherche effectués montrent que l'interface fibre-matrice est particulièrement sensible au cisaillement. Il convient donc de mettre en oeuvre un test qui introduise une telle sollicitation. Les tests de torsion de cylindres creux ou pleins et de barreaux de sections rectangulaires de composite à matrice polymère renforcé par des fibres longitudinales donne en général un état de torsion pure. Ces tests permettent d'obtenir la loi de comportement en cisaillement dont on déduit directement une estimation des modules recherchés. Mise à part l'obtention d'un état de torsion pure, le choix d'un test de torsion est lié essentiellement aux critères de coût de fabrication de l'éprouvette et de son degré de représentativité de la structure réelle.

Les différents essais de torsion feront l'objet d'une étude détaillée au paragraphe I.2.3, après présentation du problème général de torsion d'un arbre cylindrique.

## **I.2 L'essai de torsion.**

### **I.2.1 Note historique.**

Le problème de la torsion a été abordé par Coulomb (1784) dans le cas d'un cylindre de section droite circulaire. Il choisit un système d'axes orthonormés  $ox_1x_2$ , le repère étant complété par l'axe  $ox_3$  perpendiculaire au plan  $ox_1x_2$ . Il a donné la solution dans le cadre de l'hypothèse de sections planes, en supposant que le déplacement suivant l'axe  $x_3$  du cylindre est nul et en admettant que chaque section normale tourne en bloc dans son plan autour du centre du cercle et que l'angle de rotation est proportionnel à la distance  $x_3$ . Cette solution s'est avérée tout à fait correcte pour la section circulaire. Mais la tentative de Navier (1823) d'utiliser les mêmes hypothèses pour d'autres sections a conduit à des résultats erronés. Cauchy (1830) a renoncé à l'hypothèse de sections planes sans toutefois parvenir au résultat. Saint-Venant (1855) s'est proposé de chercher la solution en terme de déplacement, en partant de l'hypothèse de Coulomb et en admettant que les sections ne restent pas nécessairement planes, mais subissent toutes une même déformation indépendante de  $x_3$ , c'est-à-dire suffisamment loin des extrémités pour que l'on puisse en négliger les effets spécifiques. Cette dernière approche sera examinée dans la suite plus en détail.

### **I.2.2 Problème de la torsion d'un cylindre.**

#### **I.2.2.1 Enoncé du problème.**

Soit une éprouvette cylindrique de section droite ( $\Omega$ ) quelconque, éventuellement multiplement connexe à  $n$  cavités, limitée par des contours partiels  $(C_i)$ ,  $i = 0, 1, \dots, n$ , et dont la génératrice est parallèle à l'axe de torsion  $ox_3$  (Fig. I.5). On suppose que les forces de volume sont négligeables, que la surface latérale est libre de contraintes et que les efforts appliqués peuvent être réduits dans le cas du chargement à deux couples de torsions opposés  $M$  et  $-M$  sur les deux faces extrêmes. Dans le cas de l'élasticité linéaire ce problème de torsion pure est résolu classiquement soit par la méthode en déplacement, dite méthode cinématique, soit par la méthode en contraintes, dite méthode statique.

La première méthode, due à Saint-Venant, consiste à construire un champ de déplacement  $U$  qui tient compte des rotations des sections transversales le long de l'axe  $ox_3$  du cylindre et de leurs gauchissements.

On peut se rendre compte que les hypothèses de Saint-Venant entraînent l'absence des contraintes normales entre les fibres longitudinales et transversales sous cette hypothèse, il n'y a pas non plus de distorsion des sections planes, puisque  $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  et  $\gamma_{12}$  s'annulent. Il existe un état de cisaillement pur en chaque point de l'échantillon qui est défini par les contraintes  $\sigma_{13}$  et  $\sigma_{23}$  dans le repère de référence absolu  $0, x_1, x_2, x_3$ .

### I.2.2.2 Cas d'un barreau à isotropie transverse.

La résolution des problèmes de torsion a ensuite abordée par de nombreux auteurs. Pour une analyse détaillée précise de tous ces travaux, on peut se référer aux ouvrages de Timoshenko (1961) ou de Germain (1973).

Les travaux de Ramahefarison (1985) donne la solution dans le cas d'un barreau isotrope transverse à section multiplement connexe, en utilisant la méthode cinématique.

La méthode conduit à un champ de déplacement en tout point du barreau qui tient compte des rotations des sections transversales le long de l'axe  $ox_3$  et du gauchissement de ces sections figure I.5.

Le champ de déplacement est défini par :

$$\begin{cases} U_1 = -\theta x_3 x_2 \\ U_2 = \theta x_3 x_1 \\ U_3 = \theta \phi(x_1, x_2) \end{cases} \quad (I.8)$$

où  $\theta$  désigne l'angle de torsion unitaire, angle de torsion par unité de longueur et  $\phi$  la fonction de déplanation ou fonction de gauchissement des sections droites en torsion.

L'expression du champ de déplacement permet de déterminer le tenseur des déformations soit :

$$\begin{cases} \epsilon_{11} = \epsilon_{22} = \epsilon_{33} = \gamma_{12} = 0 \\ 2\epsilon_{13} = \gamma_{13} = \theta(\phi_{,1} - x_2) \\ 2\epsilon_{23} = \gamma_{23} = \theta(\phi_{,2} + x_1) \end{cases} \quad (I.9)$$

Par application de la loi de Hooke généralisée pour un matériau isotrope transverse on obtient les composantes du tenseur des contraintes:

$$\begin{cases} \sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma_{33} = \sigma_{12} = 0 \\ \sigma_{13} = G\theta(\phi_{,1} - x_2) \\ \sigma_{23} = G\theta(\phi_{,2} + x_1) \end{cases} \quad (I.10)$$

La fonction de déplanation  $\phi$  doit être déterminée de manière à satisfaire les équations d'équilibre (en absence de force volume) et les conditions aux limites qui sont:

$$\begin{cases} \sigma_{13,3} = 0 \\ \sigma_{23,3} = 0 \end{cases} \quad \text{dans } (\Omega) \quad (I.11)$$

$$\begin{cases} \sigma_{\alpha 3,\alpha} = 0 \\ \sigma_{\alpha 3,n\alpha} = 0 \end{cases} \quad \text{sur } (C_i) \quad (I.12)$$

En reportant dans (I.11 et I.12) les expressions des contraintes, on montre que la fonction de déplanation  $\phi$  est solution d'un problème de Neumann:

$$\begin{cases} \Delta \phi = 0 & \text{dans } (\Omega) \\ \frac{d\phi}{dn} = \frac{d}{ds} \left( \frac{x_2^2 + x_1^2}{2} \right) & \text{sur } (C_i) \end{cases} \quad (I.13)$$

où

$n$  : normale de la surface latérale,

$s$  : abscisse curviligne sur le contour

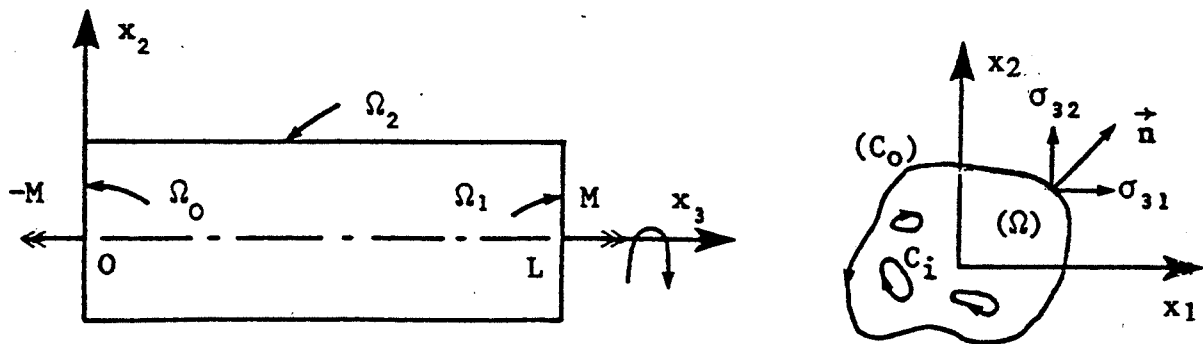


Figure I.5 : Barre en torsion (tiré de Ramahéfarison, 1985).



### I.2.3 Les différents essais de torsion.

#### II.2.3.1 Tube à paroi mince (Vicario & Rizzo, 1970 ; Phang et al. 1978 ; Tarnopol'skii, 1981).

Théoriquement cet essai crée un état de cisaillement pur d'excellente qualité. Sur le plan pratique, le couple de torsion est appliqué à un cylindre de paroi de faible épaisseur, réalisé par enroulement filamentaire, avec une direction des fibres à 90 degrés par rapport à l'axe du tube. Ce couple soumet la paroi mince de l'éprouvette à une contrainte de cisaillement uniforme (Fig. I.6).

Pour assurer le transfert du couple de torsion de la machine à l'échantillon, des talons métalliques sont collés à chaque extrémité du tube.

Les déformations sont mesurées à  $\pm 45$  degrés de l'axe du tube par des jauges de déformation. Pour limiter l'influence des efforts d'extrémités Vicario & Rizzo, 1970 propose l'utilisation d'un tube élancé (longueur 240 mm, rayon 40 mm, épaisseur 2 mm).

Le module et la contrainte de cisaillement sont déterminés à partir de formules analytiques simples :

$$\sigma_{r\theta} = \frac{M}{2 \pi r_m^2 e} \quad (I.14)$$

$$G_{r\theta} = \frac{M}{2 \pi r_m^2 e \epsilon_{r\theta}} \quad (I.15)$$

M : couple appliqué,

$\sigma_{r\theta}$  : contrainte de cisaillement,

$\epsilon_{r\theta}$  : déformation de cisaillement,

$r_m$  : rayon moyen du tube,

e : épaisseur de la paroi.

D'un point de vue mécanique le test de torsion d'un tube mince est intéressant car il induit un cisaillement pur. Il faut pouvoir disposer d'un équipement de bobinage et d'une machine d'essai en torsion dont l'un des mors doit être libre de se déplacer longitudinalement et dont l'alignement axial doit être parfait pour éviter tout déséquilibre de répartition des contraintes.

L'inconvénient majeur de ce type d'essai vient de la réalisation d'un tube par enroulement filamentaire avec une épaisseur de paroi suffisamment faible, maîtrisée et

constante. Ce problème qui n'est pas parfaitement résolu vient s'ajouter aux traditionnels défauts de fabrication tels qu'un taux de fibre variable ou que des contraintes résiduelles après cuisson différentes d'une éprouvette à l'autre. Ce type d'essai reste délicat à mettre en œuvre et, bien que correctement fondé sur le plan mécanique, il est rarement utilisé en pratique.

Ce test est considéré comme conduisant à un état de contrainte homogène dans la mesure où le gradient de contrainte de cisaillement dans l'épaisseur est négligeable du fait de la faible valeur de l'épaisseur du tube. Mais du point de vue pratique, ce test n'échappe pas au problème des conditions limites. Une attention particulière doit en effet être portée à la fixation des échantillons à tester ; cependant ce test est intéressant sur le plan fondamental car le calcul s'effectue à l'aide de formules analytiques simple et que le champ de cisaillement est homogène.

Phang et al. (1978) ont comparé des résultats de la détermination du module de cisaillement par la torsion de barreau de composites unidirectionnels à fibres longitudinales de section carrée et la torsion d'un tube à paroi mince à enroulement filamentaire à 90° par rapport à l'axe. Le barreau étudié a une section 7mm x 7mm et une longueur de 140 mm, le tube cylindrique a un diamètre intérieur de 30mm, une épaisseur de 2mm et une longueur de 220mm. Ils utilisent des échantillons en composites verre/époxyde dont la fraction volumique de fibres varie de 55% à 60%. La comparaison des résultats de mesures obtenus est présentée dans le tableau ci-dessous.

Tubes en torsion G (MPa)	Barres en torsion G (MPa)	écart absolu MPa
6140 ± 260	5610 ± 400	530
5270 ± 370	4800 ± 370	470
7180 ± 520	4910 ± 430	2270
6640 ± 440	5500 ± 380	1140
5080 ± 330	5080 ± 330	0

Tableau I.1 : Valeurs du module de cisaillement obtenues avec la torsion de tubes et de barres (tiré de Phang et al., 1978).

On constate que les valeurs obtenues par le test de torsion de tubes sont plus élevées que celles issues du test de torsion de barreaux. On note que la dispersion des valeurs mesurées est caractérisée par un écart maximal de 810 MPa pour le test de torsion de barreau, ce qui est plus faible qu'en ce qui concerne la torsion de tubes qui présente un écart maximal de 2100 MPa. Cependant la valeur moyenne du module de cisaillement G

obtenue par le test de torsion de barreaux ( $5180 \pm 382$  MPa) et celle obtenue par le test de torsion de tube ( $6062 \pm 384$  MPa) sont globalement satisfaisantes.

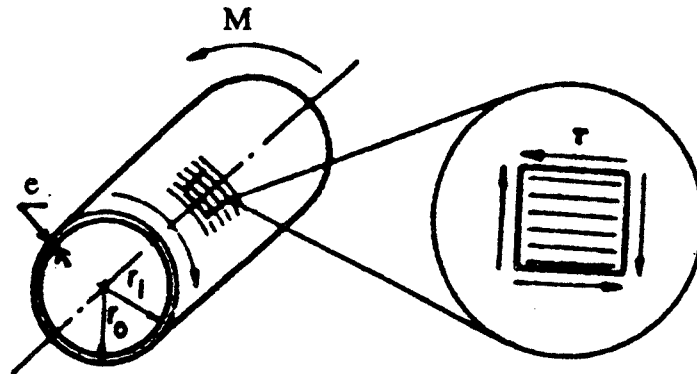


Figure I.6 : Epreuve de test de torsion de tube à paroi mince (tiré de Chiao et al. 1977)

#### I.2.3.2 Cylindre à section droite circulaire (C.Chiao, Moore & T.Chiao, 1977 ; Vong, 1980).

L'éprouvette est de forme cylindrique à renforcement unidirectionnel et présente l'avantage de pouvoir être réalisée soit par moulage direct, à l'aide d'un moule spécialement conçu pour obtenir cette géométrie, soit par usinage à partir d'une plaque épaisse. Ces types de fabrication d'éprouvettes conduisent à un taux de fibres en général plus constant que l'enroulement filamentaire.

Le cylindre est soumis à un couple de torsion  $M$  (Fig. I.7). La contrainte maximale  $\sigma_{\max}$  et le module de cisaillement sont données par :

$$\sigma_{r\theta}^{\max} = \frac{2 M}{\pi r^3} \quad (I.16)$$

$$G_{r\theta} = \sigma_{r\theta}^{\max} \frac{\theta}{r l} \quad (I.17)$$

$r$  : rayon du tube (14 mm),

$l$  : longueur du tube (120 mm),

$\theta$  : angle de torsion.

Dans ce test de torsion de barreau cylindrique comme dans le test de torsion de tube cylindrique précédent, le module de cisaillement  $G_{r\theta}$  peut être formulé en fonction soit de l'angle de torsion  $\theta$ , soit de la déformation de cisaillement  $\epsilon_{r\theta}$  mesurée localement par

jauge d'extensométrie. La méthode par jauge d'extensométrie est considérée comme plus précise, car la zone de mesure est éloignée des extrémités. En effet, la méthode par l'angle de torsion, qui est plus simple, peut être influencée par l'effet des extrémités. L'étude comparative présentée par Chiao et al. (1977) montre que la méthode de mesure par angle de torsion, peut entraîner une sous estimation de l'ordre de 13% la valeur du module de cisaillement.

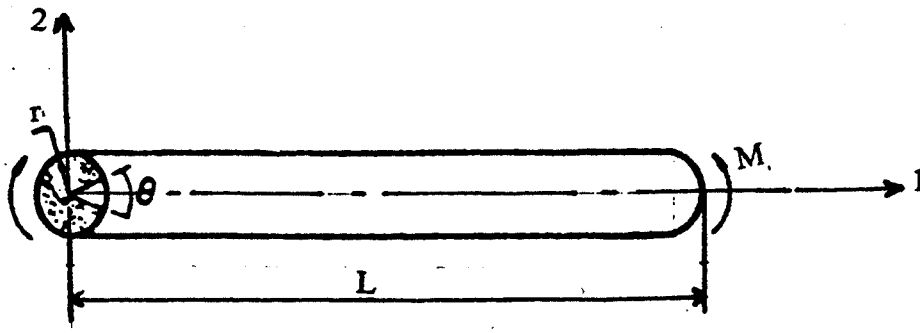


Figure I.7 : Epreuve de test de torsion d'un cylindre plein à renforcement longitudinale.

### I.2.3.3 Torsion d'un cylindre à section droite rectangulaire ou carrée.

Cette méthode a été mise au point par Phang, Vong & Verchery, en 1978.

Elle a l'avantage d'une part d'utiliser des éprouvettes de section rectangulaire ou carrée, qui peuvent facilement être découpées dans une plaque épaisse et, d'autre part, de permettre la détermination simultanée de deux modules de cisaillement pour les stratifiés unidirectionnels (module de cisaillement plan et module de cisaillement transverse) en utilisant des éprouvettes unidirectionnelles à fibres orientées transversalement (Fig. I.8).

Ce type d'essai a été repris par Renard, 1982 et Khadhraoui, 1984 dans le but d'étudier la loi de cumul d'endommagement en cisaillement. Le choix de la géométrie des éprouvettes à section droite carrée ou rectangulaire permet en outre la concentration de l'endommagement au milieu des faces.

La méthode de torsion de barreaux composites à section carrée a été reprise par Hachani, 1989 ; Abdel-Hady et Vautrin, 1990. Ils présentent une machine de torsion programmable conçue et réalisée au laboratoire Mécanique et Matériaux de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne. Cette machine est munie d'un mandrin à mors ajustables ,

permettant de tester des éprouvettes de géométries variables. Cet appareil permet de réaliser des tests de cisaillement pur dans des conditions ambiantes du laboratoire, sa capacité maximale est de 15 N.m. Les avantages de cette machine sont :

- maîtrise des conditions d'extrémités (serrage sur deux ou quatre faces)
- contrôle précis des lois horaires et donc possibilité de reproduire de façon fiable une même histoire de chargement.

Cette machine torsion a été reprise par Férent, 1990 où un soin particulier a été porté au contrôle des conditions frontière et à l'informatisation complète de la procédure d'essai et de l'exploitation. L'étude fine de la réponse mécanique en cisaillement d'échantillons fibres de carbone/résine époxyde a pu être menée dans les domaines linéaire et non linéaire.

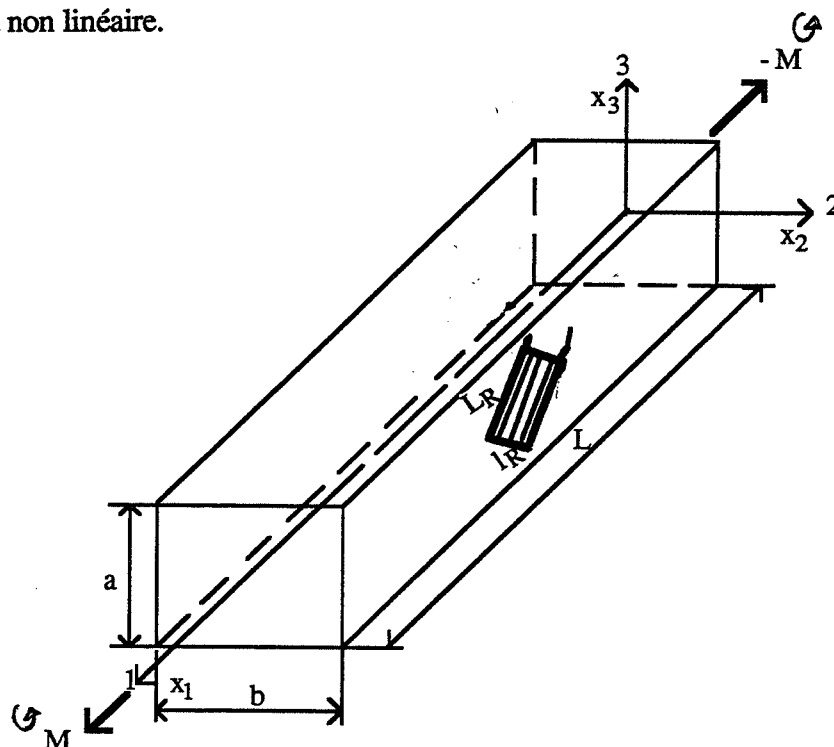


Figure I.8 : Barreau de section droite rectangulaire sollicité en torsion.

#### I.2.3.3.1 Rappel théorique.

Le test de torsion de barreau de composites unidirectionnels à section rectangulaire (Fig. I.8), présente l'avantage d'introduire un état de torsion pure ; à condition qu'il n'y ait pas d'effort parasite introduit expérimentalement par des désalignement des axes principaux de torsion du montage d'essai. Ce test fait l'objet d'une étude théorique présentée par Phang & Vong (1977) dans le but de déterminer la loi de comportement en cisaillement pur. Afin d'éliminer l'effet des extrémités, cette analyse théorique est basée sur la mesure de la déformation moyenne de cisaillement par jauge d'extensométrie, et non sur l'angle de torsion. Le module de cisaillement  $G_{13}$  est obtenu à partir du couple

exercé  $M$  et de la valeur moyenne mesurée de la déformation de cisaillement  $\epsilon_{13}$  qui fait intervenir les dimensions de la section du barreau ( $a \times b$ ) et de la jauge ( $L_R \times l_R$ ) indiquées sur la figure I.8.

$$G_{13} = \frac{1}{2ab^2} \frac{M}{\epsilon_{13}} \frac{K_1(a, b, l_R, L_R)}{K_2(a, b)} \quad (I.18)$$

ou encore :

$$G_{13} = \frac{1}{2ab^2} \frac{M}{\epsilon_{13}} K \quad (I.19)$$

avec :

$$K = \frac{K_1(a, b, l_R, L_R)}{K_2(a, b)} \quad (I.20)$$

$M$  étant le moment de torsion appliqué suivant l'axe  $x_1$ , les constantes  $a, b$  désignent les dimensions de la section du barreau ;  $L_R, l_R$  les dimensions de la base de mesure de la jauge de déformation (Fig. II.8). Les constantes  $K_1$  et  $K_2$  sont des fonctions dépendant de la géométrie de la jauge et du barreau et qui s'expriment sous forme de séries rapidement convergentes.

$$K_1 = 1 - \frac{64 b^2}{L_R l_R \pi^4} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\text{sh} \left[ \frac{(2n+1)L_R \sqrt{2}\pi}{4b} \right] \text{sh} \left[ \frac{(2n+1)l_R \sqrt{2}\pi}{4b} \right]}{(2n+1)^4 \text{ch} \left[ \frac{(2n+1)a\pi}{2b} \right]} \quad (I.21)$$

$$K_2 = \frac{1}{3} \left[ 1 - \frac{192b}{a\pi^5} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\text{th} \left[ \frac{(2n+1)a\pi}{b} \right]}{(2n+1)^5} \right] \quad (I.22)$$

Dans le cas d'un barreau orthotrope, les directions 2 et 3 ne sont plus équivalentes et  $G_{12}$  est différent de  $G_{13}$ . Il faut donc placer deux jauges à  $45^\circ$  pour déterminer les valeurs de  $\epsilon_{12}$  et de  $\epsilon_{13}$ .

On introduit l'inconnue  $G$  quotient de  $G_{13}$  par  $G_{12}$ . On montre que  $G$  est solution de l'équation :

$$\varepsilon_{12} K_3 (a, b, L_R, l_R, \sqrt{G}) = \varepsilon_{13} K_4 (a, b, L_R, l_R, G) \quad (I.23)$$

Les constantes  $K_3$  et  $K_4$  sont des séries rapidement convergentes dont on ne conserve que les deux premiers termes, on obtient :

$$K_3 = \frac{64 b^2}{\pi^4 L_R l_R \sqrt{G}} \sum_{n=0}^1 \frac{(-1)^n}{(2n+1)^2} \sin(A(2n+1)L_R) \sin(A(2n+1)l_R) \operatorname{th} B \quad (I.24)$$

et

$$A = \frac{\sqrt{2\pi}}{4b}$$

$$B = \frac{(2n+1)a\pi\sqrt{G}}{2b}$$

$$K_4 = 1 - \frac{64 b^2}{G L_R l_R \pi^4} \sum_{n=0}^1 \frac{\operatorname{sh} \left[ \frac{(2n+1)L_R \sqrt{2G}}{4b} \right] \operatorname{sh} \left[ \frac{(2n+1)l_R \sqrt{2G}}{4b} \right]}{\operatorname{ch} \left[ \frac{(2n+1)a\pi\sqrt{G}}{2b} \right]} \quad (I.25)$$

On constate donc que  $G$  est solution d'une équation de la forme :

$$A \operatorname{th}(\alpha x) - D x^2 - C \frac{\operatorname{sh} K_1 x \operatorname{sh} K_2 x}{\operatorname{ch} K_3 x} = 0 \quad (I.26)$$

La connaissance de  $G$  permet de déterminer  $G_{12}$  et  $G_{13}$  par :

$$G_{12} = \frac{M}{2\varepsilon_{12}} \frac{K_4(a, b, L_R, l_R)}{ab^2 K_6(a, b\sqrt{G})} \quad (I.27)$$

$$\text{avec } K_6 = \frac{1}{3} \left[ 1 - \frac{192b}{a\pi^5\sqrt{G}} \sum_{n=0}^{\infty} \text{th} \left[ \frac{(2n+1)a\pi\sqrt{G}}{2b} \right] \right] \quad (\text{I.28})$$

$$\text{et } G_{13} = G_{12} G \quad (\text{I.29})$$

Le calcul des modules de cisaillement plan et transverse cités précédemment ( $G_{12}, G_{13}$ ) est effectué grâce au logiciel développé au laboratoire sous ASYST 3.0 sur un micro-ordinateur IBM PCAT3 (Férent, 1991).

### I.2.3.3.2 Exploitation de l'essai.

Le test retenu dans cette étude est un test de torsion de barreau cylindrique de section droite carrée. Le grand axe des échantillons fait l'angle 0 ou 90 degrés avec la direction des fibres superficielles. Ce test permet de déterminer les deux modules de cisaillement à savoir  $G_{12}$  et  $G_{13}$ . Nous présentons les relations de ces modules, en distinguant les deux cas d'application : le cas du barreau isotrope transverse et le cas du barreau orthotrope.

#### 1- Cas du barreau isotrope transverse.

Le barreau étant isotrope transverse, les modules de cisaillement  $G_{12}$  et  $G_{13}$  sont égaux du fait des symétries du matériau. Il suffit par conséquent de connaître la valeur de la déformation de cisaillement  $\epsilon_{13}$  ; ceci s'obtient à partir de la mesure de la déformation moyenne d'une jauge d'extensométrie, collée au centre de l'éprouvette faisant un angle de 45° par rapport à l'axe du barreau ( figure I.9.a)

On obtient ainsi le module de cisaillement  $G_{13}$  du matériau isotrope transverse :

$$G_{13} = \frac{1}{2a^3} \frac{M}{\epsilon_{13}} K \quad \text{avec : } K = \frac{K_1}{K_2} \quad (\text{I.30})$$

---

$\epsilon_{13}$  : déformation de cisaillement moyenne déterminée à partir de la jauge de déformation.



## 2- Cas du barreau orthotrope.

Dans ce cas les deux modules de cisaillement  $G_{12}$  et  $G_{13}$  ne sont plus identiques. Il faut donc connaître simultanément les valeurs des déformations de cisaillement  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{13}$  ; ceci s'obtient par la mesure des déformations moyennes  $\varepsilon_{12}$  et  $\varepsilon_{13}$  déduites des mesures effectuées respectivement par une jauge collée au centre de la face du barreau et faisant un angle de  $45^\circ$  par rapport à l'axe du barreau, et par une deuxième jauge collée au centre de la face adjacente et faisant également un angle de  $45^\circ$  par rapport à l'axe du barreau (Fig. I.9.b).

Les modules de cisaillement  $G_{12}$  et  $G_{13}$  sont déterminés par les relations suivantes :

$$G_{12} = \frac{1}{2a^3} \frac{M}{\varepsilon_{12}} K \quad \text{avec : } K = \frac{K_4}{K_6} \quad (\text{I.31})$$

$$G_{13} = G_{12}, \text{ G solution de I.24} \quad (\text{I.32})$$

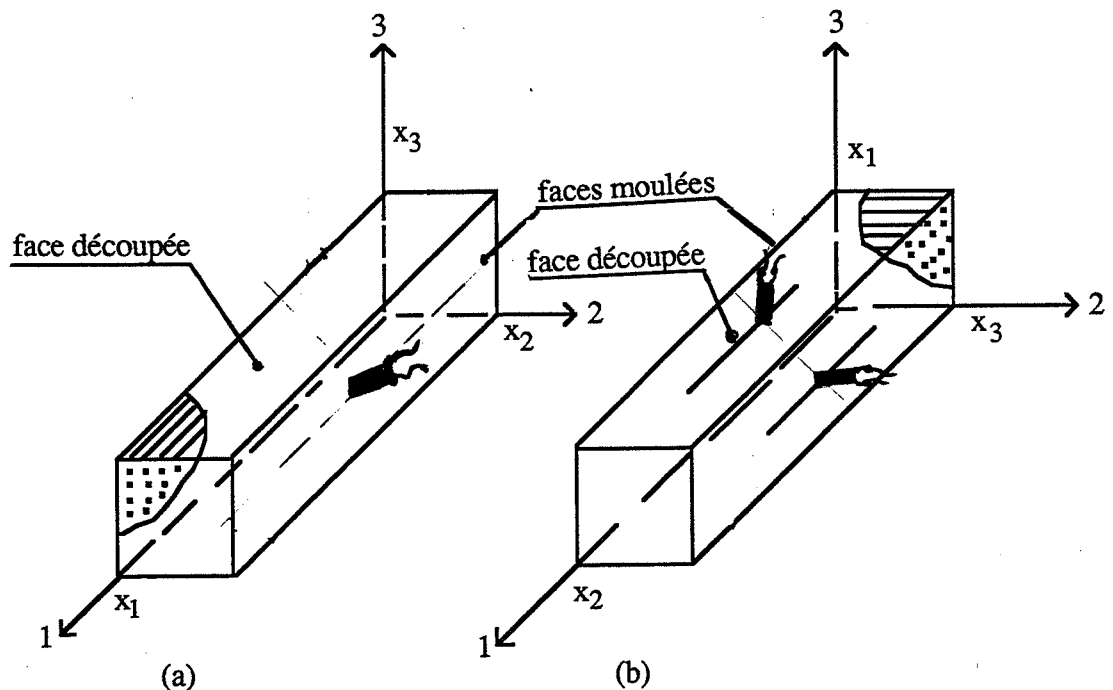


Figure I.9 : Disposition des jauges sur chaque type d'éprouvette.

### **I.3 Conclusion.**

La variété des tests des cisaillement offre un choix considérable pour l'étude approfondie des paramètres rhéologiques des matériaux composites. Il faut cependant retenir que certains tests de caractérisation du comportement en cisaillement sont de mise en œuvre délicate au plan expérimental, de plus ils peuvent exiger la fabrication d'échantillons spécifiques, plus ou moins représentatifs du matériau à étudier.

La comparaison de ces différents tests est difficile, car les essais ne se déroulent pas dans les mêmes conditions mécaniques du point de vue du matériau.

La méthode qui donne les meilleurs résultats d'après la littérature est le test de torsion de tube à paroi mince, mais les éprouvettes obtenues par enroulement filamenteux ont un coût de fabrication élevé. De plus ces éprouvettes sont fabriquées selon des méthodes d'élaboration différentes de celles du matériau industriel.

La torsion de barreau rectangulaire est utilisée dans cette étude. La simplicité d'obtention de la forme de l'éprouvette offre un avantage considérable car les performances de ces éprouvettes sont représentatives de celles du matériau industriel.

### **I.4 Absorption d'eau (Vautrin, 1988).**

#### **I.4.1 Introduction.**

La réponse mécanique des composites à fibres longues et matrice polymère demeure étroitement liée au comportement mécanique et physique de la matrice. Un composite à matrice polymère est donc, tout comme sa matrice polymère, particulièrement sensible aux paramètres d'environnement tels que la température, l'humidité ou le rayonnement ultraviolet (Hull, 1981 ; Kurz et col. 1987).

L'un des freins les plus importants à la pénétration des composites dans le secteur des industries mécaniques est le déficit en données de base concernant leur comportement hygrothermomécanique en régime quasi-statique ou dynamique. En effet, dans la plupart des applications structurales, les matériaux sont soumis à des histoires de sollicitations caractérisées par l'évolution dans le temps d'un ensemble de paramètres mécaniques, physicochimiques ou traduisant les transferts de chaleur ou de masse. La réponse des matériaux est donc une combinaison complexe des réponses de nature purement mécanique, physico-chimique ou thermique.

Il y a couplage entre différents mécanismes physiques et mécaniques même si, dans un certain nombre de cas, des hypothèses simplificatrices permettent un couplage partiel :

découplage des phénomènes de conduction et de diffusion en quasi-statique par exemple (Springer, 1987a). Ces couplages peuvent avoir des conséquences pénalisantes, dans le cas de régimes transitoires où notamment coexistent des gradients de température ou de concentration, la relaxation de contraintes mécanique par exemple, qu'il est nécessaire d'évaluer a priori.

Notre méconnaissance des mécanismes fondamentaux dus aux actions de l'environnement et, a fortiori, des couplages entre ces mécanismes - notamment lors de régimes transitoires - fait que nous ne disposons pas à l'heure actuelle de modèles permettant de prévoir raisonnablement le comportement dans le temps de structures en composites à matrice polymère (Spinger, 1981 et 1987b).

En limitant strictement notre propos au comportement hygrothermomécanique, trois observations principales peuvent être formulées:

1- Alors que les phénomènes de conduction et de diffusion sont intrinsèquement couplés, la cinétique de diffusion dépend de la température. Peu de travaux portent spécifiquement sur la caractérisation des effets conjoints de la température, de l'humidité et de l'état de contrainte sur le comportement mécanique (Mulheron et al., 1986). La méthodologie de ce type d'investigation reste toujours à définir de toute évidence.

La question épineuse de l'évaluation de l'état de contrainte interne - somme des contraintes résiduelles d'élaboration, des contraintes d'origine hygrothermique et des contraintes mécaniques doit être examinée avec rigueur en raison du couplage éventuel entre la diffusion de l'eau et l'endommagement (Crossman & Warren, 1978 ; Hahn & Kim, 1978).

En pratique l'étude du couplage température - humidité - état de contrainte est abordée empiriquement via la réalisation de cycles dits de vieillissement, accélérant les effets de certaines conditions de service extrêmes sur un élément représentatif de la structure réelle. Ces essais, même s'ils peuvent conduire à une appréciation des dommages causés par l'environnement, ne fournissent cependant aucune information sur les mécanismes mis en jeu.

2- Le comportement thermomécanique des polymères et des composites à matrice polymère est traditionnellement modélisé dans le cadre de la viscoélasticité linéaire (Dickie, 1977 ; Vautrin, 1983) - ou non-linéaire (Brinson, 1985 ; Brouwer, 1987) et du principe d'équivalence temps-température (Brinson, 1985).

La question de l'influence de l'hétérogénéité des états de contrainte interne, notamment de l'état de contrainte de la matrice, ne paraît pas abordée à notre connaissance. Au vu de la bibliographie récente, il semble aller de soi que les modèles phénoménologiques initialement fondés sur la caractérisation de solides homogènes, tout au moins pas trop hétérogènes, puissent être étendus aux solides présentant plusieurs échelles d'hétérogénéité.

Enfin il n'est pas certain que le modèle viscoélastique puisse traduire l'ensemble des réponses mécaniques possibles des composites à matrice polymère (Surrel & Vautrin, 1988). Il est nécessaire d'accorder plus d'attention aux éventuelles contributions des interfaces fibre/matrice au comportement apparent.

3- La caractérisation du comportement hygromécanique des polymères et composites à matrice polymère n'a donné lieu qu'à un faible nombre d'études comparativement aux nombreuses publications traitant de l'aspect thermomécanique. Plusieurs auteurs ont utilisé un principe d'équivalence temps-humidité-température pour rendre compte des actions combinées de l'humidité et de la température sur le comportement différé de stratifiés (Douglas & Weitsmans, 1980 ; Crossman et al., 1978).

Une grande partie des travaux est consacrée à la caractérisation des propriétés résiduelles statiques ou des performances en fatigue après vieillissement en atmosphère humide ou immersion (Valentin et col., 1986).

L'objectif de cette étude bibliographique est de faire le point sur les phénomènes liés à l'absorption, seront successivement présentés ci-après : les mécanismes physiques d'absorption de l'eau par les composites, le modèle de Fick et les principales anomalies de diffusion. L'influence de l'humidité sur le comportement mécanique en cisaillement pur des composites sera abordée au chapitre IV.

#### **I.4.2 Les mécanismes d'absorption d'eau par les composites.**

Les polymères et composites à matrice polymère absorbent l'eau quand ils sont immergés ou placés dans une atmosphère humide. L'absorption de l'eau dépend essentiellement de la nature du polymère, de la température  $T$  et du degré hygrométrique HR ou humidité relative (par définition HR est le rapport de la pression partielle de vapeur d'eau à la pression de vapeur saturante à la même température  $T$ ). Elle s'effectue essentiellement à travers :

- 1- la matrice polymère : diffusion et absorption physique de l'eau moléculaire ;
- 2- les microfissures : transport d'eau liquide par condensation capillaire ;
- 3- l'interface fibre/matrice : diffusion, absorption et condensation capillaire.

Parmi les fibres industriellement utilisées comme renfort, seules les fibres aramides semblent absorber une quantité significative d'eau (Verpoest & Springer, 1988).

La molécule d'eau est une molécule de petites dimensions (rayon atomique 0.096 nm), elle peut donc aisément se déplacer à travers le réseau moléculaire du polymère sous l'influence d'un gradient de concentration ; c'est le phénomène de diffusion et les molécules d'eau sont dites diffusantes ou non liées. La molécule d'eau étant polarisée, elle peut se fixer aux groupements hydrophiles, groupements hydroxyles par exemple, des chaînes moléculaires par liaison hydrogène, c'est le phénomène d'absorption physique moléculaire et les molécules d'eau sont dites liées ou piégées. Le taux de saturation des résines époxyde est de l'ordre de 6 % (Delasi & Whiteside, 1978). On définit le taux d'humidité par le rapport de l'accroissement de masse de l'échantillon à la masse anhydre exprimée en pourcents (norme NF T 51-290).

La fixation des molécules d'eau sur les chaînes moléculaires a deux conséquences majeures : la diminution de la température de transition vitreuse et le gonflement du polymère (Adamson, 1980 ; Springer, 1981).

L'absorption des molécules d'eau par liaison hydrogène affaiblit la cohésion intermoléculaire et entraîne une réduction des propriétés mécaniques traduite par une diminution de la température de transition vitreuse (Browning et al., 1977). En moyenne chaque pourcent de taux d'humidité provoque une chute d'environ 20°C de la température de transition vitreuse (DeIasi & Whiteside, 1978).

La présence de molécules d'eau dans le polymère entraîne un accroissement de volume légèrement inférieur à la somme des volumes de l'échantillon anhydre et de la quantité d'eau absorbée (Adamson, 1980). L'explication de ce phénomène, appelé gonflement, se fonde sur la distinction entre volume occupé et volume libre (Ferry, 1970).

L'hétérogénéité et la nature chimique de la résine, notamment la présence de micro-domaines très réticulés ou, au contraire, mal réticulés et de micro-vides, conditionnent également l'absorption de l'eau ; par suite il est important de retenir que ce phénomène est étroitement dépendant des conditions d'élaboration et de préparation du matériau.

L'absorption de l'eau par les composites dépend de la fraction volumique et de l'arrangement des fibres (Rao et al., 1984) et de la nature des interfaces fibre/matrice. Il est clair que la présence de fibres orientées a pour conséquence directe une anisotropie de la diffusion.

Les interfaces c'est -à-dire les zones matérielles de transition entre les propriétés de la fibre et celles de la matrice constituent des domaines dont les caractéristiques de diffusion et d'absorption sont différentes de celles de la matrice (Favre & Dewas, 1984) en raison :

- 1- de la nature physicochimique spécifique de ces régions ;
- 2- des gradients de contraintes locales élevés.

Ces gradients peuvent en outre créer une distension du réseau moléculaire au voisinage des fibres, cause d'une accélération de la diffusion ou même d'une absorption qui se manifeste par un accroissement notable de la cinétique de diffusion apparente.

Enfin le gonflement contrarié de la résine est à l'origine de surcontraintes locales susceptibles d'initier la microfissuration de l'interface ou de la résine, créant ainsi de nouvelles voies de pénération de l'eau.

Ces mécanismes dépendent de l'état de contrainte mécanique du matériau ; en particulier des états de contrainte du type traction hydrostatique et traction transverse favorisent l'absorption (Hull, 1981 ; Hahn & Kim, 1978).

#### I.4.3 Le modèle de diffusion de Fick.

La diffusion de l'eau dans les polymères est modélisée par la loi de Fick (Crank, 1975) dans le cadre de la thermodynamique des phénomènes irréversibles :

$$\vec{h} = - \vec{D} \cdot \vec{\text{grad}} c \quad (\text{I.33})$$

où :

$\vec{h}(x,t)$  : flux de la phase diffusante par unité de surface,

$\vec{D}_x$  : diffusivité phénoménologique, c'est un tenseur symétrique ne dépendant que du matériau,

$c(x,t)$  : concentration en eau elle est désignée en pourcentage de gain de poids par unité de volume.

L'application de la loi de conservation de la phase diffusante dans un milieu matériel continu par morceau conduit à l'équation :

$$c_{,i} = D_{ij} c_{,ij} \quad (i,j = 1,2,3) \quad (\text{I.34})$$

qui, associée aux conditions initiales, frontières et de continuité du flux normal au passage des surfaces de discontinuité matérielles, permet de résoudre le problème de la diffusion.

En pratique tous les auteurs utilisent systématiquement la solution unidimensionnelle avec, le cas échéant, une correction des effets de bords correspondant à des conditions frontières du type concentrations limites imposées pour décrire l'absorption ou la désorption d'échantillons de type plaque (Whitney & Browning 1978 ; Shen & Springer, 1981). Dans le cas d'échantillons anisotropes massifs ou du type poutre une approche tridimensionnelle doit être adoptée (Whitney, 1977).

Il convient de souligner que le champ transitoire de concentration en eau n'est pas uniforme et que, par suite, le milieu est le siège d'un champ de contrainte interne non-uniforme. L'hétérogénéité du milieu est un facteur aggravant dans la mesure où les dilatations hygroscopiques contrariées de la matrice et du pli sont la cause de contraintes qui s'ajoutent aux contraintes internes d'origine thermique et peuvent entraîner une microfissuration (Whitney & Browning, 1978).

Quand la prise d'humidité d'un échantillon dans des conditions d'humidité relative HR et de température T constantes est due à la diffusion de l'eau suivant une direction prédominante bien identifiée (effets tridimensionnels rendus négligeables), il est aisé d'estimer la diffusivité D suivant cette direction à partir de la courbe de prise de poids global (Whitney & Browning, 1978). Cette détermination repose fondamentalement sur la solution de l'équation de Fick dans un milieu unidimensionnel homogène.

Il est nécessaire de contrôler le degré de validité de cette approche en effectuant des séries de mesures à différentes températures T et humidités relatives HR et en comparant la courbe de prise de poids réduite à la solution de Fick. Les figures I.10 et I.11 montrent ainsi que le modèle de Fick est tout à fait acceptable pour la première absorption de la résine 3501-5 et de l'unidirectionnel carbone/époxyde AS/3501-5 pour une durée de conditionnement inférieure à deux semaines (Whitney & Browning, 1978).

Contrairement au taux d'humidité à saturation, qui ne dépend que de l'humidité du milieu extérieur, la diffusivité n'est fonction que de la température T. Cette dépendance est traduite par une loi d'Arrhénius :

$$\vec{D} = \vec{D}_0 \cdot \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \quad (I.35)$$

où

le tenseur  $\vec{D}_0$  et l'énergie d'activation E sont des constantes matérielles (Loos & Springer, 1981).

L'examen des valeurs obtenues pour diverses résines époxydes industrielles (Loos & Springer, 1981 ; Springer, 1987) fait clairement apparaître des écarts relativement grands entre les estimations obtenues pour un même matériau par différents auteurs.

Dans le cas où il n'existe aucune interaction fibre/matrice, l'énergie d'activation du composite est égale à celle de la matrice (Favre & Dewas, 1984 ; Loos & Springer, 1981). En pratique l'énergie d'activation du composite tend souvent à être supérieure à celle de la résine (Whitney & Browning, 1978 ; Loos & Springer, 1981). Une relation linéaire intrinsèque entre le coefficient de diffusion et l'énergie d'activation, indépendante de la nature du matériau, permet d'estimer l'influence de la température sur la cinétique de diffusion (Favre & Devas, 1984).

Une valeur approchée des diffusivités effectives d'un composite unidirectionnel à isotropie transverse  $D_L$  (diffusivité suivant les fibres) et  $D_T$  (diffusivité suivant une direction quelconque perpendiculaire aux fibres) est fournie par :



$$D_L = D_R \quad (\text{Kondo \& Taki, 1981}) \quad (\text{I.36})$$

$$D_T = \left(1 - 2\sqrt{\frac{V_f}{\pi}}\right) D_R \quad (\text{Shen \& Springer, 1981}) \quad (\text{I.37})$$

où

$D_R$  est la diffusivité de la résine et  $V_f$  la fraction volumique de fibres.

Ces équations sous-entendent que la diffusivité des fibres est négligeable devant celle de la matrice d'une part et que la diffusivité de la résine n'est en rien affectée par la présence des fibres d'autre part. Il n'y a notamment pas prise en compte d'effet d'interface. Des relations plus générales, fondées sur une analogie directe entre la conduction de la chaleur et la diffusion, peuvent être utilisées dans le cas où il semble nécessaire de prendre en compte la diffusivité des fibres (Verpoest & Springer, 1988).

L'analogie entre température et concentration en humidité implique la continuité de la concentration aux interfaces ce qui est une condition abusive. Elle conduit naturellement à une loi des mélanges se ramenant à :

$$D_L = (1 - V_f) D_R \quad (\text{I.38})$$

Lorsque la diffusivité des fibres est négligeable Kondo et Taki (1981) proposent une analogie entre température et concentration relative, c'est-à-dire la concentration ramenée à sa valeur à saturation, impliquant une condition de continuité moins forte aux interfaces en entraînant la première relation de micromécanique recommandée. Cette expression, notamment utilisée par Favre et Dewas (1984), traduit très clairement le fait que le phénomène de diffusion de l'eau dans la matrice n'est pas modifié par la présence des fibres lorsqu'elles sont insensibles à l'humidité.

#### **I.4.4 Les écarts à la loi de Fick.**

La loi de Fick est un modèle de diffusion du premier ordre ne prenant en compte que l'existence d'une phase diffusante et conduisant à une méthodologie de caractérisation du phénomène d'absorption de l'eau particulièrement commode. Le seul mécanisme de transport est la translation aléatoire des molécules sous l'influence d'un gradient de concentration, en particulier il ne doit pas y avoir création de liaisons chimiques entraînant l'immobilisation des molécules. Il est évident qu'il faut s'attendre à de nombreux écarts à ce modèle, seuls les plus marquants à nos yeux seront brièvement évoqués ci-après.

Le retard à l'absorption d'eau par les composites unidirectionnels, relativement aux prédictions du modèle de Fick (Dewas, 1982), et la présence de deux phases, l'une diffusante et l'autre liée, militent en faveur du modèle de diffusion à deux phases ou modèle de Langmuir (Carter & Kibler, 1978). Un tel modèle, même s'il paraît pertinent à certains égards, soulève au moins un problème d'ordre méthodologique dans la mesure où la détermination des deux coefficients phénoménologiques supplémentaires - les coefficients dits de piégeage et de dépiégeage (Dewas, 1982) - est entachée d'une erreur très importante (Hilaire & Dewas, 1980).

Les modèles de diffusion prévoient des cinétiques d'absorption et de désorption identiques. En pratique, de nombreux mécanismes autres qu'une simple diffusion peuvent intervenir et interagir au-delà de certains seuils d'humidité, de température et de temps. Ces mécanismes dépendent très étroitement de la nature de la matrice et des interfaces fibre-matrice :

1- la diffusion et, en particulier, l'alternance de cycles d'absorption-désorption, entraînent une réorganisation de la structure du réseau moléculaire, notamment dans les zones très réticulées (Adamson, 1980 ; Dewas & Favre, 1986), ceci se traduit essentiellement par une augmentation des diffusivités apparentes à chaque cycle (Hahn & Kim, 1978 ; Dewas & Favre, 1986) ;

2- l'érosion et la microfissuration du matériau en surface (Bonniau & Bunsell, 1984) :

- l'érosion entraîne une perte de poids durant la phase d'absorption elle-même,
- la microfissuration entraîne un accroissement de la diffusivité apparente, sans nécessairement occasionner d'augmentation corrélative de la concentration à saturation.

3- les contraintes internes hygrothermomécaniques, dues aux gradients de concentration ou à l'hétérogénéité, provoquent une accélération de la désorption par rapport à l'absorption (Hahn & Kim, 1978) et peuvent également conduire à des décohésions.

Les conditionnements en humidité et température de longue durée (supérieure à six mois par exemple) des polymères et des composites peuvent faire apparaître deux plateaux de saturation plus ou moins marqués. Des résultats concernant différents stratifiés croisés carbone/époxyde sont présentés et analysés par Whitney et Browning (1978), des travaux desquels ont été extraites les figures I.12 et I.13.

Cette brève revue des principales anomalies présentées par la diffusion de l'eau dans les composites à matrice polymère met en relief le rôle essentiel joué par l'état des contraintes internes qui résulte de toute l'histoire du matériau. Cet état de contrainte et les multiples défauts initiaux inévitables contrôlent le comportement rhéologique du matériau et ses échanges avec l'extérieur.

L'analyse de l'état de contrainte hygrothermique des stratifiés en régime transitoire, dû au gonflement contrarié des plis élémentaires, a été effectuée, dans le cadre de la théorie classique des plaques stratifiés, par Pipes et al. (1976) et Hahn et Kim (1978). Elle conduit à une interprétation cohérente de certaines anomalies constatées lors de la diffusion de l'eau dans les stratifiés croisés orthogonaux (Whitney & Browning, 1978 ; Hahn & Kim, 1978).

Parmi les nombreuses conséquences pratiques de ces diverses observations, nous retiendrons que :

1- la caractérisation des mécanismes d'absorption d'eau est une question difficile, elle requiert :

- une bonne connaissance des propriétés des constituants et de l'histoire hygrothermomécanique,
- un suivi des modifications structurales.

2- au-delà de certains seuils d'humidité, de température et de temps, des mécanismes de corrosion et d'endommagement interagissent et rendent particulièrement délicate toute interprétation.

3-les variables températures (et gradient de température) et temps sont des paramètres extrêmement actifs ;

4- les méthodes de conditionnement thermo-activées, préconisées par Springer (1987) notamment, doivent être utilisées avec circonspection.

#### **I.4.5 Conclusion**

La prévision à moyen et long terme du comportement mécanique des composites à matrice polymère doit prendre en compte leur sensibilité aux paramètres d'environnement. Elle exige en particulier la caractérisation des principaux mécanismes liés à l'absorption d'eau et de leurs interactions.

Il n'est pas raisonnable de dissocier l'influence de la température et de l'humidité à la fois sur le plan des phénomènes physiques et mécaniques et le couplage entre la diffusion et l'état de contrainte interne est inévitable. L'estimation de cet état de contrainte, dans un cadre rhéologique mieux adapté que celui de l'élasticité linéaire classique, est sans doute l'un des problèmes les plus aigus auquel il conviendrait de s'intéresser dans un avenir proche.

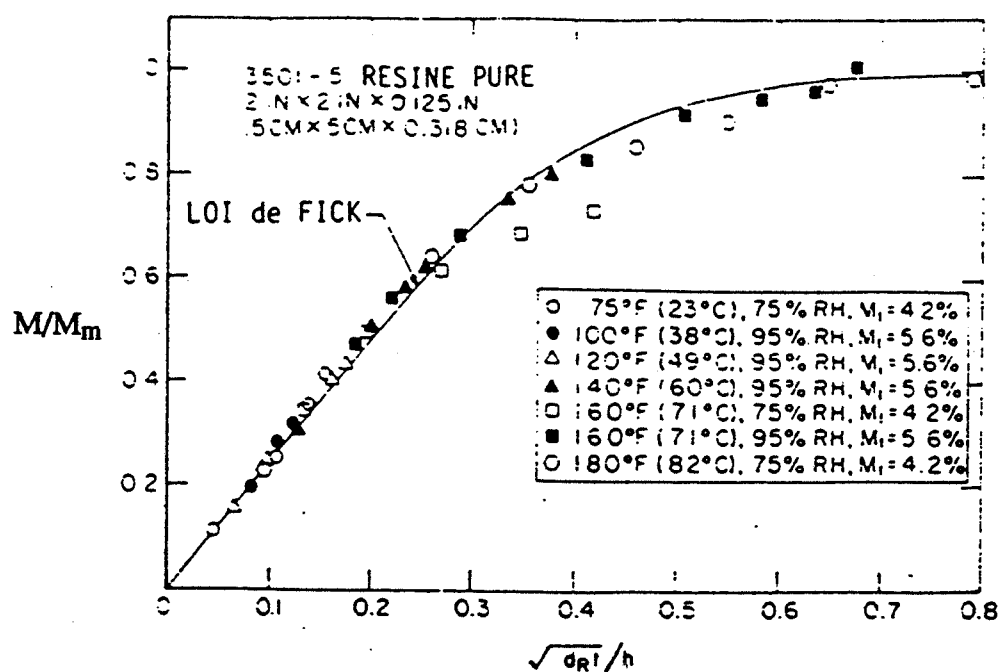


Figure I.10 : Courbe réduite de prise de poids de la résine pure, comparaison avec la loi de Fick (Whitney et Browning, 1978)

Notations :  $M_m$ ,  $M$  et  $h$  sont respectivement les gains d'eau retenue à la saturation, la quantité d'eau absorbée à l'instant  $t$  et l'épaisseur de l'échantillon.

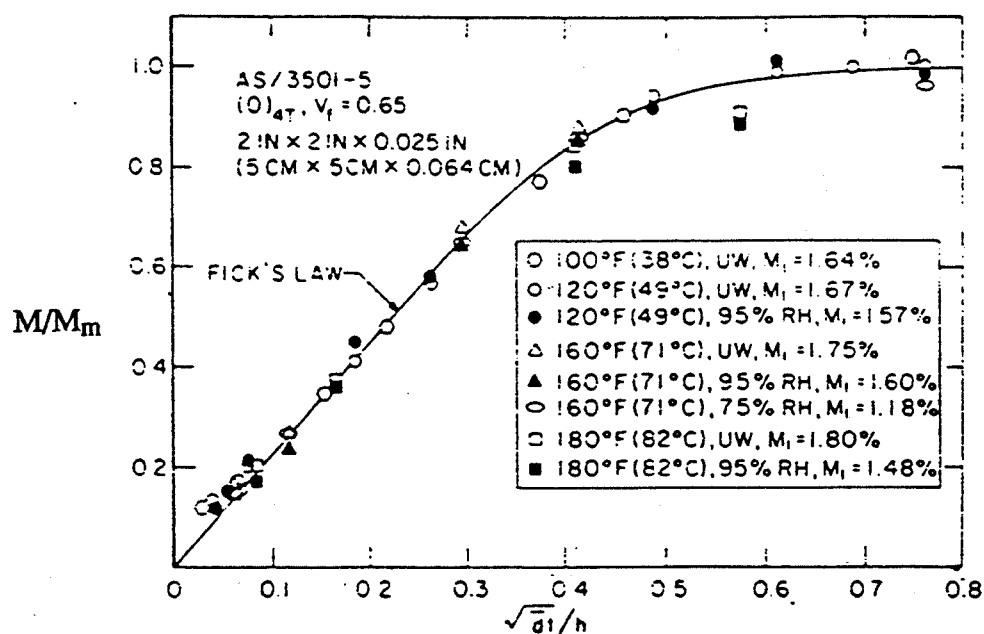


Figure I.11 : Courbe réduite de prise de poids de l'unidirectionnel carbone/époxyde, comparaison avec la loi de Fick (Whitney et Browning, 1978).

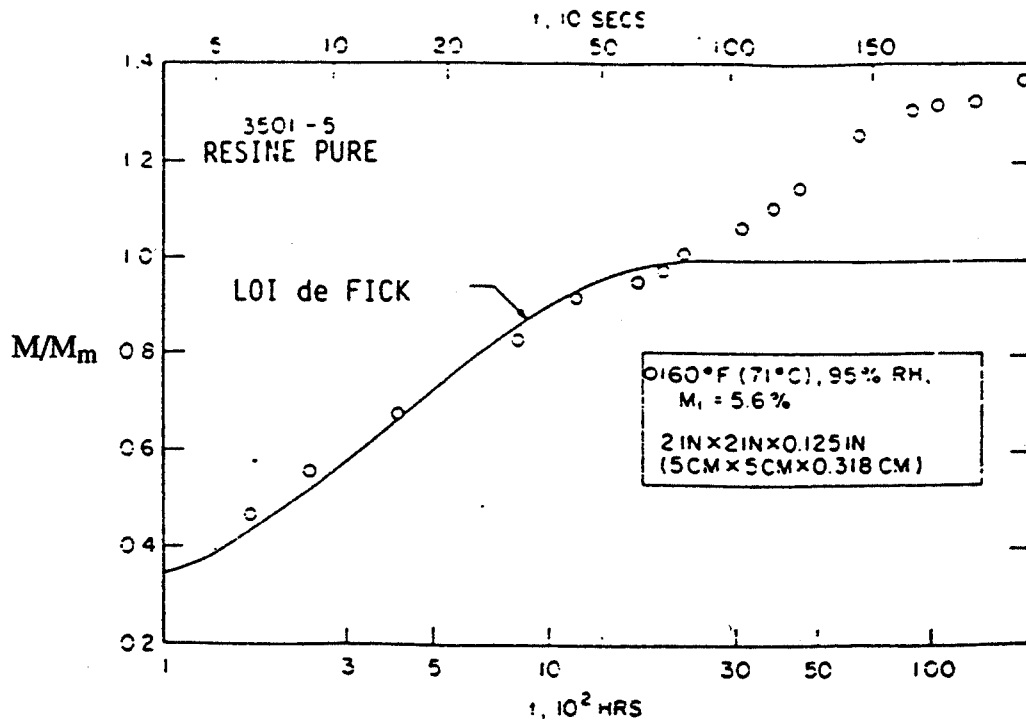


Figure I.12 : Absorption d'eau à long terme de la résine pure (Whitney et Browning, 1978).

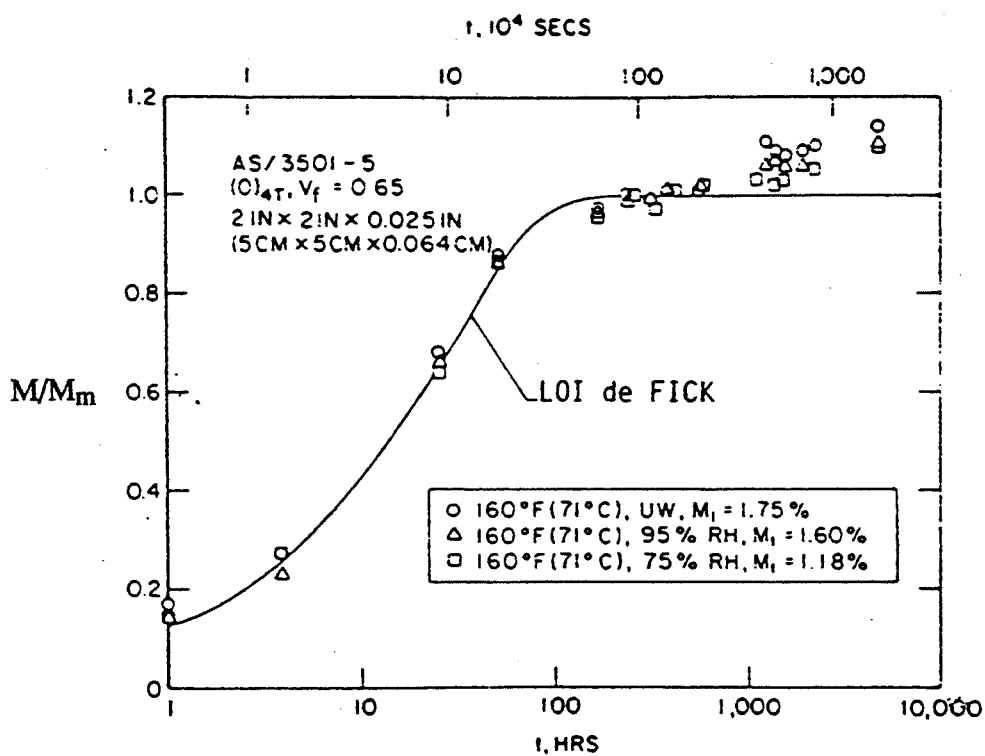


Figure I.13 : Absorption d'eau à long terme de l'unidirectionnel carbone/époxyde (Whitney et Browning, 1978)



## CONCEPTION DES MACHINES





## II CONCEPTION DES MACHINES.

### II.1 Introduction.

L'extension de l'utilisation des matériaux composites structuraux demande de prévoir leur durée de vie. De plus la connaissance de leurs propriétés mécaniques nécessite un plus grand nombre de paramètres que les matériaux usuels, ceci est dû à leur anisotropie et à leur hétérogénéité. Ces matériaux sont très sensibles aux contraintes de cisaillement ce qui soulève des difficultés lors de la conception de structures travaillantes.

L'objectif premier de notre analyse est la mesure expérimentale des paramètres de cisaillement dans le temps. Nous avons donc été amenés à concevoir et réaliser des machines adaptées à l'étude du comportement différé des matériaux composites en torsion. Cette étude se justifie dans la mesure où les sollicitations de cisaillement sont en général les plus endommageantes pour les structures composites. Compte tenu de la complexité de ces phénomènes, notre étude sera limitée uniquement aux composites unidirectionnels ou renforcés par tissu équilibré. Le test retenu dans ce travail est le test de torsion de barreaux cylindriques de section droite carrée, dont l'étude théorique a été effectuée par Phang et Vong (1977) et a été précédemment rappelée.

### II.2 Essais de fluage et de recouvrance en torsion.

L'objectif de ces essais est de mieux comprendre le comportement en cisaillement des matériaux composites unidirectionnels soumis à un état de contrainte de cisaillement constante dans le temps.

#### II.2.1 Essai de fluage.

L'essai de fluage en torsion consiste à appliquer un moment de torsion dans le temps à l'éprouvette. L'expérimentateur suit en fonction du temps l'évolution de la déformation maximale de cisaillement  $\epsilon_{13}(t)$  déterminée par une jauge collée au centre de l'éprouvette à 45° de son axe longitudinal. La courbe de fluage  $\epsilon_{13}(t)$  (Fig. II.1) peut être décrite ainsi :

- on impose au temps  $t_1$  un couple constant, ce couple imposé entraîne une déformation de cisaillement instantanée  $\epsilon_{13}^0$  qui peut être totalement élastique ou partiellement plastique, selon la valeur du couple appliqué et l'effet d'environnement (température et humidité en particulier),

- au temps  $t_2$  la déformation de cisaillement a atteint la valeur  $\epsilon_{13}^2$  égale à la somme de la déformation instantanée et de la déformation différée.

## II.2.2 Essai de recouvrance.

Si le couple de torsion est supprimé au temps  $t_2$  la déformation de cisaillement décroît selon le parcours H F L (Fig. II.1). On définit une recouvrance instantanée  $\epsilon_{13}^1$  d'amplitude égale à la déformation de cisaillement élastique instantanée si l'élasticité du matériau est invariable, cette recouvrance instantanée est suivie d'une recouvrance différée qui peut être totale ou partielle ; dans ce dernier cas il existe une déformation résiduelle permanente qui témoigne clairement de l'intervention d'un mécanisme de déformation irréversible.

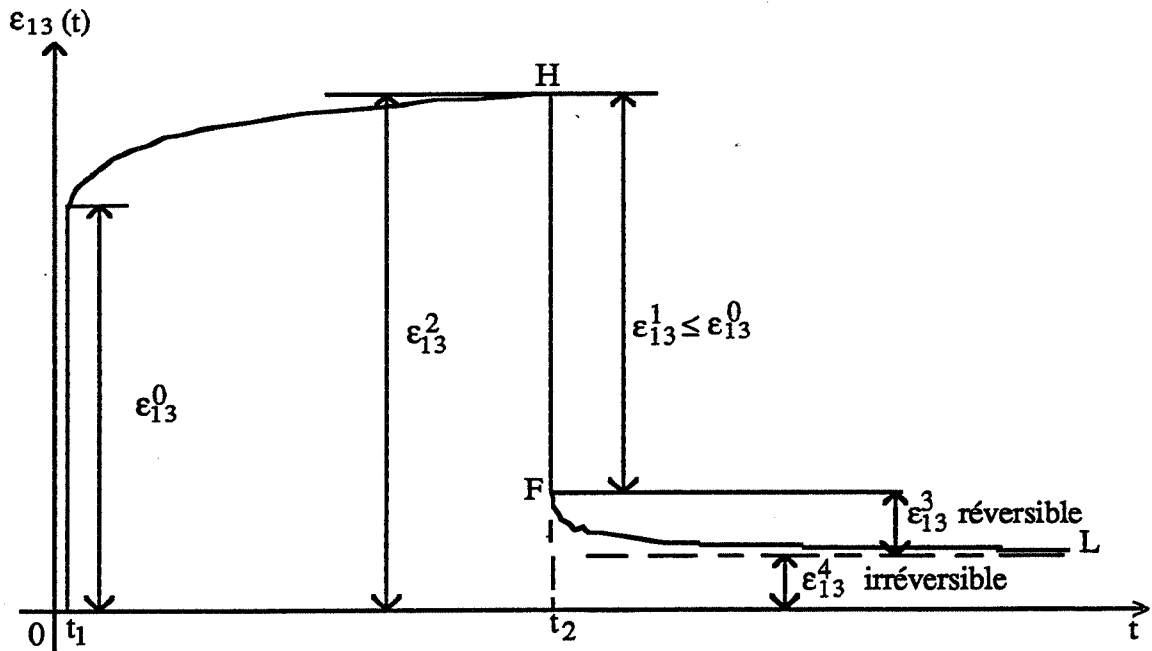


Figure II.1 : Courbe d'essai de fluage et recouvrance typique en torsion d'un barreau composite unidirectionnel de section droite carrée conditionné à 80 % HR à 60°C, le couple appliqué est : 2,06 N.m.

Dans la suite de cette étude l'exploitation des courbes de fluage et recouvrance sera effectuée en fonction de la complaisance de fluage  $J(t)$  définie par :

$$J(t) = \frac{\gamma(t)}{\sigma_0} = \frac{1}{G(t)} \quad (\text{II.1})$$

$J(t)$  : est la complaisance de fluage,

$\sigma_0$  : contrainte de cisaillement maximale appliquée,

$G(t)$  : module de cisaillement dans le plan des fibres.

L'intérêt de cette représentation étant de mettre en évidence l'écart à la linéarité du comportement en fluage.

### II.3 Machine de fluage en torsion horizontale (Lachi & Vautrin, 1986).

Des études antérieures de l'adhésion fibre matrice ont conduit à la mise au point d'un dispositif de torsion statique horizontal actionné manuellement par l'opérateur (Phang & Vong, 1977 ; Renard, 1982 ; Khadhraoui, 1984). Notre objectif a été de concevoir et réaliser une machine de fluage en torsion horizontale dans un premier temps afin d'examiner la faisabilité de l'essai lui-même sur les composites. L'étude de cette machine nous oblige à respecter certaines conditions : la machine doit permettre de tester des éprouvettes de section droite carrée ou rectangulaire, la torsion doit se faire autour de l'axe géométrique commun des deux mors porte-échantillon, enfin son encombrement doit être faible et un contrôle parfait des conditions d'extrémités doit être assuré.

#### II.3.1 Détermination des sections maximales.

Les sections maximales qui peuvent être testées sont déterminées en tenant compte de la résistance maximale en cisaillement des composites verre/époxyde ou carbone/époxyde. Le résultat de calcul est résumé dans le tableau II.1 ci-dessous.

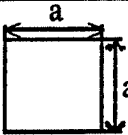
Structure	Composites	Vf %	$\tau_{\max}$ MPa	G MPa	Mmax N.m	a mm
 $\tau = \frac{9M}{2a^3}$	verre/époxyde	50	50	4500	100	20
	carbone/époxyde	50	70	5600	100	18

Tableau II.1 : détermination des sections maximales des éprouvettes.

### II.3.2 Domaine de couples utiles.

La section maximale qu'on peut tester est un carrée de l'ordre de 20 mm de côté. Le couple maximal correspondant pour tester cette section est de 100 N.m. Ce couple peut être obtenu à l'aide d'une roue de 400 mm de diamètre sous une charge de 500 N. Le tableau II.2 nous permet de choisir le système d'application le plus approprié.

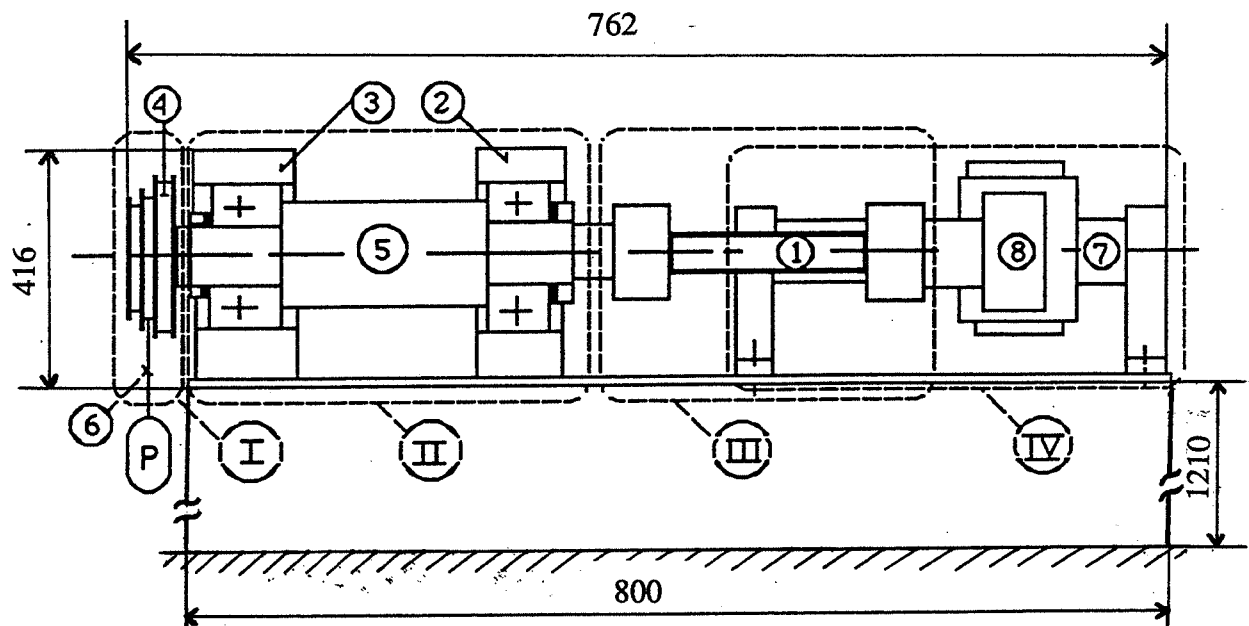
Couples (N.m)	Rayon de la roue (mm)		charges (N)	
0,4	100	4		
0,5	100	5		
1	100	10		
2	100	20		
3	100	30		
4	100	40		
5	100	50		
10	100	100	150	66
15	100	150	150	100
20	100	200	150	133
25	100	250	150	166
30	100	300	150	200
35	100	350	150	233
40	100	400	150	266
45	100	450	150	300
50	100	500	150	333
55			150	366
60			150	400
65			150	433
70			150	466
75			150	500
80				200
85				200
90				200
95				200
100				200

Tableau II.2 : détermination du couples utiles.

Le tableau II.2 a été établi en ayant le souci de prendre en compte la difficulté de la mise en charge manuelle et donc de réduire au maximum la charge appliquée. Ce dernier nous permet de choisir un système d'application à trois roues de diamètre : 200, 300 et 400 mm.

### II.3.3 Description de la machine.

Le schéma synoptique ainsi que le dessin d'ensemble sont présentés respectivement sur les figures II.2 et II.3.



### **I - Système d'application du couple.**

3 roues : diamètre 200 mm,

diamètre 300 mm,

diamètre 400 mm.

### **II - Transmission du couple à l'éprouvette.**

#### Caractéristiques :

- mobile en rotation,
- fixe en translation.

### **III - Système de fixation de l'éprouvette.**

- mandrins à deux faces à serrage symétrique.

### **IV - Chariot à colonnes.**

#### Caractéristiques :

- fixe en rotation,
- mobile en translation.

Figure II.2 : Schéma synoptique de la machine de torsion horizontale.

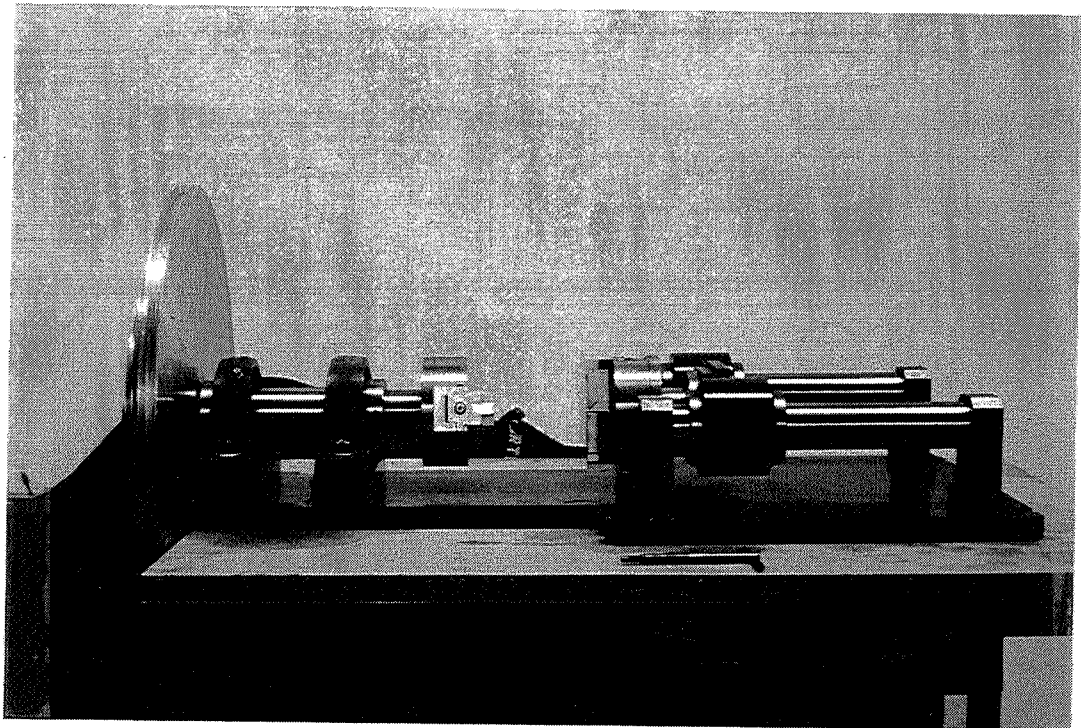


Photo II.1 : Machine de torsion horizontale.

#### II.3.4 Principe de fonctionnement.

L'éprouvette (1) est fixée par serrage à l'extrémité de la broche (5) d'un côté et au chariot à colonnes (IV) de l'autre. La broche (5) est guidée en rotation par deux paliers à roulements Y (2) et (3) qui permettent de compenser un léger défaut d'alignement de l'arbre au montage. Elle reçoit l'effort de torsion d'un poids P, suspendu à un câble (6) s'enroulant sur une poulie étagée (4).

Les deux colonnes à douilles (7) sont liées par soudage au bras (8) en acier mécano-soudé. Elles permettent en outre un déplacement en translation pratiquement sans frottement.

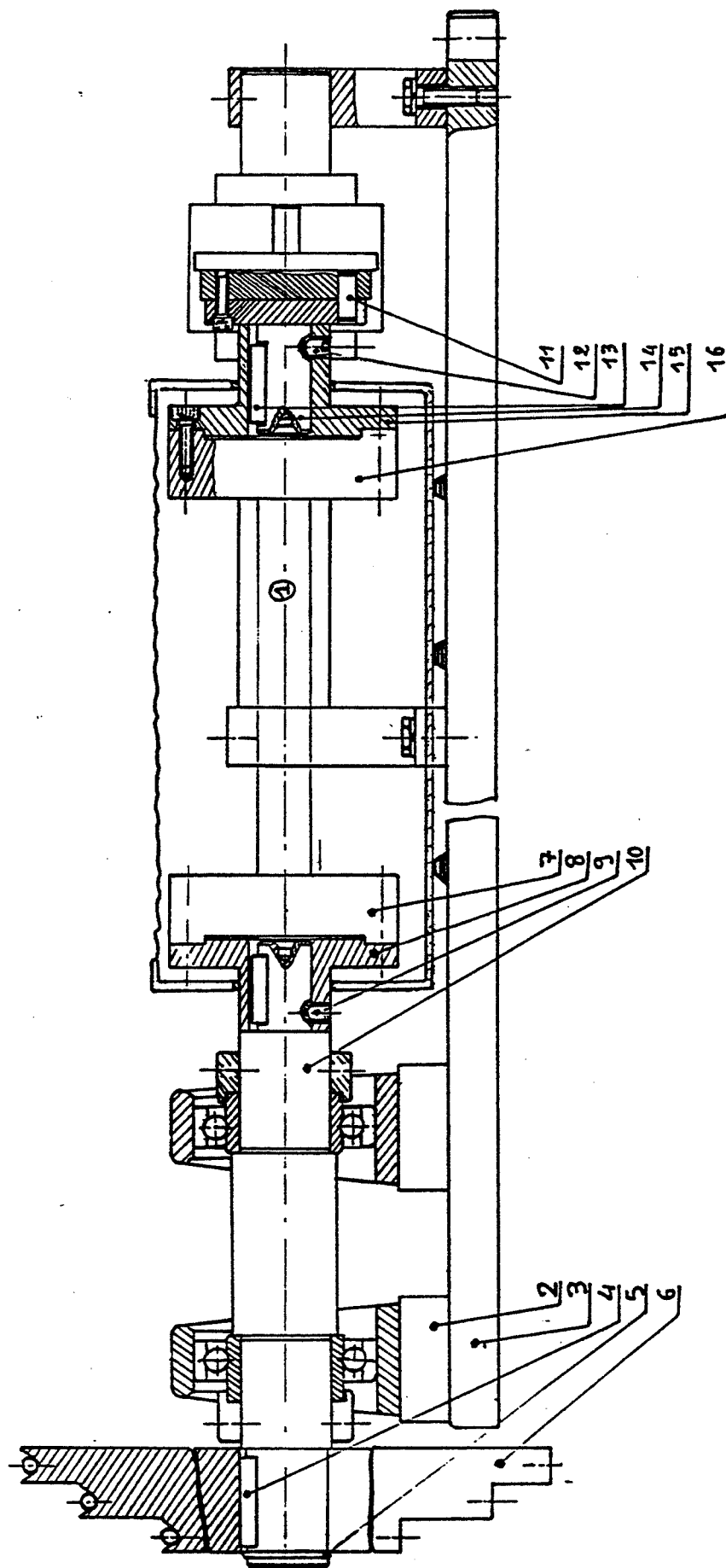


Figure II.3 : Dessin d'ensemble de la machine de torsion horizontale.



Repère	Désignation	Quantité	Matière
1	éprouvette	-	composite
2	supports paliers	4	XC 38
3	semelles	1	XC 18
4	clavette parallèle 10x8x38	1	XC 38
5	anneau élastique 36x1,5	1	-
6	poulie étagée	1	A - U4G
7	mandrin	1	Z2CN18-10
8	plateau	1	Z2CN18-10
9	vis CHC à bout pointu M4	1	inox
10	broche	1	Z2CN18-10
11	goupilles de position 8x21	2	XC38
12	vis CHC à bout pointu M4	1	inox
13	clavette 8x7x32	2	Z2CN18-10
14	porte plateau	1	Z2CN18-10
15	plateau	1	Z2CN18-10
16	mandrin	1	Z2CN18-10

Tableau II.3 : Nomenclature de la machine de torsion horizontale.

### II.3.5 Système de fixation des éprouvettes.

Le désalignement des axes de rotation d'une torsion pure d'échantillons parallélépipédiques de section droite carrée ou rectangulaire peut introduire un effet parasite non négligeable lors du serrage des éprouvettes. Pour remédier à ce problème, un système de serrage identique bien contrôlé sur chaque face a été conçu de façon à obtenir des conditions initiales et des conditions aux limites reproductibles.

Le choix du système de fixation des éprouvettes est guidé d'une part par la nécessité d'appliquer une torsion pure et d'autre par l'obligation de réduire les effets d'extrémités dus à la fixation de l'éprouvette. Pour cela le système de fixation envisagé est un mandrin à deux mors à serrage symétrique (Fig. II.4). Le serrage symétrique de l'éprouvette par rapport à l'axe du mandrin est assuré en usinant les deux mors simultanément montés sur une fraiseuse avec une fraise de forme.

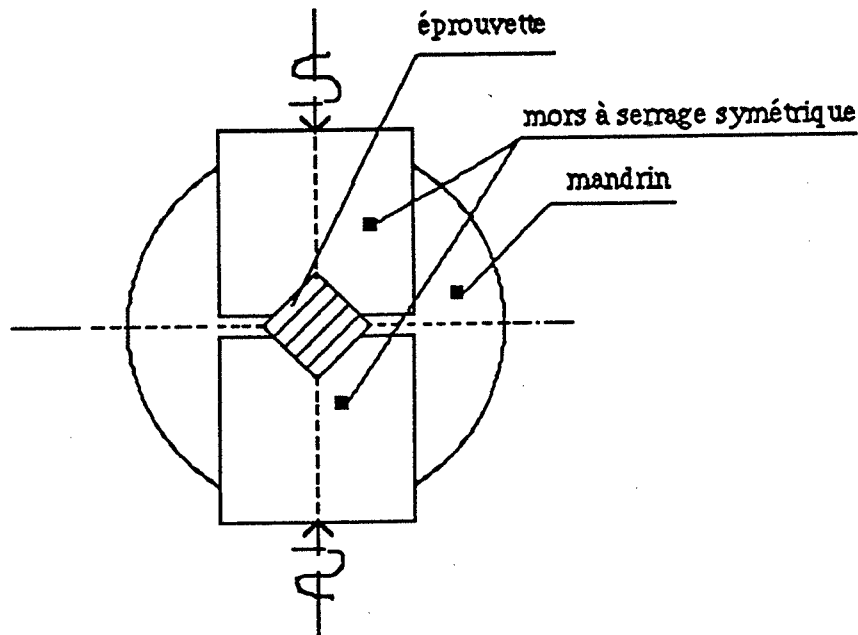


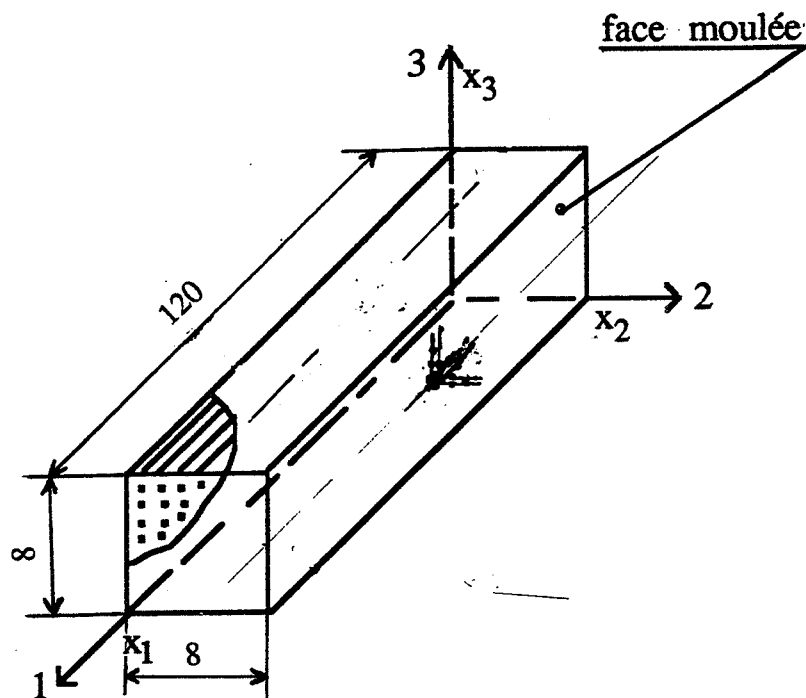
Figure II.4 : Mandrin à deux faces à serrage symétrique (ensembles N°7 et 16).

### II.3.6 Dimensions admissibles.

Cette machine permet de tester des éprouvettes cylindriques de section droite carrée maximale de 20 mm de côté. La longueur effective des échantillons est comprise entre 100 mm et 250 mm.

### II.3.7 Test de validation.

Pour valider le montage nous avons choisi une éprouvette à fibres unidirectionnelles longitudinales carbone/époxyde (T300/5028) de section droite carrée et de dimension 120 mm x 8 mm x 8 mm. Elle est équipée d'une rosette du type FRA-2-11 qui est collée au milieu de la face moulée dans l'axe de l'éprouvette (Fig. II.5). Pour éliminer les effets thermiques, les deux éléments à  $+45^\circ$  et  $-45^\circ$  sont montés en demi-pont et l'élément parallèle dans de l'éprouvette est monté en quart de pont. La valeur de déformation  $\varepsilon_{11}$  mesurée permet de vérifier le bon alignement de l'échantillon.



Conventions d'axes : 1, 2, 3 est le repère d'éprouvette,

$x_1, x_2, x_3$  est le repère du matériau.

Figure II.5 : Epreuve de validation T300/5028.

Cette éprouvette est soumise à un couple de torsion imposé de 2,94 N.m. Ce couple est du même ordre que le niveau de charge de référence déterminé par Khadhraoui, 1984, il correspond approximativement au seuil d'endommagement d'un barreau composite T300/5028 de section droite carrée (niveau de sollicitation au-dessous duquel il n'apparaît pas de déformations résiduelles, ou seuil de réversibilité). Cet essai est réalisé dans les conditions ambiantes du laboratoire, environ  $20^\circ\text{C}$  et 50% d'humidité relative, le temps de fluage est de 110 minutes. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau II.4 ci-dessous.

Couple appliqué	Temps de fluage	Déformations de cisaillement mesurées $\overline{\epsilon_{13}}$	Module de cisaillement calculé $(G_{13})$	Valeurs de G trouvées dans la littérature (GPa)	
N.m	mn	$\pm 10 \cdot 10^{-6} \text{ m/m}$	$\pm 0,02 \text{ GPa}$	torsion de tube mince	références
2,94	0,06	2197	6,22	6,00	Knight et al* (1981)
	3	2210	6,19		
	9	2221	6,16		
	22	2234	6,12		
	35	2239	6,11		
	50	2258	6,06	6,52	Swanson et al <sup>◇</sup> (1985)
	72	2272	6,02		
	110	2283	5,99		

$G_{13}$  : est le module de cisaillement dans le plan des fibres,

$\overline{\epsilon_{13}}$  : est la déformation de cisaillement moyenne mesurée.

\* tiré de Knight et Pagano (1981) , T300/5208,

◇ tiré de Swanson et al. (1985) , carbone/époxyde (AS4/3505-6) ; G est le module de cisaillement initial moyen de 12 échantillons.

Tableau II.4 : Module de cisaillement plan d'une éprouvette à fibres longitudinales calculé à partir d'un essai de fluage dans le temps.

Le module de cisaillement initial est de l'ordre de 6,20 GPa et se situe entre les valeurs données par les deux références ; on peut donc estimer que l'ensemble de l'essai s'est déroulé dans des bonnes conditions. La décroissance du module traduit le phénomène de fluage ; on constate que le fluage entraîne une réduction du module de l'ordre de 3,5 % dans la fenêtre expérimentale dès une contrainte maximale de cisaillement de 27 MPa, c'est à dire inférieure à 35 % de la contrainte de rupture en cisaillement (prise conventionnellement égale à 80 MPa). Ce résultat souligne clairement combien il est important d'examiner en détail le problème du fluage en cisaillement des composites à matrice polymère.

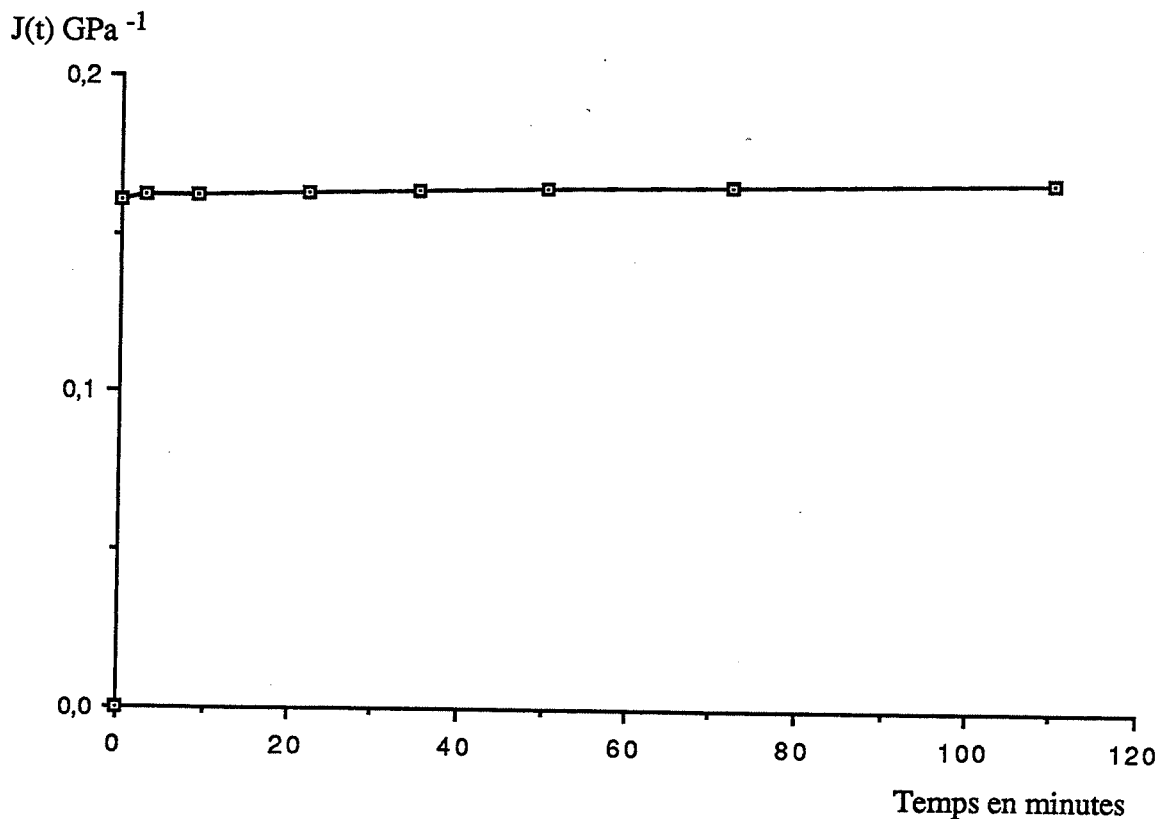


Figure II.6 : Courbe de complaisance de fluage en torsion d'une éprouvette à fibres longitudinales carbone/époxyde (T300/5208).

### **II.3.8 Conclusion.**

La machine de torsion horizontale conçue est une machine simple ne nécessitant pas un matériel d'essai délicat et coûteux. Le résultat de calcul du module de cisaillement dans le plan des fibres d'une éprouvette carbone/époxyde de section droite carrée, montre que les valeurs obtenues concordent parfaitement avec les résultats obtenus par Knight et al (1981). L'avantage de la torsion d'un barreau de section droite carrée est la simplicité d'obtention de la forme de l'éprouvette découpée dans une plaque épaisse, donc représentative du matériau industriel. Cette machine n'est pas destinée à travailler dans un environnement contrôlé en température et humidité à cause de son encombrement et du problème de la corrosion des éléments roulants des paliers.

Or l'objectif premier de cette étude, consiste à réaliser des essais de fluage et de recouvrance en torsion sous différents environnements contrôlés en température et humidité. L'étude de conception doit permettre de disposer d'un montage convenable répondant à ce cahier des charges. Les machines de torsion verticales conçues ont, comme on le verra ci - après, permis d'effectuer des essais de sollicitation en torsion sans recourir à un matériel d'essai délicat et coûteux.

## **II.4 Machine de fluage en torsion verticale.**

### **II.4.1 Introduction.**

Notre objectif a été de concevoir et réaliser des machines de fluage en torsion verticales en vue de caractériser le comportement en cisaillement des matériaux composites. En outre, il doit être possible indifféremment de réaliser ces essais à l'ambiante, dans un liquide ou dans un environnement contrôlé en température et humidité.

On sait que l'emploi des matériaux métalliques dépend considérablement de l'environnement dans lequel ils sont placés. Comme nos machines d'essais peuvent être en permanence en contact avec l'eau ou l'air humide pendant de longues durées, le problème de la corrosion et de la formation de la rouille doit être correctement traité. Pour éviter toute dégradation du montage un choix judicieux du matériau et des assemblage est indispensable.

#### **II.4.2 Choix du matériau.**

Le concepteur ne peut ni concevoir, ni construire de nouveaux objets sans tenir compte du comportement intrinsèque du matériau (résistance à la rupture, à l'usure, à la corrosion, etc...), car ce sont leurs propriétés qui limitent très souvent les performances des machines et des équipements.

Le choix d'un matériau dépend également de leur disponibilité, de leur coût, de leur facilité de mise en forme et de leur compatibilité avec l'environnement. Le matériau le mieux adapté à l'application envisagée est l'acier inoxydable Z2 CN 18-10 compte tenu des risques de corrosion par l'eau ou la vapeur d'eau et les produits chimiques utilisés pour garantir un certain degré d'humidité relative.

#### **II.4.3 Cahier des charges.**

Le principe de la méthode et les contraintes générales imposées nous conduisent initialement à définir un cahier des charges. Notre objectif est de faire des essais de fluage et recouvrance en torsion pure, ces essais peuvent être exécutés dans un environnement contrôlé en température et humidité ce qui n'est pas le cas des machines antérieures utilisées par Phang & Vong, 1977 ; Renard, 1982 ; Khadhraoui, 1984 et Hachani, 1989.

L'étude de conception doit permettre de disposer d'un montage convenable ne nécessitant pas un matériel d'essai délicat et coûteux. Tenant compte des contraintes de dimensionnement, ces machines verticales doivent être d'un encombrement réduit pour fonctionner en parallèle dans une seule enceinte. Pour la validation des montages, les résultats d'essais de fluage obtenus seront comparés aux résultats d'essais obtenus sur la machine horizontale, cette dernière sera donc retenue en tant que machine de référence.

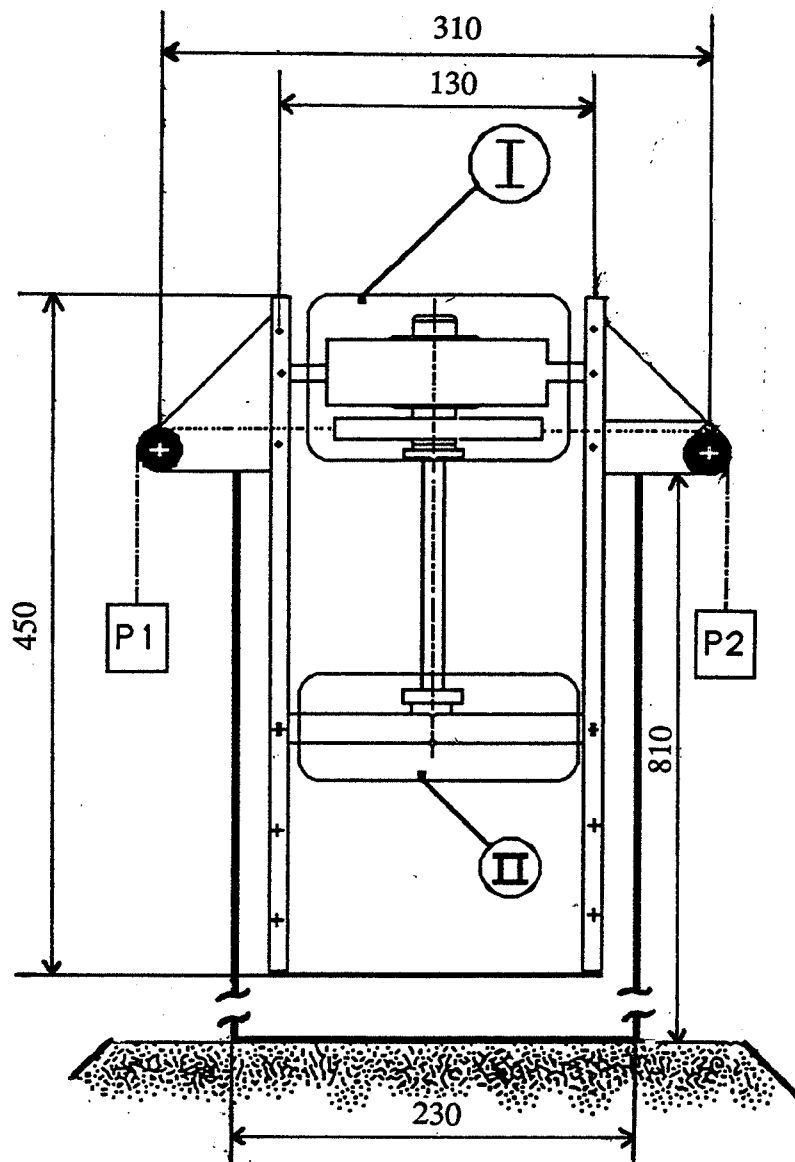
Couple appliqué		Echantillon							Environnement		
mini	maxi	longueur			section				humide	eau	température
N.m	N.m	mm	mm	mm	carrée		cylindrique		oui	oui	oui
					mini	maxi	mini	maxi			
-	10	50	120	200	mm <sup>2</sup>		mm <sup>2</sup>		oui	oui	oui
					16	100	28	615			

Tableau II.5: Cahier des charges de la machine de torsion verticale.

#### II.4.4 Description de la machine.

Le schéma synoptique ainsi que le dessin d'ensemble de la machine de torsion verticale sont présentés respectivement sur les figures II.7 et II.8 .





### **I - Transmission du couple à l'éprouvette.**

#### caractéristiques :

- mobile en translation,
- mobile en rotation.

### **II - Palonnier porte pince.**

#### caractéristiques :

- fixe en rotation et en translation,
- possibilité de positionner des éprouvettes de longueurs 50, 120 et 200 mm.

Figure II.7 : Schéma synoptique de la machine de torsion verticale.

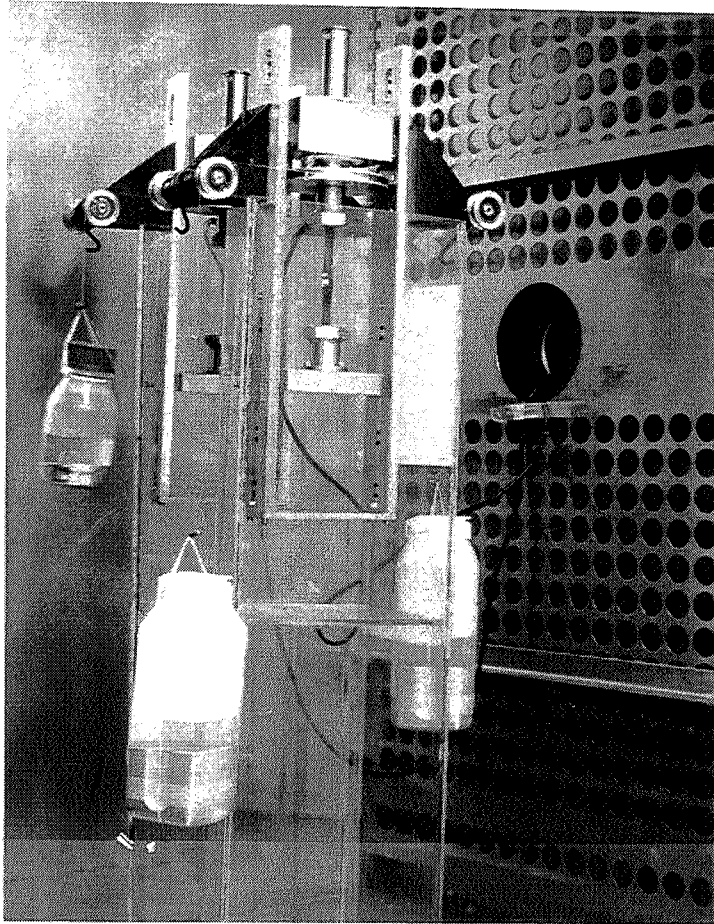


Photo II.2 : Machines de fluage en torsion verticales à l'intérieur de l'enceinte.

#### II.4.5 Principe de fonctionnement.

L'éprouvette (1) est fixée par serrage à l'extrémité du tube poussé (3) d'un côté et la broche (7) de l'autre.

La broche (7) est guidée à la fois en rotation et en translation par l'intermédiaire de la douille à double effet (8). Elle reçoit le couple de torsion transmis par les poids  $P_1$  et  $P_2$ , ces derniers sont suspendus aux câbles  $C_1$  et  $C_2$ , guidés de part et d'autre par la roue à gorge (10) pour s'enrouler sur les poulies (12).

La douille à bille à double effet (8) assure le guidage en rotation et en translation de la broche (7) pratiquement sans frottement. Ce déplacement vertical libre de la broche (7) est nécessaire pour que les effets d'encastrement (effets d'extrémité) et de dilatation dûs aux variations de température et d'humidité n'entraînent pas de contraintes de traction ou de compression dans l'éprouvette.

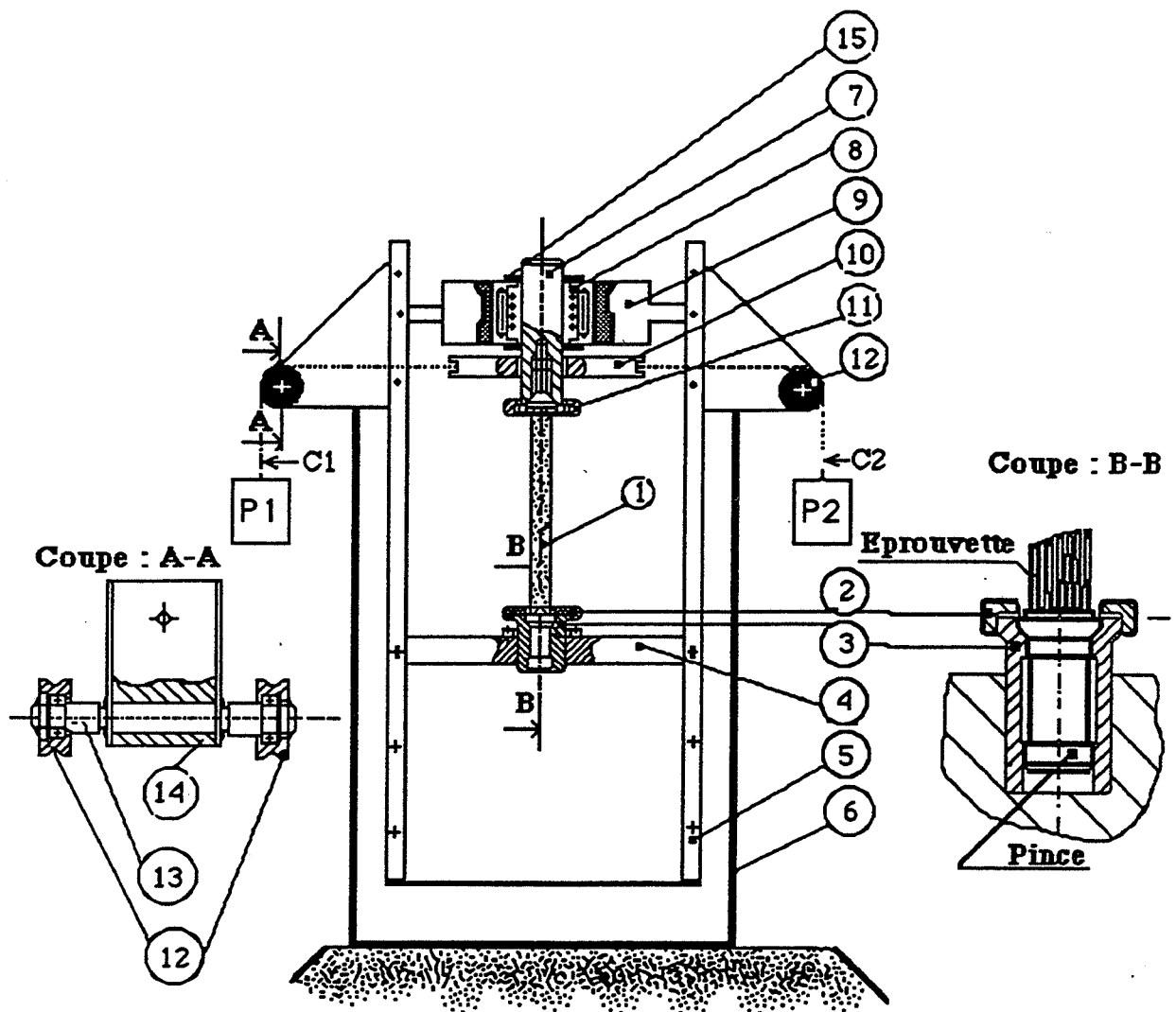


Figure II.8 : Dessin d'ensemble de la machine de torsion verticale.

Repère	Désignation	Quantité	Matière
1	éprouvette	-	composite
2	écrou de serrage	1	Z2CN 18-10
3	broche inférieur	1	Z2CN 18-10
4	palonnier	1	Z2CN 18-10
5	socle	1	Z2CN 18-10
6	boîtier	1	PMMA
7	broche supérieur	1	Z2CN 18-10
8	douille à double effet	1	Z2CN 18-10
9	palier à douille	1	Z2CN 18-10
10	roue à gorge	1	A - U4G
11	écrou de serrage	1	Z2CN 18-10
12	poulies	4	Inox
13	axe de poulies	4	Z2CN 18-10
14	palier d'axe de poulies	4	Z2CN 18-10
15	joint d'étanchéité	2	élastomère silicone

Tableau II.6 : Nomenclature de la machine de torsion verticale.

#### II.4.6 Système de fixation des éprouvettes.

Le test de torsion d'un barreau cylindrique de section droite carrée n'échappe pas au problème des conditions limites. Une attention particulière doit en effet être portée à la fixation des échantillons. Pour remédier à ce problème, un système de pince de serrage poussée (Fig. II.9) identique et bien contrôlé sur chaque face a été conçu de façon à obtenir des conditions initiales et des conditions aux limites parfaitement reproductibles.

Le système de serrage de l'éprouvette par rapport à l'axe de la broche est assuré par l'ensemble des ajustements du système à pinces. Ces dernières assurent une bonne coaxialité de la prise de l'éprouvette avec la broche. La tolérance sur la dimension nominale de la section de l'éprouvette est de  $\pm 5$  centièmes.

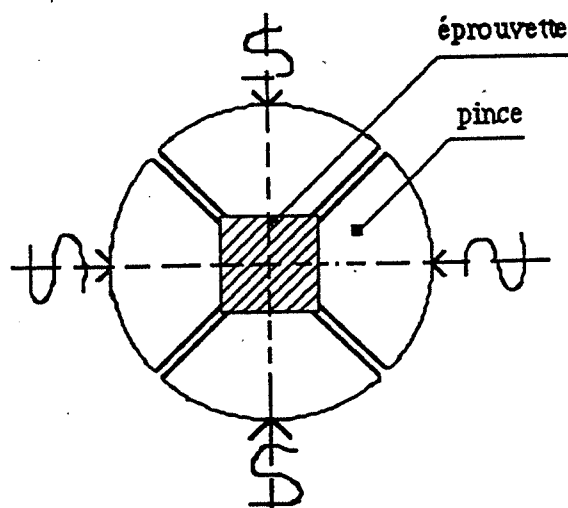


Figure II.9 : Pince de serrage à quatre pans (voir dessin d'ensemble coupe : B-B).

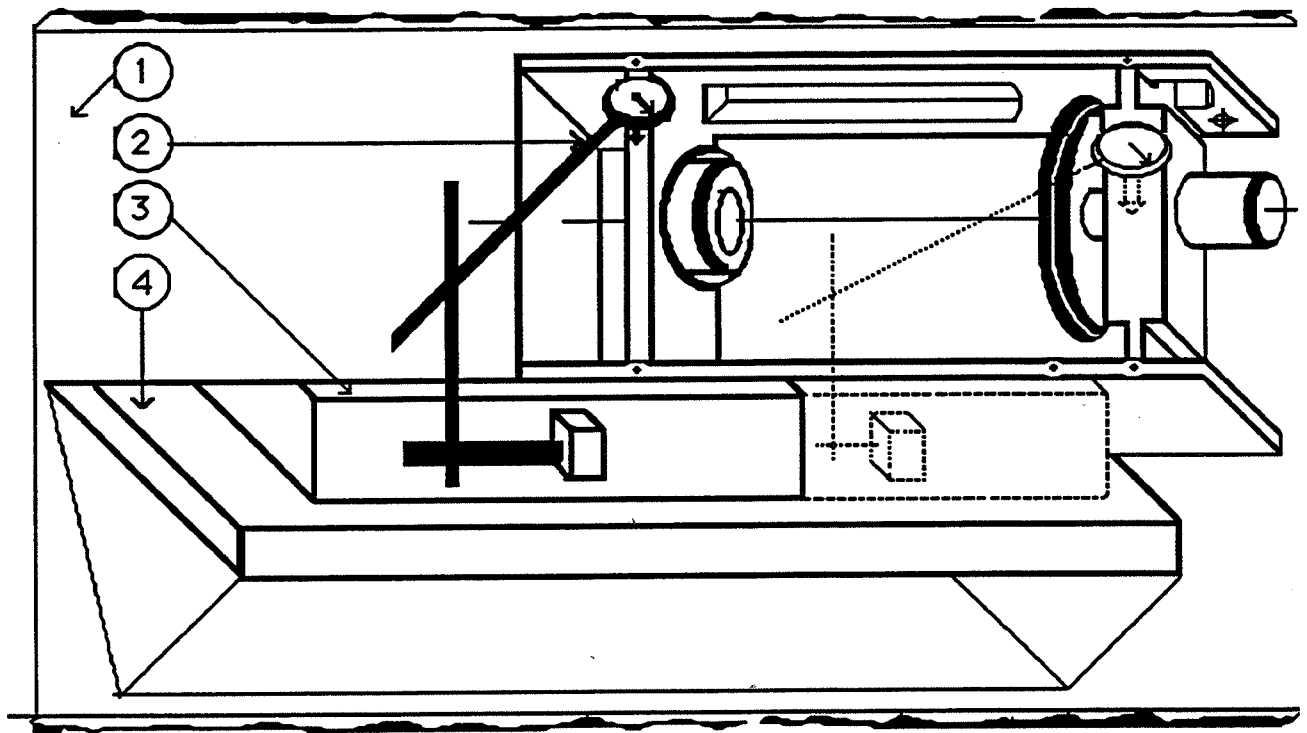
#### **II.4.7 Différentes phases de réglage.**

La fiabilité des résultats d'essais repose bien évidemment sur un certain nombre de réglages préalables des différents ensembles constituant la machine :

1 - vérification du parallélisme du palier à douille et du palonnier (Fig. II.10). Cette phase de réglage consiste à s'assurer qu'on a un parallélisme convenable entre le palier et le palonnier,

2 - vérification de la coaxialité des deux têtes porte-échantillon (Fig. II.11). Cette opération consiste à vérifier la flèche de l'éprouvette encastrée à ses deux extrémités. La coaxialité mesurée entre les bords et le centre de l'éprouvette est égale à 4 centièmes de millimètre ; valeur compatible avec les tolérances de fabrication,

3 - réglage des paliers d'axes de poulies (Fig. II.12). Cette phase de réglage permet de définir la position de l'ensemble broche-roue à gorge par rapport au plan XY formé par les paliers d'axes de poulies. Le réglage est effectué grâce à un fil d'acier tendu sensiblement parallèle à la ligne à vérifier. Un trusquin à affichage digital disposé verticalement permet de positionner le fil et le palier d'axe de poulies dans le plan XY.



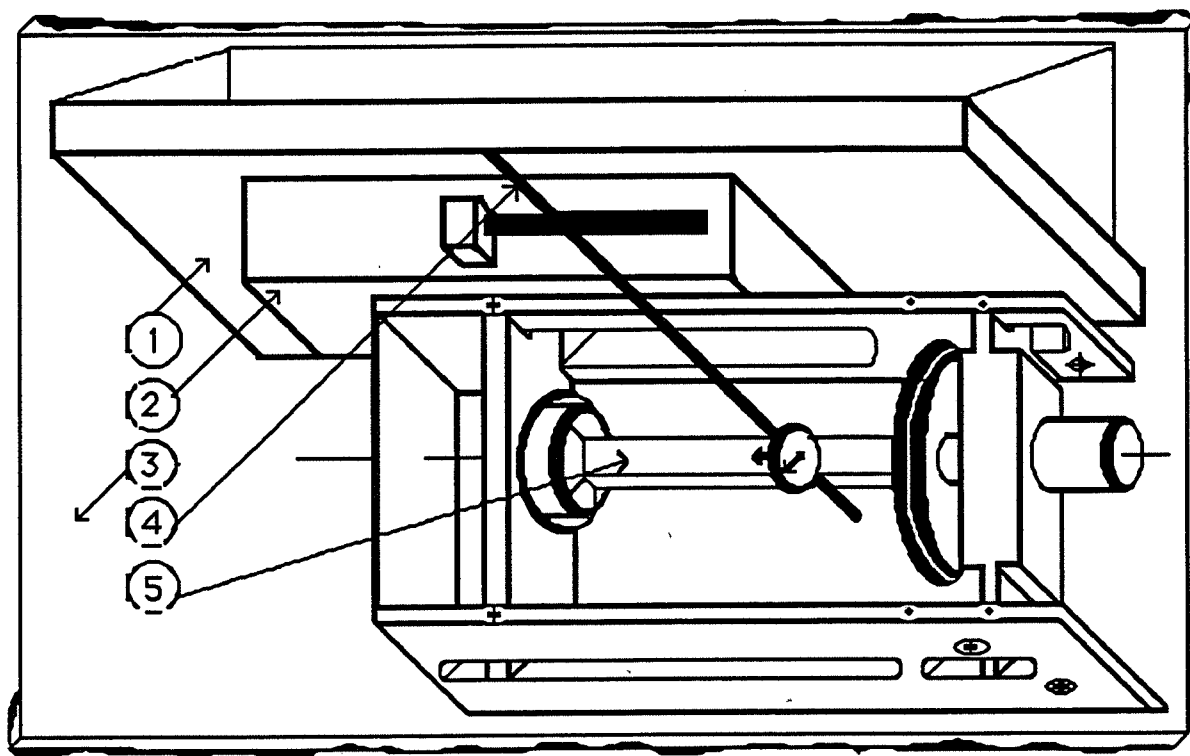
1 - marbre graphique de réglage.

2 - comparateur.

3 - précimarbre ( règle de contrôle ).

4 - équerre.

Figure II.10 : Vérification du parallélisme de palier à bille et du palonnier.



- 1 - équerre.
- 2 - précimarbre (règle de contrôle).
- 3 - marbre graphite de réglage.
- 4 - comparateur.
- 5 - éprouvette en acier calibré de section carrée.

Figure II.11 : Vérification de la coaxialité des deux têtes porte échantillon.



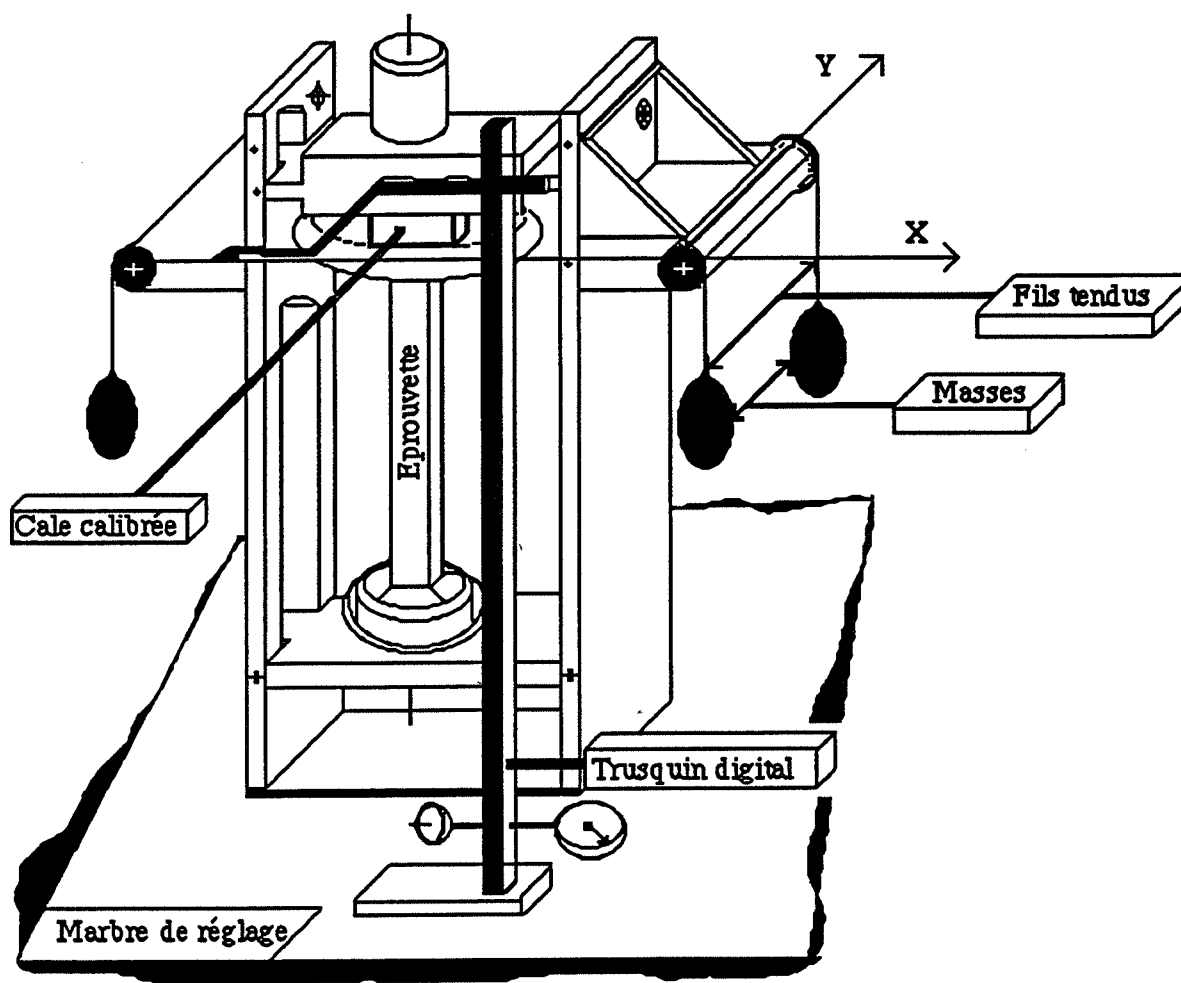


Figure II.12 : Réglage des paliers d'axes de poulies.

## **II.4.8 Protection des éléments roulants.**

### **II.4.8.1 Conception du joint sans frottement.**

Le principal élément roulant des machines verticales est constitué par les douilles à bille à double effet ; ces dernières sont en général livrées avec un joint d'étanchéité frottant.

Cette solution ne satisfaisant pas notre cahier des charges qui prévoit de réduire tout frottement au maximum, nous avons donc été amenés à concevoir un joint mieux adapté de façon à protéger la douille des agents atmosphériques tout en minimisant les couples parasites résistants.

### **II.4.8.2 Choix de la matière.**

On choisit au mieux une matière satisfaisant les exigences de fonctionnement souhaitées à savoir :

fluidité, étanchéité, résistance, adhérence et flexibilité.

Le produit disponible sur le marché qui satisfait les exigences citées précédemment est la pâte à joint (matière : élastomère silicone ; marque : Dow Corning Europe ; Fournisseur : Vishay Micromesures) qui :

- est fluide,
- a une bonne étanchéité,
- reste flexible de  $-60^{\circ}\text{C}$  à  $+250^{\circ}\text{C}$ ,
- donne un joint souple résistant aux agent atmosphériques,
- adhère sur les métaux.

### **II.4.8.3 Technique de fabrication.**

La technique de fabrication retenue a été le moulage d'un joint permanent non démontable après le montage et le réglage final de la machine.

Le joint plat en forme d'anneau est obtenu à l'aide d'un moule en papier, correspondant à l'empreinte finale du joint. On applique directement à la sortie du tube un cordon de produit sur la surface à joindre. L'assemblage est effectué aussitôt après cette application.

#### **II.4.9 Domaine des couples utiles.**

En tenant compte de l'encombrement, les capacités maximales des machines de torsion verticales sont limitées à un couple de 10 N.m Ce couple est obtenu à l'aide d'une roue à gorge de 100 mm sous une charge de 100 N. Le couple minimal dépend uniquement des frottements parasites dûs aux éléments roulants des douilles à billes.

#### **II.4.10 Dimensions admissibles.**

Ces machines permettent de tester des éprouvettes cylindriques de section droite carrée maximale de 10 mm de côté. Les longueurs effectives autorisées sont 50 mm, 120 mm et 200 mm.

#### **II.4.11 Principe de mise en charge.**

La mise en charge des éprouvettes s'effectue manuellement sans choc et de façon relativement rapide (environ 4 secondes), les éprouvettes sont ensuite maintenues pendant la durée maximale désirée. D'une manière similaire à l'application de la charge, la suppression de cette même charge permet d'effectuer un essai de recouvrance.

#### **II.4.12 Test de validation.**

Pour valider le montage nous avons choisi une éprouvette à fibres unidirectionnelles longitudinales carbone/époxyde (T300/5208) de section droite carrée et de dimensions 120 mm x 8 mm x 8 mm. Elle est équipée d'une rosette du type FRA-2-11 qui est collée au milieu de la face moulée dans l'axe de l'éprouvette (Fig. II.5). Pour éliminer les effets thermiques, les deux éléments à  $+45^\circ$  et  $-45^\circ$  sont montés en demi-pont et l'élément parallèle dans l'axe de l'éprouvette est monté en quart de pont. La valeur de déformation  $\epsilon_{11}$  mesurée permet de vérifier le bon alignement de l'échantillon.

Cette éprouvette est testée à un couple de torsion de 2,94 N.m respectivement dans la machine de torsion horizontale et verticale. Le temps moyen de fluage est de 90 minutes (Fig. II.13). L'ensemble de ces essais est réalisé dans les conditions ambiantes du laboratoire, environ  $20^\circ\text{C}$  et 50% d'humidité relative. Les valeurs de déformations de cisaillement moyenne mesurées  $\epsilon_{13}$  permettent de calculer le module de cisaillement dans le plan des fibres ( $G_{13}$ ) grâce au logiciel sous ASYST 3.0 cité au paragraphe I.2.3.3.1. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau II.7.

Couple appliqué	Temps de fluage	1 <sup>er</sup> essai machine horizontale	2 <sup>er</sup> essai machine verticale	G <sub>13</sub> machine horizontale	G <sub>13</sub> machine verticale
N.m	mn	$\overline{\epsilon_{13}} \pm 11 \cdot 10^{-6} \text{ m/m}$		$\pm 0,02 \text{ GPa}$	$\pm 0,02 \text{ GPa}$
2,94	0,07	2197	2283	6,22	6,16
	2,8	2210	2362	6,19	5,99
	8	2221	2382	6,16	5,94
	18	2234	2390	6,12	5,93
	28	2239	2405	6,11	5,90
	48	2258	2410	6,06	5,88
	63	2272	2426	6,02	5,86
	90	2283	2427	5,99	5,84

G<sub>13</sub> : est le module de cisaillement dans le plan des fibres.

Tableau II.7: Module de cisaillement plan d'une éprouvette à fibres

longitudinales calculé à partir d'un essai de fluage dans le temps.

L'accord entre les valeurs du module G<sub>13</sub> obtenues par les deux machines est très satisfaisant, l'écart étant de l'ordre des erreurs expérimentales.

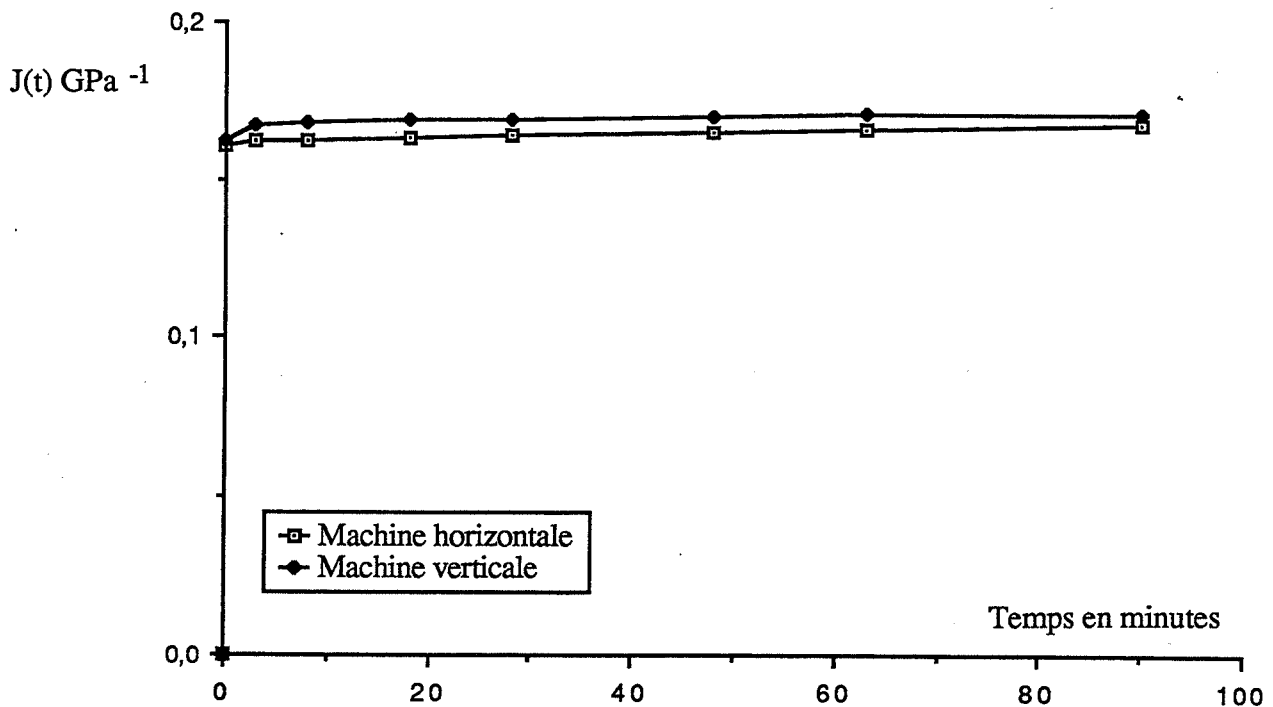


Figure II.13 : Courbe de complaisance de fluage en torsion d'une éprouvette à

fibres longitudinales carbone/époxyde (T300/5208).

#### II.4.13 Conclusion.

Les machines de torsion conçues sont des machines simples ne nécessitant pas un matériel d'essai délicat et coûteux.

Ces machines réalisées par nous-même ont l'avantage de pouvoir fonctionner en parallèle dans une enceinte. Le contrôle des conditions d'extrémités est assuré par les systèmes de serrage à pince et mandrin à deux mors, ils permettent de tester des éprouvettes de section droite carrée ou cylindrique.

Ces machines sont avant tout conçues pour réaliser des essais de fluage et de recouvrance. Le couple maximal est de 10 N.m , le couple minimal dépend du frottement parasite dû aux éléments roulants de la douille à bille ce couple est égal 0,1 N.m déterminé expérimentalement à l'aide de quelques essais préliminaires.

La différence relative des déformations de cisaillement enregistrées pour une même éprouvette testée à couple de torsion de 2,94 N.m est inférieure à 5%. Cette différence ne peut être que le cumul des déformations résiduelles sous charge constante.

On observe que les valeurs moyennes du module de cisaillement calculé dans le plan des fibres au cours du temps sont globalement satisfaisantes avec celles trouvées dans la littérature. En raison de la différence de conception des machines nous pensons qu'un écart relatif de 5% permet de conclure au bon fonctionnement de l'ensemble des machines.

## MODELISATION DES CINETIQUES D'ABSORPTION



### III MODELISATION DES CINETIQUES D'ABSORPTION.

#### III.1 Introduction.

Les propriétés mécaniques d'un composite dépendent en partie de la qualité de la liaison fibre-matrice. Ces liaisons sont susceptibles d'être rompues à cause de la présence de molécules d'eau à l'interface fibre-matrice, en outre cette eau peut également modifier les propriétés de la matrice elle-même. C'est pourquoi il est important de connaître la cinétique d'absorption et de désorption de l'eau dans les composites à matrice polymère lorsque ceux-ci sont utilisés dans des milieux humides ou à humidité variable.

De nombreuses publications concernant le calcul prévisionnel de la cinétique d'absorption d'eau des composites montrent que l'application de la loi de diffusion de Fick donne une représentation convenable des cinétiques d'absorption d'eau en milieu humide aussi bien pour les résines époxydes seules que pour les composites à fibres de verre ou de carbone et résine époxydes (Vinson, 1978 et Shirrel, 1978).

La théorie mathématique de la diffusion d'humidité des composites est fondée sur les équations de diffusion proposées par Fick (Crank, 1975). Pour la modélisation du phénomène d'absorption d'eau, ces équations ont été obtenues à partir d'une analogie faite entre le transfert de chaleur par conduction (loi de Fourier) et le transfert de masse.

La diffusion de l'eau dans les polymères est modélisée par la loi de Fick. Cette loi de diffusion admet que le moteur de diffusion n'est autre que le gradient de concentration en eau. Elle s'exprime par :

$$h_i = - D_{ij} \frac{\partial c}{\partial x_j} \quad (\text{III.1})$$

$h_i$  : flux d'eau qui diffuse dans une direction  $i$  à travers une surface d'aire unité durant une unité de temps.

$D_{ij}$  : la diffusivité du milieu en  $\text{mm}^2 \text{s}^{-1}$ .

$c(x_i, t)$  : concentration en eau en  $\text{g/mm}^3$ .

Les  $D_{ij}$  sont les composantes d'un tenseur symétrique du second ordre dont les valeurs propres sont positives ; le signe moins signifie que, physiquement, le déplacement des molécules d'eau s'effectue des zones à concentrations élevées vers les zones à faibles concentrations.



L'équation de continuité appliquée à l'eau qui diffuse conduit à une équation aux dérivées partielles donnant l'évolution de la concentration  $c$  de l'eau en fonction des coordonnées spatiales  $x_i$  et du temps  $t$ .

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x_i} (D_{ij} \frac{\partial c}{\partial x_j}) \quad (\text{III.2})$$

### III.2 Cas d'un solide isotrope.

La diffusivité peut dépendre de la position mais elle est indépendante de la direction de diffusion .

Dans un repère orthogonal, l'équation (III.2) s'écrit :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x_1} (D \frac{\partial c}{\partial x_1}) + \frac{\partial}{\partial x_2} (D \frac{\partial c}{\partial x_2}) + \frac{\partial}{\partial x_3} (D \frac{\partial c}{\partial x_3}) \quad (\text{III.3})$$

Dans l'hypothèse d'un milieu homogène,  $D$  est une constante matérielle et l'équation précédente s'écrit :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \left( \frac{\partial^2 c}{\partial x_1^2} + \frac{\partial^2 c}{\partial x_2^2} + \frac{\partial^2 c}{\partial x_3^2} \right) \quad (\text{III.4})$$

Si de plus, la diffusion s'effectue dans une seule direction par exemple dans la direction 1, l'équation s'écrit tout simplement :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \left( \frac{\partial^2 c}{\partial x_1^2} \right) \quad (\text{III.5})$$

### III.3 Cas d'un solide anisotrope.

Dans le système d'axes  $x_1, x_2, x_3$  la relation (III.1) devient :

$$\begin{cases} -h_1 = D_{11} \frac{\partial c}{\partial x_1} + D_{12} \frac{\partial c}{\partial x_2} + D_{13} \frac{\partial c}{\partial x_3} \\ -h_2 = D_{21} \frac{\partial c}{\partial x_1} + D_{22} \frac{\partial c}{\partial x_2} + D_{23} \frac{\partial c}{\partial x_3} \\ -h_3 = D_{31} \frac{\partial c}{\partial x_1} + D_{32} \frac{\partial c}{\partial x_2} + D_{33} \frac{\partial c}{\partial x_3} \end{cases} \quad (\text{III.6})$$

Si 1, 2 et 3 sont les directions principales de diffusion, on peut définir pour chacune de ces directions les diffusivités principales  $D_1, D_2, D_3$  et le système devient :

$$\begin{cases} -h_1 = D_1 \frac{\partial c}{\partial x_1} \\ -h_2 = D_2 \frac{\partial c}{\partial x_2} \\ -h_3 = D_3 \frac{\partial c}{\partial x_3} \end{cases} \quad (\text{III.7})$$

où :

$D_1, D_2$  et  $D_3$  sont des constantes matérielles positives.

#### III.4 Anisotropie de la diffusion.

Un matériau composite est du point de vue macroscopique une structure anisotrope et les coefficients de diffusion seront différents dans les trois directions principales orthogonales. Dans le cas d'un matériau composite massif une approche de la diffusion tridimensionnelle doit être adoptée, c'est le cas de notre étude.

On définit les diffusivités principales d'un composite unidirectionnel dont les fibres soient orientées selon la direction 1 par :

$$D_1 = D_L \quad (\text{III.8})$$

$$D_2 = D_3 = D_T \quad (\text{III.9})$$

$D_L$  et  $D_T$  désignent respectivement les diffusivités effectives suivant les fibres et suivant une direction quelconque perpendiculaire aux fibres. On suppose ici l'isotropie transverse dans le plan perpendiculaire aux fibres.

#### III.5 Solution de la loi de Fick dans le cas d'une plaque plane infinie (Shen & Springer, 1976).

Soit une plaque de dimensions infinies suivant les directions,  $x_2, x_3$  et d'épaisseur  $h$  suivant  $x_1$ , exposée de chaque côté à un environnement humide. La teneur en eau dans la plaque ne varie qu'en fonction de la direction  $x_1$  (cas du problème unidimensionnel). Pour déterminer la quantité d'eau totale absorbée par le matériau en fonction du temps, il faut résoudre l'équation différentielle (III.5), en tenant compte des conditions aux limites et des conditions initiales du problème.

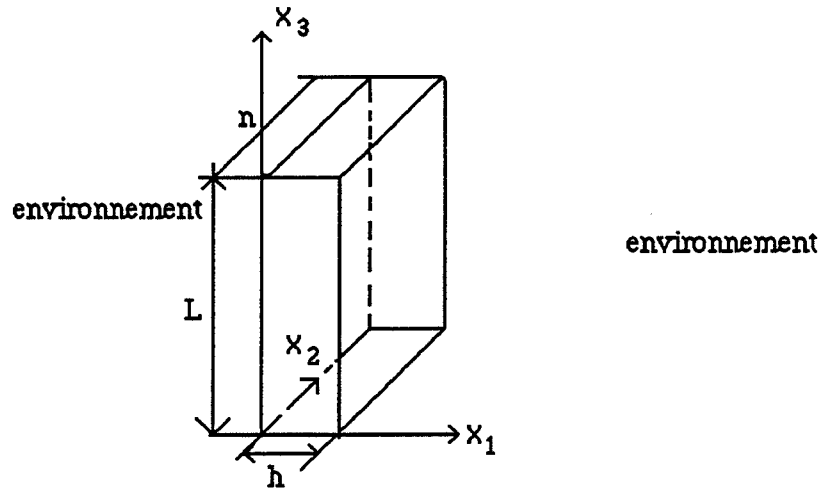


Figure III.1 : Plaque dans un milieu humide.

Désignons par  $c_0$  la concentration uniforme d'eau des deux faces de la plaque et par  $c_p$  la concentration uniforme d'eau dans la plaque à l'instant initial.

A l'instant  $t < 0$  quelconque la concentration d'eau du milieu humide est constante et vaut  $c_0$  et la concentration d'eau de la plaque est uniforme et vaut  $c_p$ .

Les conditions aux limites et initiales sont :

$$c = c_p \quad \text{quand : } 0 < x_1 < h \text{ et } t \leq 0 \quad (\text{III.10})$$

$$c = c_0 \quad \text{quand : } x_1 = 0, x_1 = h \text{ et } t > 0 \quad (\text{III.11})$$

Compte tenu des conditions limites et initiales précédentes la solution de l'équation (III.5) s'écrit :

$$\frac{c - c_p}{c_m - c_p} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2n+1} \sin \frac{(2n+1)\pi x}{h} \exp \left[ -\frac{(2n+1)^2 \pi^2}{h^2} D t \right] \quad (\text{III.12})$$

avec :

$c : c(x_1, t)$  : concentration à l'abscisse  $x_1$  et au temps  $t$ ,  $x_1 \in ]0, h[$

$c_m$  : concentration d'eau de la plaque à saturation,

$h$  : épaisseur de la plaque,

$D$  : coefficient de diffusion de la plaque dans la direction  $x_1$ .

$D$  est indépendant de la concentration en eau et du temps et dépend uniquement de la température du milieu qui est supposée constante.

La masse totale d'eau  $m$  absorbée par le matériau à l'instant  $t$  est obtenue à partir de l'intégration de la formule donnant la concentration (équation III.12) sur tout le domaine.

$$m = s \int_0^h c \, dx \quad (\text{III.13})$$

$s$  : aire soumise à la diffusion.

Le résultat de l'intégration est :

$$G = \frac{m - m_p}{m_m - m_p} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp[-(2n+1)^2 \pi^2 (\frac{Dt}{h^2})]}{(2n+1)^2} \quad (\text{III.14})$$

$m_p$  : masse d'eau initiale dans le matériau,

$m_m$  : masse d'eau à saturation,

$m$  : masse d'eau à l'instant  $t$ .

Expérimentalement le pourcentage de la teneur d'humidité contenue dans l'éprouvette à l'instant  $t$  donné est défini par :

$$M = \frac{W - W_s}{W_s} 100 = \frac{m}{m_s} 100 \quad (\text{III.15})$$

$W_s$  : poids du matériau à l'état sec,

$W$  : poids du matériau humide,

$m$  : masse de l'eau absorbée à l'instant  $t$ ,

$m_s$  : masse du matériau sec.

A priori on obtient une courbe du type de celle représentée sur la figure III.2 ci dessous représentant l'allure schématique de l'évolution du gain de masse de l'éprouvette en fonction de la racine carrée du temps. On note qu'initialement la courbe de prise de poids est une droite jusqu'à  $\frac{M}{M_m} \leq 0,6$  environ en grandeurs réduites (Fig. III.3).

Pour une plaque d'épaisseur  $h$  (Fig. III.1), dans le cas d'une diffusion sur deux, faces et d'un matériau initialement sec ( $m_p = 0$ ), l'équation de début d'absorption s'écrit :

$$m = 4 s c_m \sqrt{\frac{D}{\pi} t} \quad (\text{III.16})$$

On peut également écrire cette équation en pourcentage d'eau absorbée en poids sachant que :

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{m}{m_m} = \frac{m}{c_m v} \quad (\text{III.17})$$

$M_t$  : quantité d'eau absorbée par le matériau à l'instant  $t$  en %,  
 $M_m$  : quantité d'eau absorbée par le matériau à saturation en %,  
 $m$  : masse d'eau à l'intérieur du matériau à l'instant  $t$ ,  
 $m_m$  : masse d'eau à l'intérieur du matériau à saturation ,  
 $c_m$  : concentration d'eau de la plaque à saturation,  
 $v$  : volume de l'échantillon qui est égal à :

$$v = s h \quad (\text{III.18})$$

Le matériau étant initialement sec.

En remplaçant  $m$  dans (III.17) par sa valeur tirée de (III.16), on obtient, compte tenu de (III.18) :

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{D}{\pi}} \sqrt{t} \quad (\text{III.19})$$

où :

$D$  est la diffusivité suivant la direction  $x_1$ .

Cette relation est valable uniquement pour l'exploitation de la partie linéaire de la courbe de prise de poids du matériau en fonction de la racine carrée du temps. La représentation de la quantité d'eau en fonction de la variable réduite  $t^*$  adimensionnel, définie ci-dessous en III.20, conduit à une courbe intrinsèque indépendante des caractéristiques matérielles du milieu (équation III.14). Par suite cette représentation nous permet de disposer d'un critère de validité d'emploi du modèle de Fick en portant sur un tel graphe réduit les points expérimentaux et en évaluant l'écart avec la courbe réduite intrinsèque.

$$t^* = \frac{\sqrt{D} t}{h} \quad (\text{III.20})$$

Le calcul de la diffusivité  $D$  peut être effectué très simplement à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe de prise de poids. En désignant par  $M_1$  et  $M_2$  les accroissements de masse respectivement associés aux points 1 et 2 on a :

$$D = \pi \left( \frac{h}{4M_m} \right)^2 P^2 \quad (\text{III.21})$$

ou :

$$P = \frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} \quad (\text{III.21.a})$$

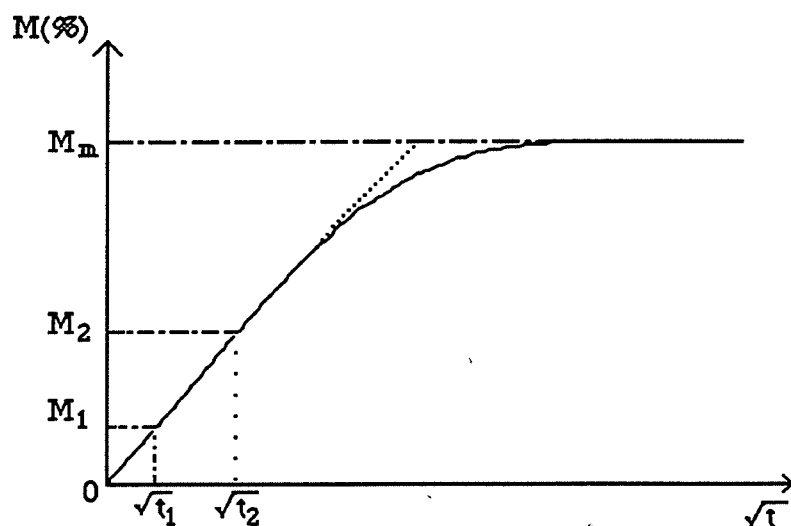


Figure III.2 : Courbe de prise de poids.

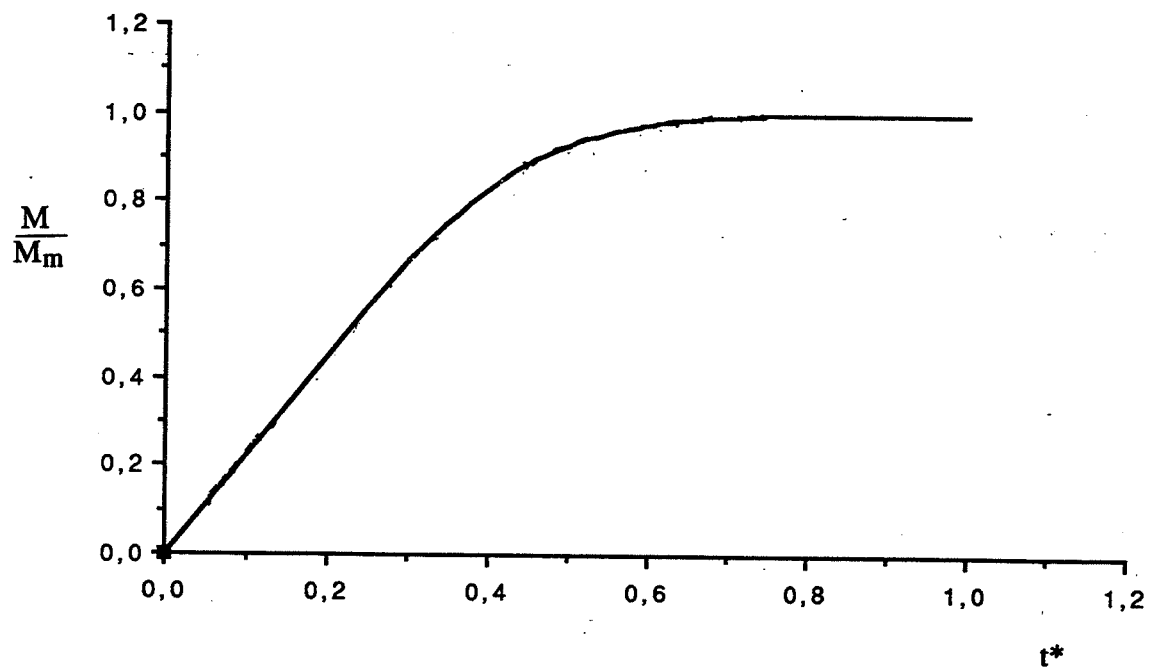


Figure III.3 : Courbe de prise de poids réduite.

### **III.6 Diffusion tridimensionnelle.**

La possibilité d'appliquer la loi de Fick à l'absorption d'humidité des stratifiés unidimensionnels à travers la direction transverse a été établie par Shen & Springer (1976). Ils utilisent pour ce faire une méthode de détermination du coefficient de diffusion prenant en compte des effets de bords des échantillons.

Dans notre cas, la forme tridimensionnelle de la loi de Fick est utilisée pour déterminer l'absorption d'humidité d'un composite unidirectionnel de section droite carrée.

#### **III.6.1 Cas d'une poutre rectangulaire de section droite rectangulaire.**

Soit une poutre rectangulaire de dimensions finies exposée à un environnement humide, l'orientation des fibres est définie dans le système d'axes  $x_1, x_2, x_3$  où l'axe  $x_1$  est ici le grand axe de l'éprouvette de longueur  $L$ .

La poutre est exposée à un environnement humide caractérisé par une humidité relative fixée et constante en fonction de  $x_1, x_2, x_3$  et  $t$ .

On désigne respectivement par  $D_1$  et  $D_2$  les diffusivités principales dans le plan  $x_1, x_2$  et  $D_3$  la diffusivité à travers l'épaisseur (Fig. III.4). On désigne par  $s_i$  les surfaces de l'échantillon exposées à l'air humide et par  $L, b$  et  $a$ , les dimensions de la poutre respectivement parallèles aux directions  $x_1, x_2, x_3$ .

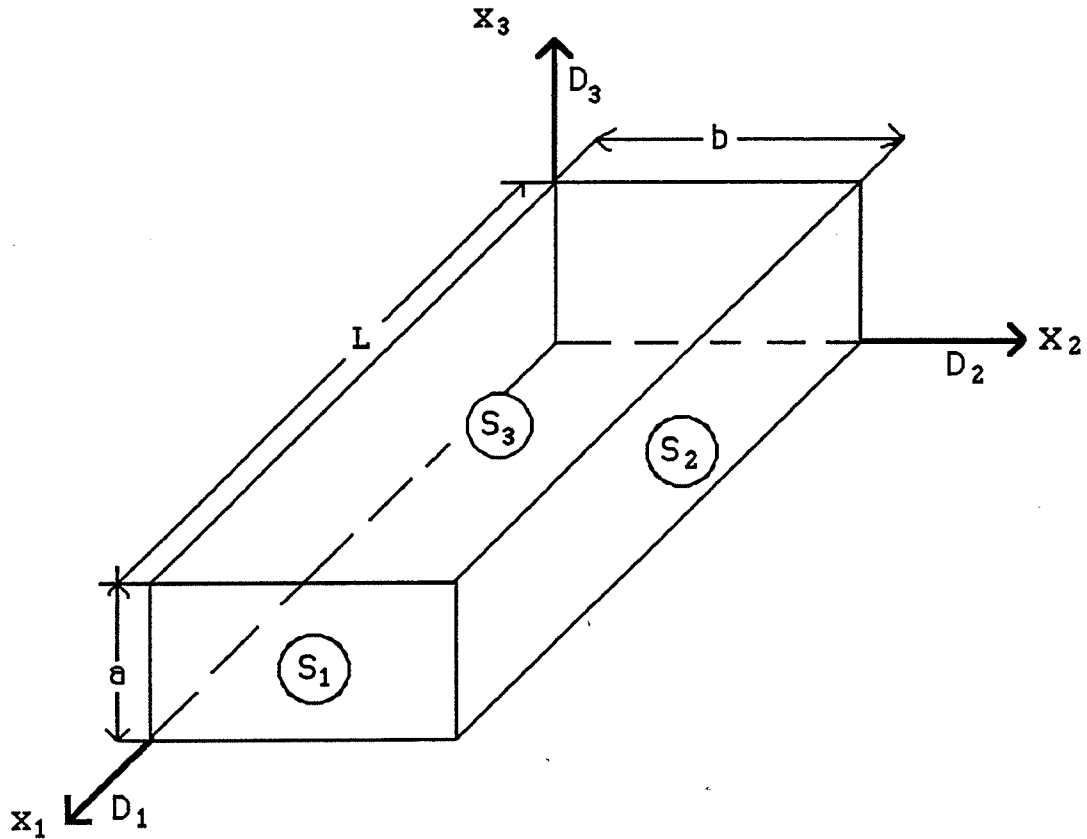


Figure III.4 : Description du problème de diffusion tridimensionnelle dans le cas d'une poutre de section droite rectangulaire.

#### III.6.1.1 Solution aux temps courts.

La masse d'eau  $m(t)$  à un instant  $t$  quelconque s'obtient par la résolution de l'équation différentielle suivante :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D_1 \frac{\partial^2 c}{\partial x_1^2} + D_2 \frac{\partial^2 c}{\partial x_2^2} + D_3 \frac{\partial^2 c}{\partial x_3^2} \quad (\text{III.22})$$

pour :  $x_1 \in ] 0, L [$ ,  $x_2 \in ] 0, b [$ ,  $x_3 \in ] 0, a [$

$c = c_p$  en tout point de l'éprouvette pour  $t \leq 0$ ,

$c = c_0$  en tout point de la surface de l'éprouvette pour  $t > 0$ ,

$$\text{et } m(t) = \int_{\text{éprouvette}} c \, dx_1 \, dx_2 \, dx_3$$

On peut également écrire :



$$m(t) = m_1(t) + m_2(t) + m_3(t) \quad (\text{III. 23})$$

où  $m_1$ ,  $m_2$  et  $m_3$  sont les masses d'eau ayant respectivement pénétrées par les faces normales à  $x_1$ ,  $x_2$  et  $x_3$ .

L'expression de chacune de ces masses en fonction du temps est évidemment différente de la relation III.16 (en supposant nulle la concentration initiale  $c_p$ ) puisque la concentration  $c(t)$  en un point quelconque de l'éprouvette dépend de l'absorption d'eau par chacune des six faces du barreau et non plus non plus de l'absorption à travers deux faces opposées seulement.

L'idée consiste alors à supposer l'existence d'un temps  $t^*$ , dépendant des caractéristiques matérielles de l'échantillon, tel que pour des temps inférieurs à  $t^*$  il soit raisonnable de considérer comme indépendants les phénomènes d'absorption par chacun des trois couples de faces opposées. Une telle conjecture peut être confortée sur le plan expérimental par l'existence d'un domaine où la reprise de masse de l'échantillon est linéaire en fonction de la racine carrée du temps. Quel que soit le temps, il existe un domaine spatial où il y a couplage des absorptions, il est cependant possible de rendre la contribution de ce domaine aussi petit que l'en veut à condition de prendre  $t$  assez petit ; en pratique ceci signifie que le début de la courbe d'absorption peut être considérée comme linéaire compte tenu de l'incertitude de mesure.

Dans ces conditions, la masse totale d'eau contenue dans l'éprouvette à l'instant  $t$ , inférieur à  $t^*$ , peut s'écrire :

$$m = 4 s_1 c_m \sqrt{\frac{D_1 t}{\pi}} + 4 s_2 c_m \sqrt{\frac{D_2 t}{\pi}} + 4 s_3 c_m \sqrt{\frac{D_3 t}{\pi}} \quad (\text{III.24})$$

$m_1$ ,  $m_2$  et  $m_3$  étant alors données par la relation III.16.

Cette dernière relation peut s'écrire aussi :

$$m = 4 c_m s_3 \sqrt{\frac{D_3 t}{\pi}} \left[ 1 + \frac{s_1}{s_3} \sqrt{\frac{D_1}{D_3}} + \frac{s_2}{s_3} \sqrt{\frac{D_2}{D_3}} \right] \quad (\text{III.25})$$

En remplaçant  $m$  dans (III.17) par sa valeur tirée de (III.25), on obtient, compte tenu du volume de la poutre :

$$\frac{M_t}{M_m} = 4 \sqrt{\frac{D_3 t}{\pi a^2}} \left[ 1 + \frac{a}{L} \sqrt{\frac{D_1}{D_3}} + \frac{a}{b} \sqrt{\frac{D_2}{D_3}} \right] \quad (\text{III.26})$$

La relation (III.26) peut s'écrire :

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{4}{a} \sqrt{\frac{D^* t}{\pi}} \quad (\text{III.27})$$

ou encore :

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{4}{a} \sqrt{\frac{D_3 t}{\pi}} K \quad (\text{III.28})$$

avec :

$$D^* = D_3 \left[ 1 + \frac{a}{L} \sqrt{\frac{D_1}{D_3}} + \frac{a}{b} \sqrt{\frac{D_2}{D_3}} \right]^2 \quad (\text{III.29})$$

ou

$$K = 1 + \frac{a}{L} \sqrt{\frac{D_1}{D_3}} + \frac{a}{b} \sqrt{\frac{D_2}{D_3}} \quad (\text{III.30})$$

On remarque que la relation (III.28) est analogue à la relation (III.19) citée plus haut avec K coefficient de correction dû aux effet de bords (Shen & Springer, 1976). Cette relation est valable uniquement pour des temps suffisamment petits pendant lesquels les absorptions suivant les différentes faces de l'éprouvette peuvent être considérées comme indépendantes.

La diffusivité globale  $D^*$  du solide peut être déterminée par la relation suivante :

$$D^* = \pi \left[ \frac{a}{4M_m} \right]^2 P^2 \quad (\text{III.31})$$

où :

P : est la pente de la partie initiale de la courbe de prise de poids global (relation III.21.a).

### III.7 Diffusion tridimensionnelle des composites unidirectionnels.

On remarque que la relation (III.28) est identique à celle utilisée par Springer (1976) pour déterminer la diffusivité unidimensionnelle de plaques minces, K étant le coefficient de correction dû aux effets de bord. Dans notre cas nous travaillons sur des échantillons du type poutre, nous utilisons la relation (III.27) pour calculer la diffusivité globale  $D^*$  de chaque catégorie d'échantillons.

Nous allons examiner successivement la diffusion de l'eau dans des éprouvettes dont les fibres sont longitudinale ou transverse. Les conventions d'axes (Fig.III.5, 6) sont :

- 1, 2, 3 est le repère d'éprouvette,
- $x_1, x_2, x_3$  est le repère du matériau.

### III.7.1 Eprouvettes à fibres longitudinales.

Le matériau est un composite unidirectionnel fibres de verre/résine époxyde ou fibres de carbone/résine époxyde. Les échantillons se présentent sous la forme de barreaux de section droite carrée. Les fibres sont longitudinales et leur orientation est définie par la direction 1 (Fig. III.5).

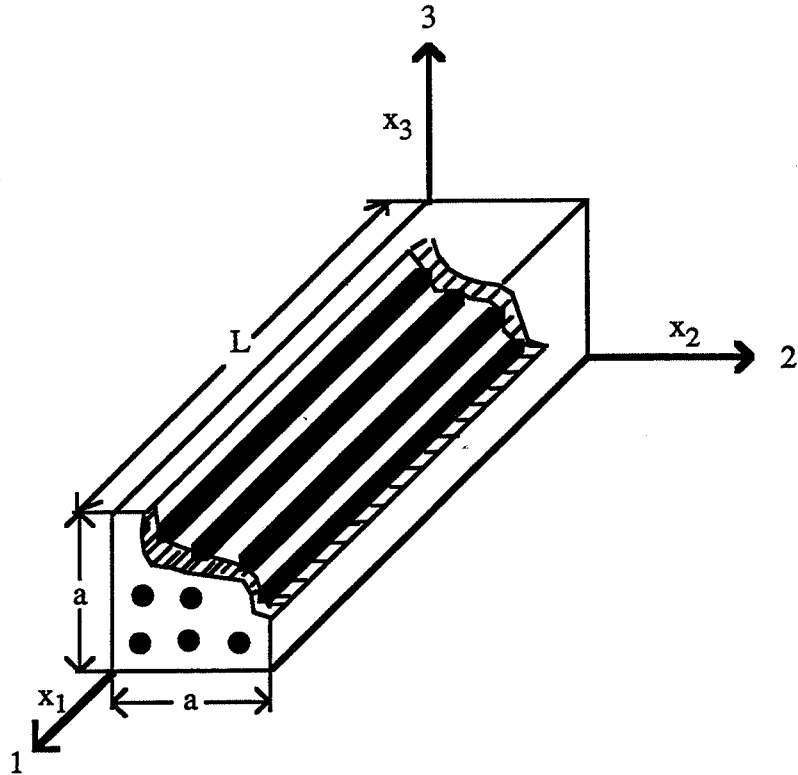


Figure III.5 : Description du problème de diffusion des échantillons à fibres longitudinales.

Pour un échantillon rectangulaire de section droite carrée, la relation (III.27) devient

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{4}{a} \sqrt{\frac{D^* L}{\pi}} \quad (\text{III.32})$$

où :

$D^* L$  est la diffusivité globale des échantillons à fibres longitudinales.

Le plan 2,3 est plan d'isotropie transverse, les diffusivités principales dans les directions  $x_2$  et  $x_3$  sont en principe identiques ( $D_2 = D_3$ ). Si de plus les diffusivités

principales  $D_3$  et  $D_1$  désignent respectivement les diffusivités effectives suivant les directions perpendiculaire et parallèle aux fibres (III.8 et 9), donc  $D^{*L}$  s'écrit :

$$D^{*L} = D_T \left[ 2 + \frac{a}{L} \sqrt{\frac{D_L}{D_T}} \right]^2 \quad (\text{III.33})$$

L'objectif de ce calcul est essentiellement de faire le point sur l'absorption d'eau par les composites unidirectionnels de type poutre. La diffusivité  $D^{*L}$  obtenue est globale car nous tenant compte de l'ensemble des diffusivités de l'échantillon.

$D^{*L}$  peut être déterminée expérimentalement à partir des courbes de prise poids global des échantillon à fibres longitudinales, d'après la relation suivante :

$$D^{*L} = \pi \left[ \frac{a}{4M_m} \right]^2 P^2 \quad (\text{III.34})$$

où :

$P$  : est la pente de la partie linéaire de la courbe de prise de poids global,

$M_m$  : quantité d'eau absorbée par le matériau à saturation en %,

$a$  : épaisseur de l'échantillon à fibres longitudinales.

### III.7.2 Eprouvettes à fibres transverses.

Dans ce cas l'échantillon est un barreau à section droite carrée dont les fibres sont transverses, leur orientation étant définie par la direction 2 (Fig. III.6).

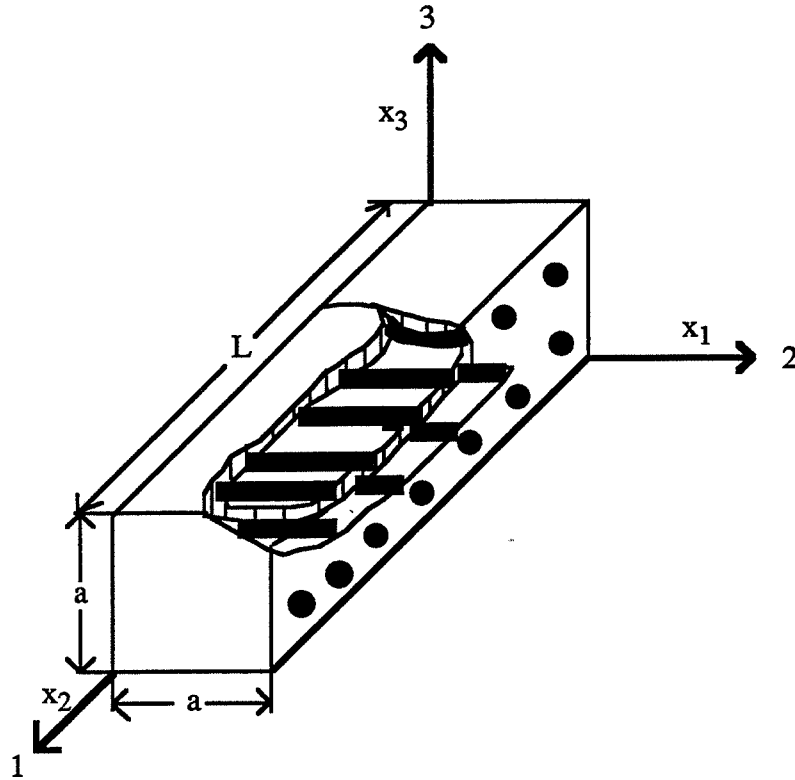


Figure III.6 : Description du problème de diffusion des échantillons à fibres transverses.

Dans ce cas la relation (III.27) devient :

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{4}{a} \sqrt{\frac{D^{*T} t}{\pi}} \quad (\text{III.35})$$

où :

$D^{*T}$  est la diffusivité globale des échantillons à fibres transverses.

Dans ce cas le barreau est orthotrope, les diffusivités dans le plan 2,3 sont différentes. L'isotropie transverse dans le plan  $x_2$  et  $x_3$  entraîne que les diffusivités principales  $D_1$  et  $D_3$  sont égales. Si de plus ces diffusivités sont désignées par des diffusivités effectives suivant les directions perpendiculaire et parallèle aux fibres (III.8 et.9),  $D^{*T}$  devient :

$$D^{*T} = D_T \left[ 1 + \frac{a}{L} + \sqrt{\frac{D_L}{D_T}} \right]^2 \quad (\text{III.36})$$

$D^{*T}$  peut être déterminée expérimentalement à partir des courbes de prise poids global, des échantillons à fibres transverses d'après la relation suivante :

$$D^{*T} = \pi \left[ \frac{a}{4M_m} \right]^2 P^2 \quad (\text{III.37})$$

où

$P$  : est la pente de la partie linéaire de la courbe de prise de poids global,

$M_m$  : quantité d'eau absorbée par le matériau à saturation en %,

$a$  : épaisseur des échantillons à fibres transverses.

### III.7.3 Eprouvette renforcées par un tissu équilibré.

Dans ce cas, si l'on fait l'hypothèse que les directions chaîne et trame sont équivalentes pour la diffusion de l'eau, les deux types d'éprouvettes précédentes se confondent et l'on a :

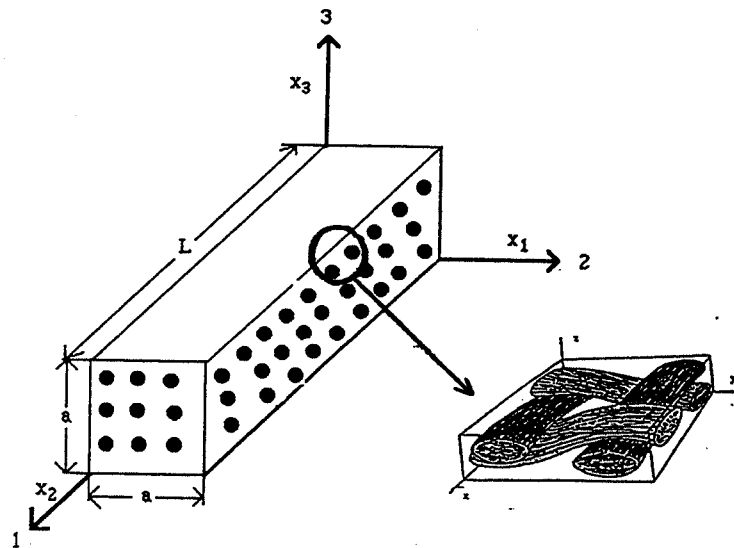


Figure III.7 : Description du problème de diffusion des éprouvettes renforcées par tissu.

Les directions 1 et 2 sont indifféremment des directions chaîne et trame. On peut également noter que ces deux types d'éprouvettes sont utilisables pour caractériser la différence éventuelle entre les diffusivités suivant les sens chaîne ou trame.

L'application de la formule III.27 conduit à :

$$\frac{M_t}{M_m} = \frac{4}{a} \sqrt{\frac{D^*C_t}{\pi}} \quad (\text{III.38})$$

avec

$$D^*C = D_3 \left[ 1 + \left( 1 + \frac{a}{L} \right) \sqrt{\frac{D_1}{D_3}} \right]^2 \quad (\text{III.39})$$

où l'on a utilisé l'équivalence chaîne trame :  $D_1 = D_2$ . En convenant d'appeler direction T la direction 3 et direction longitudinale L les directions 1 ou 2, il vient donc.

$$D^*C = D_T \left[ 1 + \left( 1 + \frac{a}{L} \right) \sqrt{\frac{D_L}{D_T}} \right]^2 \quad (\text{III.40})$$

Il est clair que, dans ce cas, il est indispensable de modifier le rapport  $\frac{a}{L}$  si l'on souhaite déterminer  $D_L$  et  $D_T$ .

$D^*C$  peut être déterminée expérimentalement à partir des courbes de prise poids global, des échantillons à fibres transverses d'après la relation suivante :

$$D^*C = \pi \left[ \frac{a}{4M_m} \right]^2 P^2 \quad (\text{III.41})$$

où

$P$  : est la pente de la partie linéaire de la courbe de prise de poids global,

$M_m$  : quantité d'eau absorbée par le matériau à saturation en %,

$a$  : épaisseur des échantillons découpés dans le sens chaîne ou trame.

#### III.7.4 Conclusion.

Les relations obtenues permettent de calculer les diffusivités globales de chaque type d'échantillon L ou T. Ces diffusivités s'appuient sur une approche tridimensionnelle car on a tenu compte des diffusivités effectives à travers les trois directions de l'espace. A priori les diffusivités globales obtenues à partir des parties initiales des courbes de prise de poids global des échantillons à fibres longitudinales et transverses sont différentes.

Les diffusivités effectives suivant les fibres  $D_L$  et suivant une direction perpendiculaire aux fibres  $D_T$  peuvent être ultérieurement déterminées en résolvant le système d'équations à deux inconnues suivant :

$$\begin{cases} D^{*L} = D_T \left[ 2 + \frac{a}{L} \sqrt{\frac{D_L}{D_T}} \right]^2 \\ D^{*T} = D_T \left[ 1 + \frac{a}{L} + \sqrt{\frac{D_L}{D_T}} \right]^2 \end{cases} \quad (\text{III.42})$$

On peut également remarquer que, dans la mesure où il est possible de faire varier le rapport  $\frac{a}{L}$  dans des proportions suffisantes, chacune des évolutions de  $D^{*L}$  ou de  $D^{*T}$  en fonction de  $\frac{a}{L}$  conduit directement à  $D_L$  et  $D_T$ .

Dans le cas des échantillons renforcés par un tissu équilibré, le choix de deux type d'échantillons de longueurs  $L_1$  et  $L_2$  différentes conduit au système suivant, dont la résolution conduit aux diffusivités  $D_L$  et  $D_T$  :

$$\begin{cases} D_1^{*C} = D_T \left[ 1 + \left( 1 + \frac{a}{L_1} \right) \sqrt{\frac{D_L}{D_T}} \right]^2 \\ D_2^{*C} = D_T \left[ 1 + \left( 1 + \frac{a}{L_2} \right) \sqrt{\frac{D_L}{D_T}} \right]^2 \end{cases} \quad (\text{III.43})$$

La précision de la détermination de  $D_L$  et  $D_T$  dépend du rapport  $\sqrt{\frac{D_L}{D_T}}$  pour des valeurs  $L_1$  et  $L_2$  données. Sur le plan pratique, ont été choisis :  $L_1 = L$  et  $L_2 = \frac{L}{2}$



### **III.8 Technique et méthodes expérimentales des cinétiques d'absorption.**

#### **III.8.1 Présentation des matériaux.**

Pour cette étude nous avons choisi trois types de matériaux composites à renforts filamenteux longs : un matériau à tissu de verre équilibré/résine époxyde, un matériau à fibre de verre/résine époxyde et un matériau à fibre de carbone/résine époxyde. Les échantillons sont de type parallélépipédique, découpés dans des plaques épaisses sous forme de poutres de section droite carrée dans le sens parallèle ou perpendiculaire aux fibres.

##### **III.8.1.1 Matériau 1.**

Le matériau 1 est un composite verre / époxyde composé de 32 couches (937/EP/ES 67) de tissus de verre E noyés dans une résine époxyde holt melt. Il est délivré sous forme de plaque plane de dimensions moyennes: 350 mm (sens trame) x 350 mm (sens chaîne) x 9 mm ( $V_f$  mesuré = 70%).

##### **Caractéristiques de la résine.**

- résine époxyde holt melt,
- masse volumique :  $1,17 \text{ g/cm}^3$ ,
- résistance de traction : 71 MPa,
- module de traction : 3130 MPa,
- allongement à la rupture en traction : 3,15 %,
- contrainte de flexion à la rupture : 113 MPa,
- module de flexion : 2980 MPa.

##### **Caractéristiques du tissu (référence : 937 EP).**

- masse surfacique :  $360 \pm 14 \text{ g/m}^2$ ,
- type d'armure : taffetas (le fil de chaîne et de trame s'entrecroisent alternativement),
- composition pondérale : 50 % dans chaque direction de renforcement fibreux (sens chaîne et trame),
- module de flexion :
  - sens chaîne : 19600 MPa,
  - sens trame : 15200 MPa.

- résistance de flexion :
  - sens chaîne : 360 MPa,
  - sens trame : 360 MPa.
- finish : ensimage plastique (EP).

### **Caractéristiques du stratifié.**

- masse volumique : 1,87 g/cm<sup>3</sup> donnée par le fabricant,
- épaisseur par pli en mm avec  $v_f = 32\%$  : 0,28,
- résistance de traction (chaîne/trame) : 400 MPa,
- résistance de flexion (chaîne/trame) : 450 MPa,
- module de flexion (chaîne/trame) : 19000 MPa,
- température maximale d'utilisation : 80/90°C.

#### **III.8.1.2 Matériau 2.**

Le matériau 2 est un composite unidirectionnel verre / époxyde (NAPPE UD STRUCTIL 396) composé de 64 plis de verre VEE 220 noyés dans une résine époxyde 396 Structil. Il est délivré sous forme de plaque plane de dimensions moyennes: 300 mm x 300 mm x 9 mm, par l'Institut des Matériaux Composites. Cette plaque est réalisée en autoclave à partir de préimprégnés de verre ( $V_f$  mesuré = 70%).

#### **III.8.1.3 Matériau 3.**

Le matériau 3 est un composite unidirectionnel carbone / époxyde (NCHR 914/32% T300) composé de 64 plis de T300 noyés dans une résine époxyde NCHR 914. Il est délivré sous forme de plaque plane de dimensions moyennes: 300 mm x 300 mm x 8 mm par l'Institut des Matériaux Composites. Cette plaque est réalisée en autoclave à partir de préimprégnés de carbone ( $V_f$  mesuré = 70%).

### **III.8.2 Découpage des échantillons.**

Les échantillons ont été découpés à l'aide d'une scie diamantée, sous une lubrification permanente afin d'éviter l'échauffement et l'arrachement des fibres en surface. Le plan de découpe est présenté sur la figure III.8.

Pour éviter les ruptures prématurées dues aux entailles et l'irrégularités de découpe tous les échantillons ont été polis à la main avec du papier abrasif 300-400.

Le nombre et les dimensions moyennes de l'ensemble des échantillons sont présentés dans le tableau III.1.

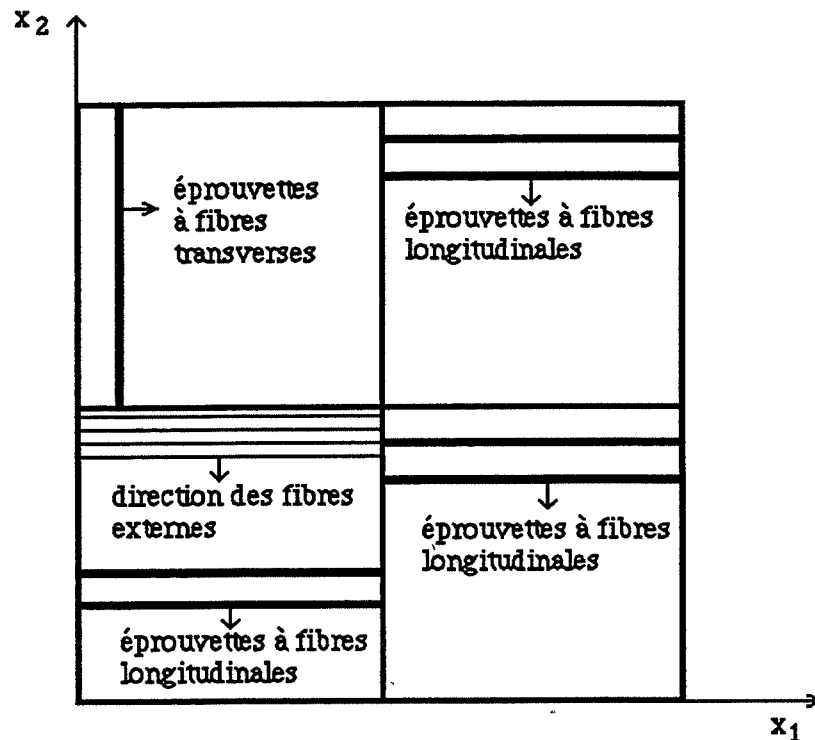


Figure III.8 : Plan de découpe des échantillons dans une plaque quasi-isotrope.

### III.8.3 Conditionnement des échantillons en humidité.

Les modèles simples de diffusion prévoient des cinétiques d'absorption et de désorption identiques ; en pratique cependant, d'autres mécanismes peuvent intervenir au-delà de certains seuils d'humidité, de température et de temps. Ces mécanismes dépendent très fortement de la nature de la matrice et de la qualité de l'interface fibre/matrice. De plus le cycle absorption-désorption peut entraîner une certaine réorganisation de la structure du réseau moléculaire. Du point de vue expérimental, ceci se traduit par une augmentation du taux à saturation et des diffusivités du matériau calculées à chaque cycle. Enfin d'autres phénomènes, liés à la cinétique d'absorption, peuvent se manifester :

- l'érosion par hydrolyse de la matrice en surface, qui peut se traduire par une décroissance des courbes de prise, avant saturation du matériau ; ainsi des pertes de matières significatives peuvent avoir lieu dès les tout premiers jours de conditionnement,
- des microfissurations du matériau qui conduisent à un taux de saturation élevé ; ce phénomène apparaît sur les courbes de reprises de poids sous forme d'une ondulation et de l'absence de palier de saturation à proprement parler.

### **III.8.4 Programme expérimental.**

Le programme prévoyait un conditionnement des différentes catégories d'échantillons. Les échantillons à fibres longitudinales et ceux découpés dans les tissus suivant les sens trame ou chaîne ont été soumis à un cycle absorption-désorption. Tandis que les échantillons à fibres transverses sont soumis uniquement à une seule absorption. Par simple pesée on suit la variation de poids des échantillons dans le temps, afin d'obtenir les courbes d'évolution de gain ou de perte de poids.

Le programme expérimental défini pour cette étude est le suivant :

- première absorption, avant saturation complète du matériau,
- une désorption complète jusqu'à stabilisation du poids des éprouvettes,
- une deuxième absorption et essais de fluage en torsion après saturation du matériau.

### **III.8.5 Choix du taux d'humidité et la température.**

Le conditionnement prévu pour l'ensemble des échantillons est un conditionnement à taux d'humidité relative constant, les humidités relatives retenues sont : 0, 60%, 80% et 96%, à 60°C. Le choix de la température de conditionnement est essentiellement justifié par les deux considérations suivantes :

- cette température est suffisamment élevée pour activer thermiquement la reprise en eau et permettre d'atteindre un palier de saturation en un temps raisonnable,
- au delà de 60°C, les échantillons risquent d'être endommagés trop gravement par le conditionnement.

### **III.8.6 Conditionnement en ambiance humide.**

Pour l'ensemble de l'étude, toutes les éprouvettes ont été séchées en étuve ventilée avant de subir la première absorption. Le cycle de séchage est constitué de : 3 jours à 60°C suivi d'un conditionnement à 90°C jusqu'à stabilisation du poids des éprouvettes.

Les échantillons secs sont conservés à 60°C dans une étuve ventilée. Les échantillons restants sont conditionnés à différents taux humidité relative dans une enceinte régulée en humidité et température.

Le conditionnement des échantillons à 60% d'humidité relative est directement assuré par l'atmosphère humide de l'enceinte.

Les autres taux d'humidité relative (80% et 96%) sont obtenus à l'aide de solutions salines saturées en atmosphère confinée. Des tables fournissent en effet, pour un sel donné, les conditions d'équilibre qu'il est possible de réaliser en fonction de la température :

- 80% humidité relative dans une solution saline saturée de chlorure de potassium (KCl) à 60°C,
- 96% humidité relative dans une solution saline saturée de sulfate de potassium (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) à 60°C.

Les échantillons sont ensuite placés dans des dessiccateurs spécialement conçus où se trouve la solution saline saturée. Ces derniers sont eux-mêmes placés dans une enceinte régulée à la température de conditionnement choisie figure III.9.

### **III.8.7 Désorption des éprouvettes.**

Après la première absorption avant saturation, les échantillons sont séchés en étuve ventilée à 60°C jusqu'à l'obtention d'un poids constant. La deuxième absorption est obtenue après séchage de l'ensemble des échantillons suivant le cheminement suivant :

- 3 jours à 75°C,
- 4 jours à 90°C (stabilisation du poids des éprouvettes).

### **III.8.8 Précautions d'emploi.**

1 - Pour éviter le dépôt de sel sur les surfaces des échantillons, il faut placer les échantillons suffisamment loin de la solution saline saturée, on retient une distance de 80 mm (Fig. III.9) pour l'ensemble des conditionnements.

2 - Effectuer toutes les pesées suivant une procédure identique. Ne pas manipuler les éprouvettes avec les doigts mais utiliser plutôt une pince coudée.

3 - Ouvrir l'enceinte le moins souvent possible.

4 - Changer la solution saline tous les trois mois s'il s'agit d'un conditionnement de longue durée.

5 - Agiter quotidiennement la solution saline de façon à garantir l'état de saturation.

### III.8.9 Equipement.

Le matériel nécessaire pour effectuer un tel conditionnement est le suivant :

Une enceinte chaud-froid-humidité programmable Climats, modèle TMH 1300 ; gamme de température sèche de - 40°C à + 200°C et une gamme d'utilisation en hygrométrie de 20 à 98% d'humidité relative dans la plage de 10°C à 85°C et un volume utile de 1300 dm<sup>3</sup>.

Une étuve universelle ventilée, modèle Memmert ; gamme de température allant de 5°C au-dessous de l'ambiante à 220°C, volume utile 53 dm<sup>3</sup>.

Trois dessiccateurs de forme cubique de dimensions 310 x 310 x 310 mm<sup>3</sup> et de volume utile 26 dm<sup>3</sup>.

Une balance de précision Sartorius 2842 dont l'étendue de pesée est 160 g et la précision 0,1 mg.

Matériaux	Dimensions moyennes mm <sup>3</sup>	HR en %	Nombre d'échantillons	Orientation des fibres	Cycle
1	8,7x8,7x120	sec	8	chaîne	absorp 1 désorp absorp 2
		60	8		
		80	8		
		96	8		
	8,5x8,5x60	sec	4	trame	absorp 1 désorp absorp 2
		60	4		
		80	4		
		96	4		
2	8,7x8,7x120	sec	6	long.	absorp 1 désorp absorp 2
		60	6		
		80	6		
		96	5		
	8,2x8,2x120	sec	3	trans.	absorp 1
		60	2		
		80	2		
		96	2		
3	7x7x120	sec	6	long.	absorp 1 désorp absorp 2
		60	6		
		80	6		
		96	6		
	7x7x120	sec	3	trans.	absorp 1
		60	3		
		80	3		
		96	3		

Tableau III.1 : Références techniques des échantillons conditionnés  
(la température constante est 60°C).

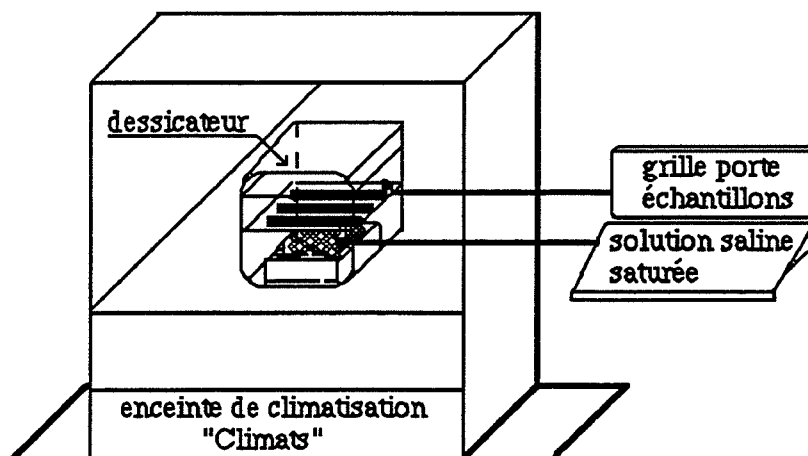


Figure III.9 : Conditionnement en atmosphère humide à 60°C.

### III.8.10 Résultats et exploitations des cinétiques d'absorption.

#### III.8.10.1 Exploitation des courbes de prise de poids.

La mesure de la quantité d'eau absorbée par les échantillons au cours du temps jusqu'à saturation est obtenue suivant la procédure expérimentale suivante:

- sortie des échantillons de l'enceinte de conditionnement,
- pesée à l'aide d'une balance de précision,
- retour des éprouvettes dans l'enceinte.

La procédure est répétée à intervalles de temps courts pendant les premiers jours de conditionnement. La mesure du poids est étalée par la suite dans le temps jusqu'à saturation.

La quantité d'eau absorbée pour chaque point de mesure est calculée d'après la relation (III.15). On trace ensuite la variation de poids de l'échantillon en fonction de la racine carrée du temps.

Les courbes de prise de poids présentées ci-après représentent la valeur moyenne arithmétique de chaque catégorie d'échantillons.

### III.8.10.2 Détermination des diffusivités globales.

Les diffusivités globales des échantillons à fibres longitudinales et transverses sont déterminées d'après les relations III.34 et III.37. La méthode utilisée est décrite au paragraphe III.5.

On peut suggérer une autre méthode beaucoup plus précise pour la détermination de P. Pour cela on détermine une courbe interpolée de degré n. Le logiciel utilisé ici est le logiciel Cricket Graph sur ordinateur Macintosh. La pente à l'origine de la tangente à la courbe de prise de poids interpolée est déterminée par la dérivée première du polynôme adopté au temps  $t = 0$  (extrapolation à zéro). Cependant, cette méthode bien que très précise peut produire des résultats erronés à cause des écarts expérimentaux sur les premiers points de mesure de la teneur d'eau absorbée par le matériau ou tout simplement à cause d'une erreur accidentelle de mesure de deux points par exemple. Ceci se traduit par la présence d'un point d'inflexion aux temps courts. Il est plus raisonnable de calculer la pente à l'origine en ajustant une droite des moindres carrés et de déterminer les accroissements de masse respectifs associés aux points choisis. C'est le cas de notre méthode. Rappelons à ce niveau que cette approche ne peut être justifiée que s'il existe un domaine de temps où l'accroissement de masse est linéaire en fonction de la racine carrée du temps.

### III.8.10.3 Détermination des diffusivités effectives $D_L$ et $D_T$ .

Notre étude se situe dans le contexte des échantillons de type poutre. Un calcul des diffusivités globales des échantillons à fibres longitudinales et transverses est effectué. Le calcul des diffusivités effectives  $D_L$  (diffusivité suivant les fibres) et  $D_T$  (diffusivité dans une direction quelconque perpendiculaire aux fibres) est effectué en résolvant le système de deux équations à deux inconnues III.42.

La solution du système est :

$$D_T = D^*T \left[ \frac{\frac{a}{L} - \sqrt{\frac{D^*L}{D^*T}}}{\Delta} \right]^2 \quad (\text{III.44})$$

$$D_L = D^*T \left[ \frac{-2 + (1 + \frac{a}{L}) \sqrt{\frac{D^*L}{D^*T}}}{\Delta} \right]^2 \quad (\text{III.45})$$



avec :

$$\Delta = -2 + \left(1 + \frac{a}{L}\right) \frac{a}{L}$$

On remarque que les paramètres  $D_T$  et  $D_L$  s'écrivent évidemment sous la forme suivante :

$$D_T = f(D^*L, D^*T, \frac{a}{L}) \quad (\text{III.46})$$

$$D_L = g(D^*L, D^*T, \frac{a}{L}) \quad (\text{III.47})$$

Ces deux relations montrent clairement que les diffusivités effectives  $D_T$ ,  $D_L$  peuvent être calculées à partir de l'éclatement des éprouvettes et des diffusivités globales  $D^*L$  et  $D^*T$  déterminées expérimentalement. Les valeurs obtenues sont ensuite comparées aux diffusivités effectives déterminées d'après les deux relations micromécaniques présentées dans le chapitre I. Les formes III.46 et III.47 se prêtent bien à un calcul d'incertitude permettant de fixer les idées quant à la précision de la méthode de détermination de  $D_T$  et  $D_L$ . On notera enfin que le cas  $\frac{a}{L} = 1$  conduit évidemment à une indétermination puisque les échantillons sont alors des cubes.

Un raisonnement tout à fait similaire peut être tenu à propos de la mesure des diffusivités  $D_T$  et  $D_L$  d'un composite renforcé par un tissu équilibré (système de deux équations à deux inconnues III.43) ; on rappelle que dans ce cas  $L$  désigne une direction chaîne ou trame et  $T$  la direction perpendiculaire à la chaîne et à la trame.

La solution du système III.43 s'écrit :

$$D_L = \frac{1}{a^2 \left( \frac{1}{L_1} - \frac{1}{L_2} \right)^2} \left[ \sqrt{D_1^{*C}} - \sqrt{D_2^{*C}} \right]^2 \quad (\text{III.48})$$

$$D_T = \frac{1}{a^2 \left( \frac{1}{L_1} - \frac{1}{L_2} \right)^2} \left[ \left(1 + \frac{a}{L_1}\right) \sqrt{D_2^{*C}} - \left(1 + \frac{a}{L_2}\right) \sqrt{D_1^{*C}} \right]^2 \quad (\text{III.49})$$

On notera que  $L_1$  supérieur à  $L_2$  entraîne  $D_2^{*C}$  supérieur à  $D_1^{*C}$ . Il en résulte un critère d'acceptabilité des résultats.

### **III.8.11 Discussion et interprétation des résultats.**

#### **III.8.11.1 Courbes de prise et perte de poids.**

Au cours de la première absorption effectuée en milieu humide on observe pour les trois matériaux une courbe linéaire en fonction de  $\sqrt{t}$  en début d'absorption suivie d'un léger infléchissement qui semble tendre vers un palier de saturation (Fig. III.10, III.12, III.14, III.18, III.20, III.24 et III.26). La désorption est effectuée avant la saturation. Le calcul des diffusivités de la première absorption ne peut donc être effectué et seule la comparaison des pentes à l'origine est examinée.

Les courbes de désorption obtenues montrent que le phénomène de la diffusion est réversible. On retrouve des courbes linéaires en  $\sqrt{t}$  en début de désorption suivies d'un fléchissement jusqu'à stabilisation du poids du matériau (Fig. III.30, III.31, III.32 et III.33).

Entre outre, le séchage des échantillons pendant 4 jours à 90°C avant la deuxième absorption, laisse apparaître une très légère augmentation du poids des échantillons. Cette augmentation de poids est de l'ordre de 0,01g, 0,02g et 0,03g pour les échantillons conditionnés à 60,80 et 96% respectivement. Ceci confirme d'une part qu'aucune perte de masse n'est apparue au cours de la première absorption et que cette augmentation laisse entendre qu'au cours de la première absorption, un certain nombre de molécules d'eau restent piégées et sont difficiles à éliminer.

#### **III.8.11.2 Courbes de prise de poids de la deuxième absorption.**

Au cours de la deuxième absorption, on observe une bonne correspondance avec le modèle de diffusion à une phase. Pour les différentes catégories d'échantillons conditionnés à 60,80 et 96% HR, on retrouve des courbes linéaires en  $\sqrt{t}$  en début d'absorption suivies d'un infléchissement jusqu'à saturation (Fig.. III.11, III.13, III.19, et III.25).

Le cycle absorption-désorption entraîne une augmentation de la quantité d'eau absorbée pour un temps fixé quelle que soit l'humidité. Ce phénomène peut éventuellement être expliqué par la création irréversible de voies de passages privilégiés des molécules d'eau (microfissures par exemple) et conduisent à un accroissement de la diffusivité apparente. Il en résulte une différence significative des pentes à l'origine déterminées lors de la première et la deuxième absorption. Toutefois on remarque que les pentes à l'origine de la première et de la deuxième absorption des échantillons découpés dans le sens trame du matériau 1 sont sensiblement égales (tableau III.2).

Les figures III.14 et III.15 présentent la superposition des courbes de la première et de la deuxième absorption en fonction de la racine carrée du temps dans le sens chaîne et trame du matériau 1. On observe que le matériau absorbe l'eau à une vitesse supérieure dans le sens trame que dans le sens chaîne et ceci pendant 2800 heures de conditionnement, au delà les courbes semblent être confondues, c'est à dire que les taux de saturation sont sensiblement égaux.

A l'inverse la comparaison des courbes de reprise de poids des échantillons à fibres transverses et longitudinales des matériaux 2 et 3 (Fig. III.21, 27), montre que les échantillons à fibres transverses absorbent de l'eau à rapidement en début d'absorption et que les courbes ne sont jamais confondues à la saturation quel que soit le taux d'humidité. La comparaison des taux d'humidité sont présentées dans les tableaux III.3 et III.4.

Le tableau III.5 présente les valeurs des concentrations maximales d'eau retenue des matériaux 1, 2 et 3. On constate que la concentration maximale à la saturation est une fonction fortement croissante du taux d'humidité relative. Le calcul de la concentration massique maximale en eau de la matrice suppose que le milieu est homogène et que les fibres n'absorbent pas d'eau.

L'observation des courbes de reprise de poids global obtenues en coordonnées réduites des échantillons à fibres longitudinales et transverses du matériau 2, ainsi que les échantillons découpés dans le sens trame et transverse des matériaux 1 et 3, conduit à une bonne concordance avec la courbe théorique de Fick, ceci est valable quel que soit l'humidité relative du milieu. Il apparaît que le phénomène d'absorption de l'eau par les échantillons à fibres transverses et dans le sens trame est conforme à la loi de Fick (Fig. III.17, 23, 29).

L'observation des courbes de reprise de poids global obtenues en coordonnées réduites des échantillons à fibres longitudinales et sens chaîne des matériaux 1 et 3, montre que dans le cas des échantillons conditionnés à 96% HR il y a une parfaite concordance avec la courbe théorique de la loi de Fick ; cette concordance est moins bonne pour les échantillons conditionnés à 80% HR et encore moins bonne pour les échantillons conditionnés à 60% HR.(Fig. III.16, 22, 28).

### III.8.11.3 Résultats des diffusivités globales.

#### Matériau 1 (tableau III.6).

Les diffusivités globales déterminées expérimentalement lors de la deuxième absorption des échantillons découpés dans le sens chaîne et trame à différentes humidités relatives peuvent être considérées comme identiques et indépendantes des conditions d'humidité relative on a :  $D_1^{*C} = D_2^{*C} = 3,35 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$  ce qui n'est pas étonnant en définitive compte tenu des dispersions expérimentales. On rappelle que  $D_1^{*C}$  et  $D_2^{*C}$  sont respectivement les diffusivités des échantillons découpés suivant les sens chaîne ( $L_1 = L = 120 \text{ mm}$ ) et trame ( $L_2 = \frac{L}{2} = 60 \text{ mm}$ ).

#### Matériau 2 (tableau III.7).

On constate que les diffusivités expérimentales  $D^{*L}$  et  $D^{*T}$  des éprouvettes à fibres longitudinales et transverses dépendent très peu des conditions d'humidité relative. Compte tenu des dispersions expérimentales, on admet les valeurs suivantes :

$$D^{*L} = 2,26 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$$

$$D^{*T} = 4,3 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$$

Ce résultat est tout à fait cohérent avec le fait que la diffusivité selon les fibres est plus grande que celle perpendiculaire aux fibres. On note cependant que la diffusivité expérimentale  $D^{*T}$  des échantillons à fibres transverse conditionnés à 80 % HR et nettement inférieure, elle est égale à  $1,9 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$ .

#### Matériau 3 (tableau III.8).

On constate que les diffusivités expérimentales  $D^{*L}$  et  $D^{*T}$  des éprouvettes à fibres longitudinales et transverses respectivement dépendent très peu des conditions d'humidité relative. En toute première approximation, on peut admettre que ces deux grandeurs sont constantes et prendre pour valeurs utiles :

$$D^{*L} = 1,7 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$$

$$D^{*T} = 1,35 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$$

On notera cependant la valeur étrangement élevée de la diffusivité des échantillons conditionnés à 60% HR, cette valeur vaut :  $3,4 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ .

Les résultats obtenus par Naceri, (1991) et Springer, 1981 (tableau III.9), montrent que les deux paramètres principaux de diffusion  $M_m$ ,  $D$  dépendent de la température de conditionnement et du taux d'humidité relative. Nos valeurs expérimentales montrent que la quantité d'eau absorbée à saturation  $M_m$  dépend de l'humidité et que les diffusivités dépendent très peu des conditions d'humidités relatives. La valeur de la diffusivité effective  $D_T$  suivant une direction quelconque perpendiculaire aux fibres, obtenue par Whitney (1977) pour un stratifié carbone/époxyde (0,90)<sub>s</sub> concorde bien avec celle obtenue par nous-même pour le matériau T300/914. Cette valeur est de l'ordre de  $3,31 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ .

#### III.8.11.4 Evaluation des diffusivités effectives $D_T$ et $D_L$ .

L'emploi des expressions micromécaniques présentées par Shen & Springer (1976) et l'utilisation des relations III.44 et III.45 déduites du résultat de calcul tridimensionnel, nous permettent d'évaluer l'ordre de grandeur des diffusivités effectives dans la direction des fibres et perpendiculairement aux fibres. La comparaison est faite dans le cas d'une résine époxyde de coefficient de diffusion  $6,3 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$  (Comyn, 1985) et une fraction volumique des fibres ( $V_f = 70\%$ ). Les résultats obtenus sont resumés dans les tableaux III.6 à III.8.

#### Matériau 1 (tableau III.6).

Le calcul des diffusivités effectives  $D_L$  et  $D_T$  exige en principe que l'on ait :

$$D_1^{*C} < D_2^{*C}$$

Cette condition n'est vérifiée que pour l'humidité relative 80 %. Il semble donc que les résultats soient entachés d'une incertitude expérimentale importante. La relation de définition de  $D^{*C}$  (III.40) montre que le coefficient de  $\sqrt{\frac{D_L}{D_T}}$  est finalement peu sensible à une variation de  $L$ , il passe de la valeur 1,0725 pour  $L = 120 \text{ mm}$  à 1,145 pour  $L = 60 \text{ mm}$ . Cette variation est sans doute insuffisante pour détecter une variation significative de la diffusivité globale  $D^{*C}$ . Il en résulte que les valeurs expérimentales ne permet pas de déterminer correctement  $D_L$  et  $D_T$  parceque pratiquement indépendantes de  $L$  dans ce domaine de variation. Le fait que  $D_1^{*C}$  et  $D_2^{*C}$  restent proches montre que, dans le cadre des essais réalisés, il y a équivalence des directions d'absorption chaîne et trame.

Une estimation par excès peut être obtenue par la micromécanique pour  $D_L$  (pour  $D_T$  on utilise directement la relation I.37) en appliquant la relation I.37 à un composite unidirectionnel de fraction volumique  $\frac{V_f}{2}$  (tableau III.6).

#### **Matériau 2 (tableau III.7).**

Les diffusivités effectives  $D_L$  et  $D_T$  déduites des relations (III.44 et 45) sont différentes, ceci est valable quelque soit l'humidité relative du milieu. Il en est de même des valeurs algébriques de  $D_L$  et  $D_T$  tirées des relations micromécaniques et des relations III.44 et 45.

#### **Matériau 3 (tableau III.8).**

En toute première estimation, on constate que les valeurs algébriques de  $D_T$  tirées de la relation III.44 sont identiques et indépendantes des conditions d'humidité relative :  $D_T = 3,98 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$ , alors que les valeurs algébriques de  $D_L$  tirées de la relation III.45 sont différentes. Cependant on note une bonne concordance entre les valeurs de  $D_T$  tirées de la relation III.44 et de la relation micromécanique.

### **III.8.12 Conclusion.**

Le conditionnement des différentes catégories d'échantillons de type poutre en ambiance humide révèle qu'en début d'absorption la courbe de reprise de poids est linéaire en fonction de la racine carrée du temps suivie d'un infléchissement jusqu'à saturation. Le phénomène du cycle absorption-désorption obtenu est parfaitement réversible quel que soit l'humidité relative du milieu. Ces résultats justifient le choix de la température de 60°C même si on peut la juger trop élevée compte tenu des risques d'endommagement. Lors de la deuxième absorption on constate un changement de pente à l'origine indiquant une accélération du phénomène d'absorption d'eau par l'éprouvette.

La superposition des courbes d'absorption des échantillons à fibres longitudinales et transverses laisse apparaître que les échantillons à fibres transverses absorbent de l'eau avec une vitesse plus grande. De même les courbes de prise de poids global des échantillons découpés dans le sens trame montrent qu'en début d'absorption l'eau est absorbée à une vitesse plus grande et ceci pendant 2800 heures de conditionnement et au delà les courbes sont confondues.

Les courbes de prise de poids global en coordonnées réduites pour l'ensemble des échantillons conditionnés à 60, 80 et 96% HR, permettent de conclure à une bonne concordance avec la courbe théorique de Fick.

Les diffusivités globales du matériau 1 sont identiques et celle que soit l'humidité relative du milieu et la direction de diffusion.

Les diffusivités globales des matériaux 2 et 3 sont peu différentes en première approximation, ceci est valable quelle que soit l'humidité relative du milieu. Cependant un écart de diffusivité d'environ  $2,4 \cdot 10^{-6} \text{mm}^2 \text{s}^{-1}$  est observé pour les échantillons à fibres transverses conditionnés à 80% HR (matériau 2), enfin une valeur anormalement élevée est obtenue pour la diffusivité des échantillons à fibres transverses conditionnés à 60% HR (matériau 3).

Au terme de cette première partie, plusieurs remarques peuvent être formulées :

1 - dans l'ensemble, l'anisotropie de la diffusion d'eau dans les composites unidirectionnels a été caractérisée et, comme l'on pouvait s'y attendre, la diffusion suivant la direction des fibres est supérieure à celle suivant la direction transverse ; les résultats obtenus à 60% HR sont les plus cohérents,

2 - cependant, il est clair que la dispersion des résultats, quoique du même ordre de grandeur que la plupart des résultats publiés jusqu'à présent, est très importante et résulte de conditions mal contrôlées (gradients de concentration par exemple) ; ceci souligne une fois encore la nécessité de mettre sur pied des protocoles expérimentaux très serrés,

3 - les calculs des diffusivités  $D_T$  et  $D_L$  sont particulièrement sensibles aux erreurs commises sur les diffusivités globales ; il serait nécessaire, dans l'objectif de définir une approche mieux contrôlée, d'examiner soigneusement les conditions optimales d'application des relations III.44 et III.45, étendues éventuellement au cas de parallélépipèdes quelconques,

4 - Si le modèle de Fick paraît a priori acceptable, la dissymétrie importante entre la désorption et la première absorption montre l'intervention de mécanismes plus complexes.

Cycle	Orientation des fibres	HR	Temps de conditionnement	Taux d'humidité à saturation	pentés calculées
		%	Heures	M <sub>m</sub> %	
première absorption	chaîne	60	2626		0,0068
		80			0,0167
		96			0,0221
	trame	60			0,0072
		80			0,0230
		96			0,0396
deuxième absorption	chaîne	60	3263	0,242	0,0071
		80	3264	0,738	0,0209
		96	3264	1,475	0,0422
	trame	60	3263	0,262	0,0074
		80	3264	0,774	0,0231
		96	3264	1,505	0,0441

Tableau III.2 : Comparaison des taux d'humidité à saturation et des pentés de la partie linéaire des courbes de prise de poids global du matériau 1 (température constante de 60°C).

Cycle	Orientation des fibres	HR	Temps de conditionnement	Taux d'humidité à saturation	pentés calculées
		%	Heures	M <sub>m</sub> %	
première absorption	long.	60	2626		0,0069
		80			0,0187
		96			0,0381
	trans.	60	3353	0,287	0,0111
		80		1,22	0,0465
		96		1,695	0,0624
deuxième absorption	long.	60	3263	0,266	0,0071
		80	3264	0,817	0,0204
		96	3264	1,479	0,0388

Tableau III.3 : Comparaison des taux d'humidité à saturation et des pentés de la partie linéaire des courbes de prise de poids global du matériau 2 (température constante de 60°C).



Cycle	Orientation des fibres	HR	Temps de conditionnement	Taux d'humidité à saturation	pentes calculées
		%	Heures	M <sub>m</sub> %	
première absorption	long.	60	2626		0,0087
		80			0,0196
		96			0,0303
	trans.	60	3353	0,375	0,0100
		80		1,115	0,0268
		96		1,583	0,0328
deuxième absorption	long.	60	3263	0,358	0,0096
		80	3264	0,879	0,0221
		96	3264	1,440	0,0380

Tableau III.4 : Comparaison des taux d'humidité à saturation et des pentes de la partie linéaire des courbes de prise de poids global du matériau 3 (température constante de 60°C).

		Echantillons à fibres longitudinales (deuxième absorption)		Echantillons à fibres transverses (première absorption)	
Matériaux	HR %	C <sub>c</sub> %	C <sub>m</sub> %	C <sub>c</sub> %	C <sub>m</sub> %
2	60	0,266	2,72	0,287	2,94
	80	0,817	8,38	1,22	12,51
	96	1,479	15,17	1,695	17,39
3	60	0,358	1,78	0,294	1,46
	80	0,879	4,36	1,115	5,54
	96	1,44	7,15	1,583	7,86
Matériau	HR %	Chaîne (deuxième absorption)		Trame (deuxième absorption)	
1	60	0,242	2,48	0,262	2,68
	80	0,738	7,57	0,774	7,94
	96	1,475	15,13	1,505	15,44

Tableau III.5 : Valeurs des concentrations en eau des matériaux 1,2 et 3.

$$C_m = C_c \frac{1}{1 - \frac{\rho_f}{\rho_c} V_f} \quad (\text{III.50})$$

où :

$C_m$  : concentration maximale en eau retenue du composite,

$C_c$  : concentration maximale en eau caculée de la matrice,

$\rho_f$  : masse volumique des fibres de verres en  $\text{g/cm}^3$ ,

$\rho_c$  : masse volumique du composite en  $\text{g/cm}^3$ ,

$V_f$  : fraction volumique des fibres en %.

HR	Diffusivités globales		Diffusivités calculées d'après les relations III.48 et III.49		Relations micromécaniques	
%	$10^{-6} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$		$10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$		$10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$	
	D*L	D*T	$D_T$	$D_L$	$D_T$	$D_L$
60	$3,45 \pm 0,14$	$3,14 \pm 0,26$	-	-	3,52	21
80	$3,31 \pm 0,05$	$3,51 \pm 0,09$	-	-		
96	$3,37 \pm 0,02$	$3,36 \pm 0,04$	-	-		

Tableau III.6 : Comparaison des diffusivités globales obtenues et les relations micromécaniques (matériau 1).

HR	Diffusivités globales		Diffusivités calculées d'après les relations III.44 et III.45		Relations micromécaniques	
%	$10^{-6} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$		$10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$		$10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$	
	D*L	D*T	$D_T$	$D_L$	$D_T$	$D_L$
60	$1,8 \pm 0,12$	$4,1 \pm 0,12$	$3,86 \pm 0,03$	$18,4 \pm 0,02$	2,67	17,6
80	$2,1 \pm 0,04$	$1,9 \pm 0,03$	$4,92 \pm 0,01$	$3,9 \pm 0,03$		
96	$2,9 \pm 0,02$	$4,5 \pm 0,02$	$6,49 \pm 0,01$	$15,8 \pm 0,01$		

Tableau III.7 : Comparaison des diffusivités globales obtenues et les diffusivités effectives calculées d'après les relations III.44 et 45 et les relations micromécaniques (matériau 2).

HR	Diffusivités globales		Diffusivités calculées d'après les relations III.44 et III.45		Relations micromécaniques	
%	$10^{-6} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$		$10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$		$10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$	
	D*L	D*T	D <sub>T</sub>	D <sub>L</sub>	D <sub>T</sub>	D <sub>L</sub>
60	$1,6 \pm 0,11$	$3,4 \pm 0,13$	$3,59 \pm 0,02$	$12,68 \pm 0,06$	3,52	18,9
80	$1,7 \pm 0,05$	$1,4 \pm 0,04$	$4,05 \pm 0,04$	$2,59 \pm 0,04$		
96	$1,8 \pm 0,03$	$1,3 \pm 0,02$	$4,32 \pm 0,03$	$1,97 \pm 0,03$		

Tableau III.8 : Comparaison des diffusivités globales obtenues et les diffusivités effectives calculées d'après les relations III.44 et 45, et les relations micromécaniques (matériau 3).

Matériaux	Réf	température de conditionnement	HR %	M <sub>m</sub> % (moy)	D (moy)	D <sub>T</sub>
					$10^{-6} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$	$10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$
Verre/époxyde tissu de verre	1	60°C	60	0,175	1,24	-
			96	1,088	0,25	-
Stratifié (0,90) <sub>s</sub> carbone/époxyde	2	71°C	95	1,70	8,1	4,8
SMC - 30EA polyester/verre	3	65°C	60	0,45	23	-
			100	2,75	3,8	-

1 : tiré de Naceri (1991),

2 : tiré de Whitney (1977),

3 : tiré de Springer (1981).

Tableau III.9 : Comparaison des valeurs de M<sub>m</sub> et D, trouvées dans la littérature.

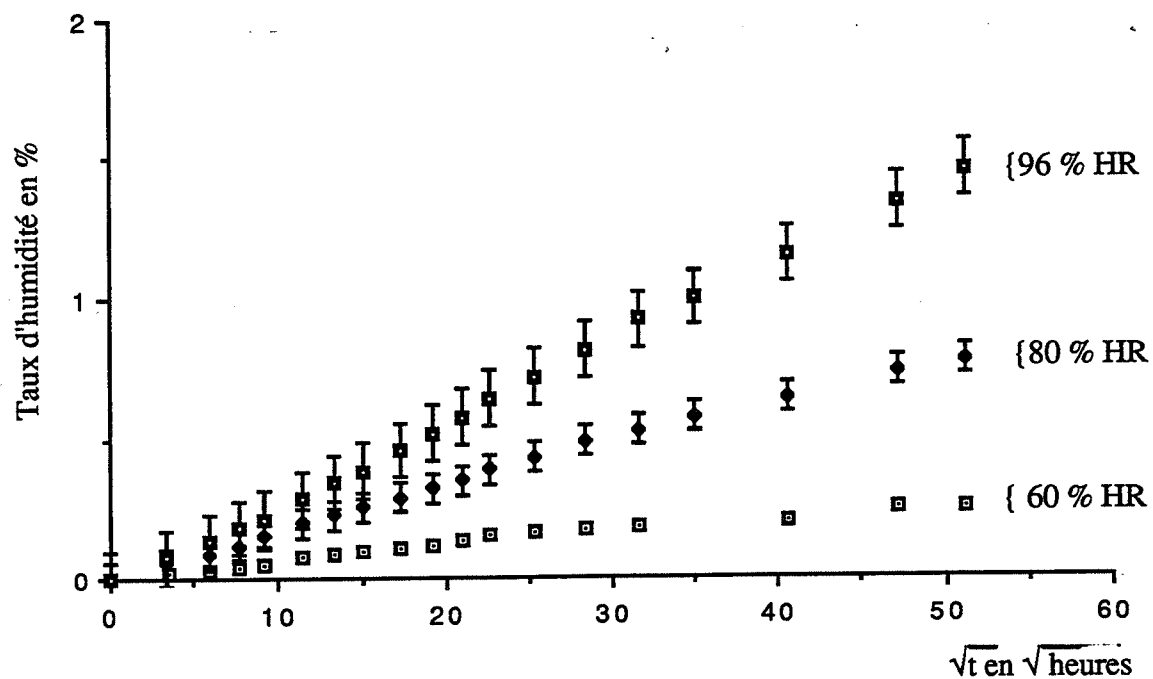


Figure III.10 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 1 (GRECO sens chaîne), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (première absorption).

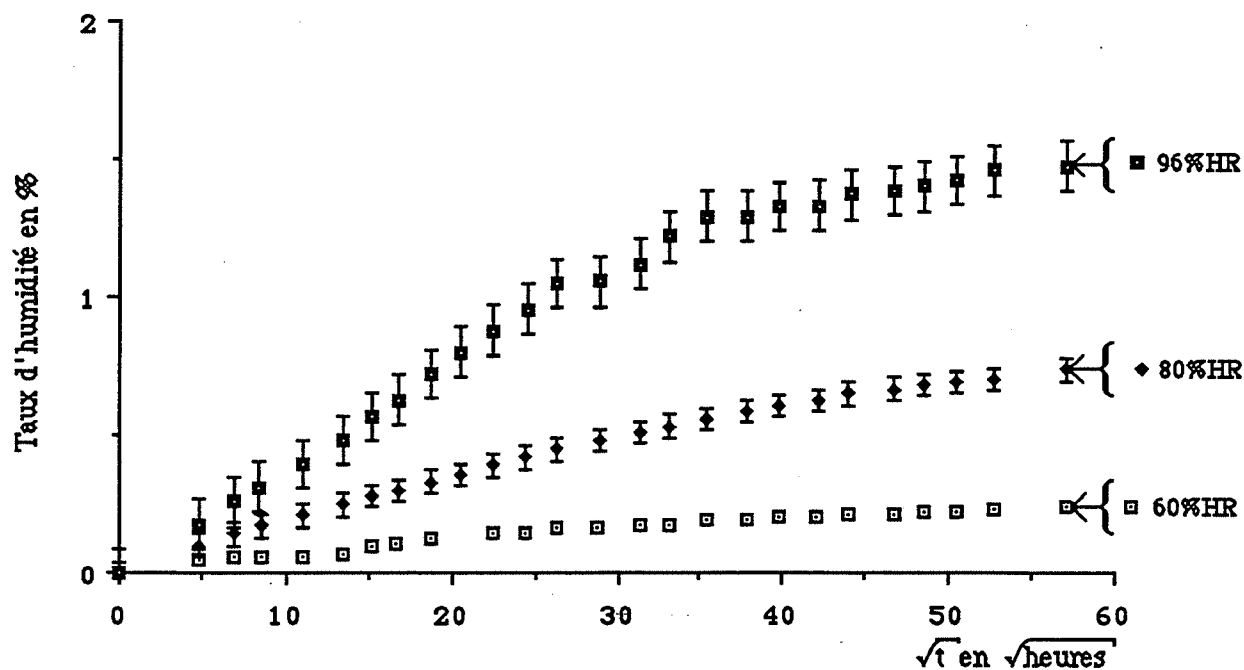


Figure III.11 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 1 (GRECO, sens chaîne), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (deuxième absorption).

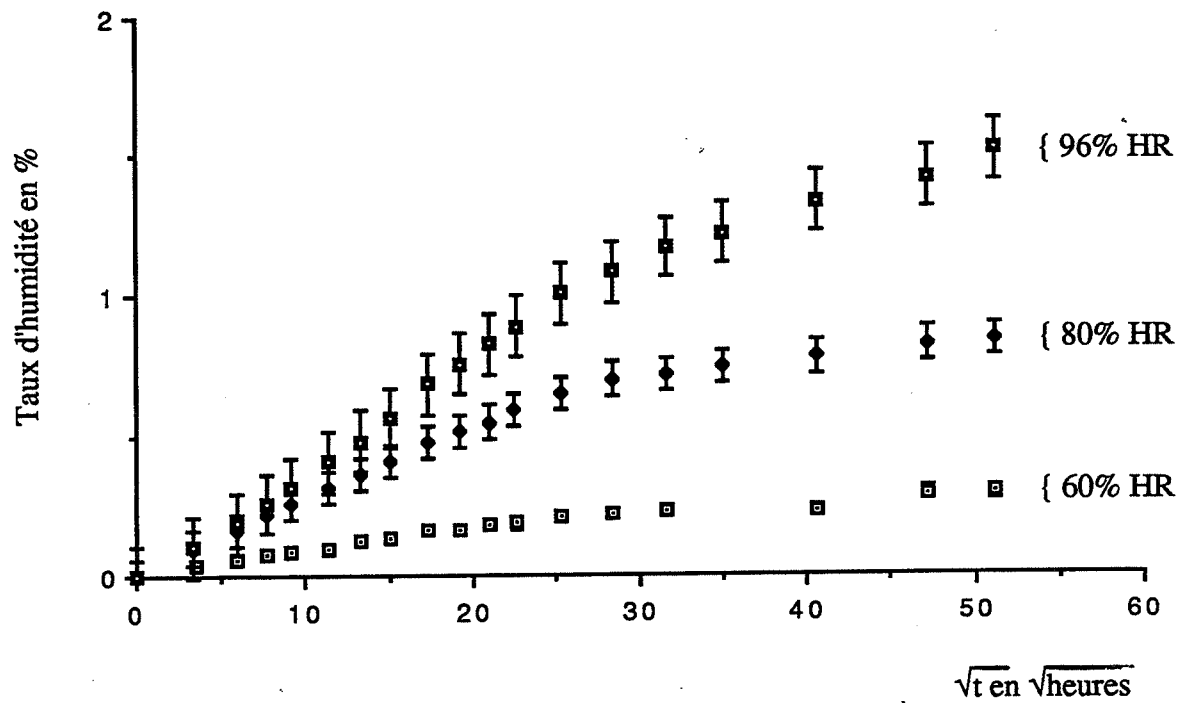


Figure III.12 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 1 (GRECO, sens trame), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (première absorption).

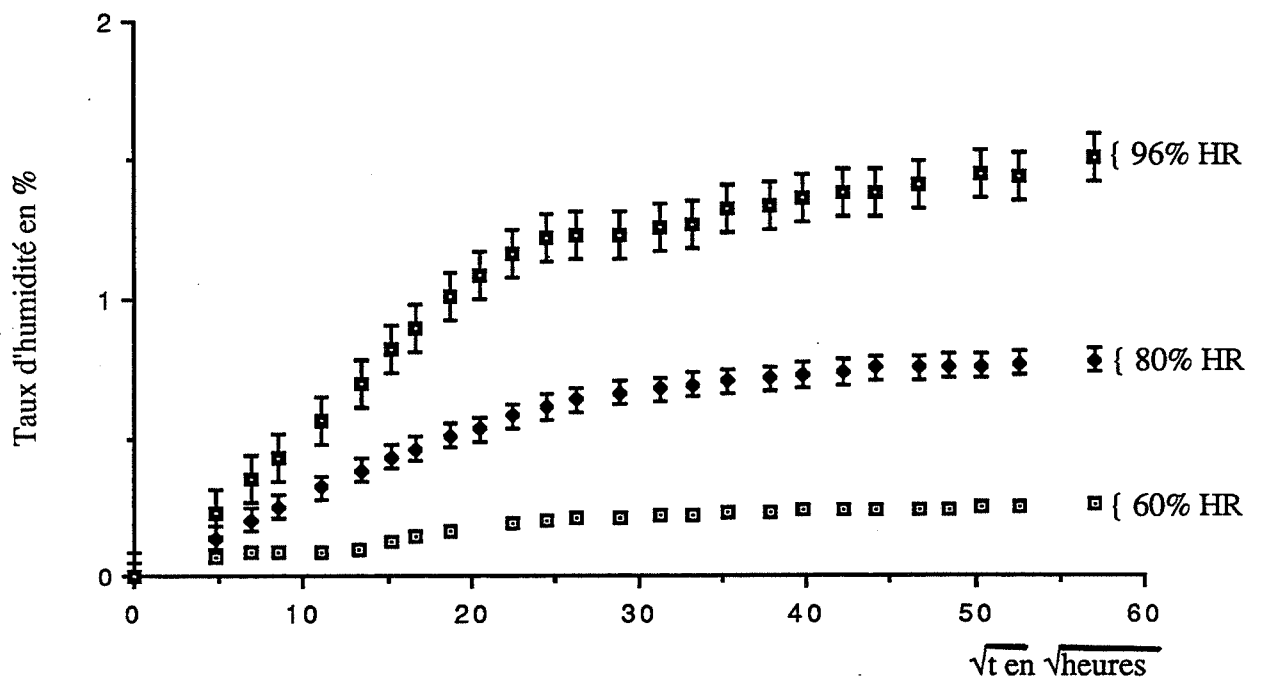


Figure III.13 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 1 (GRECO, sens trame), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (deuxième absorption).

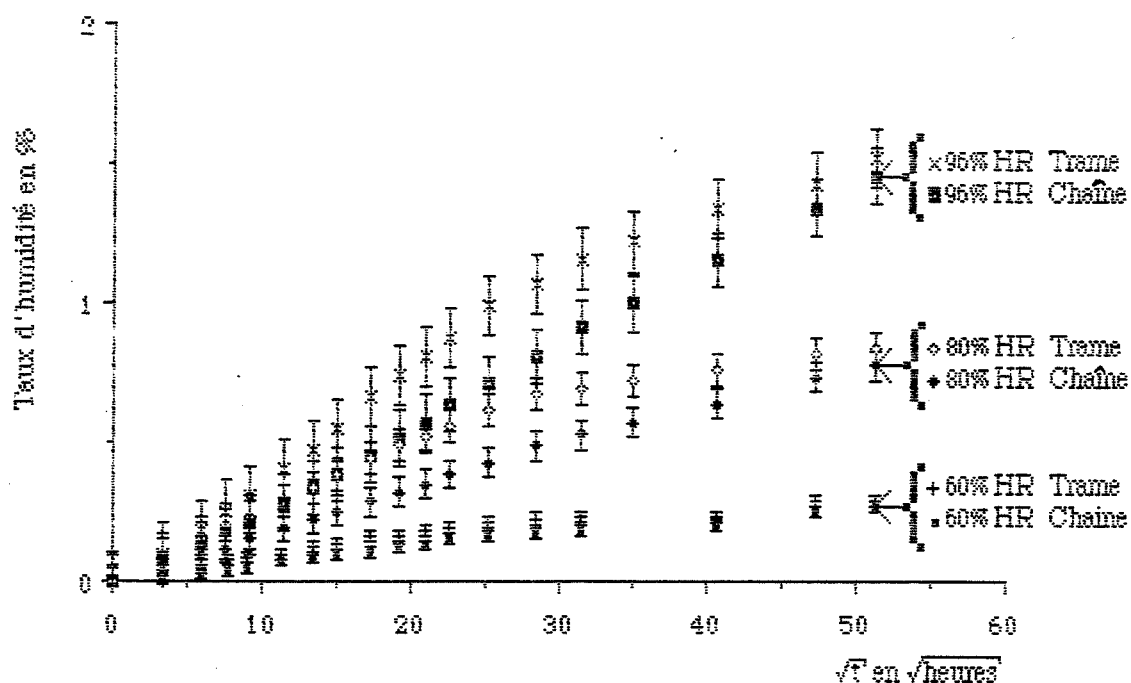


Figure III.14 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 1 (GRECO, sens chaîne et trame), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (première absorption).

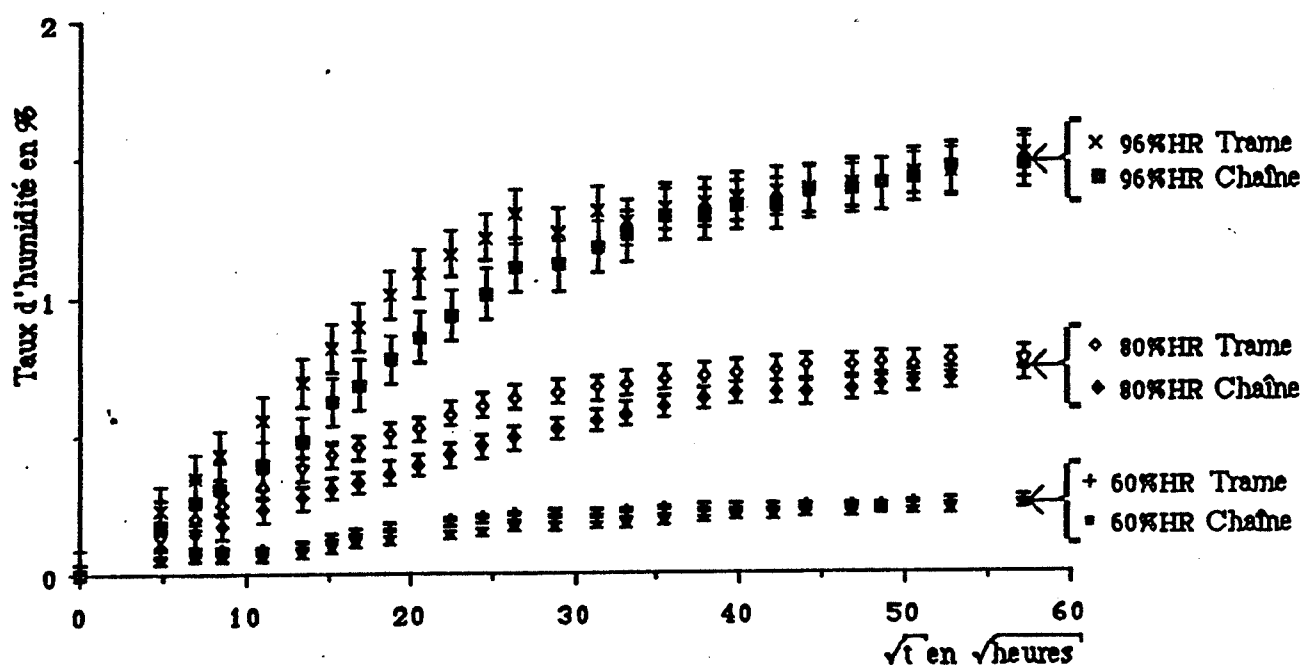


Figure III.15 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 1 (GRECO, sens chaîne et trame), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (deuxième absorption).

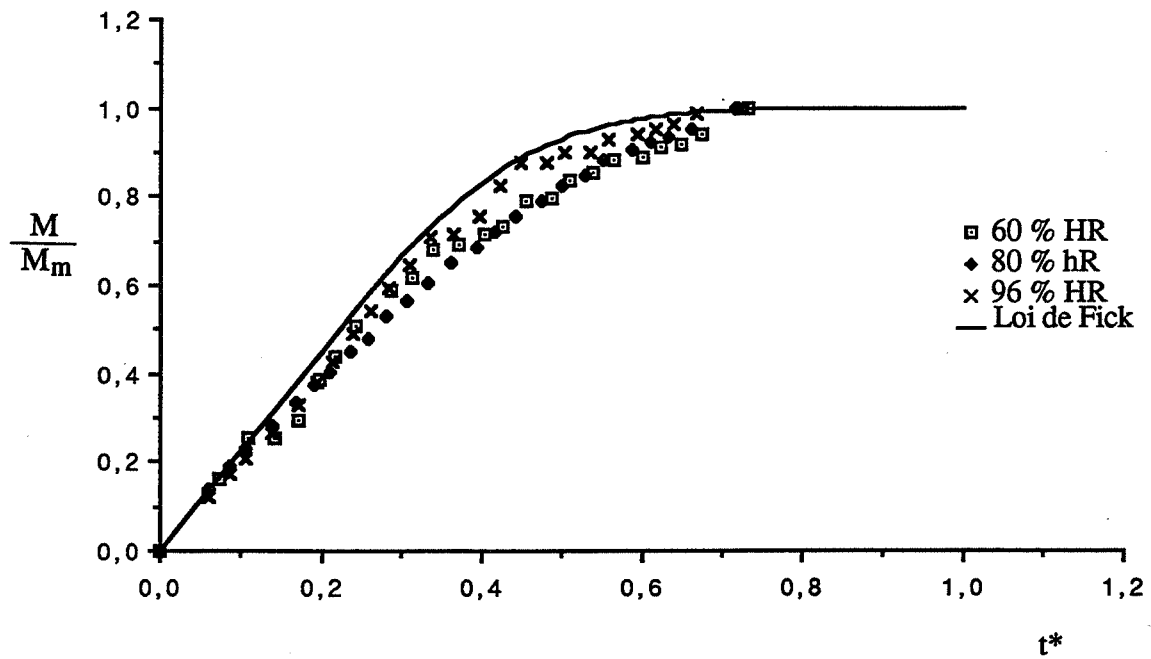


Figure III.16 : Evolution de la prise de poids global en coordonnées réduites du matériau 1 (GRECO, sens chaîne), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (deuxième absorption).

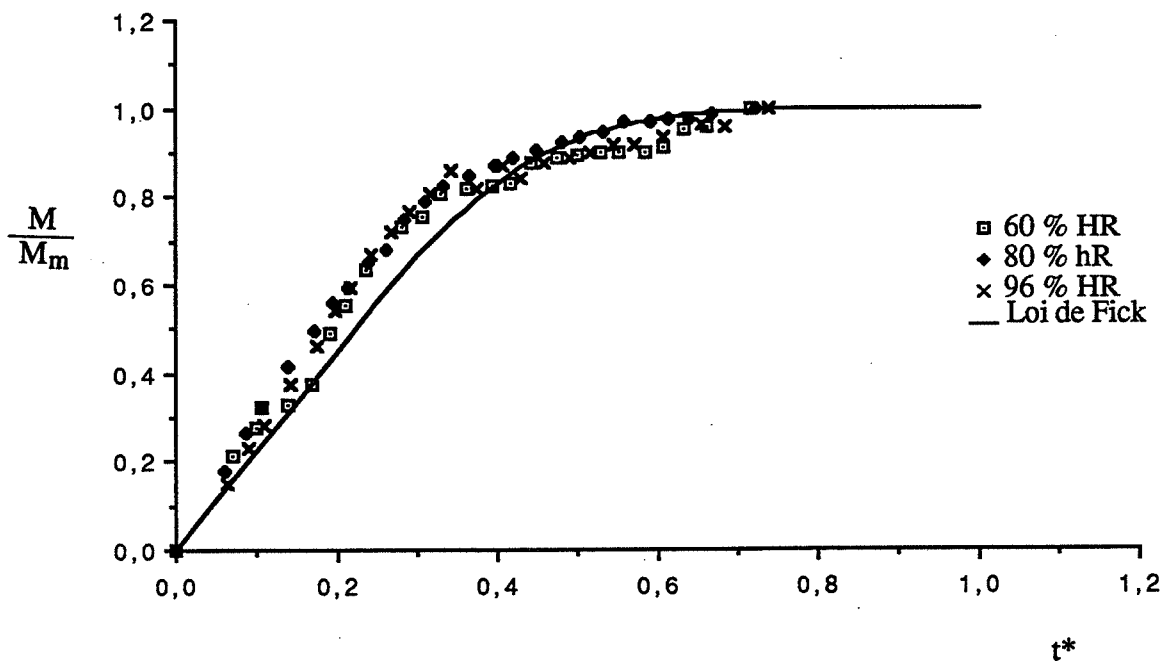


Figure III.17 : Evolution de la prise de poids global en coordonnées réduites du matériau 1 (GRECO, sens trame), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (deuxième absorption).

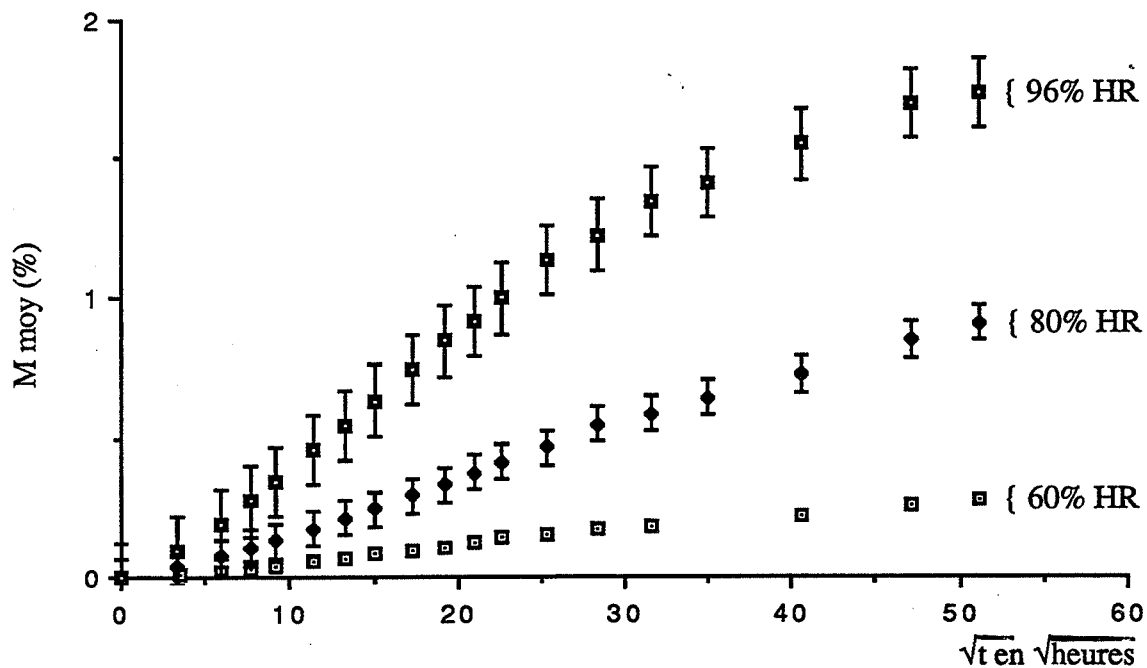


Figure III.18: Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$ , du matériau 2 (STRUCTIL, à fibres longitudinales), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (première absorption).

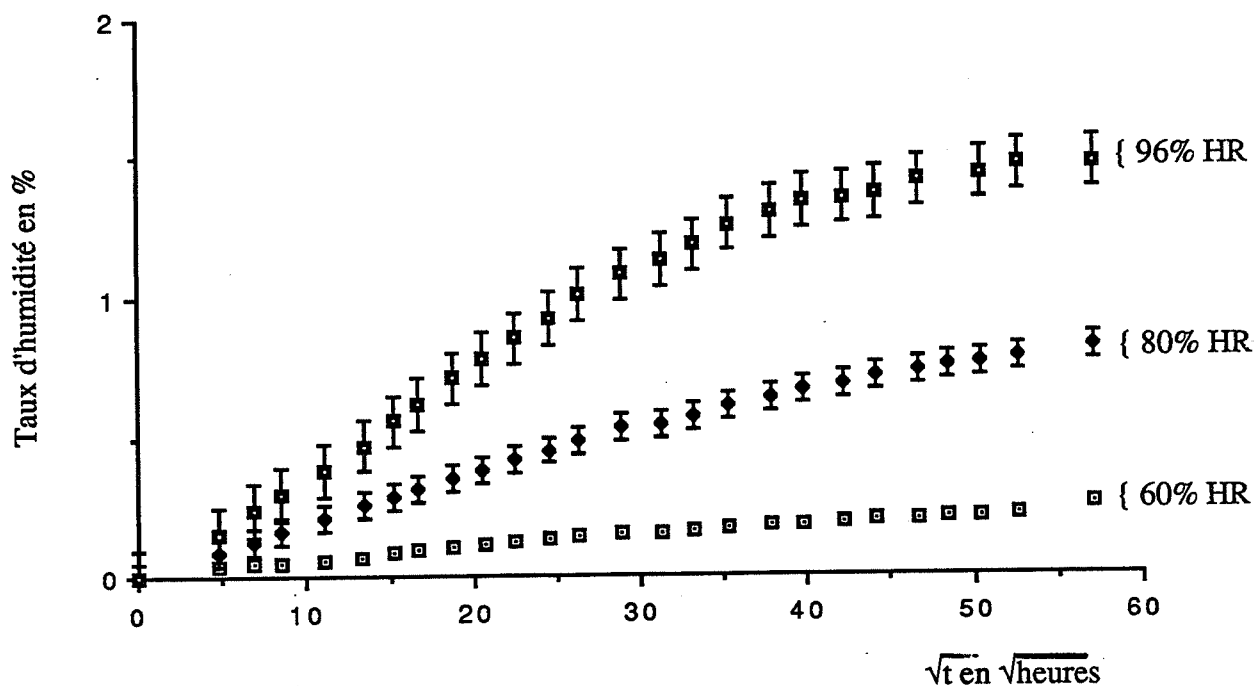


Figure III.19 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 2 (STRUCTIL, à fibres longitudinales), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (deuxième absorption).



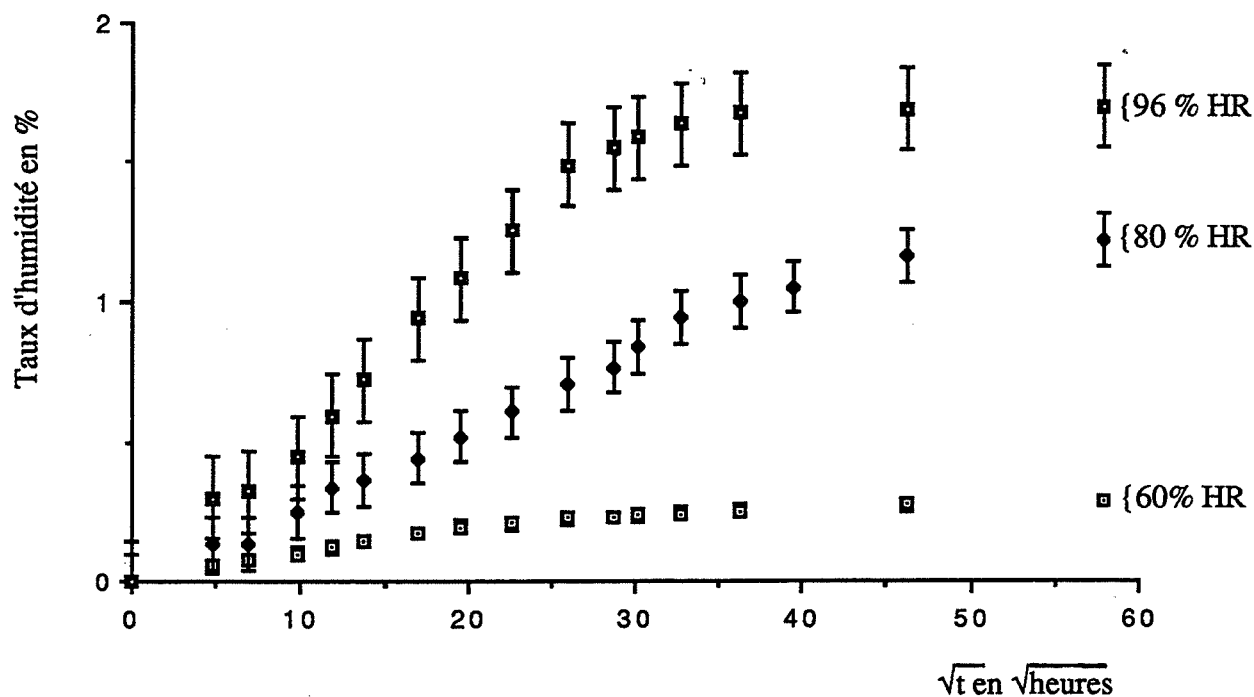


Figure III.20 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$ , du matériau 2 (STRUCTIL, à fibres transverses), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

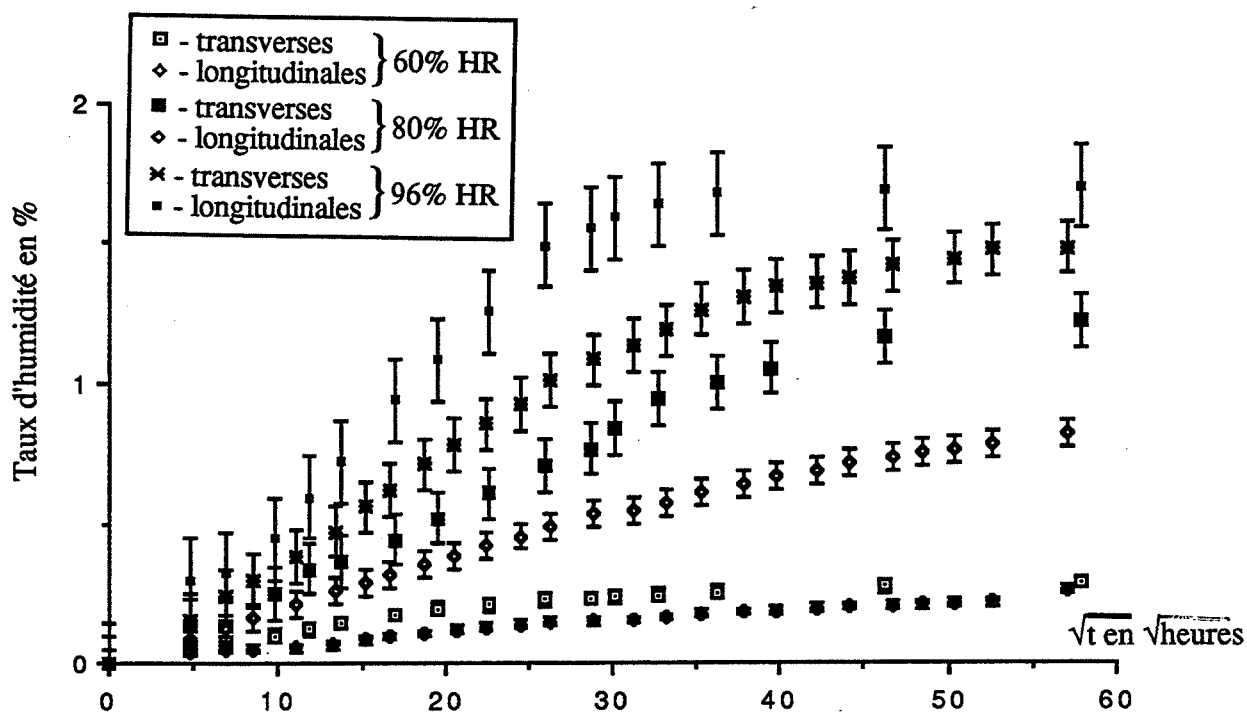


Figure III.21 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 2 (STRUCTIL, à fibres longitudinales et transverses), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

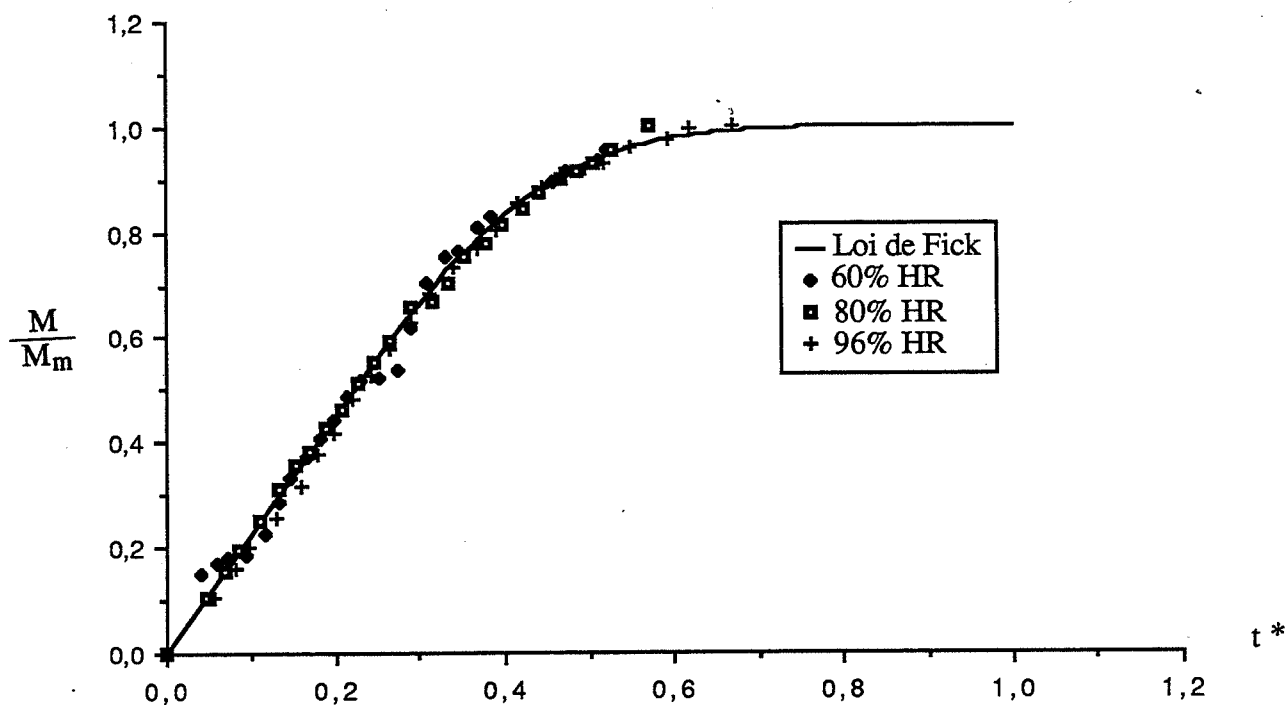


Figure III.22 : Evolution de la prise de poids global en coordonnées réduites du matériau 2 (STRUCTIL, à fibres longitudinales), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

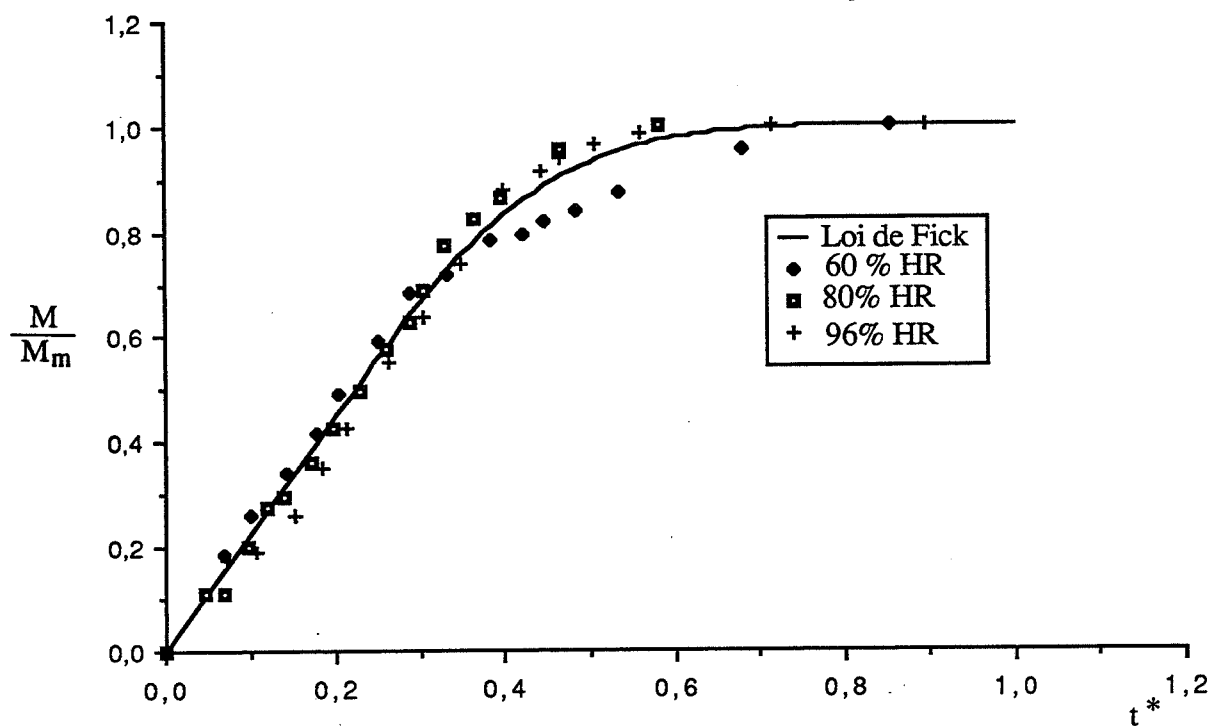


Figure III.23 : Evolution de la prise de poids global en coordonnées réduites du matériau 2 (STRUCTIL, à fibres transverses), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

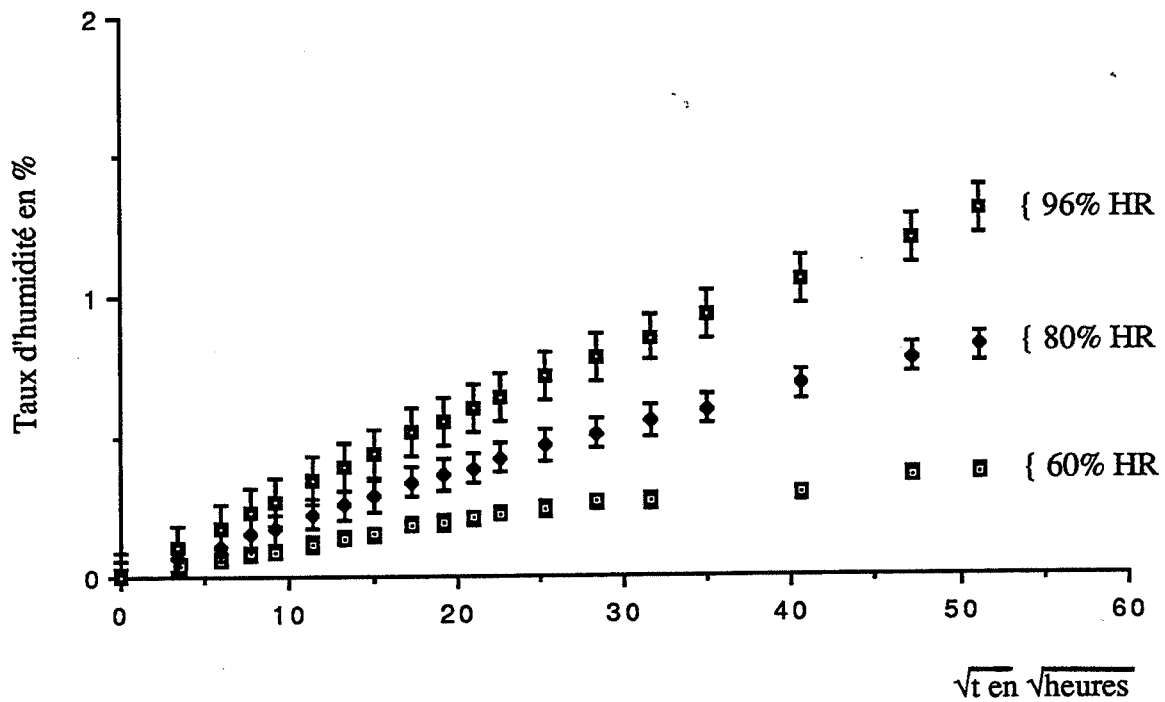


Figure III.24 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 3 (T300 / 914, à fibres longitudinales), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (première absorption).

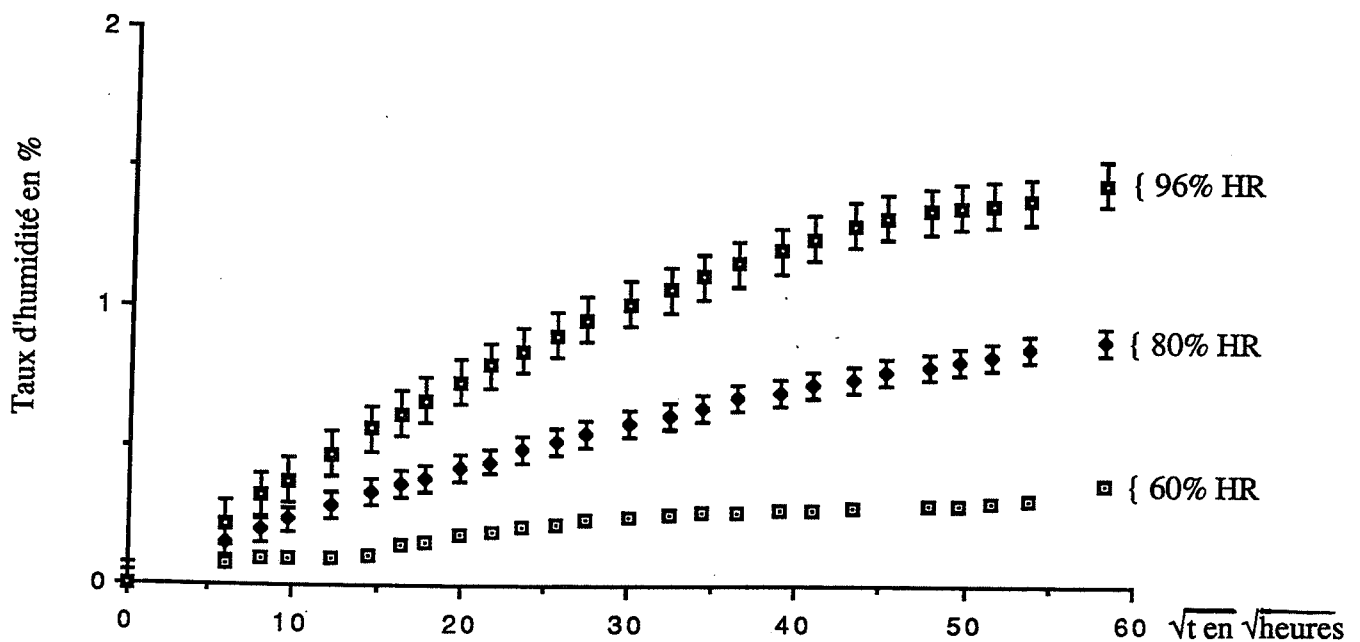


Figure III.25 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 3 (T300 / 914, à fibres longitudinales), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C (deuxième absorption).

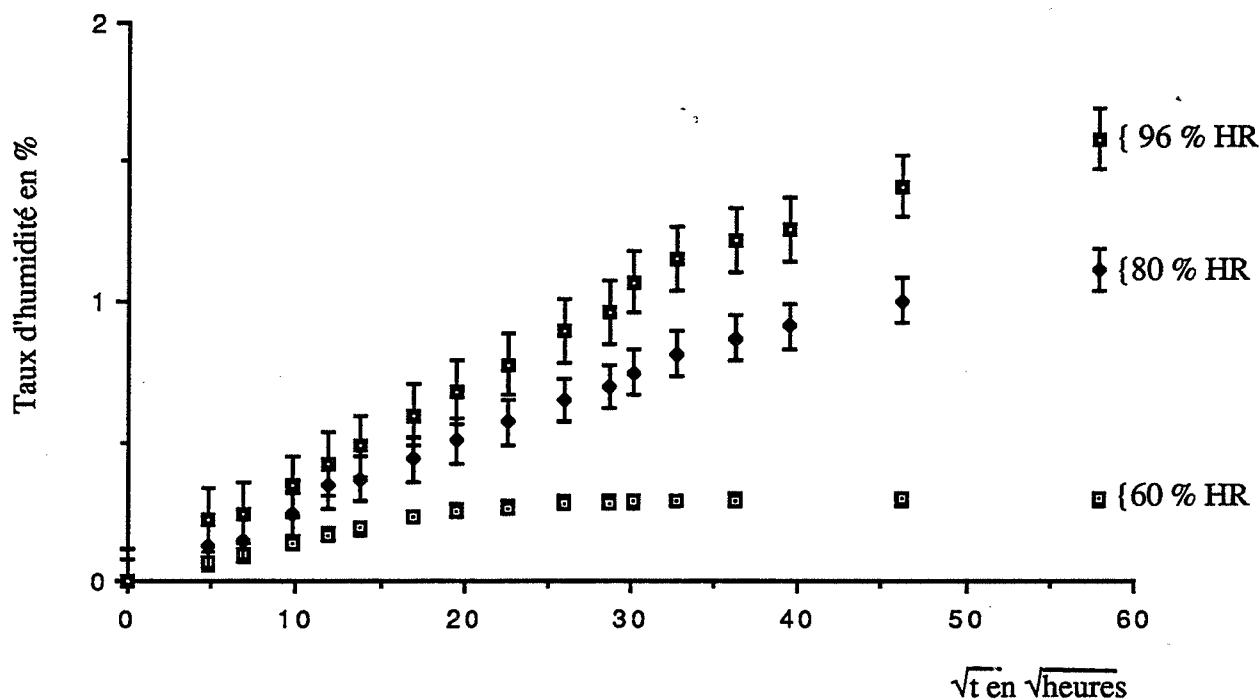


Figure III.26 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 3 (T300 / 914, à fibres transverses), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

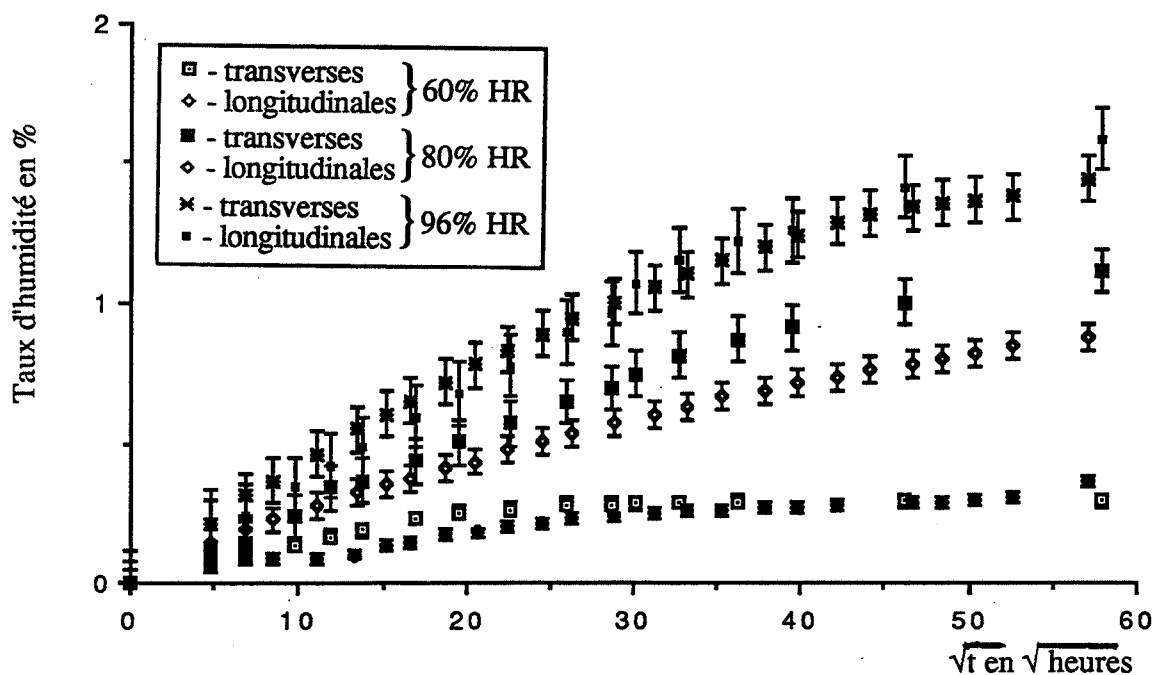


Figure III.27 : Evolution des cinétiques d'absorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 3 (T300 / 914, à fibres longitudinales et transverses), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

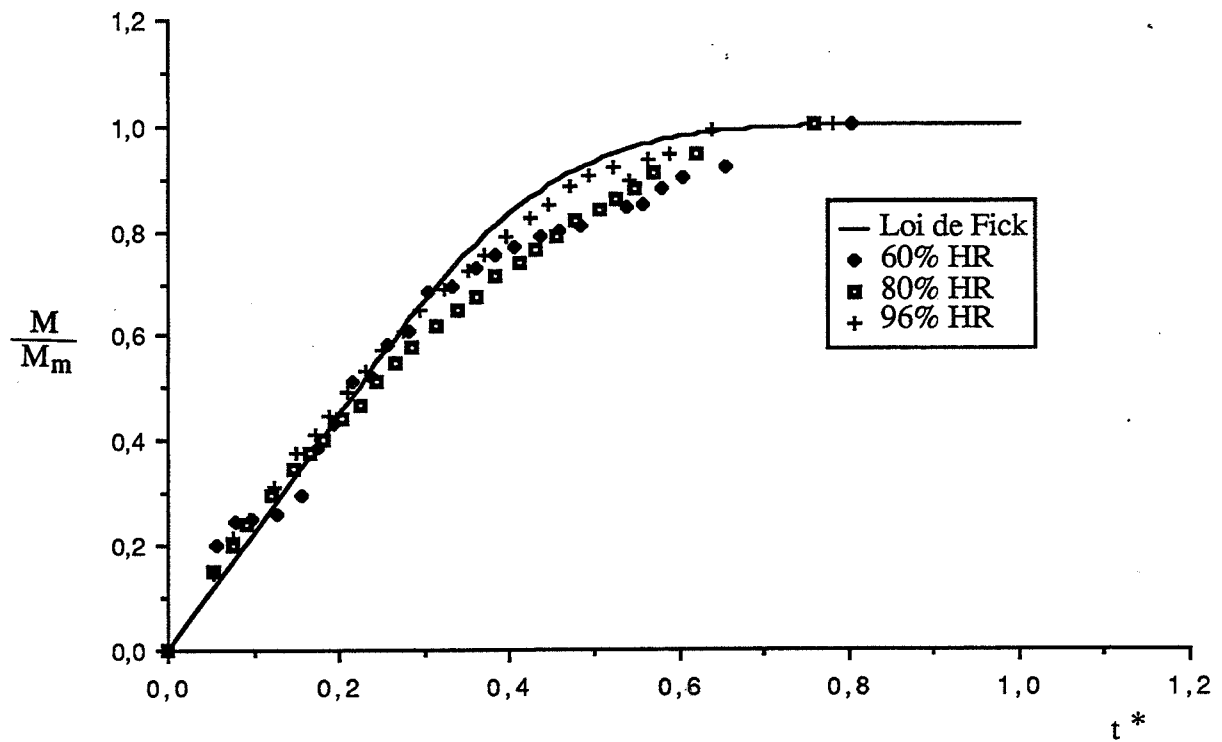


Figure III.28 : Evolution de la prise de poids global en coordonnées réduites du matériau 3 (T300 / 914, à fibres longitudinales), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

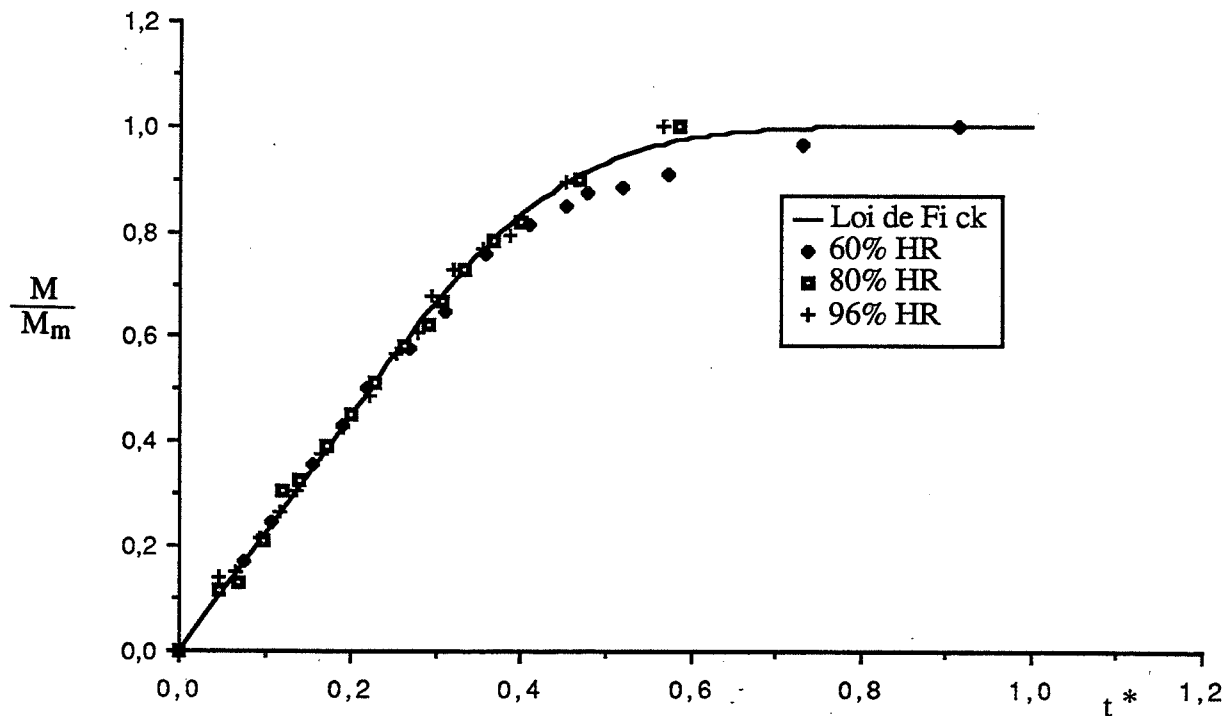


Figure III.29 : Evolution de la prise de poids global en coordonnées réduites du matériau 3 (T300 / 914, à fibres transverses), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

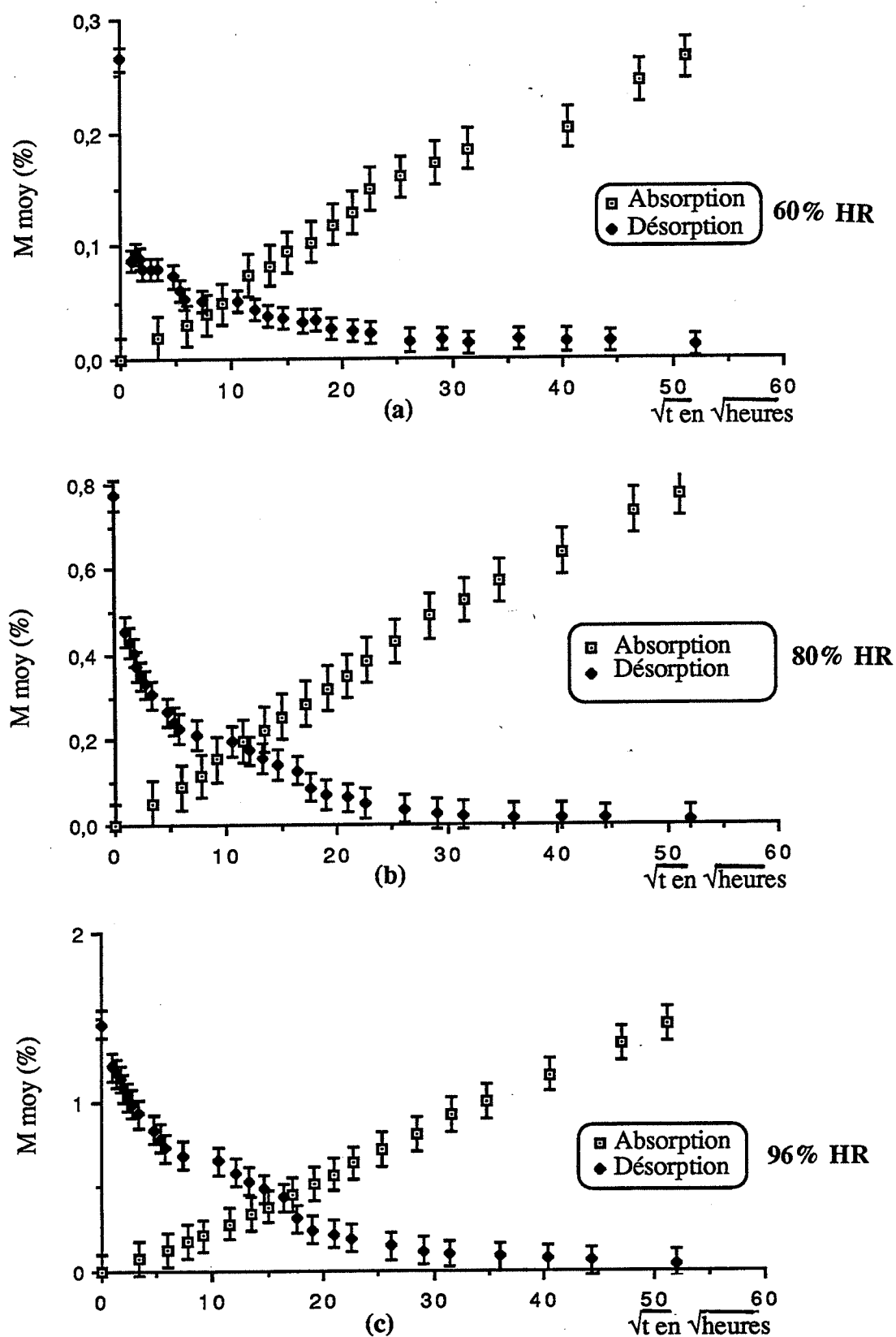


Figure III.30 : Evolution des cinétiques du cycle absorption-désorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 1 (GRECO, chaîne), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

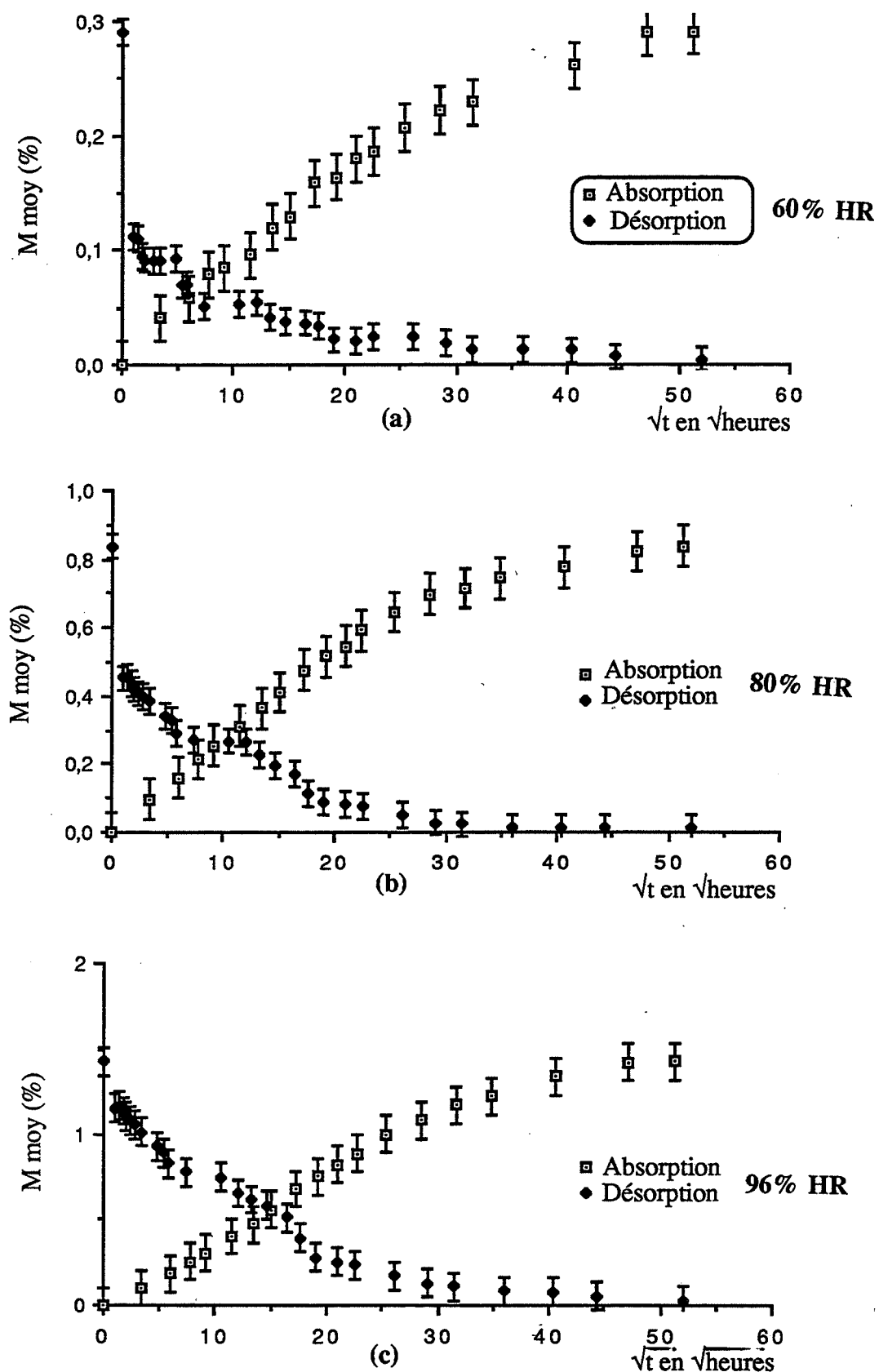


Figure III.31 : Evolution des cinétiques du cycle absorption-désorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 1 (GRECO, trame), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

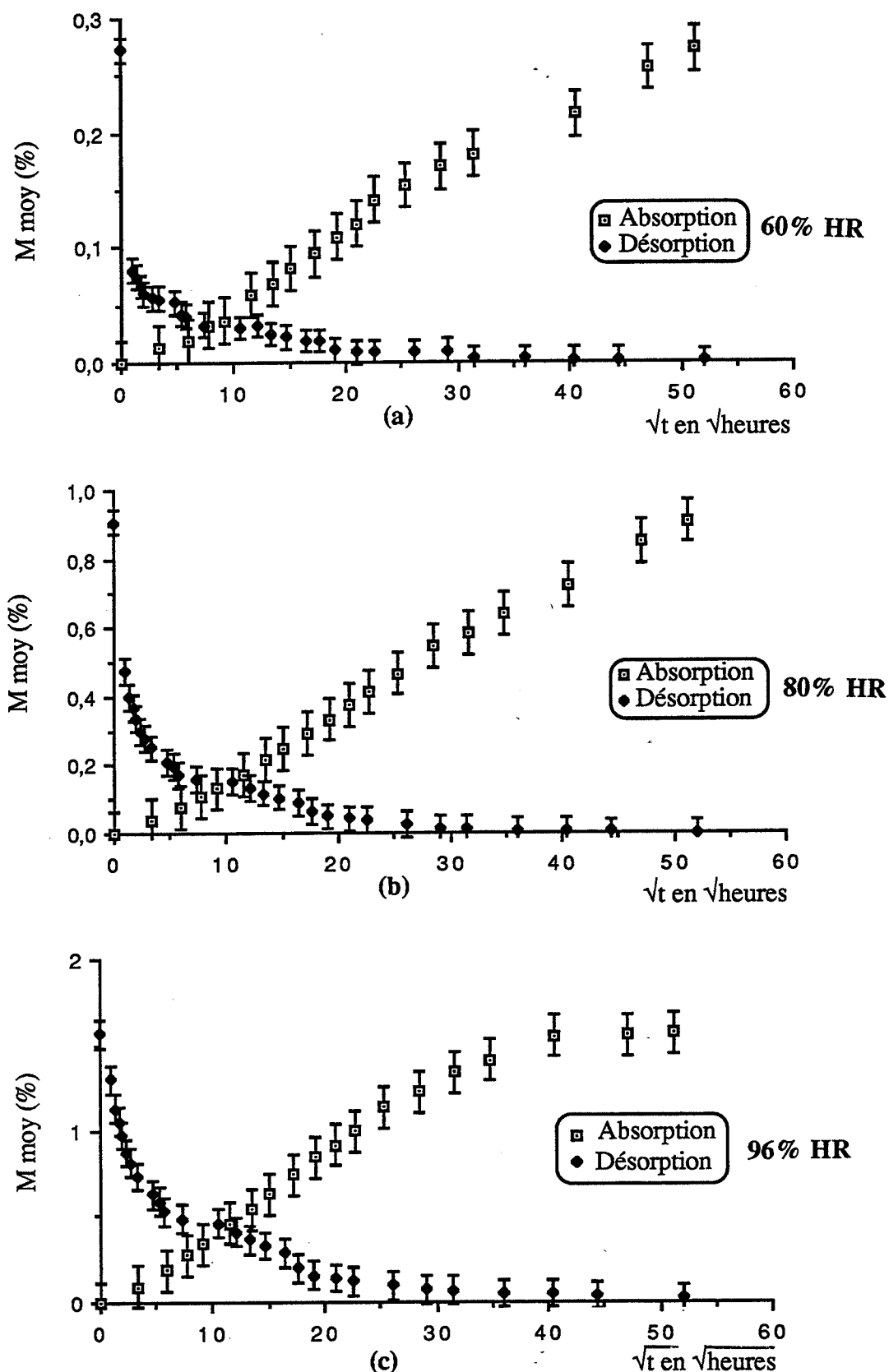


Figure III.32 : Evolution des cinétiques du cycle absorption-désorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 2 (STRUCTIL, à fibres longitudinales), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.



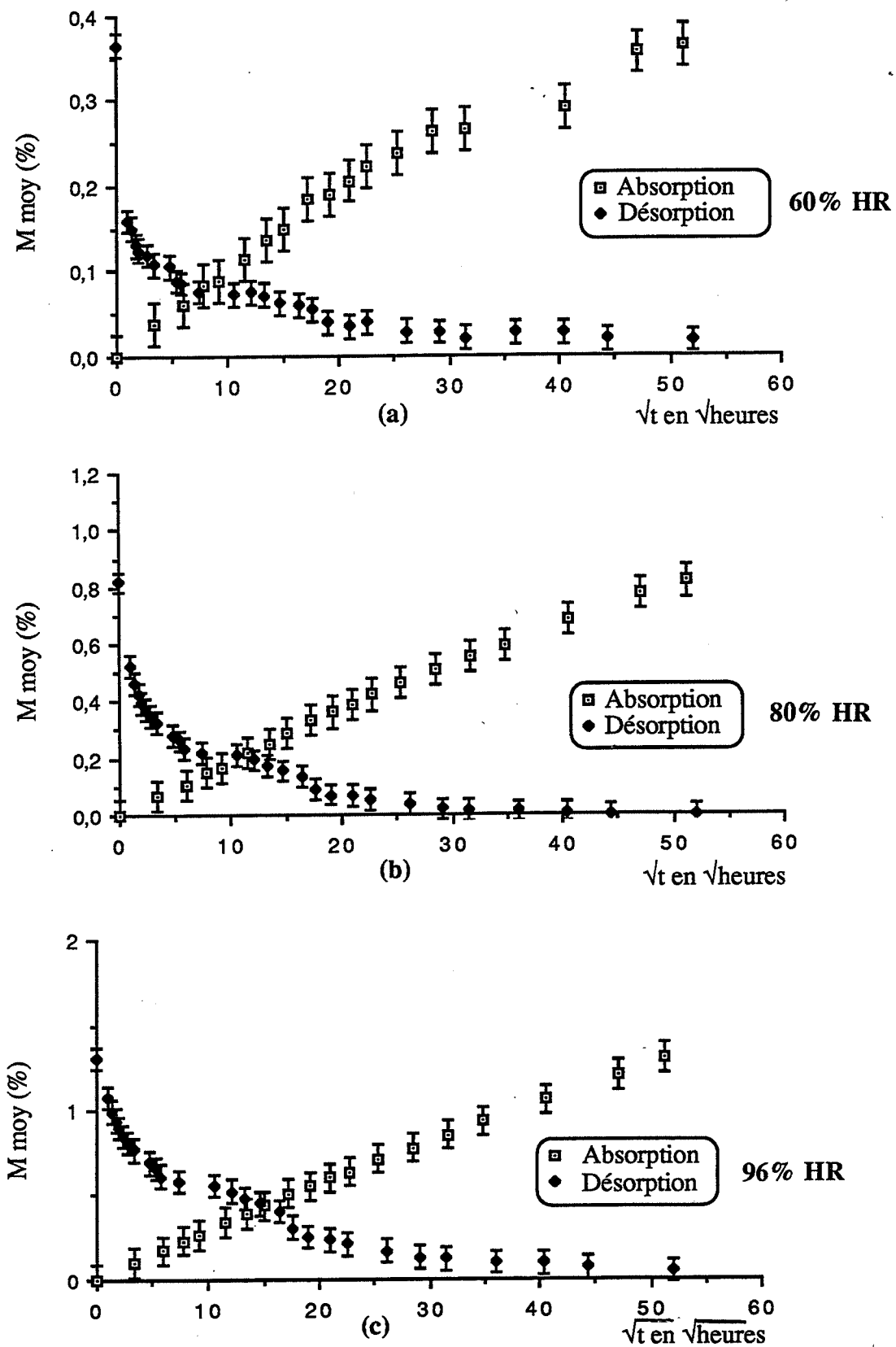


Figure III.33 : Evolution des cinétiques du cycle absorption-désorption en fonction de la racine carrée du temps  $M \% = f(\sqrt{t})$  du matériau 3 (T300/914, à fibres longitudinales), conditionné à différentes humidités relatives 60, 80 et 96 % HR à 60°C.

**FLUAGE EN TORSION D'UN BARREAU COMPOSITE  
UNIDIRECTIONNEL DANS UN MILIEU HUMIDE**



## **IV FLUAGE EN TORSION D'UN BARREAU COMPOSITE UNIDIRECTIONNEL DANS UN MILIEU HUMIDE.**

### **IV.1 Introduction.**

Les matériaux composites à matrice polymère et à renforts unidirectionnels sont essentiellement constitués de trois composants : la matrice polymère, les fibres de renfort et l'interface entre la matrice et les fibres. L'idée de base de cette étude est de caractériser la réponse mécanique en cisaillement pur du composite unidirectionnel préalablement conditionné à différents taux d'humidité relative (0, 60, 80 et 96%), à la température constante de 60°C. On désire soumettre ce composite à un essai mécanique macroscopique dans un milieu humide dans le but de faire travailler l'interface fibre/matrice. L'application d'une contrainte constante dans le temps (fluage) associée à un taux d'humidité élevé peut contribuer à l'amorce de fissures ou de décohésions fibres/matrice jusqu'à endommagement partiel ou total du composite. L'expérience montre que l'action combinée de ces phénomènes (diffusion, sollicitation) accélère la ruine et réduit la durée de vie des matériaux et des structures.

Les essais effectués dans cette étude sont des essais de fluage. Ils sont réalisés à couple de torsion constant imposé. Les échantillons sont de forme parallélépipédique de section droite carrée découpés dans des plaques épaisses de 9 mm et 7 mm. Le grand axe des échantillons fait l'angle 0 ou 90 degrés avec la direction des fibres superficielles. Les essais sont menés jusqu'à endommagement visible ou rupture des échantillons. Dans cette étude on effectue des essais de fluage de courte durée (environ 24 heures). Des décharges (essai de recouvrance) seront effectuées en vue de caractériser le comportement visco-élastique ou plastique.

Les résultats escomptés sont :

- l'évolution des complaisances de fluage  $J(t)$  plan et transverse dans le temps, à différentes humidités relatives et différents couples imposés,
- l'évolution des modules de cisaillement plan et transverse en fonction de la concentration massique maximale en eau calculée de la matrice,
- le type d'endommagement et la rupture ultime en torsion.

## **IV.2 Eprouvettes et équipement extensométrique.**

Les éprouvettes à fibres orientées longitudinalement sont équipées d'une rosette bidirectionnelle TML FCA - 2 - 11 collée dans l'axe de la face latérale moulée. La dimension de la grille est 2 mm x 0,9 mm et le facteur de jauge  $k = 2,10$ . Le montage électrique est du type demi pont.

Les éprouvettes à fibres orientées transversalement sont équipées simultanément de deux jauges de déformation TML FLA - 2 - 11, collées à 45 degrés de l'axe des deux faces latérales, l'une sur la face moulée et l'autre sur la face découpée. La dimension de la grille est 2 mm x 1,5 mm et le facteur de jauge  $k = 2,12$ . Les jauges sont montées en quart de pont.

La colle sélectionnée est une colle à polymérisation rapide (colle cyanoacrylate). Pour éviter le problème d'isolement lié à l'humidité, les jauges de déformation utilisées sont protégées par une pâte isolante décrite au chapitre II.

Pour améliorer les conditions expérimentales on a raccordé les jauges au pont d'extensométrie par des fils électriques de même longueur.

L'alignement du barreau composite est assuré par le système broche-pince, donc il n'est pas nécessaire de coller une jauge unidirectionnelle dans l'axe de l'échantillon. On note que cette opération est coûteuse en préparation et surtout en matériel. Toutefois un essai préliminaire a été réalisé sur un échantillon équipé de jauge unidirectionnelle suivant l'axe longitudinal. Ce test a permis de contrôler que l'effort normal restait nul tout au long de l'essai, l'état de contrainte imposé est donc un état de cisaillement pur.

## **IV.3 Procédure expérimentale.**

### **IV.3.1 Fixation de l'éprouvette.**

Le serrage de l'éprouvette est obtenu en positionnant la machine verticale sur un établi dans la position horizontale, ensuite l'éprouvette est positionnée et serrée à ces extrémités. Pour obtenir des résultats convenables et reproductibles, il est impératif de serrer l'éprouvette en premier lieu du côté de l'ensemble libre en rotation et translation puis du côté de l'ensemble fixe en translation. Cette procédure permet d'éviter tout couple parasite appliqué avant l'essai.

#### **IV.3.2 Position de la machine à vide.**

Une fois que l'éprouvette est convenablement positionnée et serrée dans la machine, il faut positionner celle-ci sur son support et indiquer le sens d'application du couple par une flèche sur la roue à gorge 10 (II.6).

#### **IV.3.3 Position de la machine chargée.**

Compte tenu des opérations précédentes, il faut fixer les poids  $P_1$  et  $P_2$  décrits au chapitre II sur les deux axes de poulies, accrochés aux crochets de forme S. Si après vérification, tout semble adéquat, on place les machines à l'intérieur de la chambre humide de l'enceinte de climatisation réglable en température et humidité.

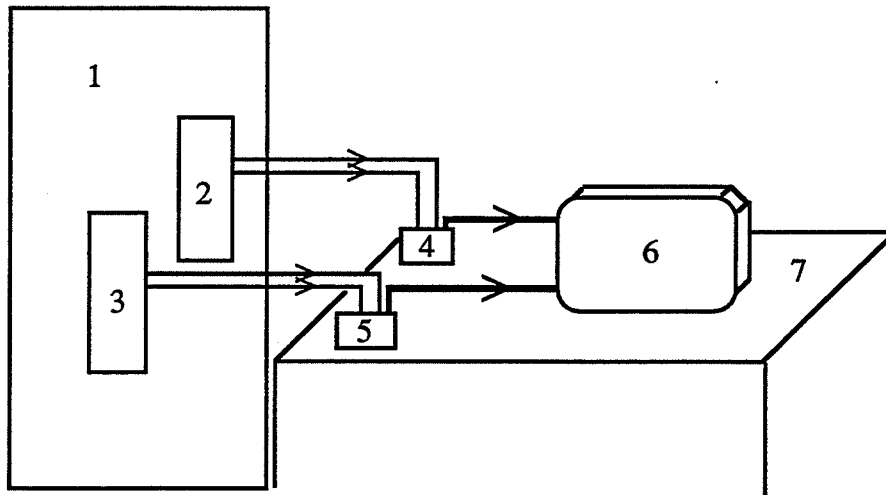
#### **IV.3.4 Montage de la chaîne de mesure.**

On effectue la connexion des jauges aux ponts extensométries, ces derniers étant eux-même reliés à l'enregistreur à 18 voies du type Hybrid Recorder MH9010GP - UM - 151.

Les mesures de déformation sont effectuées après étalonnage systématique de chaque voie de mesure. Pour ce faire on remplace momentanément la jauge active par un simulateur de déformations (boîtier à décades de résistances VE 40 Vishay) et l'on enregistre l'échelle correspondant à une déformation simulée et préalablement déterminée à la suite d'essais préliminaires. On obtient donc directement la correspondance entre la tension délivrée par les ponts d'extensométrie et la variation relative de la résistance des jauges.

Avant de procéder à l'essai proprement dit on vérifie la stabilité des jauges en milieu humide avant la mise en charge. Après un délai d'une heure, si aucune anomalie marquée n'est apparue on passe alors à la mise en charge de l'éprouvette.

Le couple de torsion est appliqué. L'acquisition des déformations de cisaillement est effectuée de façon continue par l'enregistreur Hybrid Recorder (enregistrement analogique). La figure IV.1 donne une vue générale de la chaîne de mesure.



- 1 - enceinte de climatisation Heraeus Vötsch,
- 2 & 3 - machines de torsion,
- 4 & 5 - ponts d'extensométrie,
- 6 - enregistreur analogique multivoies MH9010GP - UM - 151,
- 7 - table.

Figure IV.1 : chaîne de mesure.

#### IV.4 Mesure des déformations de cisaillement.

Les éprouvettes soumises à un couple de torsion de 5 N.m sont équipées de jauges unidirectionnelles de type EP - 08 - 062AK - 120 compte tenu de l'amplitude des déformations. La dimension de la grille est 1,57 mm x 1,57 mm et le facteur de jauge  $k = 1,3$ . Elles sont collées sur une face latérale, inclinée à 45 degrés par rapport à l'axe du barreau et sont montées en quart de pont. Dans le cas où les déformations sont importantes, les effets dus à la non-linéarité du montage en quart de pont peuvent influencer la mesure d'où une correction s'impose selon la relation suivante :

$$\frac{\epsilon_{\text{réel}}}{\epsilon_{\text{mesuré}}} = \frac{2}{2 - k \epsilon_{\text{mesuré}}} \quad (\text{Avril, 1984}) \quad (\text{IV.1})$$

où  $k$  est le facteur de jauge et  $k \epsilon_{\text{mesuré}}$  n'est autre que la variation relative de la résistance  $\frac{\Delta R}{R}$  de la jauge.

L'utilisation de deux types de jauges différentes, à savoir rosette bidirectionnelle FCA - 2 - 11 montée en demi pont et jauge unidirectionnelle EP - 08 - 062AK montée en quart de pont, peut modifier la base de mesure et il convient d'en tenir compte au niveau de l'exploitation des résultats bruts. La vérification de l'influence de changement de base de mesure est obtenue en collant les deux types de jauges sur un même échantillon et en effectuant des mesures en quart et demi pont. Pour un couple de torsion de 5 N.m, on enregistre une différence de déformation de cisaillement qui est de l'ordre de 20 micro-déformations (Fig. IV.2). Cette variation est négligeable compte tenu de la précision du pont extensométrie ( $\pm 10 \text{ m/m } 10^{-6}$ ) et des dispersions expérimentales.

#### **IV.5 Calcul des modules de cisaillement.**

Les déformations de cisaillement mesurées localement nous permettent de déterminer le module de cisaillement plan ou intralaminaire, et le module de cisaillement transverse dans le plan perpendiculaire aux fibres.

Pour un échantillon à fibres longitudinales  $\epsilon_{12} = \epsilon_{13}$  et  $G_{12} = G_{13}$ , le module de cisaillement plan est déterminé à l'aide de la relation I.30.

Dans le cas d'un échantillon à fibres transverses, les directions 2 et 3 ne sont plus équivalentes et  $G_{12}$  est différent de  $G_{13}$ . Il faut donc placer deux jauges comme nous l'avons fait pour effectuer les mesures de  $\epsilon_{12}$  et de  $\epsilon_{13}$ . On introduit l'inconnue  $G$  quotient de  $G_{13}$  par  $G_{12}$ . Ces derniers sont déterminés à l'aide des relations I.31 et 32.

#### **IV.6 Programme expérimental envisagé.**

Les échantillons saturés en eau à fibres longitudinales et transverses sont soumis à des essais de fluage en torsion de courte durée. Ils sont réalisés à des couples de torsion imposés dans un environnement contrôlé en température et humidité de façon permanente. Plusieurs couples sont appliqués en vue de caractériser l'évolution du comportement en cisaillement plan et transverse en fonction de l'environnement. On effectue aussi des décharges, ou recouvrance avec des temps d'essai du même ordre que l'essai de fluage, soit environ 24 heures. Le programme expérimental réel est résumé dans le tableau IV.1 ci-dessous.



Matériaux	Orientation des fibres	Humidité relative	Nombre d'échantillons	Couple appliqué (N.m)	Type d'essai
matériau 3 T300/914	long.	sec, 60	2	0,99	fluage
		80 et 96%	2		fluage - recouvrance
		sec, 60 80 et 96%	4	2,06	fluage - recouvrance
		sec et 60%	2	3,5	fluage - recouvrance
		80 et 96%	2		fluage
		sec et 60%	2	5	fluage - recouvrance
		80 et 96%	2		fluage
	trans.	80 et 96%	2	2,49	fluage
		80 et 96%	2	3,72	fluage
		80 et 96%	3	4	fluage
matériau 2 Nappe UD STRUCTIL	long.	sec, 60 %	2	0,5	fluage - recouvrance
		80 et 96%	2		fluage
		96 %	1	0,1	fluage

Tableau IV.1 : Données techniques du programme d'essai des échantillons à fibres longitudinales et transverses.

#### IV.7 Présentation des résultats expérimentaux.

##### IV.7.1 Résultats de fluage et recouvrance.

Les déformations moyennes de cisaillement des échantillons à fibres longitudinales et transverses ont été mesurées continûment dans le temps. L'exploitation des courbes de complaisances de fluage et recouvrance ont été obtenues en choisissant des points de mesures à des intervalles de temps réguliers. Nous donnons le nom recouvrance lorsque un essai de fluage est interrompu en un point quelconque, en supprimant la charge appliquée.

En terme d'exploitation des essais effectués dans cette étude, nous présentons deux types de courbes :

1- évolution des complaisances de fluage  $J_{12}(t) = \frac{1}{G_{12}(t)}$  et  $J_{13}(t) = \frac{1}{G_{13}(t)}$  dans le temps à couple imposé variable et humidité relative fixe. Cette présentation nous permet de caractériser le comportement de l'échantillon,

2- évolution des complaisances de fluage  $J_{12}(t)$  et  $J_{13}(t)$  dans le temps à humidité relative variable et à couple imposé fixe. Ces courbes nous permettent de construire des courbes maîtresses ainsi que l'évolution du facteur de glissement en fonction de la concentration massique en eau calculée de la matrice.

#### **IV.7.1.1 Echantillons à fibres longitudinales.**

##### **IV.7.1.1.1 Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage à couple variable et humidité relative fixe.**

#### **Matériau 2.**

Les courbes de complaisance de fluage des échantillons à fibres longitudinales conditionnés à 80 et 96 % HR , montrent qu'une sollicitation mécanique exercée aussi faible soit - elle (0,5 N.m) entraîne une augmentation considérable de la complaisance de cisaillement par rapport à la complaisance des échantillons conditionnés à 60 % HR et sec (Fig. IV.3). Pour montrer l'ordre de grandeur de ces complaisances on est amené à appliquer un couple 5 fois inférieur au couple précédent, c'est à dire 0,1 N.m, sur un échantillon conditionné à 96 % HR. La comparaison des deux courbes (Fig. IV.4) montre très clairement que les complaisances calculées sont très étroitement liées à la quantité d'eau absorbée et la valeur du couple appliqué.

#### **Matériau 3.**

Les figures IV.5 et IV.6 présentent les évolutions de la complaisance de fluage  $J_{13}(t)$  obtenue pour des échantillons à fibres longitudinales à couple imposé variable et à humidité relative et température fixées.

Les résultats montrent que la complaisance de fluage calculée en cisaillement pur est très fortement influencée par la valeur du couple imposé et que le comportement est donc non-linéaire. L'analyse de ces courbes montre clairement la différence entre les complaisances de cisaillement. Pour un temps de fluage de l'ordre 1000 mn, on constate

par exemple une augmentation de la complaisance de fluage de 30, 120 et 330 % de la complaisance pour le couple 3,5 N.m ce qui témoigne de façon frappante de l'influence de la concentration en eau. La représentation utilisée montre que le matériau étudié a un comportement non linéaire du fait que les différentes courbes à humidité fixée ne sont pas intégralement superposables. Enfin la caractérisation du comportement aux temps courts reste délicate en raison de la difficulté d'appliquer le couple suffisamment rapidement et de façon reproductible. Il est tout à fait probable que les secousses parasites entraînent un fluage anticipé aux temps très courts, augmentant du même coup la part de la réponse instantanée mais réduisant la déformation différée.

Ceci étant dit, la courbe la plus simple à analyser est la courbe couple /déformation ou contrainte/déformation. Lorsque l'on reporte le couple appliqué en fonction de la complaisance de fluage pour un temps fixé de 0,05 minutes (temps nécessaire à la mise en charge), on constate que les courbes obtenues (voir figures en annexe) se composent de deux parties. La première partie est parfaitement linéaire jusqu'à 2 N.m et au-delà le comportement devient non linéaire lorsque le couple augmente. Ceci est valable quelle que soit l'humidité relative du milieu. Ce résultat signifie que le seuil de linéarité se situerait aux environs de 2 N.m, c'est à dire d'une contrainte maximale de 28,8 MPa.

#### **IV.7.1.1.2 Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage et recouvrance à couple fixe et humidité relative variable.**

Les figures IV.7 à 10 du matériau 3 et la figure IV.11 du matériau 2 présentent les résultats expérimentaux des courbes réduites de fluage et recouvrance obtenues pour des échantillons à fibres longitudinales à couple fixe, à différents taux d'humidité relative 0, 60, 80 et 96% . Ces courbes se composent de deux parties :

- la première partie correspond au réseau de courbes réduites complaisance - logarithme du temps obtenu à partir d'essais de fluage,
- la deuxième partie correspond au réseau de courbes réduites complaisance - logarithme du temps obtenu à partir d'essais de recouvrance.

On constate dans ces conditions une évolution régulière des courbes complaisance - logarithme du temps à mesure que le taux d'humidité relative augmente. Ceci est valable pour les différents couples imposés. Entre autres on observe un palier horizontal pour l'échantillon à fibres longitudinales conditionné à sec testé au couple 0,99 N.m. Ce résultat indique que ce couple a peu d'influence sur la complaisance de fluage dans le temps. Celle - ci correspond au module de cisaillement élastique du matériau en première approximation.

Le but du tracé de ces différents réseaux de courbes est de rechercher une méthode de prévision du comportement du matériau à long terme pour différents taux d'humidité relative. L'idée déjà utilisée maintes fois dans le passé est de construire une courbe de complaisance de fluage continue à l'aide de translations convenables, parallèlement à l'axe du logarithme du temps, de chacun des éléments de courbes. Un taux d'humidité relative de référence doit être choisi, 0% par exemple. Cette technique de translation de courbes sera détaillée au paragraphe suivant.

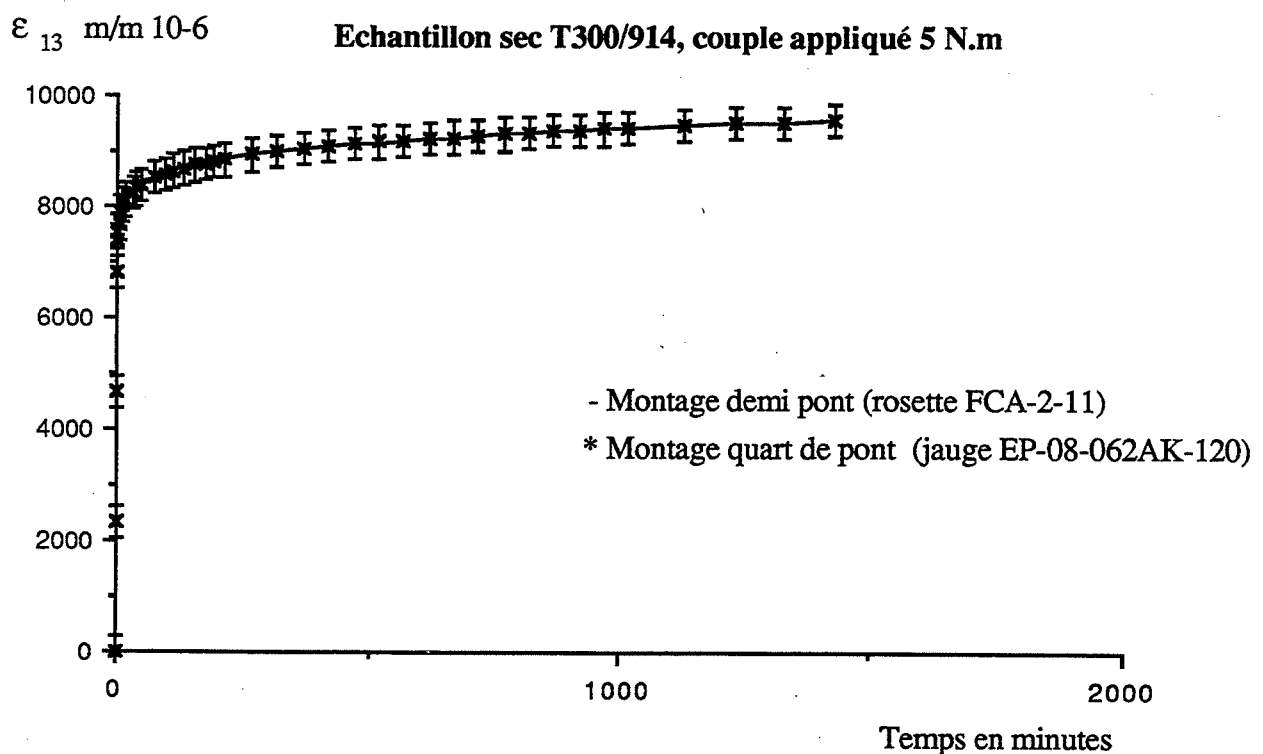


Figure IV.2 : Comparaison des mesures de déformations de cisaillement lorsqu'on change la base de mesure (échantillon à fibres longitudinales à l'état sec, T300/914, le couple appliqué est 5 N.m).

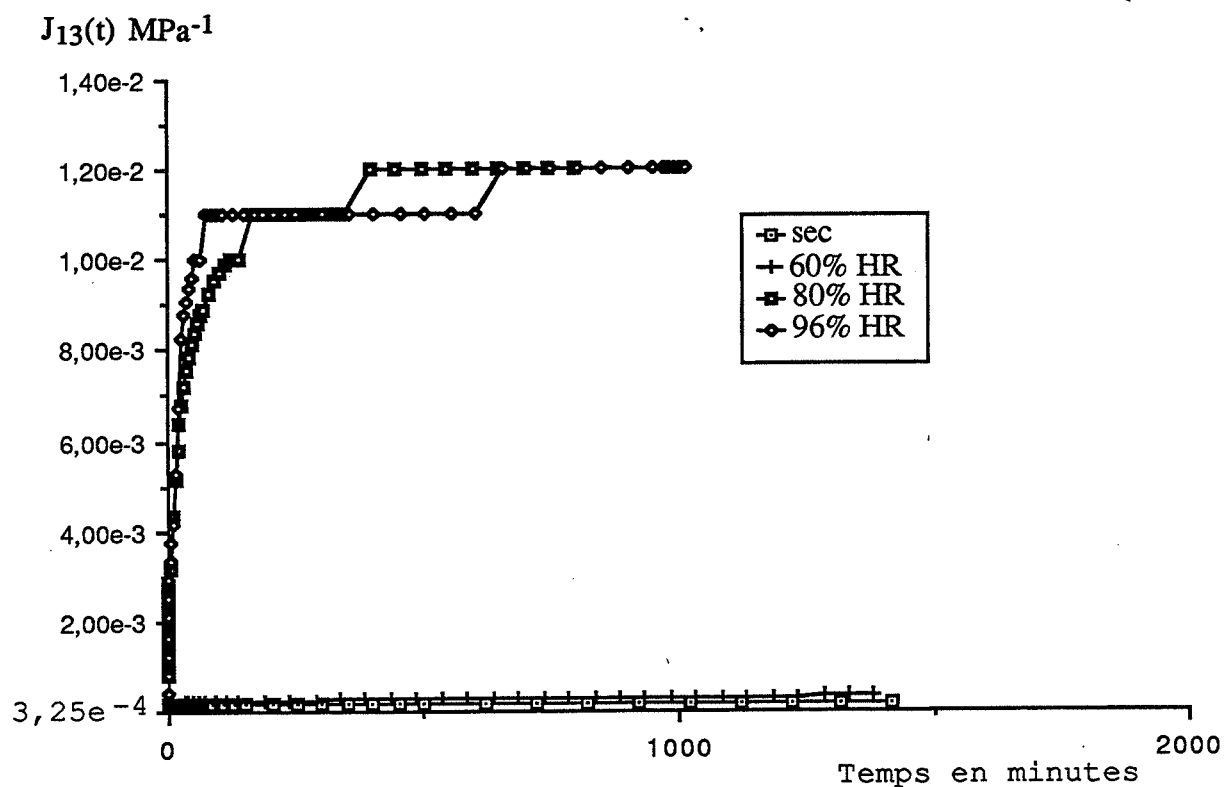


Figure IV.3 : Evolution des complaisances de cisaillement en fonction du temps pour le matériau 2. Le couple appliqué est : 0,5 N.m.

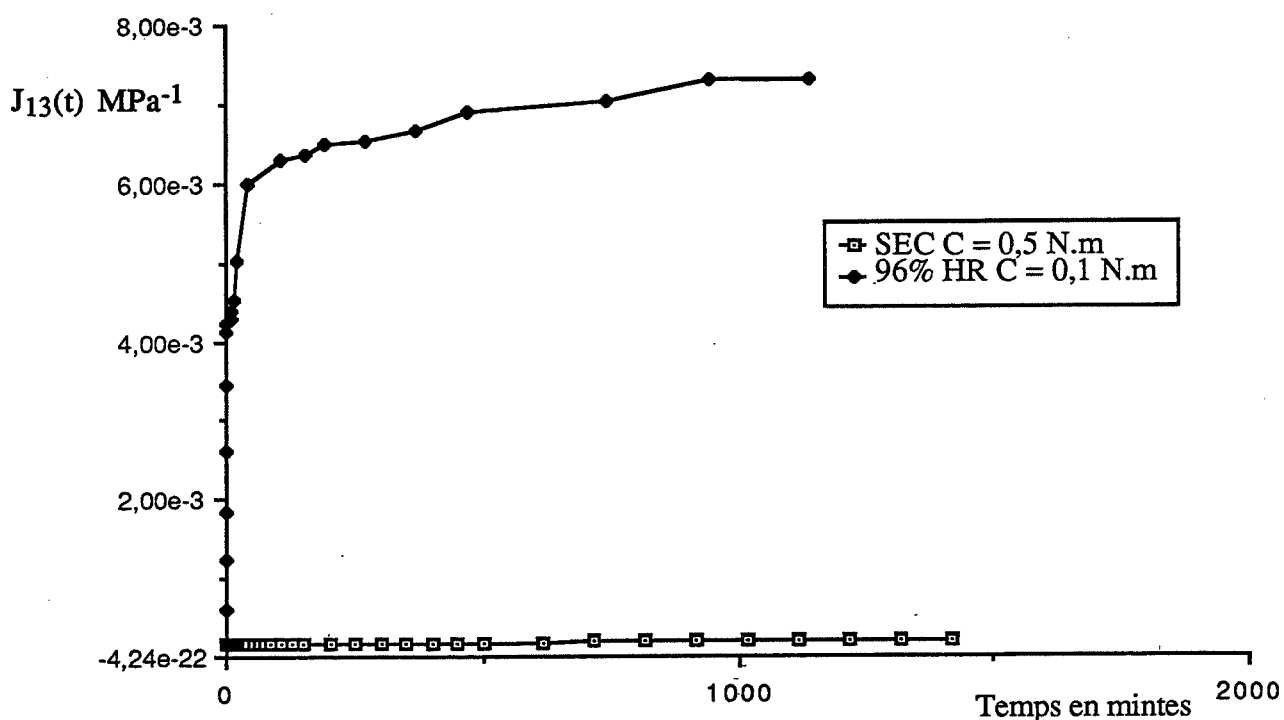


Figure IV.4 : Courbe de comparaison des évolutions des complaisances de cisaillement en fonction du temps pour le matériau 2.

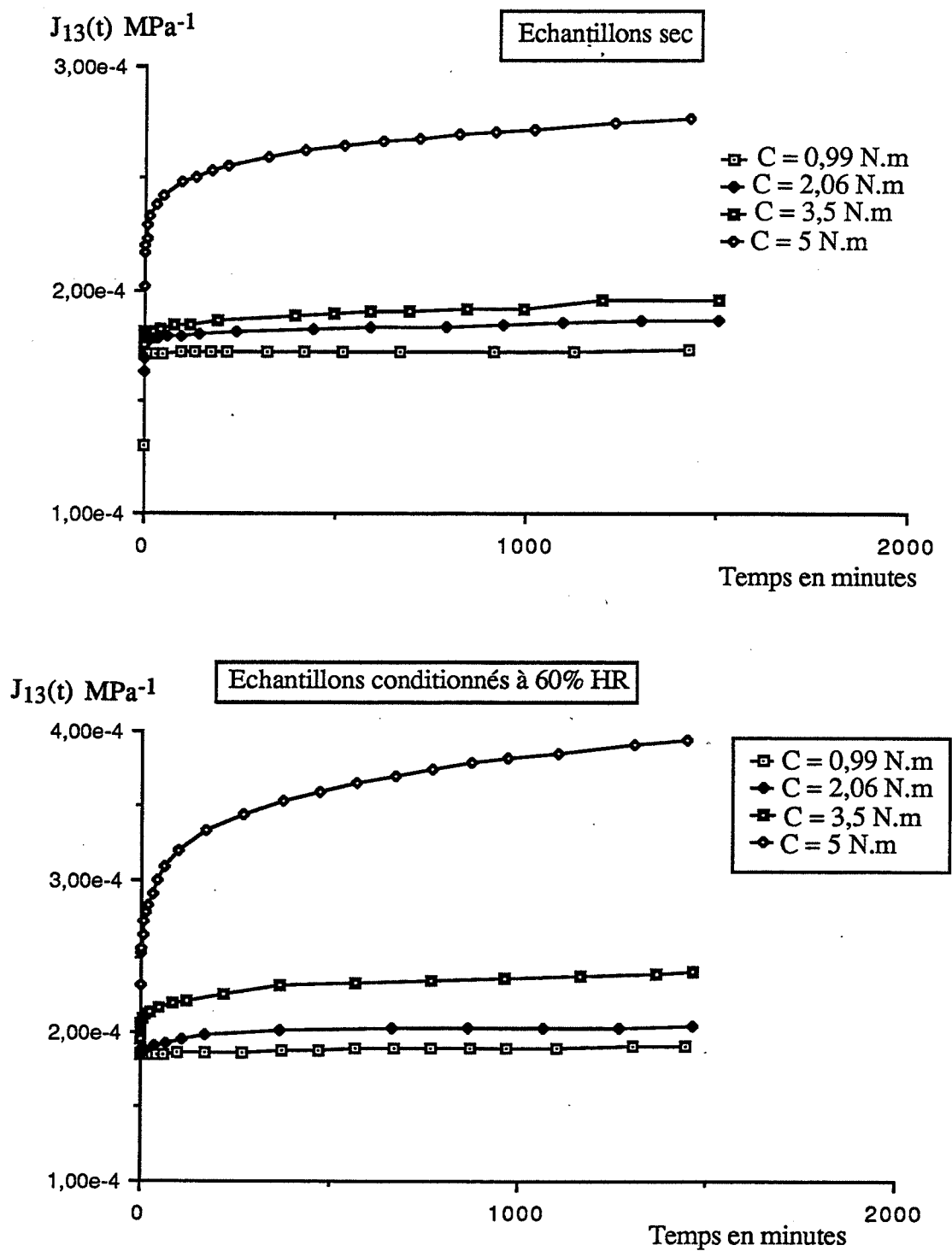


Figure IV.5 : Evolution des complaisances de cisaillement en fonction du temps pour le matériau 3.

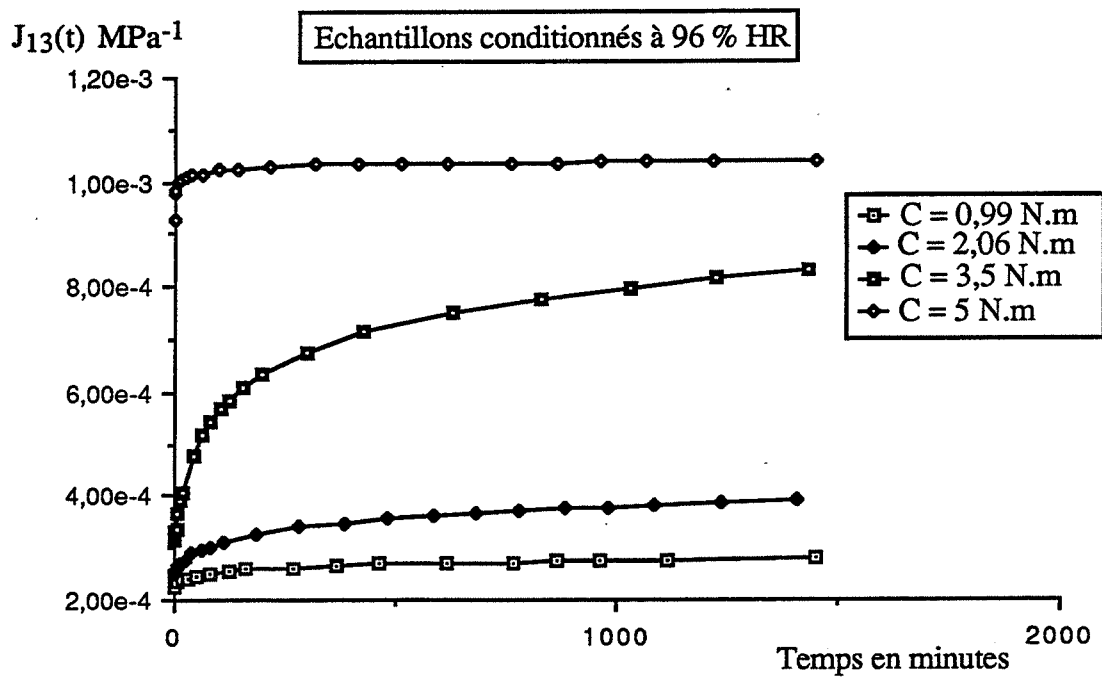
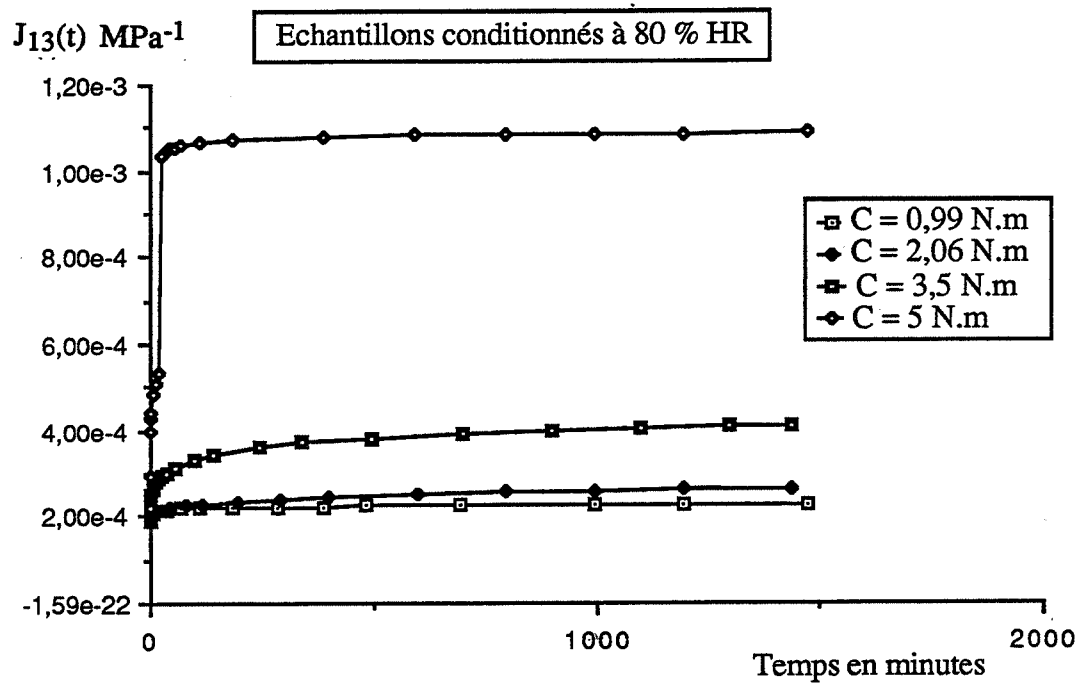


Figure IV.6 : Evolution des complaisances de cisaillement en fonction du temps pour le matériau 3.

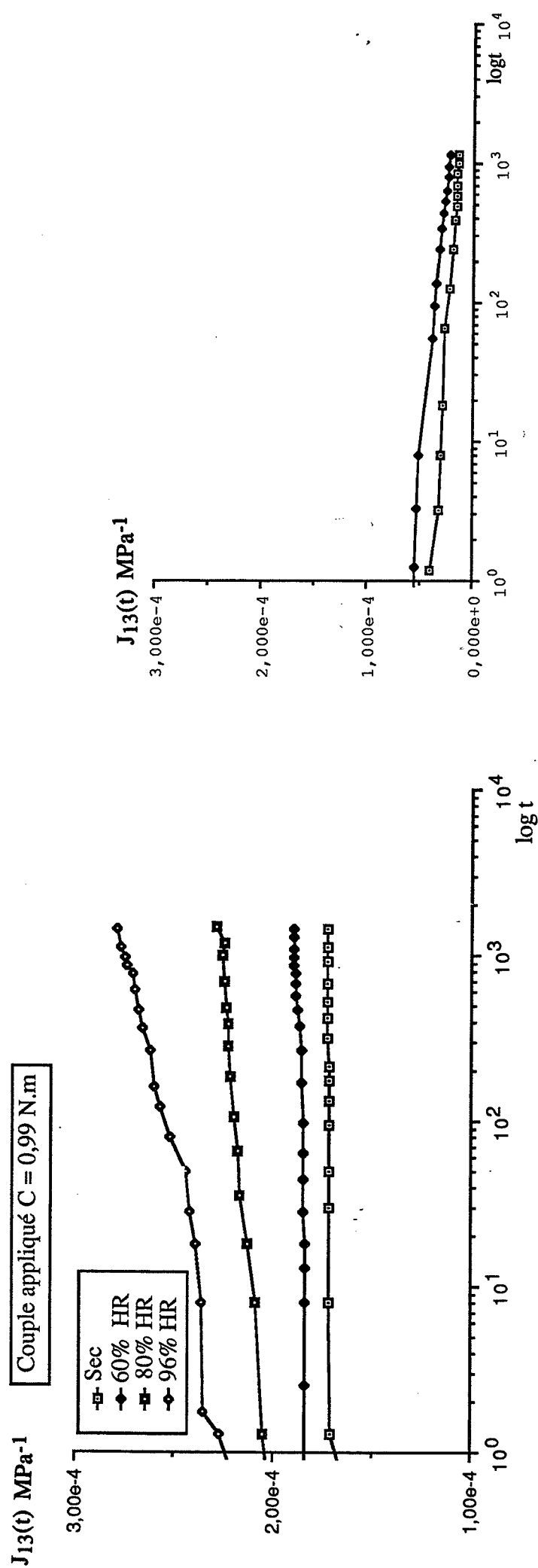


Figure IV.7 : Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage et recouvrance des échantillons à fibres longitudinales, T300/914 (matériau 3).



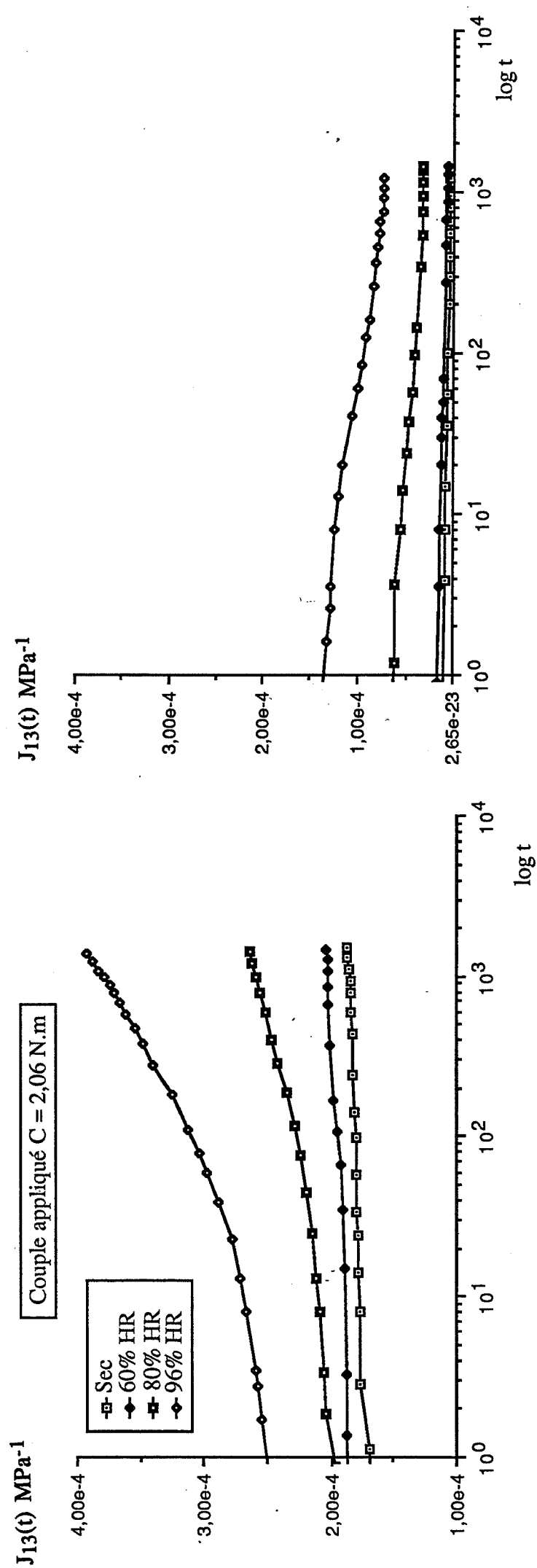


Figure IV.8 : Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage et recouvrance des échantillons à fibres longitudinales, T300/914 (matériau 3).

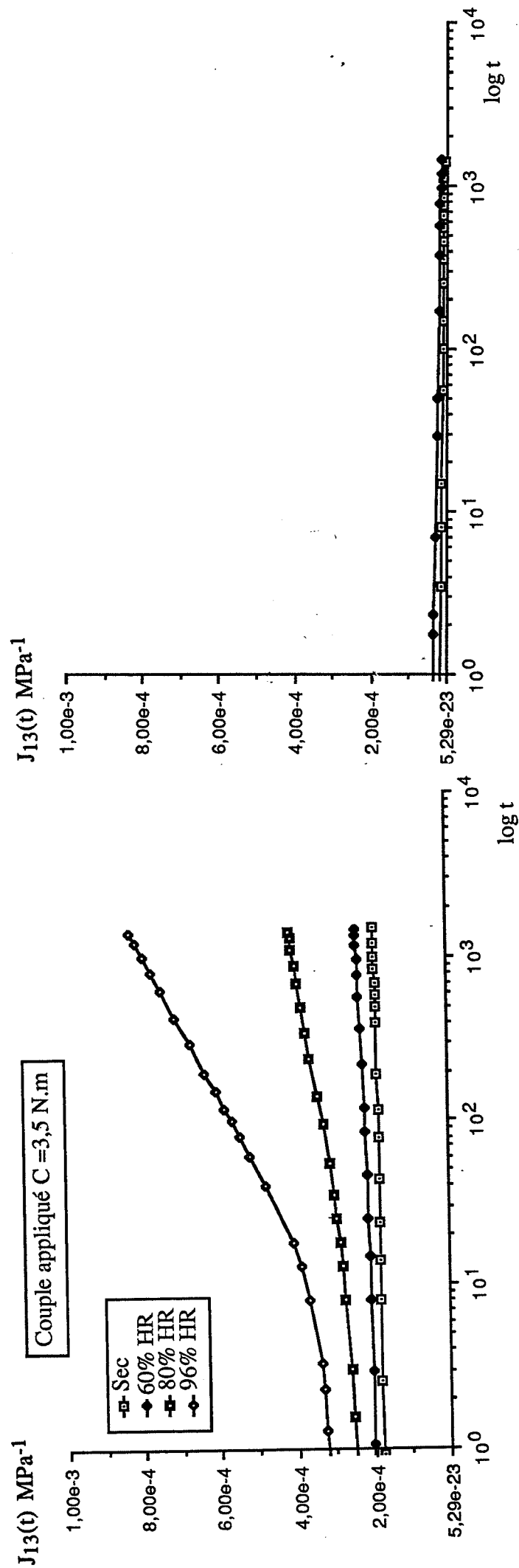


Figure IV.9 : Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage et recouvrance des échantillons à fibres longitudinales, T300/914 (matériau 3).

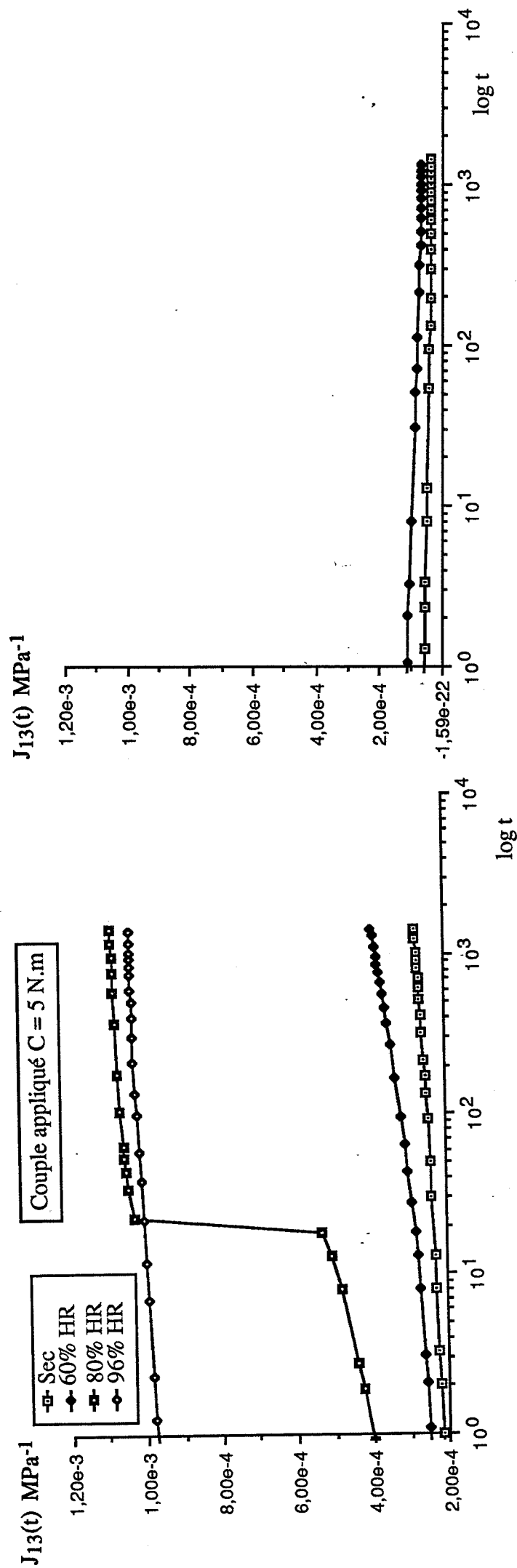


Figure IV.10 : Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage et recouvrance des échantillons à fibres longitudinales, T300/914 (matériau 3).

Couple appliqué : 0,5 N.m

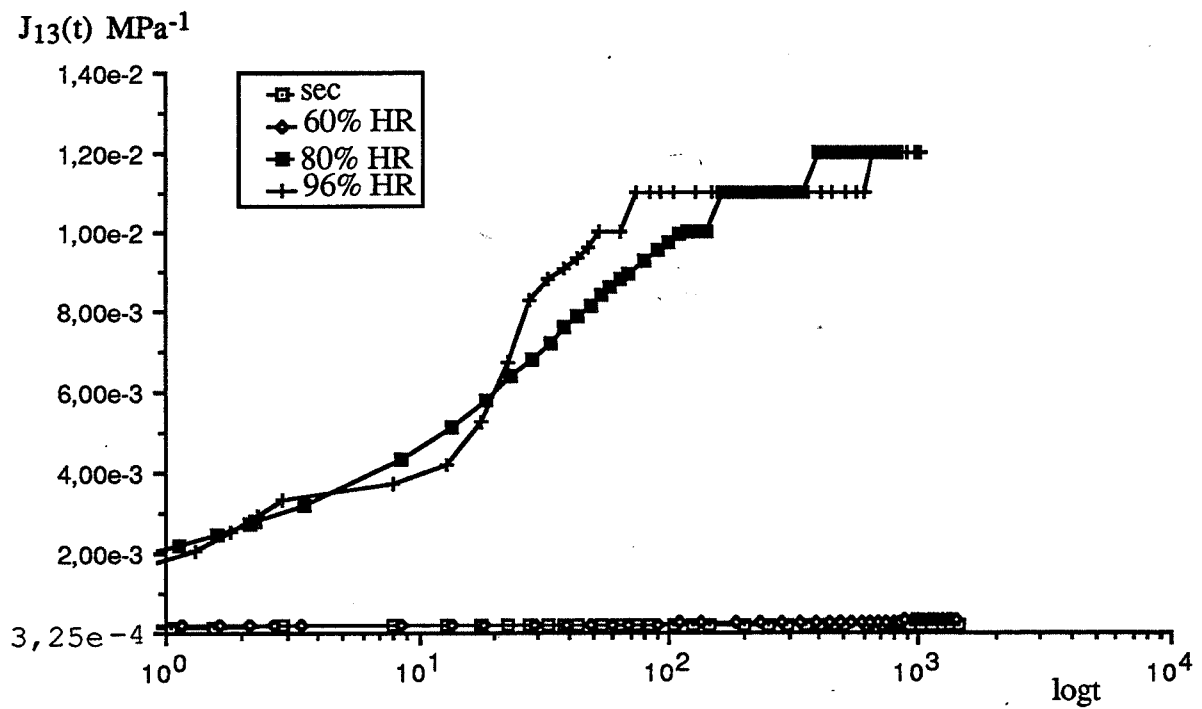


Figure IV.11 : Réseau de courbes réduites des complaisances de fluage et recouvrance des échantillons à fibres longitudinales, matériau 2.

#### IV.7.1.2 Résultats des échantillons à fibres transverses.

##### Matériau 2.

En ce qui concerne les échantillons à fibres transverses verre/époxyde nous observons une déformation visible du matériau dès le deuxième mois de conditionnement (photo N° 14). On mesure une flèche d'environ 0,5 mm des échantillons conditionnés à 80% HR et 1 mm pour les échantillons conditionnés à 96% HR. Ces échantillons ne peuvent donc être testés.

##### Matériau 3.

Les figures IV.12 et IV.13 représentent les courbes de complaisances de fluage obtenues à différents couples imposés à savoir 2,49, 3,72 et 4 N.m à taux d'humidité relative 80 et 96 % à 60°C. Dans ce cas, les deux complaisances de fluage à savoir  $J_{12}(t)$  et  $J_{13}(t)$  ne sont plus identiques. Il faut donc connaître simultanément les valeurs des déformations de cisaillement  $\epsilon_{12}$  et  $\epsilon_{13}$ . Ceci s'obtient par la mesure des déformations moyennes  $\epsilon_{12}$  et  $\epsilon_{13}$  en collant deux jauges de déformation à 45 degrés de l'axe de deux faces latérales comme il a été dit précédemment. Ces deux jauges sont nécessaires dans la mesure où le matériau ne peut plus être considéré comme isotrope transverse dans le plan transverse de l'éprouvette. Ces jauges sont montées en quart de pont. Une éventuelle correction de quart de pont est effectuée selon la relation IV.1. En ce qui concerne l'exploitation des courbes d'évolution de la complaisance de fluage en cisaillement pur en fonction du temps, deux courbes à analyser sont présentées pour chaque échantillon et chaque couple appliqué.

Les courbes présentées aux figures suivantes soulignent l'importance de la déformation différée d'une part et de son caractère non-linéaire d'autre part ; rappelons en effet que dans le cas d'un matériau visco-élastique linéaire toutes les courbes seraient confondues. Les courbes de  $J_{13}(t)$  obtenues à l'aide des échantillons à fibres longitudinales et transverses peuvent être comparées. Dans l'ensemble les résultats sont considérés comme cohérents ; il est intéressant de noter que le comportement apparent des échantillons à fibres transverses paraît moins sensible à la mise en charge.

L'humidité a clairement une influence essentielle sur le comportement en cisaillement. On constate par exemple que pour un couple appliqué de 3,72 N.m, l'échantillon conditionné à 96 % HR se rompt après 3 heures de fluage, alors que

l'échantillon conditionné à 80 % HR rompt après 23 heures de fluage. Les ruptures des éprouvettes à fibres transverses ont lieu par décohesion de l'interface entre la fibre et la matrice. Cette dernière est semble-t-il très influencée par la concentration maximale d'eau contenue dans le matériau.

Les figures IV.14 et IV15 présentent les complaisances en fonction du logarithme du temps. Ces courbes serviront ultérieurement à tracer des courbes maîtresses des complaisances de fluage par des translations convenables. Cette réduction donne le système d'équivalence existant entre les effets de l'humidité relative et celui du temps.

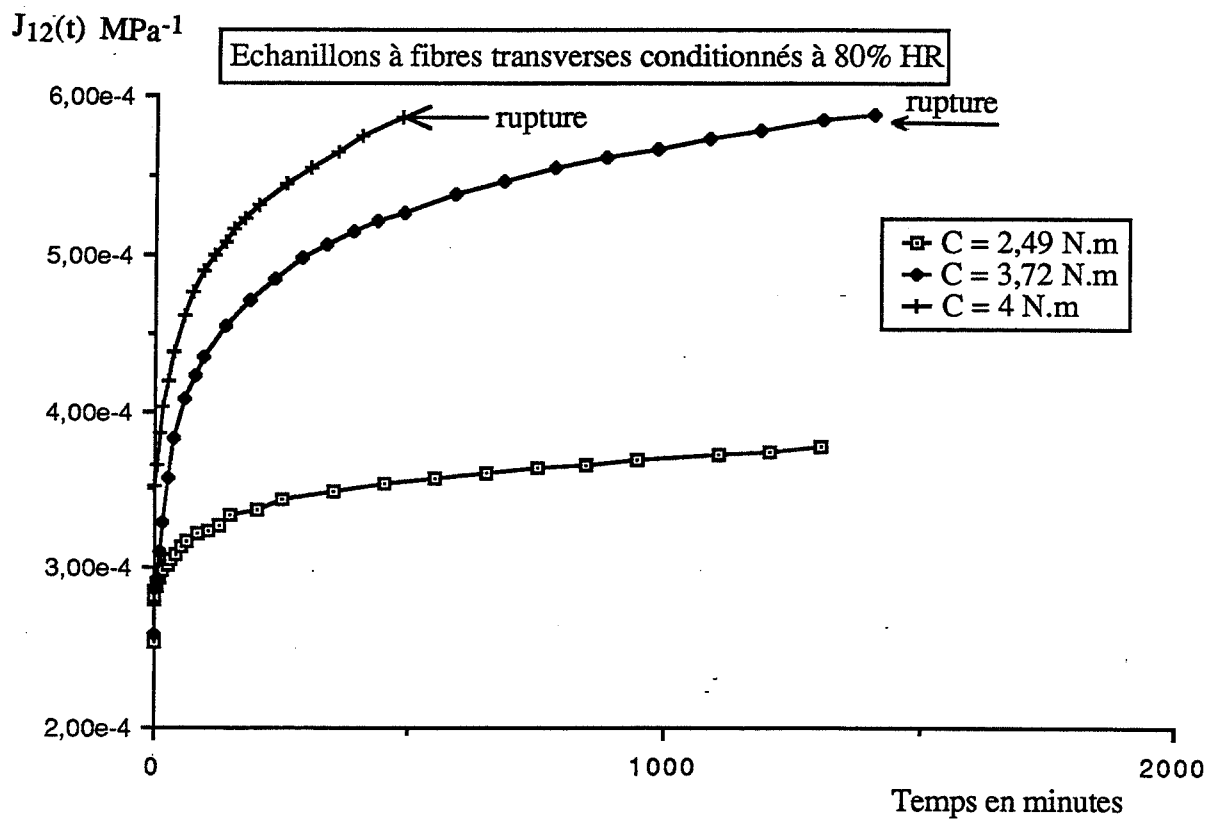
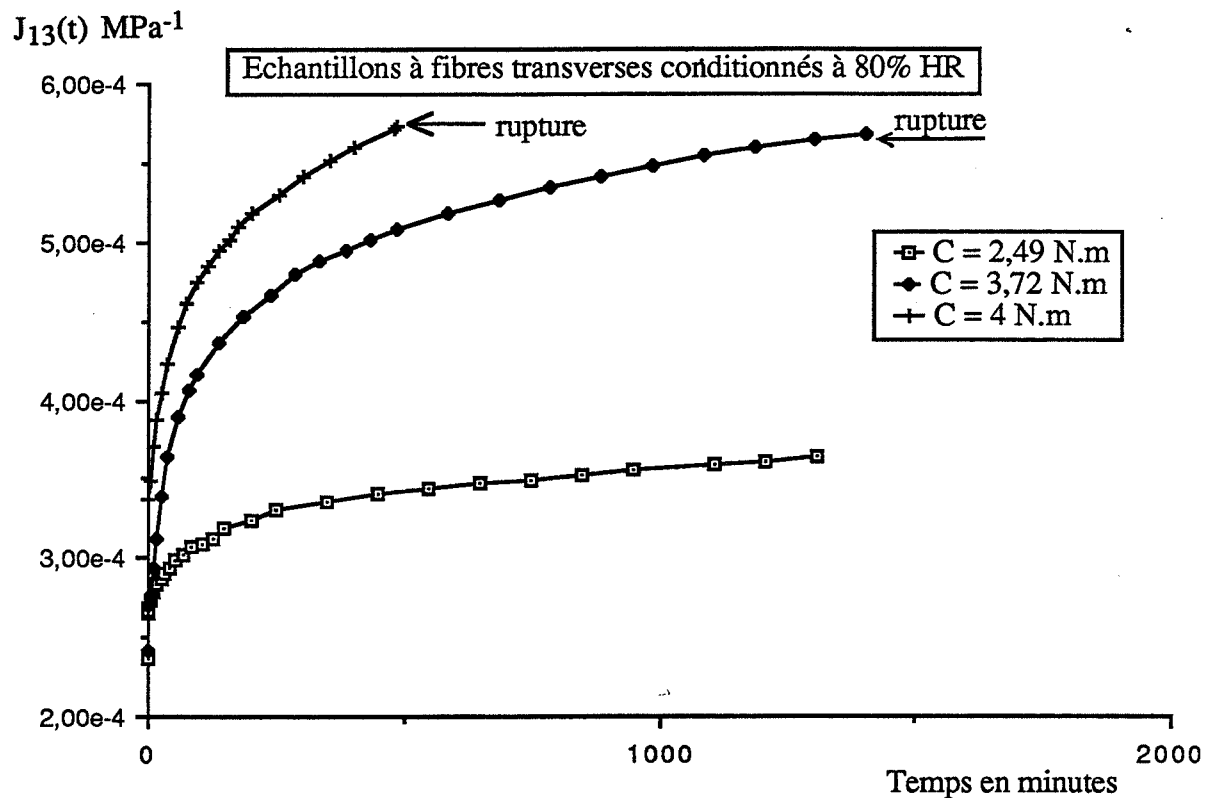


Figure IV.12 : Evolution des complaisances de fluage en fonction du temps, matériau 3.

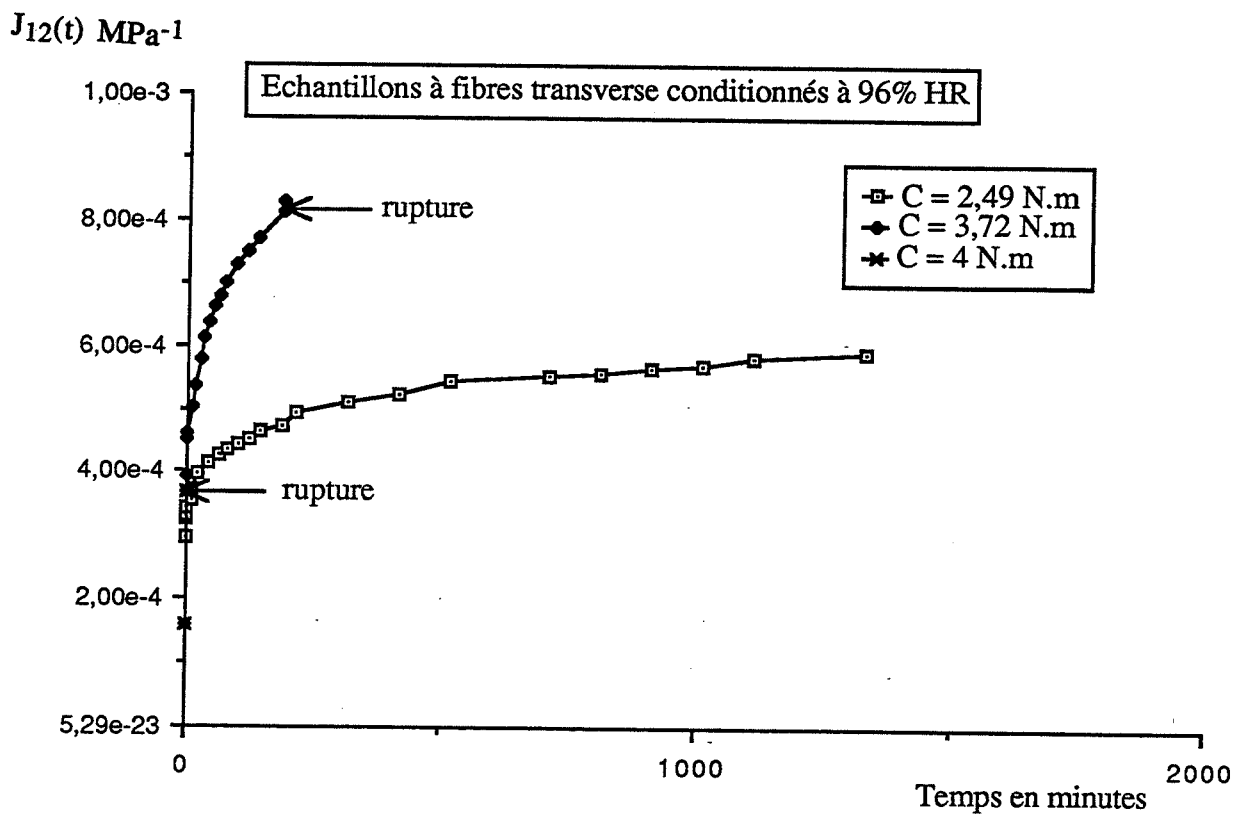
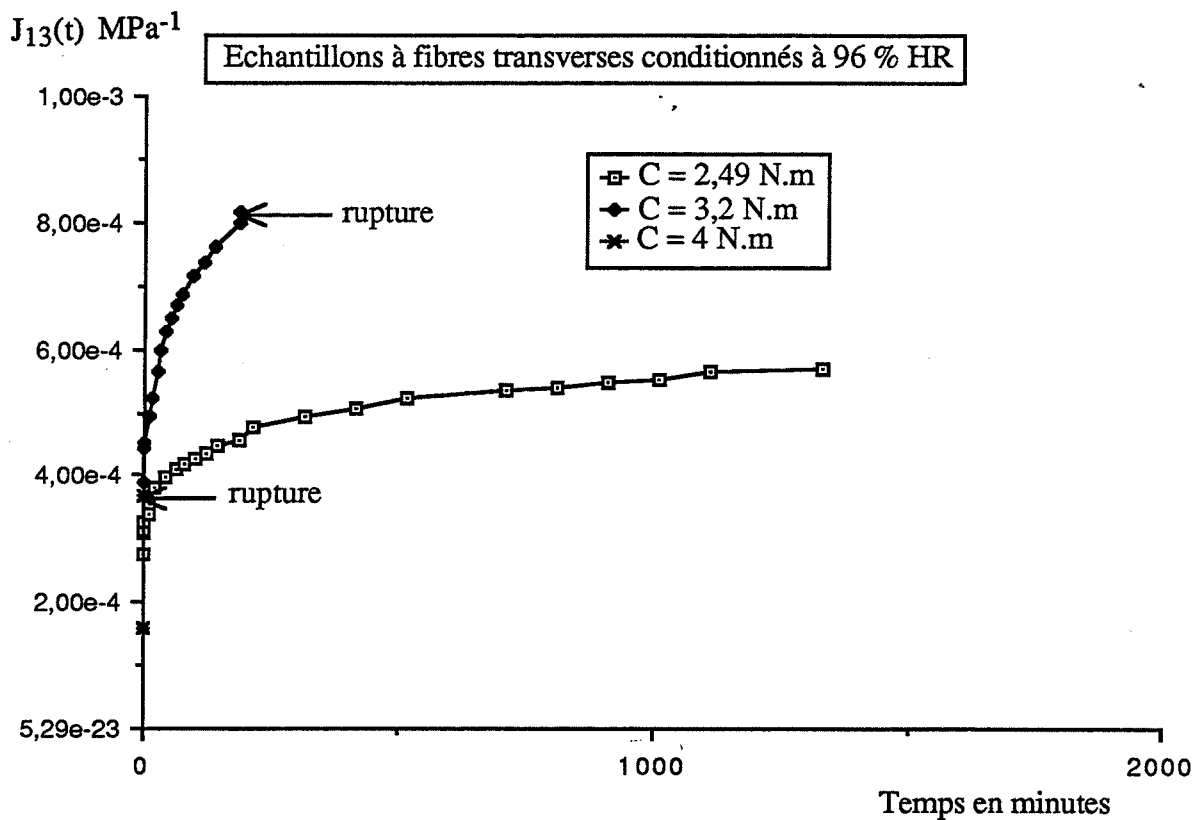
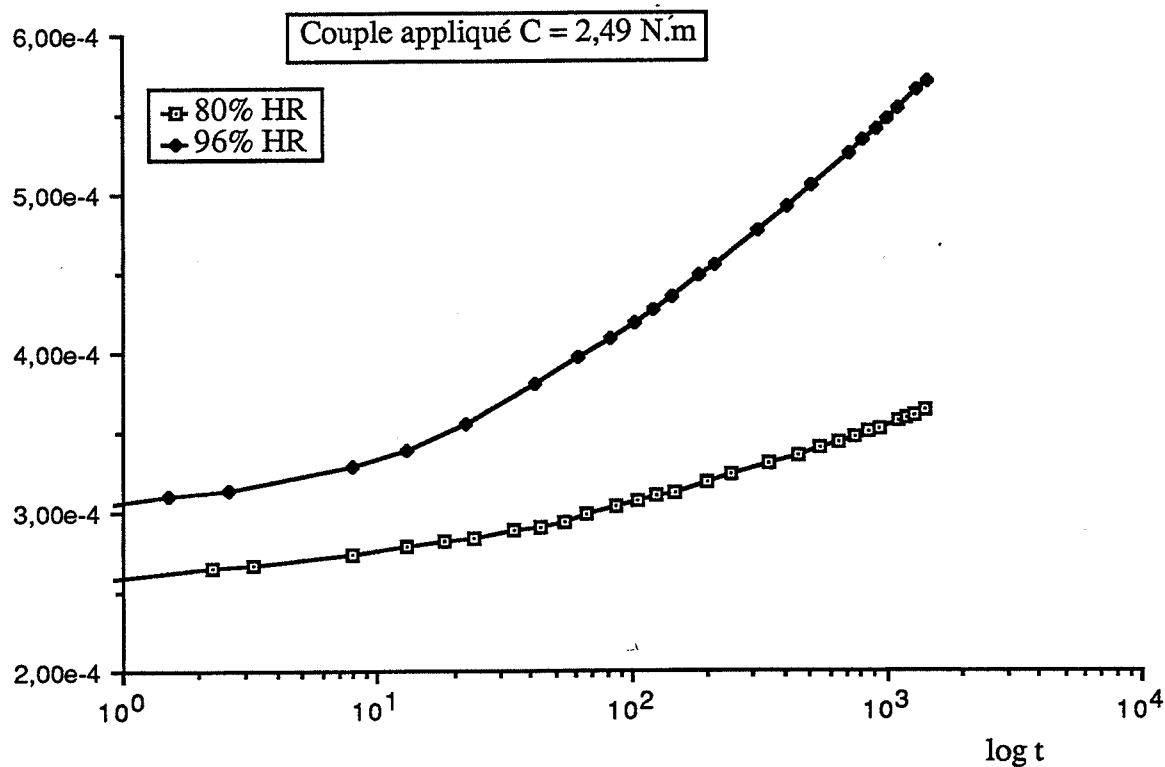


Figure IV.13 : Evolution des complaisances de fluage en fonction du temps, matériau 3.



$J_{13}(t)$  MPa<sup>-1</sup>



$J_{12}(t)$  MPa<sup>-1</sup>

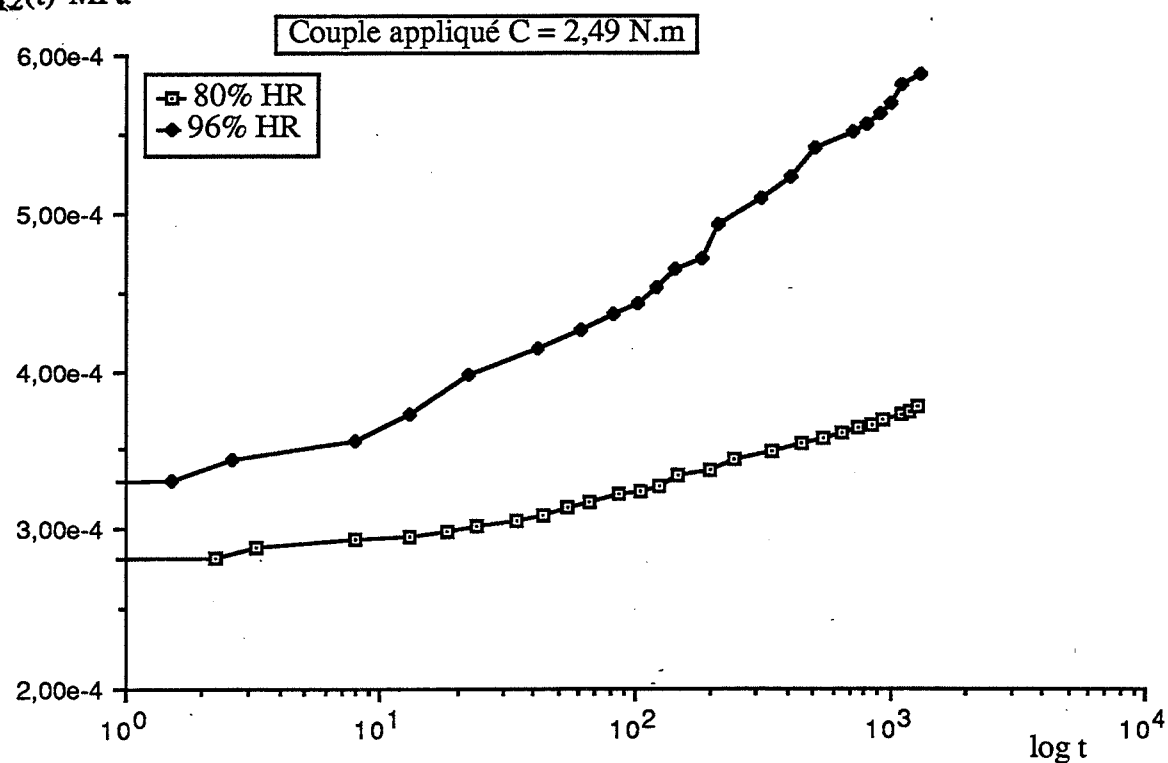


Figure IV.14 : Evolution des complaisances de fluage en fonction du logarithme du temps, échantillons à fibres transverses matériau 3.

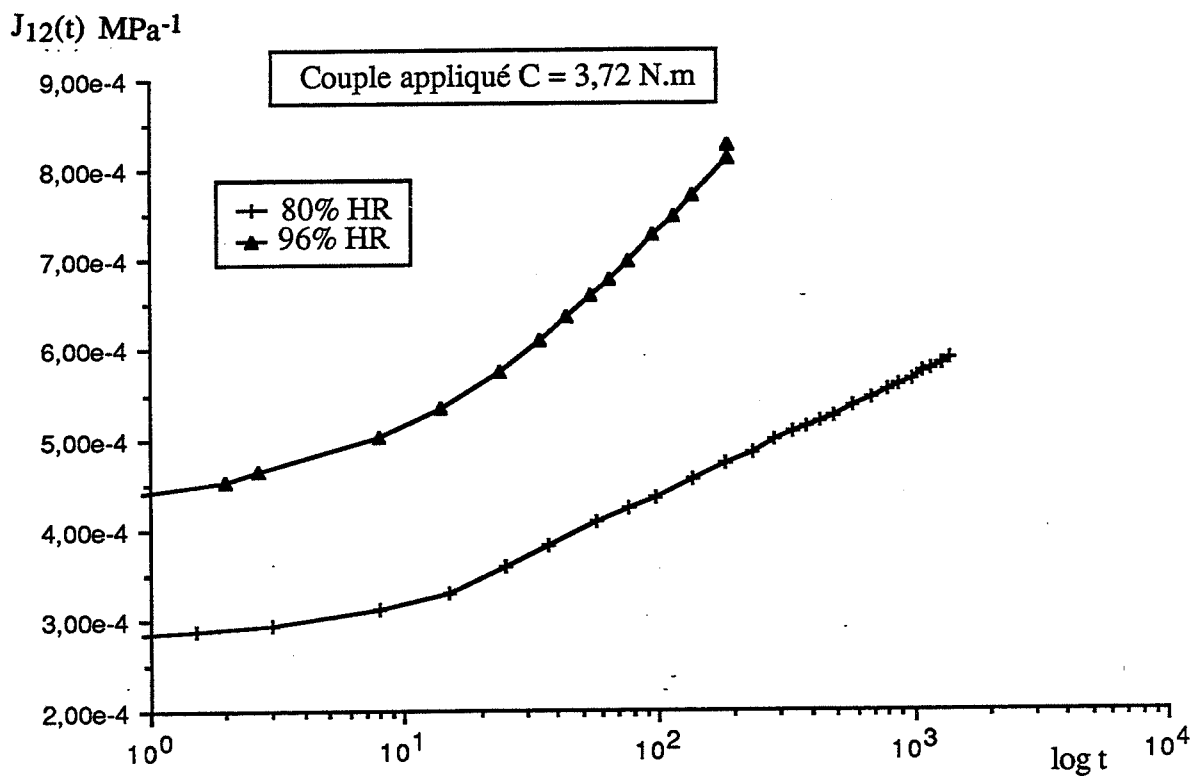
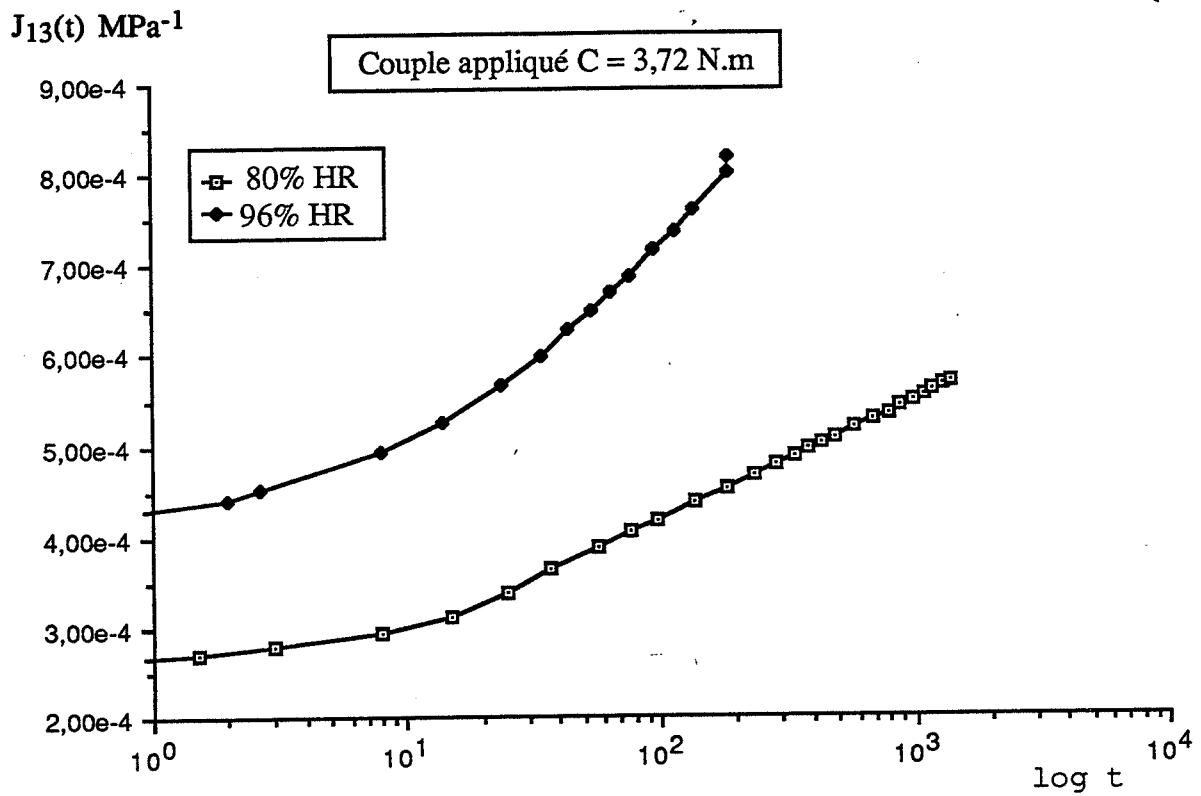


Figure IV.15 : Evolution des complaisances de fluage en fonction du logarithme du temps, échantillons à fibres transverses matériau 3.

#### **IV.8 Endommagement et rupture d'un barreau composite unidirectionnel.**

La rupture de matériaux composites unidirectionnels à renfort fibreux et à matrice organique est bien décrite en fonction de l'angle d'orientation des fibres par rapport à la direction de sollicitation. L'endommagement se produit principalement dans la matrice et la rupture finale de l'éprouvette est contrôlée par la rupture des fibres (Il Yoon, 1984). Notre étude consiste à examiner la nature et la croissance d'endommagement d'un barreau composite unidirectionnel dont l'orientation des fibres fait l'angle 0 ou 90 degrés avec la direction d'application du couple de torsion. Les essais expérimentaux de fluage en torsion obtenus des éprouvettes orientées longitudinalement montrent qu'aucune d'entre-elles ne s'est rompue, en outre aucune rupture localisée ni décollement de fibres à proximité des pinces de serrage n'est constatée. On a cependant observé des fissures longitudinales suivant la direction des fibres superficielles à travers toute la longueur de l'échantillon. La photo IV.7 montre que l'endommagement devient important à partir d'un couple de rupture de l'ordre de 5 N.m et une forte dégradation des échantillons conditionnés à 80 et 96 % HR est constatée (photo IV.9). Enfin, on observe sur les photos IV.1 et IV.2 une rotation des sections droites transverses le long de l'axe de l'éprouvette et un gauchissement important de ces sections, ceci dès 0,5 N.m, c'est à dire d'une contrainte maximale de 3,62 MPa.

En ce qui concerne les éprouvettes à fibres transverses, nous observons une rupture suivant un plan incliné à 45 degrés par rapport à la section droite des échantillons conditionnés à 80 et 96 % HR pour des couples de 3,72 et 4 N.m. L'angle moyen mesuré à l'aide du projecteur de profil est de 44 degrés et 20 minutes. La rupture s'est produite au centre de l'éprouvette pour les échantillons conditionnés à 80 et 96 % HR respectivement aux couples appliqués 3,72 et 4 N.m (photos IV.3 et IV.6), et une rupture à environ 10 centimètres du centre aux couples respectifs de 4 et 3,72 N.m (photos IV.4 et IV.5). Cependant l'ensemble des échantillons sont brisés au bord de la pince de serrage, cette rupture intervient juste après la rupture en cisaillement pur. Ce type de rupture au bord des pinces de serrage se produit sous le choc de la rupture brutale de l'éprouvette à cause de l'ensemble mobile pince-broche, roue à gorge et poids suspendus, ils exercent en effet un effort de compression très brutale sur l'éprouvette et peuvent induire une rupture au bord des pinces de serrage. On peut remarquer que cette rupture au bord est inévitable à cause du principe même de conception des machines de torsion verticale. Cette rupture d'éprouvette aux extrémités est le seul inconvénient de ces machines, des talons appropriés pouvaient peut être permettre d'éviter ce problème.



**ECHANTILLON A FIBRES LONGITUDINALES**  
**T300/914 96% HR C = 5 N.m**

Photo.IV.1 : Echantillon à fibres longitudinales T300/914  
(96% HR, C = 5 N.m).



**ECHANTILLON A FIBRES**  
**LONGITUDINALES**  
**(STRUCTIL 396 ) VERRE VEE 220 / RESINE**  
**EPOXYDE 396 96% HR C = 0,5 N.m**

Photo.IV.2 : Echantillon à fibres longitudinales verre/époxyde  
(96% HR, C = 0,5 N.m).



**ECHANTILLON A FIBRES TRANSVERSES**  
**T300/914 80% HR C = 3,72 N.m**

**Photo.IV.3 : Rupture de l'échantillon à fibres transverses T300/914**  
**(80% HR, C = 3,72 N.m).**



**ECHANTILLON A FIBRES TRANSVERSES**  
**T300/914 80% HR C = 4 N.m**

**Photo.IV.4 : Rupture de l'échantillon à fibres transverses T300/914**  
**(80% HR, C = 4 N.m).**



ECHANTILLON A FIBRES TRANSVERSES  
T300/914 96% HR C = 3,72 N.m

Photo.IV.5 : Rupture de l'échantillon à fibres transverses T300/914  
(96% HR, C = 3,72 N.m).



ECHANTILLON A FIBRES TRANSVERSES  
T300/914 96% HR C = 4 N.m

Photo.V.6 : Rupture de l'échantillon à fibres transverses T300/914  
(96% HR, C = 4 N.m).

#### **IV.8.1 Observation microscopique.**

L'examen des différents faciès de rupture, obtenus par microscopie à balayage, nous montre à ce sujet plusieurs points intéressants. En effet, la rupture brutale des échantillons à fibres transverses apparaît sur les photographies comme une forte décohésion interlaminaire de l'interface fibre/matrice. La vue globale de la facette de rupture (photo IV.8) montre que la répartition des dommages de la surface de rupture est très uniforme et bien organisée.

La photo IV.10 laisse apparaître un décollement entre la couche de résine et le pli de fibres. Cette décohésion est probablement favorisée par la diffusion de l'eau. Entre autres on observe des petits amas de résine qui subsistent sur la surface des fibres et témoignent du phénomène d'arrachement par traction transverse sans écoulement de matière entre les fibres trop important. On observe également de nombreuses fissures longitudinales au sein de la matrice (Photo IV.11) de dimension 10  $\mu\text{m}$  et plus. Ces fissures longitudinales sont accompagnées de légères décohésions d'interface fibre/matrice (photo IV.12). Les micrographies montrent également des fibres rompues (photo IV.13) en nombre limité. Plus précisément, le fait qu'un film de résine continue à recouvrir un grand nombre de fibres montre que la traction transverse macroscopique a entraîné localement des fissures par traction (mode 1), fissures qui ont pu se propager, à travers une résine fortement plastifiée, en mode 2 et créant des plissements caractéristiques de ce mode de rupture. Il semble donc qu'en ce qui concerne ce matériau il y ait une bonne résistance de l'interface fibre/matrice à l'action de l'eau ; une faible résistance se serait en effet traduite par des surfaces de fibres apparentes plus importantes.

Ces résultats montrent que l'action combinée de la diffusion et de la sollicitation, accélèrent la ruine et réduisent la durée de vie du matériau. La rupture en cisaillement doit être prise en compte comme critère important du "design" des matériaux composites.

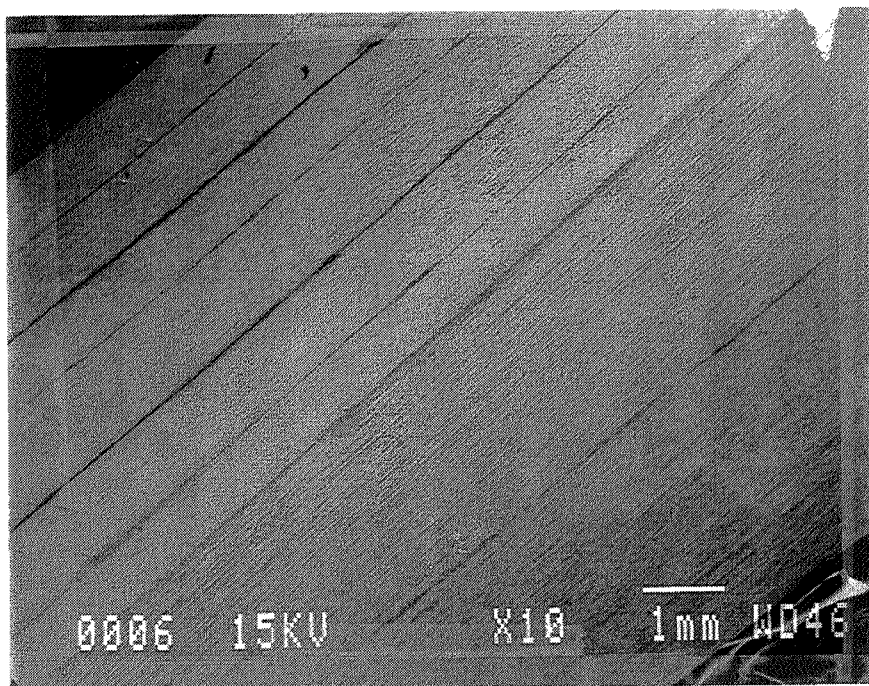


Photo.IV.7 : Micrographie des facettes endommagés d'un échantillon T300/914 à fibres longitudinales avec un grossissement x 10.

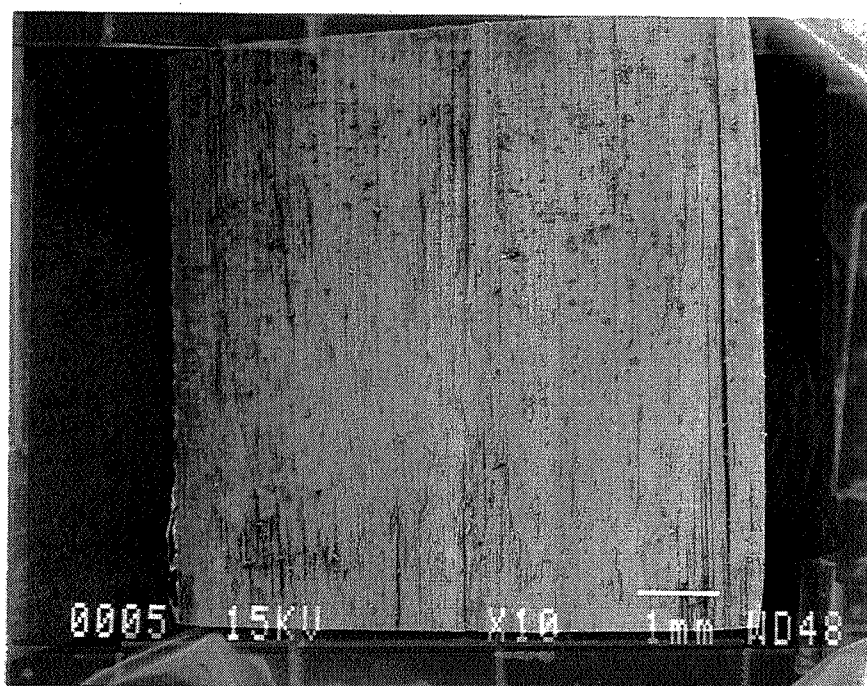


Photo.IV.8 : Vue globale de la facette de rupture d'un échantillon T300/914 à fibres transverses avec un grossissement x 10.



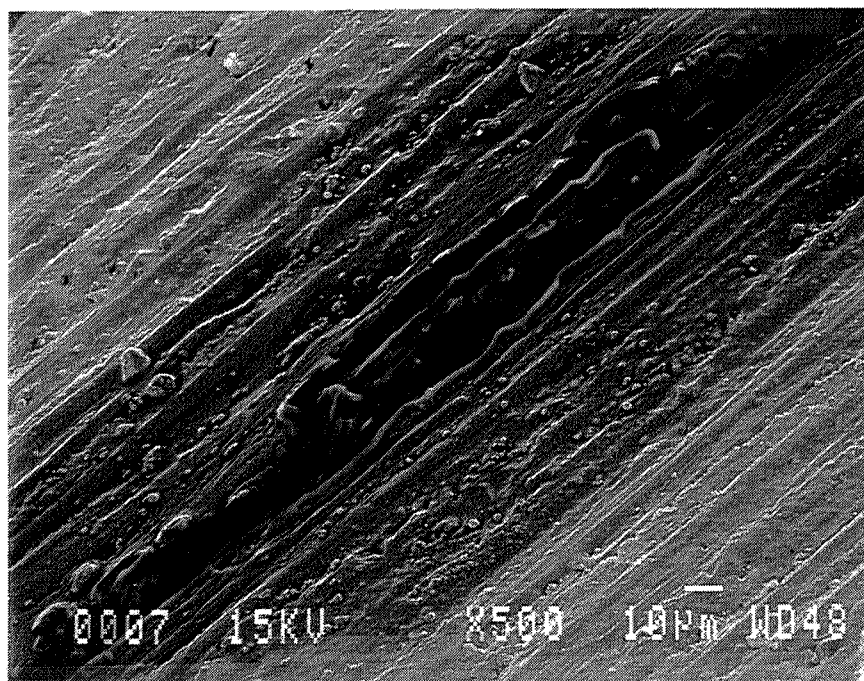


Photo.IV.9 : Micrographie de la surface endommagée d'un échantillon T300/914 à fibres longitudinales avec un grossissement x 500.

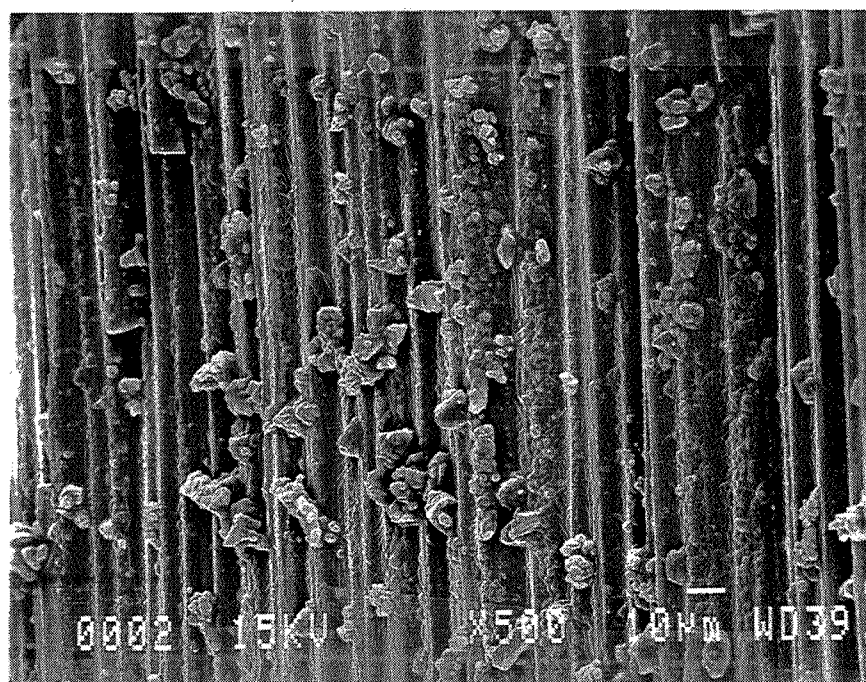


Photo.IV.10 : Micrographie de la surface de rupture d'un échantillon T300/914 à fibres transverses avec un grossissement x 500.

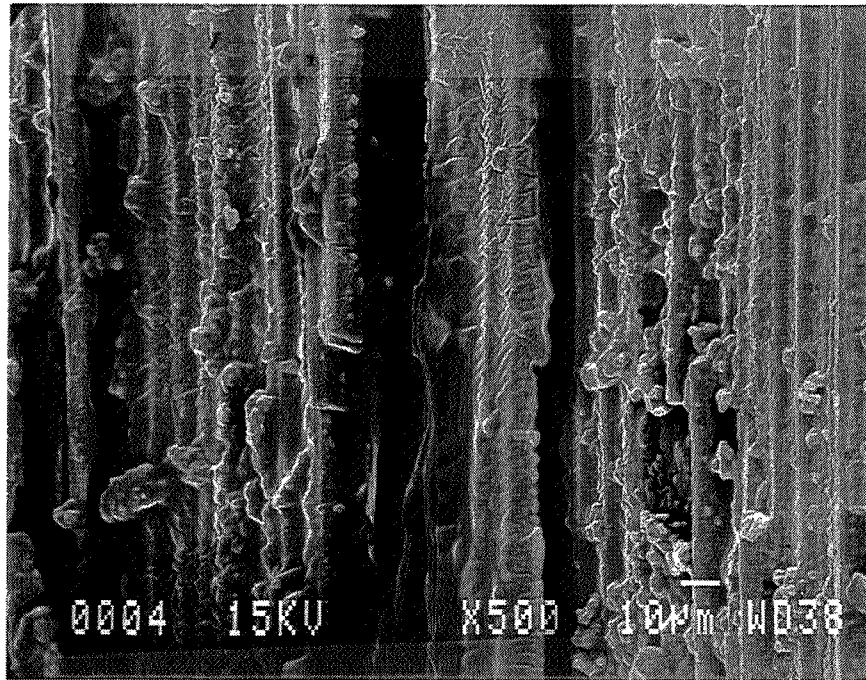


Photo.IV.11 : Micrographie de la surface de rupture d'un échantillon T300/914 à fibres transverses avec un grossissement x 500.

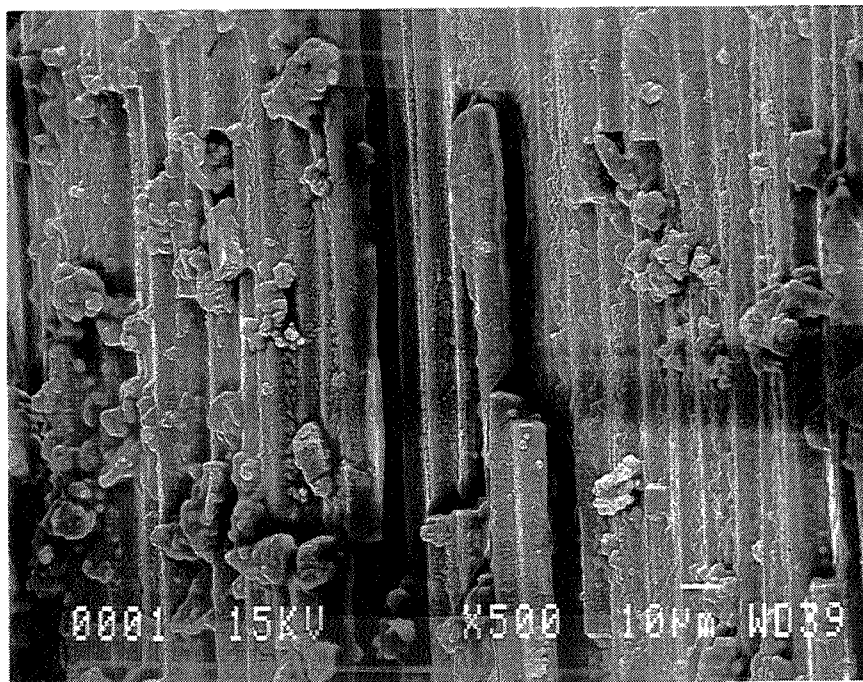


Photo.IV.12 : Micrographie de la surface de rupture d'un échantillon T300/914 à fibres transverses avec un grossissement x 500.

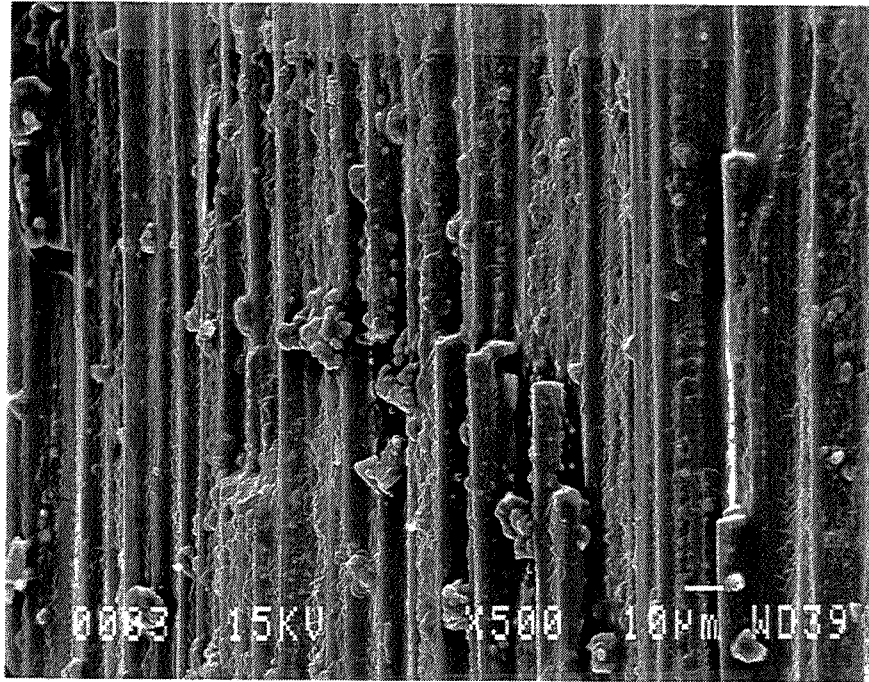
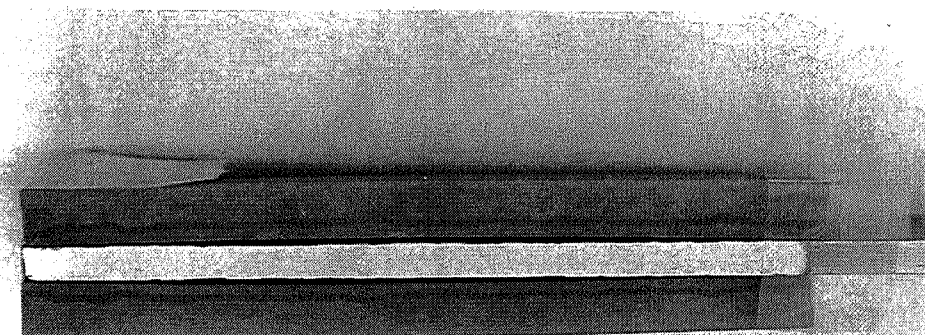


Photo.IV.13 : Micrographie de la surface de rupture d'un échantillon T300/914 à fibres transverses avec un grossissement x 500.



ECHANTILLON A FIBRES TRANSVERSES  
(STRUCTIL 396 ) VERRE VEE 220 / RESINE  
EPOXYDE 396 96% HR

Photo.IV.14 : Echantillon à fibres transverse verre/époxyde conditionnés à 96 % HR.

#### IV.9 Discussion et interprétation des résultats.

Les résultats des essais de fluage et recouvrance d'échantillons à fibres longitudinales sont reportés dans les tableaux IV.2. et IV.3.

On note tout d'abord que la déformation de cisaillement instantanée et la déformation de cisaillement instantanée recouvrée sont peu différentes ce qui signifie que ces déformations sont pratiquement élastiques. Les modules de cisaillement plan sécants initiaux  $G_{13}^0$  calculés à l'instant  $t = 3$  secondes sont pratiquement identiques. Cependant on enregistre un écart de 322 et 260 MPa en ce qui concerne les échantillons conditionnés à 0 et 60% HR, testés à un couple de 2,06 N.m. Cet écart est peu significatif compte tenu des dispersions expérimentales et de l'incertitude sur le module qui est  $\pm 200$  MPa. Ces résultats montrent que les matériaux étudiés ont un comportement non linéaire puisque le module de cisaillement dépend étroitement du niveau de déformation. On note l'influence de l'humidité sur la valeur du module de cisaillement initial obtenu à la fin de la mise en charge qui passe de 6109 MPa (échantillon sec) à 4334 MPa (échantillon conditionné à 96% HR), soit environ 30 pour cent de diminution pour le matériau T300/914. Pour les échantillons en verre/époxyde (matériau 2), le module de cisaillement plan sécant obtenu à la fin de la mise en charge passe de 6079 MPa (échantillon sec) à 402 MPa (échantillon conditionné à 80% HR). Ce module est fortement dépendant de la concentration maximale d'eau contenue dans le matériau. L'application d'un couple aussi faible que 0,5 N.m entraîne une diminution de 93 pour cent de la rigidité.

En ce qui concerne les échantillons à fibres transverses, les résultats expérimentaux obtenus sont présentés dans le tableau IV.4. On remarque que les déformations maximales mesurées à rupture ( $\epsilon_{12}^1$ ,  $\epsilon_{13}^1$ ) de l'échantillon conditionné à 96% HR sont finalement peu différentes des déformations mesurées des échantillons à 80 % HR, l'écart est de l'ordre de 4922 ( $\approx 0,5\%$ ) micro-déformations. Ces résultats montrent en outre que la déformation de cisaillement maximale à rupture pour un couple donné est proportionnelle à la concentration maximale d'eau retenue du composite. On notera également que  $G_{13}^0$  module de cisaillement plan est toujours supérieur à  $G_{12}^0$  module de cisaillement dans le plan transverse. On note cependant l'influence de l'humidité sur la valeur initiale des modules de cisaillement intra et interlaminaire déterminés qui passe respectivement de 4136 et 3856 MPa (échantillon conditionné à 80 %HR) à 2583 et 2540 MPa (échantillon conditionné à 96 % HR), soit environ 38 pour cent de diminution. On

La figure IV.16 représente le module initial de cisaillement plan sécant des échantillons à fibres longitudinales en fonction de la concentration massique maximale de la matrice. L'analyse de ces courbes montre qu'un ajustement linéaire traduit correctement la sensibilité de la réponse mécanique en cisaillement pur en environnement humide. Le modèle simple de la droite du type  $y = a x - b$  obtenue s'avère suffisant pour étudier la prévision de comportement à moyen et à long terme d'une structure composite unidirectionnelle soumise à un effort de cisaillement pur. On a donc un modèle simple de droite qui permet de tenir compte de l'influence de l'absorption d'eau. On peut enfin relever que la sensibilité à la concentration d'eau, qui est traduite par le coefficient angulaire de la droite d'interpolation subit un brusque accroissement entre 3,5 N.m et 5 N.m (augmentation supérieure à 130 %) soulignant la synergie importante des actions mécanique et hygrothermique.

Couple	HR	Fluage		Recouvrance		Ecart		$\epsilon_{\max}$	$\epsilon_p$
		$\epsilon_{13}^0$	$G_0^0$	$\epsilon_{13}^1$	$G_0^1$	$\epsilon_{13}$	$G_0$		
N.m	%	$10^{-6}\text{m/m}$	MPa	$10^{-6}\text{m/m}$	MPa			$10^{-6}\text{m/m}$	
0,99	0	-	-	-	-	-	-	1184	-
2,06		2337	6109	2467	5787	130	322	2673	48
3,5		4252	5705	4131	5872	121	167	4754	183
5		7009	4943	6752	5132	257	188	9584	1170
0,99	60	-	-	-	-	-	-	1262	-
2,06		2626	5437	2506	5697	120	260	2912	98
3,5		4741	5116	4671	5193	70	77	5809	420
5		8006	4327	8362	4144	356	184	13652	2239
0,99	80	1289	5323	1288	5327	1	4	1568	84
2,06		2692	5303	2639	5410	53	107	3765	478
0,99	96	1556	4409	1526	4496	30	87	1914	134
2,06		3294	4334	3294	4334	0	0	5597	1049

$\epsilon_{13}^0$  : déformation de cisaillement instantanée.

$\epsilon_{13}^1$  : déformation de cisaillement instantanée recouvrée.

$G_0^0$  : module de cisaillement initial calculé.

$G_0^1$  : module de cisaillement initial calculé d'après l'essai de recouvrance.

$\epsilon_{\max}$  : déformation de cisaillement maximale obtenu après de 24 heures de fluage.

$\epsilon_p$  : déformation permanente irréversible retenue au bout de 24 heures de recouvrance.

Tableau IV.2 : Résultats des essais de fluage et recouvrance des échantillons à fibres longitudinales, matériau T300/914 (matériau 3).

		Fluage		Recouvrance		Ecart		$\epsilon_{\max}$	$\epsilon_p$
Couple	HR	$\epsilon_{13}^0$	$G_0^0$	$\epsilon_{13}^1$	$G_0^1$	$\epsilon_{13}$	$G_0$		
N.m	%	$10^{-6}\text{m/m}$	MPa	$10^{-6}\text{m/m}$	MPa			$10^{-6}\text{m/m}$	
0,5	0	298	6079	291	6225	7	146	343	10
	60	333	5440	320	5661	13	221	588	102
	80	4498	402	-	-	-	-	-	-

Tableau IV.3 : Résultats des essais de fluage et recouvrance des échantillons à fibres longitudinales, Structil (matériau 2).

Couple appliqué	HR	$\epsilon_{12}^0$	$\epsilon_{13}^0$	$G_{12}^0$	$G_{13}^0$	$\epsilon_{12}^1$	$\epsilon_{13}^1$	$G_{12}^1$	$G_{13}^1$	Note	Durée de vie
N.m	%	$10^{-6}$ m/m		MPa		$10^{-6}$ m/m		MPa			
2,49 3,72 4	80	5544 8548 9964	4108 6276 7587	3950 3856 3455	4228 4136 3674	- 17134 17593	- 14688 15906	- 1698 1702	- 1758 1742	- rupture rupture	1405' 483'
2,49 3,72	96	6414 10672	4811 9967	3381 2540	3608 2583	- 22056	- 21038	- 1208	- 1223	- rupture	187'
4		rupture brutale de l'échantillon au cours de la mise en charge									

$\epsilon_{13}^0$  et  $\epsilon_{12}^0$  : déformations de cisaillement instantanées.

$\epsilon_{13}^1$  et  $\epsilon_{12}^1$  : déformations de cisaillement maximales à rupture retenues.

$G_{13}^0$  et  $G_{12}^0$  : modules de cisaillement initiaux intra et interlaminaire calculés.

$G_{13}^1$  et  $G_{12}^1$  : modules de cisaillement intra et interlaminaire à rupture retenus.

Tableau IV.4 : Résultats des essais de fluage des échantillons à fibres transverses, T300/914(matériau 3).

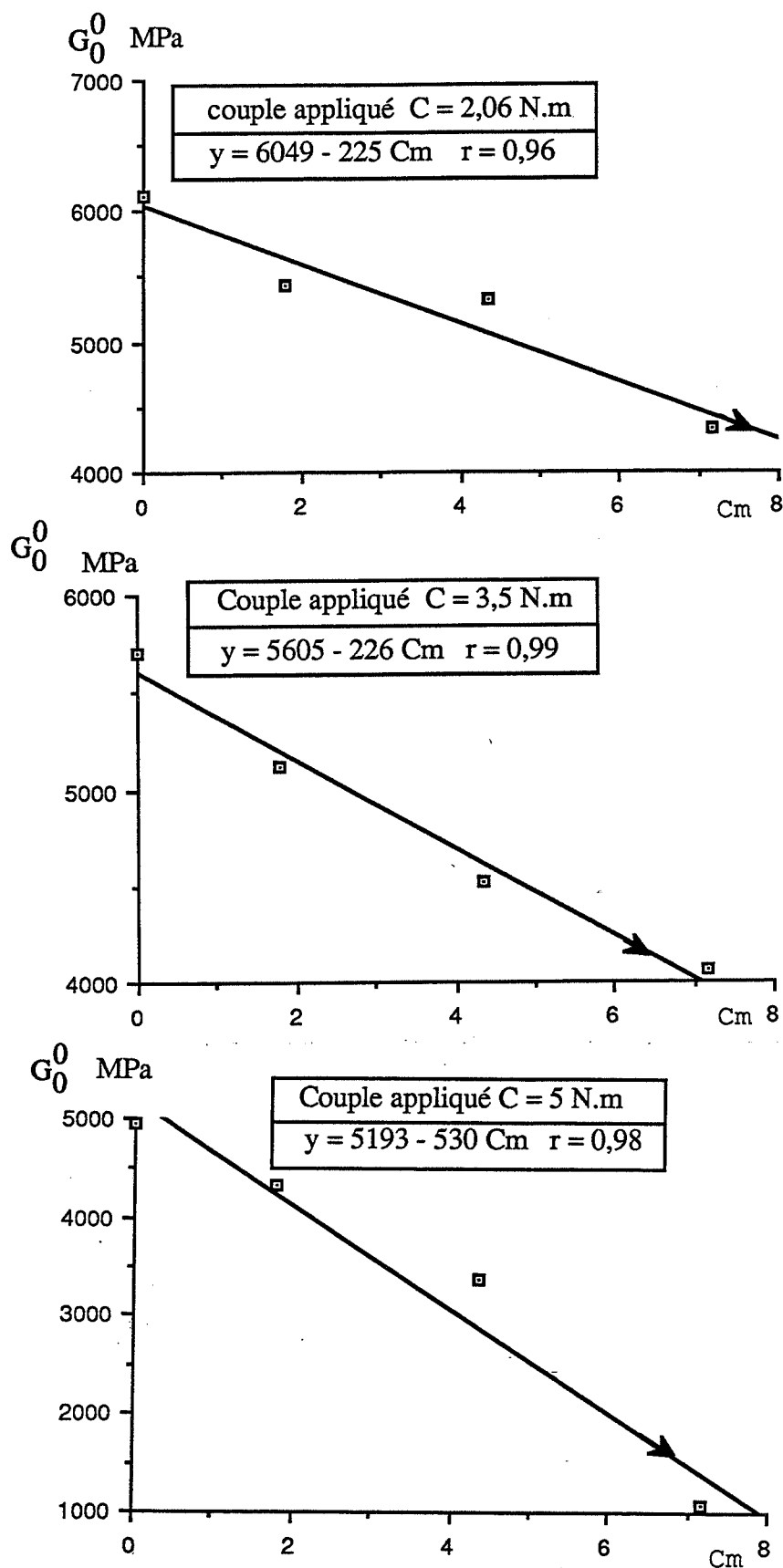


Figure IV.16 : Module de cisaillement plan sécant initial en fonction de la concentration maximale d'eau de la matrice, des échantillons à fibres longitudinales, matériau 3.



#### IV.10 Conclusion.

Les essais de fluage et de recouvrance effectués dans un environnement contrôlé en humidité et température ont permis de mettre en évidence l'influence de l'absorption d'eau sur le comportement mécanique en cisaillement pur du composite à matrice polymère renforcée par fibres. Les réseaux de courbes obtenus précisent clairement la variation de la complaisance de cisaillement en fonction de la quantité d'eau absorbée. Les courbes les plus marquantes sont celles des échantillons verre/époxyde conditionnés à 80 et 96 % HR, où la complaisance de cisaillement est étroitement liée à la quantité d'eau absorbée. Entre autres on note que la complaisance maximale à la rupture des échantillons à fibres transverses est plus faible que la complaisance maximale correspondant au début de l'endommagement des échantillons à fibres longitudinales.

L'endommagement des échantillons à fibres longitudinales se manifeste par des fissures suivant la direction des fibres alors que les échantillons à fibres transverses se rompent suivant un plan incliné à 45 degrés par la rupture ultime de l'interface. La rupture du barreau composite au centre confirme que les résultats expérimentaux obtenus à travers ce travail de recherche sont reproductibles et fiables.

En outre on observe une influence déterminante de la teneur en eau du matériau sur la valeur initiale du module de cisaillement plan et transverse. La modélisation proposée permet donc de tenir compte de l'influence de l'absorption d'eau sur le comportement mécanique en cisaillement pur et souligne bien la sensibilité aux effets mécanique et hygrothermique.

Les décharges effectuées (recouvrance), montrent que le matériau a un comportement fortement viscoélastique, il est non linéaire à cause de la croissance des fissures dans la matrice et de l'écoulement de la résine.

Une modélisation des courbes de fluage obtenues dans un avenir proche est souhaitable, elle sera d'une grande importance pratique du fait que l'éprouvette étudiée est représentative de la structure réelle.

## IV.11 Analyse des résultats.

### IV.11.1 Principe d'équivalence humidité temps.

En ayant présent à l'esprit le fait que les complaisances de fluage dépendent à la fois du temps et du taux d'humidité relative à température constante, il est logique de rechercher, contrairement à ce qui a été fait précédemment, à réduire l'évolution des complaisances de fluage à une humidité constante de référence en fonction d'une échelle des temps appropriée.

Les expériences de fluage en torsion effectuées sur les échantillons à fibres longitudinales et transverses sollicités à des couples fixes imposés et à des taux d'humidité relative variables conduisant à un ensemble de réseaux de courbes du type  $J(t) = f(\log t)$ . L'examen d'un réseau de courbes fait apparaître une certaine continuité des évolutions qui, associée aux erreurs expérimentales, peut permettre de construire, par simple translation parallèlement à l'axe des logarithmes des temps, une seule et même courbe appelée courbe maîtresse. Le bien fondé d'une telle approche est toujours difficile à justifier et il faut prendre ici cette démarche comme une voie de recherche plutôt qu'un modèle fermement établi. Aucun essai de validation n'a été réalisé et la validité de la réduction dans le cas de conditions variables dans le temps, qui sont les conditions habituelles, n'est pas du tout assurée, ceci d'autant plus que les effets de gradients peuvent être beaucoup plus marqués que pour la température (temps d'établissement du régime permanent beaucoup plus court).

Ce principe repose sur le fait que ce qui se passe à long terme par exemple à une concentration  $c_1$  doit se passer plus rapidement à une concentration  $c_2$  supérieure à  $c_1$ . Ce qui signifie que les mécanismes de déformation de cisaillement sont activés par la présence de molécules d'eau dans le réseau. Une telle hypothèse est tout à fait raisonnable quand on sait que les molécules d'eau, très petites, se comportent comme des "rotules" favorisant les mouvements de chaînes macromoléculaires.

Mathématiquement parlant cette idée peut s'exprimer par :

$$J(c_1, t) = J(c_2, \frac{t}{a_c}) \quad (IV.2)$$

L'effet d'un changement de concentration d'eau est ainsi le même que si l'on applique à l'échelle linéaire des temps un facteur multiplicatif, ou une translation à l'échelle logarithmique des temps.

#### IV.11.2 Principe et détermination du facteur de glissement horizontal.

Le principe est de construire par translation horizontale une courbe unique à partir des courbes obtenues à couple fixe et humidité relative variable en fonction du logarithme du temps. Sur un papier calque on effectue un glissement horizontal convenable suivant l'échelle des logarithmes de façon à placer les deux éléments de courbes dans la continuité l'un de l'autre. La distance séparant les deux origine de l'échelle des logt donne  $\log a(c_1, c_0)$ .

Pour la concentration  $c_2$ , on translate la courbe vers la droite afin de la placer à droite de la courbe de concentration  $c_1$  puis on détermine l'écart  $\log a(c_2, c_1)$ .

Le facteur de glissement  $a(c_2, c_1)$  de  $c_0$  à  $c_3$  est alors la somme des facteurs de glissements de 0 à 3 :

$$\log a(c_3, c_0) = \log a(c_1, c_0) + \log a(c_2, c_1) + \log a(c_3, c_2) \quad (\text{IV.3})$$

Sachant que  $c_0$  est la concentration de référence choisie. Dans le cas de notre étude elle est égale à zéro car elle correspond à la concentration en eau des échantillons conditionnés à sec. Il est bien évident que n'importe quelle concentration en eau peut être choisie comme référence. Toutefois il est souhaitable de choisir une concentration de référence relativement proche du milieu du domaine d'étude effectif du matériau de façon à améliorer la qualité des prévisions.

Finalement les courbes maîtresses des échantillons à fibres longitudinales des matériaux 2 et 3 (Fig. IV.17, 18 et 19) et la courbe d'évolution du facteur de glissement en fonction de la concentration en eau (Fig. IV.20 et 21) permettent de retrouver les complaisances expérimentales pour les concentrations et les temps du domaine d'étude. La valeur prédictive du modèle, pour des grandeurs extérieures au domaine, resterait à prouver.

Les courbes maîtresses des échantillons à fibres transverses du matériau 3 semblent exiger des glissements horizontal et vertical comme indiqués sur les figures IV.22 et 23.

La courbe maîtresse  $J_{13}(t) = f(\log t)$  (K1) semble être raisonnable alors que la courbe maîtresse  $J_{12}(t) = f(\log t)$  (K2) présente un point d'inflexion qui rend douteuse la procédure. On peut voir là l'effet de l'humidité sur la répartition des contraintes internes

du composite et entraînant des modifications structurales importantes. Ces modifications ne peuvent évidemment être prises en compte à travers un modèle aussi simple que celui nous tentons de fonder.

Il est clair en dernier lieu que l'application direct du principe de l'équivalence soulève a priori des difficultés dès lors qu'il s'agit d'un milieu hétérogène, au sein duquel de multiples phénomènes peuvent survenir, comme la dégradation des interfaces entre fibres et matrice. Dans la mesure où la matrice seule vérifierait ce principe, l'analyse des écarts à cette réduction permettrait de caractériser macroscopiquement les phénomènes supplémentaires dus à la présence des fibres. Il faut, pour l'instant, ne voir dans cette approche qu'une tentative de réduction purement phénoménologique d'un ensemble de résultats expérimentaux. Les écarts à la réduction sont-ils effectivement dus à la présence de fibres, il n'est pas possible de l'affirmer au niveau actuel de l'étude. Il est probable enfin qu'une correction verticale, corrigeant l'effet spécifique de la température sur les propriétés élastiques, aurait été nécessaire ; ceci est particulièrement visible dès que la déformation différée est faible devant la déformation instantanée (figures IV.17, couple 0,99 N.m).

$J(t)$  MPa<sup>-1</sup>

4,00e-4 -

Couple appliqué  $C = 0,99$  N.m

3,00e-4 -

□  $C_m = 0\%$

◆  $C_m = 1,78\%$

■  $C_m = 4,36\%$

◇  $C_m = 7,15\%$

2,00e-4 -

1,00e-4 -

Log t

Couple appliqué  $C = 2,06$  N.m

$J(t)$  MPa<sup>-1</sup>

4,00e-4 -

□  $C_m = 0\%$

◆  $C_m = 1,78\%$

■  $C_m = 4,36\%$

◇  $C_m = 7,15\%$

3,00e-4 -

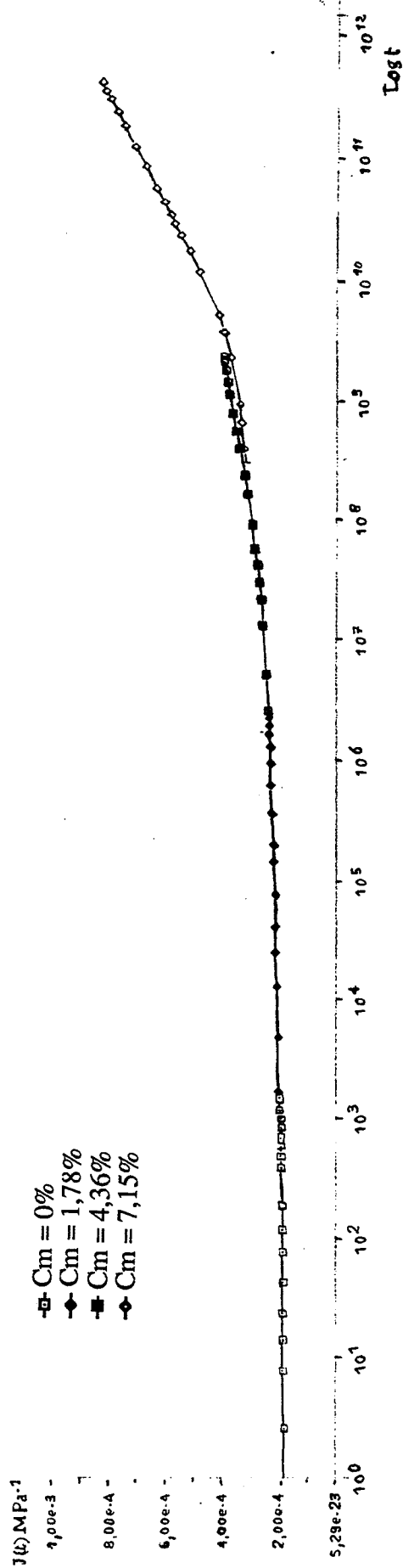
2,00e-4 -

1,00e-4 -

Log t

Figure IV.17 : Courbes maîtresses, des échantillons à fibres longitudinales matériau 3.

Couple appliqué  $C = 3,5 \text{ N.m}$



Couple appliqué  $C = 5 \text{ N.m}$

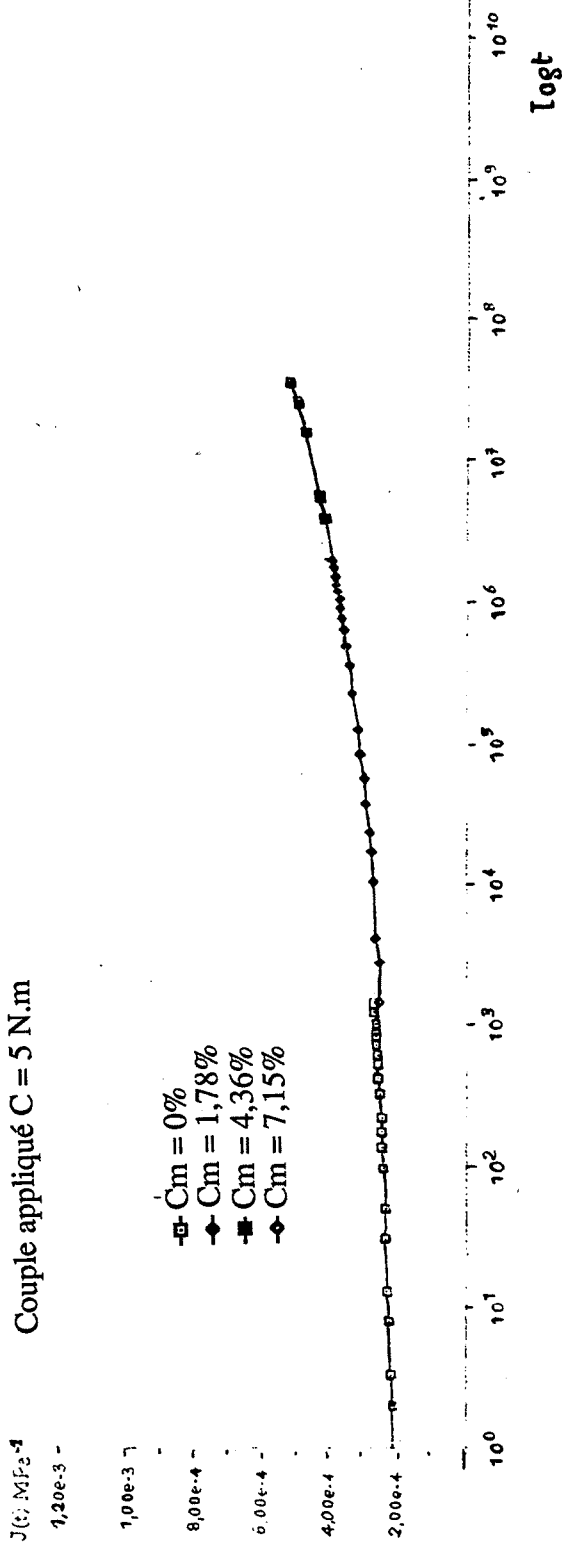


Figure IV.18 : Courbes maîtresses, des échantillons à fibres longitudinales matériau 3.

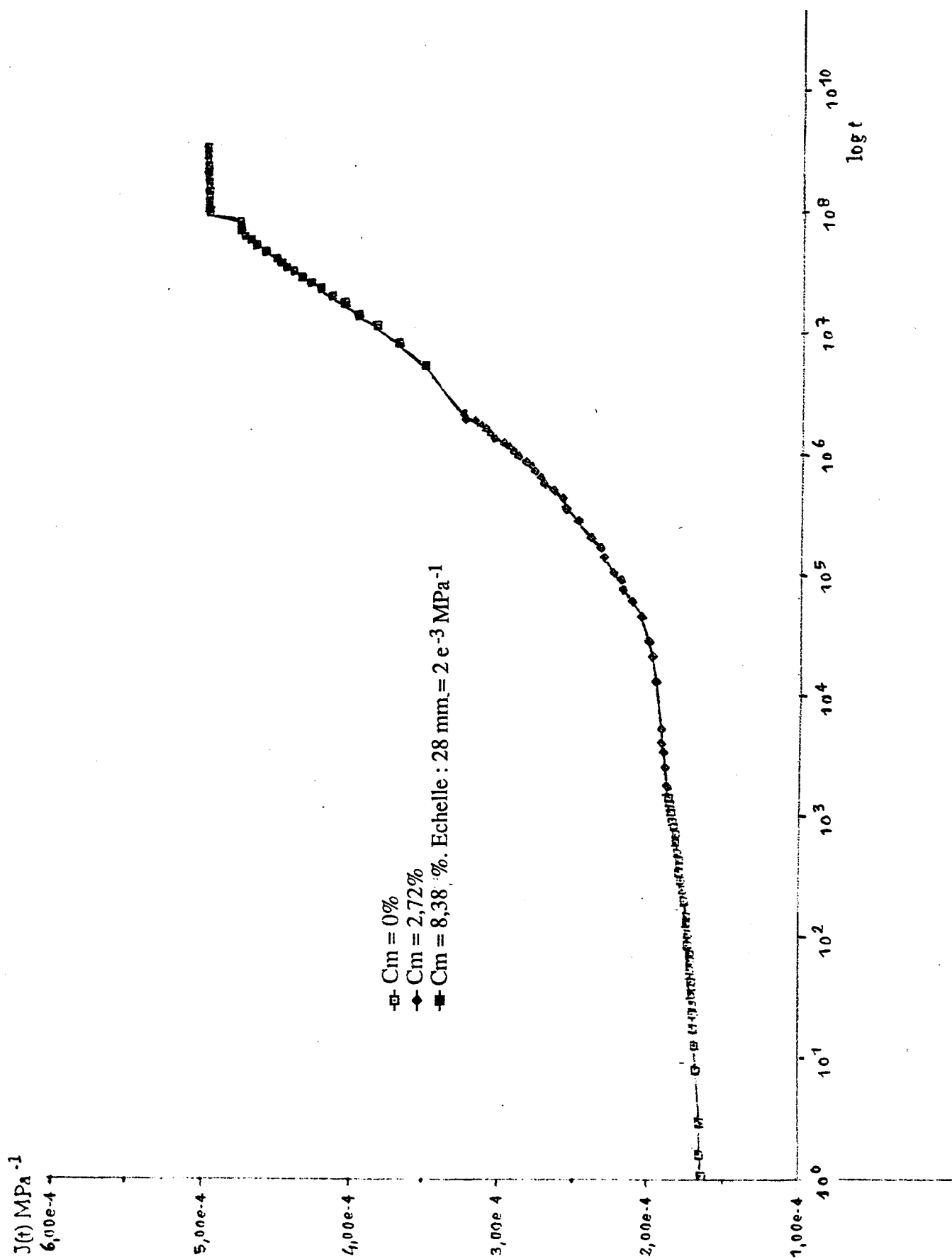


Figure IV.19 : Courbe maîtresse, des échantillons à longitudinales matériau 2.

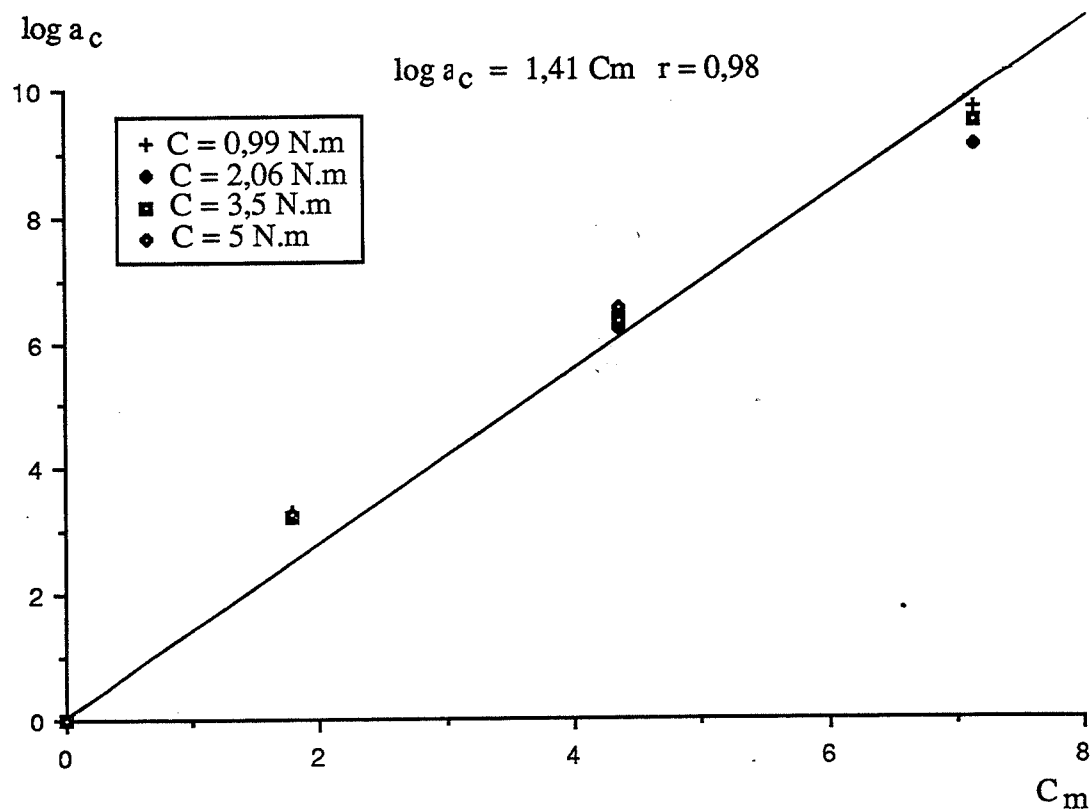


Figure IV.20 : Evolution du facteur de glissement en fonction de la concentration d'eau retenue, matériau 3.

L'origine est la concentration 0, par suite les translations des courbes sont positives.



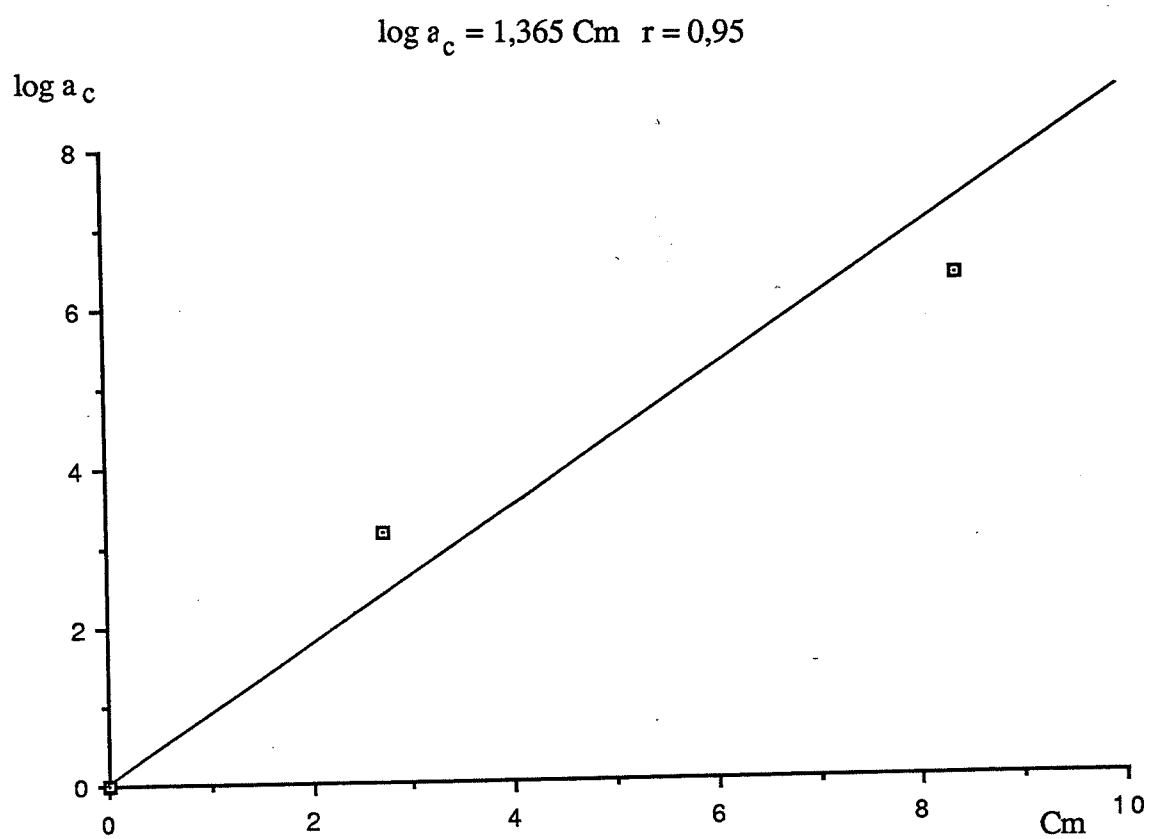


Figure IV.21 : Evolution du facteur de glissement en fonction de la concentration d'eau retenue, matériau 2.

Couple appliqué  $C = 2,49 \text{ N.m}$

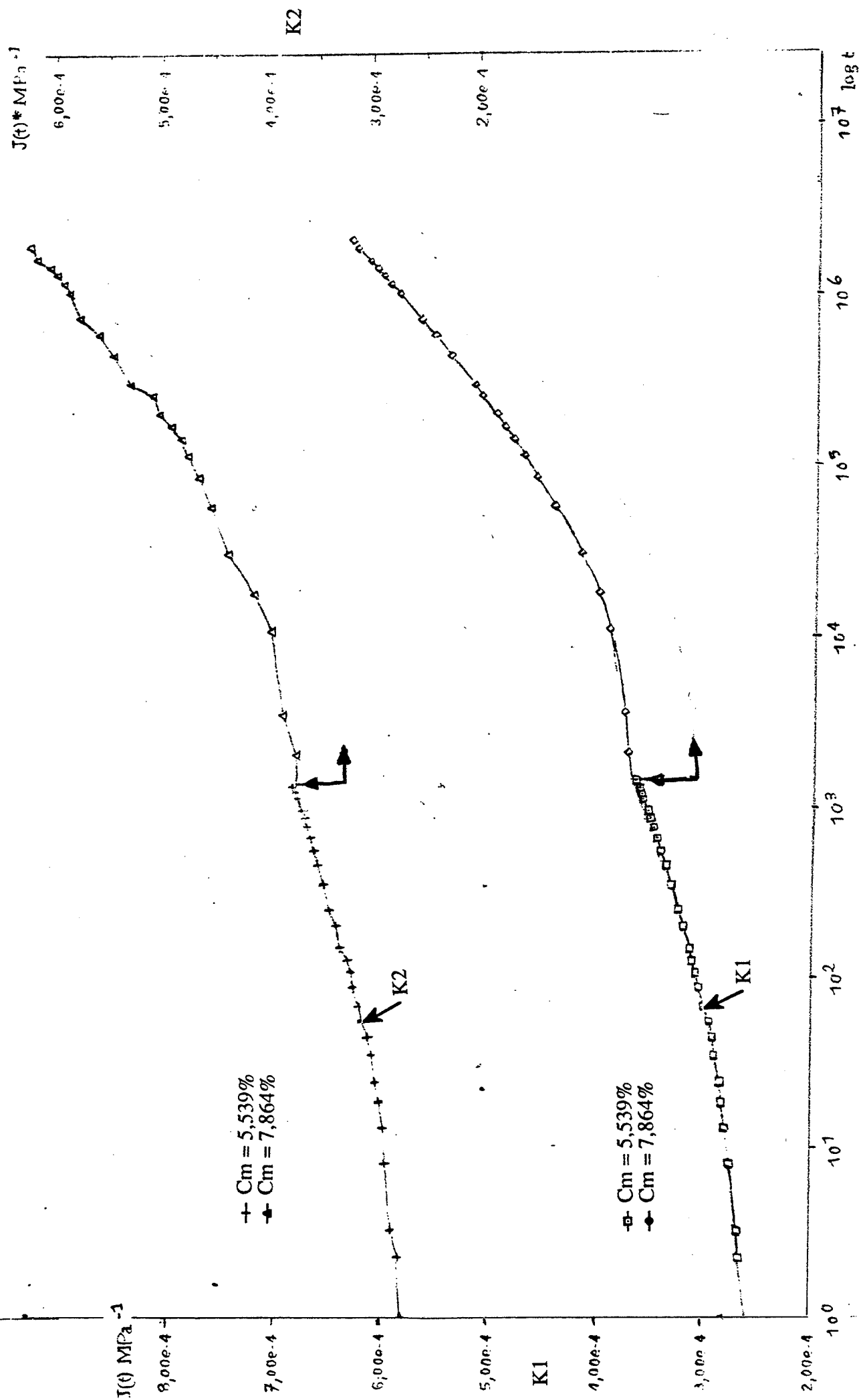


Figure IV.22 : Courbes maîtresses, des échantillons à fibres transverses, matériau 3.

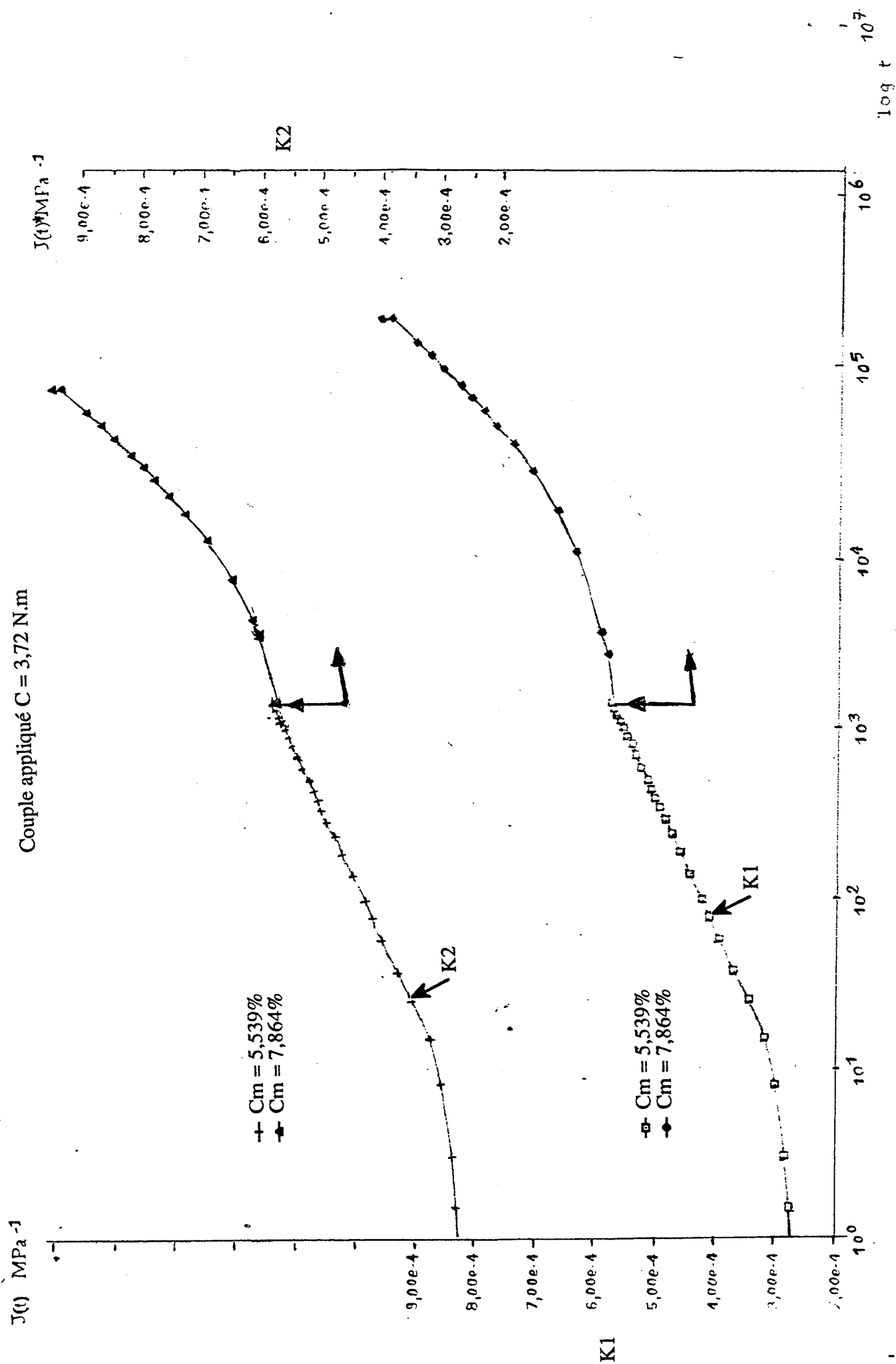


Figure IV.23 : Courbes maîtresses, des échantillons à fibres transverses, matériau 3.

### V.11.3 Conclusion.

1- Il est possible de construire pour chaque valeur du couple appliqué une courbe maîtresse de façon raisonnable compte tenu des incertitudes expérimentales. Ceci signifie qu'il existe pour les matériaux considérés une équivalence entre la concentration en eau à l'équilibre et la variable temps.

2- Le facteur de glissement  $\log a_c$  qui permet de réduire les réseaux de courbes est indépendant du couple appliqué, ce qui signifie que l'équivalence est la même quel que soit l'état des contraintes internes et conforte par conséquent notre approche.

3- De plus l'évolution du facteur de glissement en fonction de la concentration en eau à l'équilibre peut être approximée par une droite avec une excellente précision :

$\log a_c = 1,365 c_m$  avec un coefficient de corrélation égal à  $r = 0,95$  pour le matériau 2 et  $\log a_c = 1,41 c_m$  avec  $r = 0,98$  pour le matériau 3.

Il en résulte que, pour le matériau testé, la réponse mécanique en fluage à une concentration en eau donnée  $c_2$ , correspondant à une humidité relative fixée, se déduit de la réponse à une concentration  $c_1$  par une simple translation le long de l'axe des logarithmes du temps de valeur algébrique :

$$\log \frac{t'}{t} = \log a(c_2, c_1) = A(c_2 - c_1) \quad (\text{IV.4})$$

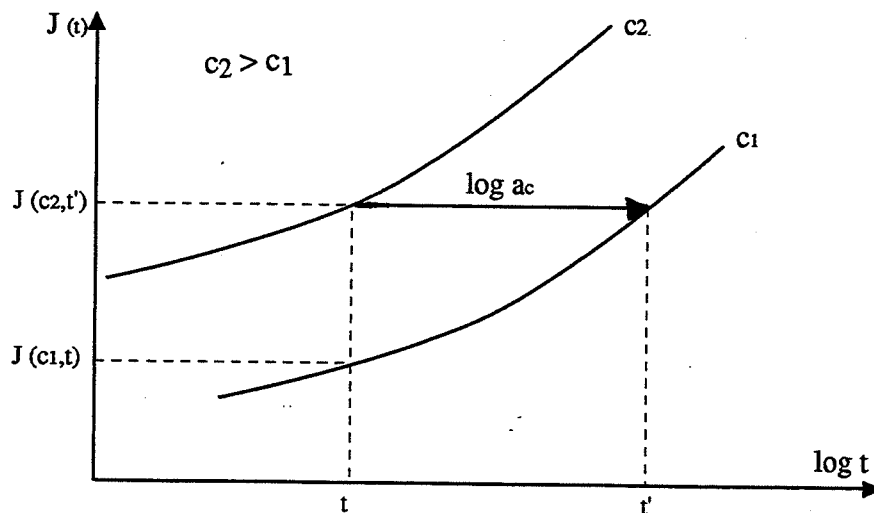


Figure IV.24 : Courbe type de complaisance en fonction du logarithme du temps.

A étant une constante indépendante du couple appliqué, dans le cas présent on a :

$$\log a_c = \log a(c_m, c_0) = A c_m$$

où :

A = 1,365 et 1,41 pour les matériaux 2 et 3 respectivement.

Un contrôle sur les complaisances obtenues à l'aide des essais de recouvrance devrait permettre de mieux étayer le modèle.

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVE.

Le travail présenté dans ce mémoire a porté sur les trois points essentiels suivants :

- conception et réalisation des machines d'essai de fluage en torsion,
- modélisation des cinétiques d'absorption, conditionnement des échantillons de type poutre à différents taux d'humidité relative à température constante,
- essais de fluage et recouvrance dans un environnement contrôlé en humidité et température.

Les machines de torsion conçues sont des machines simples de capacité maximale de 10 N.m. Le contrôle des conditions d'extrémités est assuré par le système à pinces de serrage poussé, ce dispositif permet de tester des éprouvettes de section droite carrée comprise entre 16 et 100 mm<sup>2</sup> ou cylindrique de section comprise entre 28 et 615 mm<sup>2</sup>. Leurs faibles dimensions leur permettent de fonctionner en parallèle dans une enceinte de climatisation.

Du point de vue de la modélisation des cinétiques d'absorption d'eau, nous avons choisi un modèle de diffusion tridimensionnelle s'appuyant sur une loi de Fick. Les diffusivités obtenues de chaque type d'échantillon sont globales du fait qu'on tient compte des diffusivités effectives à travers les trois directions de l'espace x, y et z.

Le cycle absorption-désorption obtenu est apparemment réversible quelle que soit l'humidité relative du milieu. Ces résultats justifient le choix de la température de 60°C a posteriori, même si on peut la juger trop élevée compte tenu des risques possibles d'endommagement.

La superposition des courbes d'absorption des échantillons à fibres longitudinales et transverses laisse apparaître que les échantillons à fibres transverses absorbent de l'eau à une vitesse plus grande que les échantillons à fibres longitudinales (matériaux 2 et 3). Ces résultats montrent l'effet direct de l'anisotropie de la diffusion.

Les courbes de prise de poids global obtenues en coordonnées réduites de l'ensemble des échantillons conditionnés à 60, 80 et 96% HR, conduisent à une bonne concordance avec la courbe théorique de Fick.

Les diffusivités globales du tissu de verre sont pratiquement indépendantes des conditions d'humidité relative, de plus il semble, dans les conditions des essais, les diffusivités globales soient identiques quel que soit le sens de découpe. Malheureusement, il n'a pas été possible d'accéder aux diffusivités du matériau compte tenu de la variation insuffisante de la longueur des éprouvettes.

Les valeurs des diffusivités effectives  $D_L$  (diffusivité suivant les fibres) et  $D_T$  (diffusivité suivant la direction perpendiculaire aux fibres), déterminées à partir des relations micromécaniques d'une part et des relations déduites du modèle de diffusion tridimensionnelle sont différentes en raison de la dispersion des valeurs expérimentales.

On note que l'absorption d'eau peut entraîner une modification géométrique de la structure. Dans notre cas une flèche d'environ de 0,5 et 1 mm respectivement des échantillons à fibres transverses verre/époxyde conditionnés à 80 et 96 % HR est constatée. L'interprétation de ce phénomène d'absorption est complexe, car on enregistre qu'un seul palier de saturation.

En ce qui concerne les essais de fluage et recouvrance nous constatons que :

- les complaisances de cisaillement sont très fortement influencées par la quantité d'eau absorbée par le matériau à l'équilibre,
- les essais de recouvrance montrent que les matériaux 2 et 3 étudiés (T300/914 et Structil) ont essentiellement un comportement viscoélastique non linéaire en cisaillement. En effet lors de la suppression de la charge appliquée, on observe une complaisance de cisaillement instantanée pratiquement récupérée et une complaisance différée (retardée) non linéaire mais récupérable lentement. Enfin une faible déformation permanente non récupérable peut être noté quand il y a écoulement irréversible de la matrice.

L'influence de l'humidité sur la valeur initiale du module de cisaillement plan sécant et transverse du matériau 3 est bien marquée. Ainsi le module de cisaillement plan sécant pour le couple imposé de 2,06 N.m passe de 6109 MPa (sec) à 4334 MPa (96% HR), soit environ 30 pour cent de diminution. La valeur initiale du module de cisaillement transverse pour un couple de 3,72 N.m passe de 4136 MPa (échantillon à 80% HR) à 2583 MPa (échantillon à 96% HR), soit environ 37 pour cent de diminution.

Pour le matériau 2, le module initial de cisaillement plan sécant passe de 6019 MPa (sec) à 402 MPa (80% HR) pour un couple de 0,5 N.m, ce qui représente une diminution du module de 93 pour cent.

On observe un endommagement visible (fissures) des échantillons à fibres longitudinales conditionnés à 80 et 96% HR des matériaux 2 et 3, pour des couples respectifs de 0,5 et 5 N.m. Les échantillons à fibres transverses conditionnés à 80 et 96% HR, se rompent suivant un plan incliné à 45 degrés par rapport à la section droite à des couples de l'ordre de 4 N.m. Cette rupture macroscopique est entraînée par la dégradation de l'interface fibre-matrice.

Ces résultats montrent clairement que la teneur en eau pour les matériaux étudiés conditionne fortement la valeur initiale du module de cisaillement plan sécant et transverse. De ce fait nous proposons un modèle linéaire simple par la méthode des moindres carrées. Ces droites obtenues permettent de tenir compte de la concentration en eau à l'équilibre sur le comportement mécanique en cisaillement pur.

L'évolution des complaisances de cisaillement dans le temps pour différents couples n'est pas d'une utilisation pratique aisée pour le concepteur. D'où la nécessité de réduire ces résultats à l'aide du principe d'équivalence temps humidité. Les courbes maîtresses ainsi obtenues et la courbe d'évolution du facteur de glissement en fonction de la concentration en eau peuvent permettre de prévoir le comportement du matériau pour les concentrations du domaine et dans une fenêtre temporelle raisonnable.

Cette étude pourrait se poursuivre suivant deux grandes voies pour le matériau T300/914 :

1 - du point de vue purement expérimental, il est clair que de nombreux progrès restent à faire pour le conditionnement des éprouvettes ; un certain nombre d'écarts ne peuvent s'expliquer que par une maîtrise insuffisante des paramètres expérimentaux. Une telle maîtrise est difficile en pratique car les essais sont de longues durées et exigent une surveillance attentive constante : vérification du bon fonctionnement des enceintes, des gradients de concentration, contrôle de l'état de surface des éprouvettes, réduction des perturbations liées au pesage. Un suivi dimensionnel serait sans aucun doute nécessaire également.

2 - En ce qui concerne le modèle, la vérification interne du bien fondé du principe de l'équivalence doit être entreprise : essais sur la résine et réduction des complaisances de fluage et de recouvrance suivant les mêmes lois. Il serait nécessaire d'effectuer des essais à long terme pour juger de la validité des prévisions et préciser la fenêtre



expérimentale pratique à l'intérieur de laquelle les précisions sont satisfaisantes. Enfin l'influence de l'effet de la température devrait évidemment être considérée.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Abdel-Hady F., Vautrin A., 1987, "Characterization of the time - dependent shear response of unidirectional carbon/epoxy laminate in torsion", Proceedings of the second international conference on testing, Evaluation and Quality Control of Composites, TECQ 87, Guilford (GB), publiés par J. Herriot, Butterworths, pp. 194-200.
- Adams D.F., Thomas R.L., 1967, "Test method for determination of unidirectional composite shear properties", Proceeding of the 12th national SAMPE symposium, Anaheim, California, pp. AC5.
- Adamson M.J., 1980, "Thermal expansion and swelling of cured epoxy resin used in graphite/epoxy composite materials", Journal of Materials Science, Vol. 15, 1980, pp. 1736-1745.
- ASTM D 2733, 1974, "Interlaminar shear strength of structural reinforced plastics at elevated temperatures" pp. 558-561.
- ASTM D 2344, 1972, "Standard test method for apparent interlaminar shear strength of parallel fiber composites by short - beam method" pp. 374-377.
- Barreau J.J., Laroze S., Gay D., 1983, "Torsion of a composite beam", Composite structures, Tome 2, edited by I.H. Marshall, pp. 146-154.
- Bonniau P., Bunsell A.R., 1984, "A comparative study of water absorption theories applied to glass epoxy composites", Environmental Effects on Composite Materials, edited by G.S. Springer, Technomic, Lancaster, pp. 209-229.
- Brinson H.F., 1985, "Viscoelastic behavior and lifetime (durability) predictions", Mechanical Characterization of Load Bearing Fibre Composite Laminates, edited by A.H. Cardon & G. Verchery, Elsevier Applied Science Publishers, Londres, pp. 3-30.
- Browning C.E., Husman G.E. & Whitney J.M., 1977, "Moisture effects in epoxy matrix composites", ASTM STP 617, Composite Materials : Testing and Design (Fourth Conference), Journal of Composite Materials, Vol. 12, Avril 1978, pp. 481-496.
- Carter H.G., Kibler K.G., 1978, "Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins", Journal of Composite Materials, Vol. 12, Avril 1978, pp. 118-127.
- Cauchy A., 1830, "Mémoire sur la torsion et les vibrations tournantes d'une verge rectangulaire", Oeuvres 1 et 2.
- Chiao C.C., Moore R.L., Chiao T.T., 1977, "Measurement of shear properties of fibre composites", Composites, juillet 1977, pp. 161-169.
- Comyn J., 1985, "Polymer Permeability", Elsevier Applied Science Publishers, 1985.
- Coulomb C., 1784, "Recherches théoriques et expérimentales sur la force de torsion et sur l'élasticité des fils de métal", Mémoires de l'Académie des Sciences.

- Crank J., 1975, *The Mathematics of Diffusion*, 2nd edition, Oxford University Press, Londres.
- Crossman F.W., Mauri R.E., Warren W.J., 1978, "Moisture-altered viscoelastic response of graphite/epoxy composites", ASTM STP 658, edited by J.R. Vinson, American Society for Testing and Materials, pp. 205-220.
- Crossman F.W., Wang A.S.D., 1978, "Stress field induced by transient moisture sorption in finite-width composite laminate", *Journal of Composite Materials*, Vol. 12, no 1, janvier 1978, pp. 2-18.
- Dastin S., Lubin G., Munyak J, Slobodzinski A, 1969, ASTM STP 460.
- Davis J.W., 1964, 19th SPI, février 1964, 19 A, pp. 1-12.
- Delasi R., Whiteside J.B., 1978, "Effect of moisture on epoxy resins and composites", ASTM STP 658, edited by Vinson, American Society for testing and Materials, pp. 2-20.
- Dewas J.N., 1982, "Le modèle de langmuir appliqué à la diffusion d'eau dans les matériaux composites type carbone époxy, Compte rendus des Troisièmes Journées Nationales sur les composites, JNC3, édités par A. Corvino et al, Editions Pluralis, Paris, pp. 89-96.
- Dewas J.N., Favre J.P., 1986, "Influence du cyclage (T, HR) sur la cinétique de diffusion d'eau dans les matériaux composites", *Compte rendus des Cinquièmes Journées Nationales sur les composites, JNC5*, édités par C. Bathias et D. Menkes, Editions Pluralis, Paris, pp. 379-393.
- Dickie R.A., 1977, "The viscoelastic properties of particulate polymeric composites", *Polymer Engineering Composites*, edited by M.O.W. Richardson, App.ied Science Publishers, Londres, pp. 155-195.
- Douglas D.A., Weitsman Y., 1980, "Stresses due to environmental conditioning of cross-ply graphite/epoxy laminates", *Advances in Composites Materials, Proceedings of the Third International Conference on Composite Materials*, edited by A.R. Bunsell et al., Pergamon Press, Paris, Vol.1, pp. 529-542.
- Favre J.P., Dewas J.N., 1984, "Diffusion d'eau dans les composites carbone/époxyde. Test d'un modèle basé sur l'absorption d'eau de la matrice", *Compte rendus des Quatrièmes Journées Nationales sur les Composites, JNC4*, édités par G. Verchery, Editions Pluralis, Paris, pp. 615-630.
- Férent B., Vautrin A., 1990, "Computer aided torsion test", *Proceedings of the second international conference on computer aided design in composite materials technology, CADCOMP 90*, edited by J.P. de Wilde and W.R. Blain, Brussels, 25-27 Avril 1990, Springer-Verlag, pp. 323-338.
- Férent B., Vautrin A., 1990, "Corrélation entre le comportement mécanique en cisaillement et l'interface fibre-matrice de composites unidirectionnels carbone/époxyde", *Rapp.ort d'essais*, Ecole des Mines de Saint-Etienne, Société Nationale des Poudres et Explosifs.

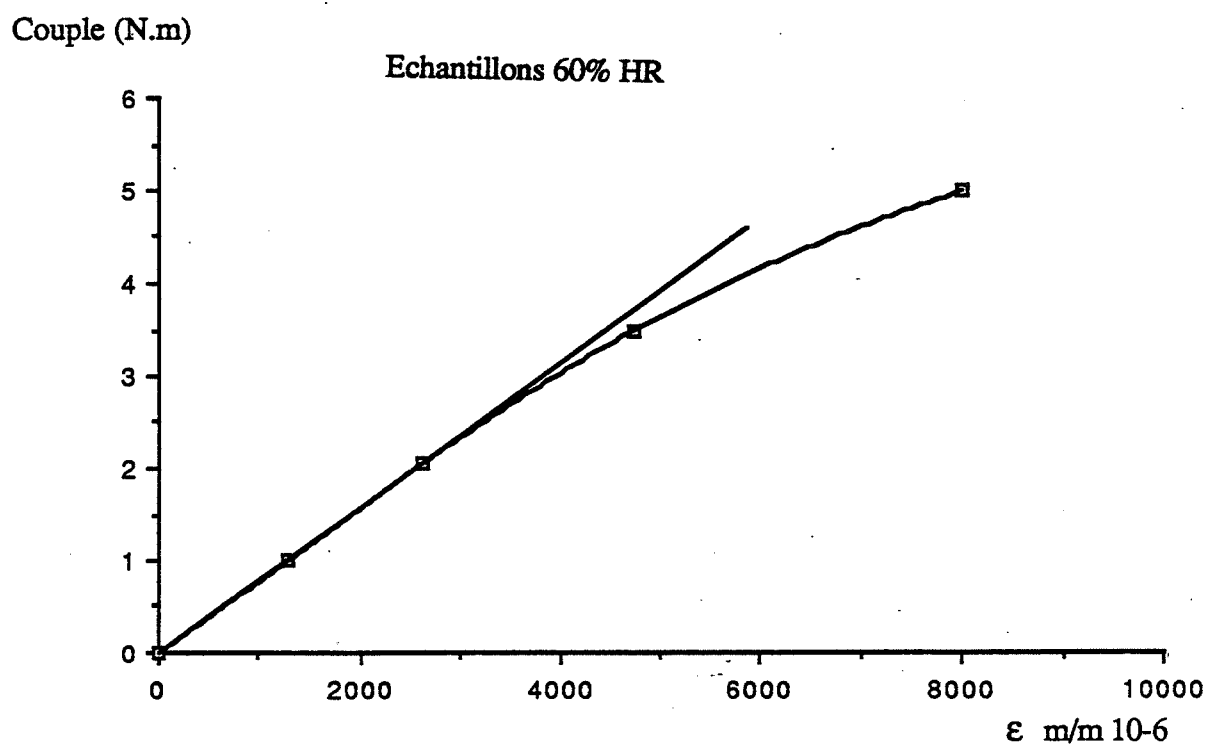
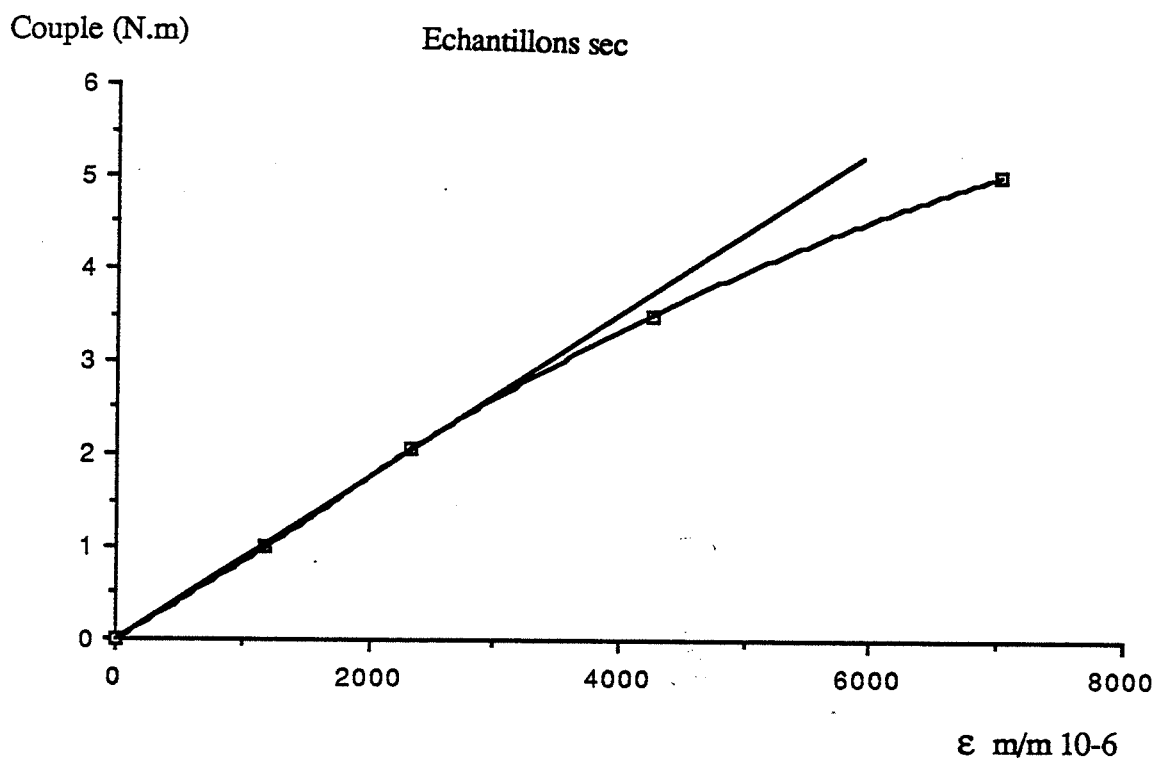
- Ferry J.D., 1970, *Viscoelastic Properties of Polymer*, 2nd edition, John Wiley and Sons, New York.
- Germain P., 1973, "Cours de mécanique des milieux continus" édition Masson, Tome 1.
- Hachani A., 1989, "Contribution à la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux composites anisotropes", Thèse de Doctorat présentée le 23 octobre 1989 à l'Université Claude Bernard (Lyon I).
- Hahn H.T., Kim.R.Y., 1978, "Swelling of composite materials" ASTM STP 658, edited J.R. Vison, American Society for Testing and Materials, pp. 98-120.
- Hanna G.L., Steingiser S., 1969, "Composites materials: testing and design", ASTM Special Technics Publishers 460, pp. 182-191.
- Hilaire G., Dewas J.N., 1980, "Etablissement d'un modèle microscopique d'absorption d'eau dans les composites", rapport DRET no 41.514/F.
- Hull D., 1981, *An introduction to composite materials*, Cambridge University Press, Cambridge.
- Il Yoon B., 1984, "Croissance de l'endommagement et évolution du comportement des stratifiés carbone-époxyde en fonction des sollicitations : cas du fluage et de la fatigue" Thèse de Docteur-Ingénieur présentée le 11 décembre 1984 à l'Université de Technologie de Compiègne.
- Kedward K.T., 1972, *Fibre Science and Technology*, Volume 5, pp. 85-95.
- Khadhraoui-Latrèche M., 1984, "Etude de l'endommagement de composites graphite/epoxy soumis à des chargements quasistatiques répétés en cisaillement", Thèse de Docteur-Ingénieur présentée le 2 juillet 1984 à l'Institut National des Sciences Nucléaires (Saclay).
- Kondo K., Taki T., 1981, "Moisture diffusivity of unidirectional composites", *Journal of Composite Materials* Vol. 16, mars 1982, pp. 82-93.
- Kurz W., Mercier J.P., Zambelli G., 1987, *Introduction à la science des matériaux*, *Traité des Matériaux*, Vol.1, Presses Polytechniques Romandes, Lausanne.
- Lifshitz J.M., 1982, "Strain rate, temperature and humidity influences on strength and moduli of a graphite/epoxy composite", *Composite Technology Review*, Vol 4, no 1
- Loos A.C., Springer G.S., 1981, "Moisture absorption of graphite/epoxy composites immersed in liquid and in humid air", *Environmental Effects on Composite Materials*, edited by G.S. Springer, Technomic, Westport, pp. 34-50.
- Markham M.F., Dawson D., 1975, "Interlaminar shear strength of fiber reinforced composites", *Composites*, Volume 6, juillet 1975, pp. 173-176.
- Menges G., Kleinholz R., 1969, *Kunststoffe* bd 59, Heft 12, pp. 959-966.
- Mulheron M., Jones F.R., Bailey J.E., 1986, "Moisture-induced thermal strains in glass fibre reinforced plastic composites", *Composites Science and Technology*, Vol. 25, 1986, pp. 119-131.

- Naceri A., 1991, "Caractérisation du comportement mécanique de composites renforcés par tissus en traction uniaxiale à différents taux d'humidité", Thèse de Doctorat présentée le 25 juin 1991 à l'Université Claude Bernard Lyon 1.
- Navier L., 1823, "Mémoires sur les lois d'équilibre et du mouvement des corps solides élastiques", Bull. Soc. Philomatiques, Paris.
- Phang C., Vong T.S., Verchery G., 1978, "Etude des tests de cisaillement d'un matériau composite à renforcement unidirectionnel", Compte-rendus des premières Journées Nationales sur les composites, JNC 1, Paris, pp. 182-189.
- Pipes R.B., Virson J.R., Chou T.W., 1976, "On the hygrothermal response of laminated composite systems", Journal of Composite Materials, Vol. 10, avril 1976, pp. 129-148.
- Ramahefarison E., 1985, "Formulation variationnelle mixte et analogie élastique pour les problèmes harmoniques plans", Thèse de Doctorat ès-sciences physiques présentée le 20 décembre 1985 à l'Université Pierre et Marie Curie (Paris VI).
- Rao R.M., Balasubramanian N., Chanda M., 1984, "Factors affecting moisture absorption in polymer composites, part 1: influence of internal factors", Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol.3, juillet 1984, pp. 232-243.
- Renard J., 1982, "Etude de l'endommagement en cisaillement dans les composites unidirectionnels", Thèse de Docteur-Ingénieur présentée le 5 février 1982 à l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers (Paris).
- Saint-Venant B., 1855, "Mémoire sur la torsion des prismes"
- Sattar S.A., Kellog D.H., 1969, "Effect of geometry on the mode of failure in the short beam test", Composite Materials: testing and design, ASTM STP 460, p 97.
- Shen C.H., Springer G.S., 1976, "Moisture absorption and desorption of composite materials", Journal of Composite Materials, Vol 10, jan 1976, pp. 2-20.
- Shen C.H., Springer G.S., 1981, "Moisture absorption and desorption of composite materials", Environmental Effects on Composite Materials, edited by G.S. Springer, Technomic, Westport, pp. 15-33.
- Shirrel C.D., 1978, "Diffusion of water vapor in graphite/epoxy composites", Advanced Composite Materials", pp. 21-42.
- Sims D.F., 1973, "In-plane shear stress-strain response of unidirectional composite materials", Journal of Composite Materials, 7, pp. 124-128.
- Surrel Y., Vautrin A., 1988, "Modélisation de la réponse plastique de stratifiés croisés [ $\pm\theta$ ]", Compte-rendus des sixièmes Journées Nationales sur les Composites, JNC 6, Paris, 11-13 octobre 1988.
- Springer G.S., 1981, "Introduction", Environmental Effects on Composite Materials, edited by G.S. Springer, Technomic, Westport, pp. 1-6.

- Springer G.S., 1987a, "Environmental effects", Composites Design, Third edition, edited by S.W. Tsai, Think Composites, Paris, pp. 16.01-16.18.
- Springer G.S., 1987b, "Hygrothermal effects", Composites Design, Third edition, edited by S.W. Tsai, Think Composites, Paris, pp. 17.01-16.11.
- Timoshenko S., Goodier J.N., 1961, "Théorie de l'élasticité", Librairie polytechnique, Ch. Béranger, Paris et Liège, 2<sup>e</sup> édition 1961.
- Tarnopol'skii Y.M., Kincis T., 1981, "Methods testing composites in shear (Review)", Mekhanika Kompozitnykh Materialov, 17, N°3, pp. 527 - 541.
- Valentin D., Paray F., Guetta B., 1986, "Vieillissement hygrothermique de composites fibres de verre PA66: influence sur leurs propriétés mécaniques", Comptes rendus des Cinquièmes Journées Nationales sur les Composites, JNC5, édités par C. Bathias et D. Menkes, Editions Pluralis, Paris, pp. 395-408.
- Vautrin A., 1983, "Contribution à la caractérisation mécanique des composites à renfort filamentaire", thèse de Doctorat d'état, Institut National Polytechnique de Lorraine, 21 janvier 1983.
- Verpoest I., Springer G.S., 1988, "Moisture absorption characteristics of aramid-epoxy composites", Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol.7, janvier 1988, pp. 2-32.
- Viccario A.A., Rizzo R.R., 1970, "Effect of length on laminated thin tubes under combined loading", Journal of Composite Materials, vol.4, p 273.
- Vinson J.R., 1978, "Environmental Effects", Advanced Composite Materials, ASTM STP 658, 1978.
- Vong T.S., 1980 "Etude jusqu'à rupture en traction de stratifiés en matériau composite graphite-époxy T300/5208, avec ou sans trou central", Rapp.ort de recherche N° 137, Ecole Nationale Supérieure des Techniques Avancées, Paris.
- Whitney J.M., Stansbarger D.L., Howell H.B., 1971, Journal of Composite Materials, vol. 5, janvier 1971, pp. 24-34.
- Whitney J.M., Grines G.L., Francis P.H., 1973, "Effect of end attachments on the strength of fiber reinforced composite, Experimental Mechanics, mai 1973, p 185.
- Whitney J.M., 1977, "Three-dimensional moisture diffusion in laminated composites", AIAA Journal, Vol 15, no 9, septembre 1977, pp. 1356-1358.
- Whitney J.M., Browning C.E., 1978, "Some anomalies associated with moisture diffusion in epoxy matrix composite materials", ASTM STP 658, edited J.R. Virson, American Society for Testing and Materials, pp. 61-83.
- Yeow Y.T et Brinson H.F., 1978 "A comparison of simple shear characterization methods for composite laminates", Composites, vol.9, pp. 49 - 55.

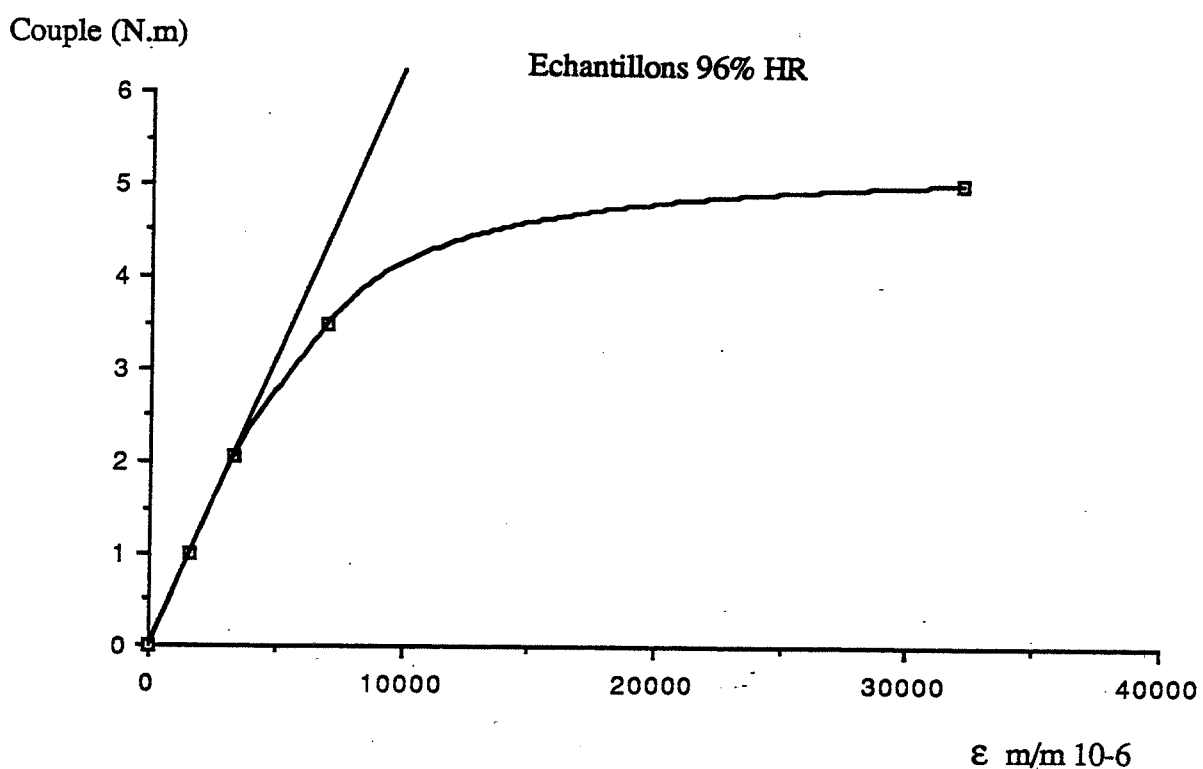
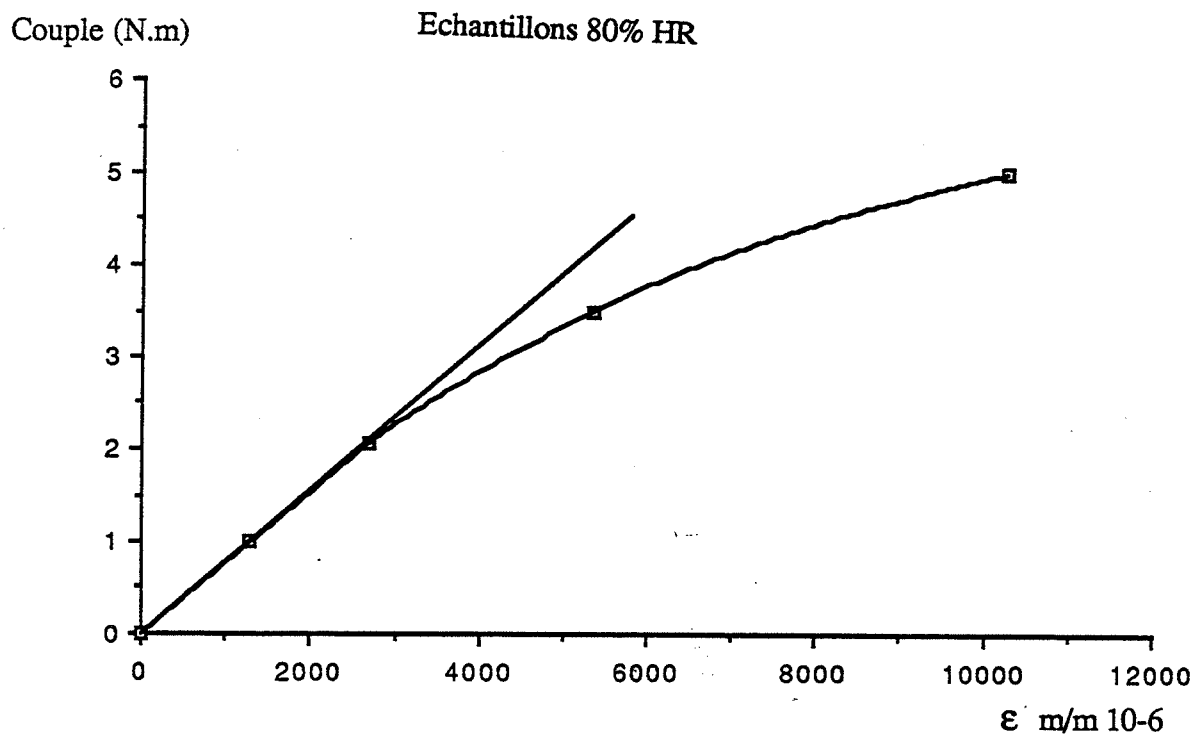
## **ANNEXE**

**Couples appliqués en fonction des déformations de cisaillements  
instantanées pour différentes humidités relatives.**



Figures 1: Couples appliqués en fonction des déformations de cisaillement instantanées pour un temps fixé de 3 secondes, échantillons conditionnés à 0 et 60 % HR.





Figures 2: Couples appliqués en fonction des déformations de cisaillement instantanées pour un temps fixé de 3 secondes, échantillons conditionnés à 80 et 96 % HR.



NOM : <b>LACHI</b> (avec précision du nom de jeune fille, le cas échéant) Prénoms : <b>Mohand Tayeb</b>		DATE de SOUTENANCE  <b>23 Octobre 1992</b>	
TITRE : <b>Fluage en torsion de composite à renforts filamentaires et matrice polymère : influence de l'humidité.</b>			
NATURE :		Numéro d'ordre : <b>237-92</b>	
DIPLOME DE DOCT.	DOCTEUR- INGENIEUR	DOCTORAT D'ETAT	DOCTORAT DE 3e CYCLE
<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Spécialité :			
Cote B.I.U. - Lyon : <b>T 50/210/19</b> / et bis		CLASSE :	
<p>RESUME : Cette étude se situe dans le contexte général de la caractérisation du comportement en cisaillement de composites à fibres de carbone ou verre et matrice polymère. Les éprouvettes parallélépipédiques à fibres longitudinales ou transverses sont soumises à des essais de fluage en torsion aux différents taux d'humidité relative 0, 60, 80 et 96% à la température constante de 60°C.</p> <p>Une étude introductive rappelle le problème de la caractérisation des propriétés de cisaillement et les bases théoriques du problème de torsion. Les phénomènes d'absorption d'eau des composites à matrice organique sont également présentés.</p> <p>La conception et la réalisation des machines d'essais de fluage en torsion simples peu encombrantes et de coût de fabrication raisonnable sont ensuite décrites. Ces machines permettent d'effectuer des essais en parallèle dans les enceintes de conditionnement.</p> <p>Les cinétiques d'absorption d'eau sont modélisés a priori par la loi de Fick. Le choix d'un barreau composite de section droite carrée à fibres longitudinales ou transverses permet en principe de déterminer les diffusivités effectives suivant les trois directions x, y et z de l'éprouvette.</p> <p>Trois composites à matrice polymère ont été étudiés : deux matériaux à base de fibres de verre E unidirectionnelles et tissées et un matériau à fibres de carbone unidirectionnelles. L'absorption d'eau suivant la direction des fibres est en général plus rapide que suivant la direction transverse, on caractérise ainsi l'anisotropie de la diffusion macroscopique. De plus les diffusivités expérimentales du composite renforcé par un tissu de verre équilibré sont pratiquement indépendantes des humidités relatives et de l'orientation, en première approximation la diffusivité peut être prise égale à <math>7,72 \cdot 10^{-7} \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}</math> à 60°C.</p> <p>Les essais de fluage d'échantillons saturés, testés à différents couples, permettent l'étude de la variation de la complaisance de cisaillement dans le temps en fonction de la quantité d'eau absorbée. Les courbes de complaisance les plus marquantes sont celles des échantillons verre/époxyde conditionnés à 80 et 96 % HR où l'on met en évidence la grande sensibilité du comportement en cisaillement à la concentration en eau. En outre l'endommagement observé des échantillons à fibres longitudinales se traduit par des fissures longitudinales suivant la direction des fibres alors que les transverses se rompent en traction transverse. Enfin, les courbes maîtresses obtenues et la courbe d'évolution du facteur de glissement en fonction de la concentration en eau permettent raisonnablement de prévoir le comportement du matériau dans un large domaine temps-concentration en eau.</p>			
MOTS-CLES : <b>composite à matrice polymère, cisaillement, torsion, fluage, humidité, comportement mécanique.</b>			
Laboratoire(s) de recherches : <b>Ecole des Mines de Saint-Etienne Département Mécanique et Matériaux</b>			
Directeur de recherches : <b>Professeur Alain VAUTRIN</b>			
Président du jury : <b>G. VERCHERY</b>			
Composition du jury : <b>P. Henrat P. Jodin C. Oytana J.P Soulier Y. Surrel A. Vautrin G. Verchery</b>			