



HAL
open science

Prédiction des premiers endommagements des composites tissés par modélisation à l'échelle microscopique et validation multi-échelle

Robin Naylor

► **To cite this version:**

Robin Naylor. Prédiction des premiers endommagements des composites tissés par modélisation à l'échelle microscopique et validation multi-échelle. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris–Saclay, 2019. Français. NNT : . tel-02437158

HAL Id: tel-02437158

<https://hal.science/tel-02437158>

Submitted on 13 Jan 2020

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.

Prédiction des premiers endommagements des composites tissés par modélisation à l'échelle microscopique et validation multi-échelle

Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay
préparée à l'École normale supérieure Paris-Saclay

École doctorale n°579 : Sciences Mécaniques et Énergétiques, MATériaux et
Géosciences (SMEMAG)
Spécialité de doctorat : Solides, structures et matériaux

Thèse présentée à Cachan, le 15 Mars 2019, par

M. Robin NAYLOR

Composition du Jury :

M. Pedro CAMANHO Professeur, Université de Porto	Rapporteur
M. Jean-Charles PASSIEUX Professeur, INSA Toulouse	Rapporteur
M. Yves REMOND Professeur, Université de Strasbourg – ECPM	Examineur
Mme. Fabienne TOUCHARD Chercheur CNRS, Institut Pprime	Examinatrice
M. Stéphane ROUX Chercheur CNRS, ENS Paris-Saclay	Examineur
M. Christian FAGIANO Docteur-Ingénieur de recherches, Onera	Examineur
M. Martin HIRSEKORN Docteur-Ingénieur de recherches, Onera	Examineur
M. Bastien TRANQUART Docteur-Ingénieur de recherches, Safran Composites	Invité
M. François HILD Chercheur CNRS, ENS Paris-Saclay	Invité
M. Emmanuel BARANGER Directeur de Recherches CNRS, ENS Paris-Saclay	Directeur de thèse

Titre : Prédiction des premiers endommagements des composites tissés par modélisation à l'échelle microscopique et validation multi-échelle

Mots clés : Composite, Endommagement, Modélisation microscopique, Corrélation d'images numériques, Multi-échelle, Microscope Électronique à Balayage

Résumé :

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre de la modélisation multi-échelle des matériaux composites à renfort tissé dans le but de prévoir leur comportement mécanique. Les objectifs de cette étude sont de caractériser et de modéliser les premiers stades de l'endommagement à l'échelle microscopique (échelle de la fibre et de la matrice) afin de prendre en compte leur influence lors de la modélisation du toron de fibres à l'échelle mésoscopique. La démarche adoptée consiste tout d'abord à caractériser expérimentalement les mécanismes d'endommagement d'un matériau composite tissé carbone/époxy lors d'essais de traction *in-situ* au Microscope Électronique à Balayage. Les mécanismes observés sont tout d'abord des décohésions aux interfaces fibres/matrice suivies d'une percolation avec la création de bandes de matrice qui s'étirent ensuite jusqu'à rupture provoquant la fissuration transverse du toron. À cette observation a été couplée une mesure de champ de déplacement par corrélation d'images numériques par approche globale avec régularisation mécanique. Une prise en compte de l'hétérogénéité du composite a été introduite dans cette méthode grâce à l'utilisation d'un maillage issu de la géométrie réelle du matériau. Afin de modéliser ces mécanismes d'endommagement, une géométrie représentative du composite à l'échelle microscopique ainsi que des lois de comportement pour les fibres (élastique linéaire), la matrice (viscoplastique, identifiée sur essai) et les interfaces fibres/matrice (loi cohésive bi-linéaire) ont été déterminées. Les observations expérimentales ont permis de déterminer des intervalles admissibles pour les paramètres de la loi cohésive parmi les valeurs disponibles dans la littérature. De plus, une comparaison des champs de déplacement mesurés expérimentalement et simulés numériquement ont permis de retrouver le même scénario d'endommagement. Enfin, cette modélisation a permis la création d'une enveloppe d'apparition des premiers stades de l'endommagement à l'échelle mésoscopique. L'approche proposée permet de prévoir l'apparition des premiers stades de l'endommagement au sein d'un toron de fibre en se basant sur des considérations physiques issues de l'échelle microscopique.



Title: Prediction of the first damages in woven composites structure by the establishment of a model at the microscopic scale and a multiscale validation

Keywords: Composite, Damage, Microscopic modelling, Digitale Image Correlation, Multi-scale, Scanning Electron Microscopy

Abstract:

The topic of this PhD thesis is multi-scale modeling of woven composites with the aim of predicting their mechanical behavior. The objectives of the presented work are the experimental characterization and numerical modeling of the first stages of damage at the microscopic scale (scale of the fibres and matrix) in order to take into account their influence in the modelling of a yarn at the mesoscopic scale. First, the characteristic damage mechanisms of a carbon fiber reinforced epoxy matrix woven composite are determined experimentally through *in-situ* tensile test in a Scanning Electron Microscope. The mechanisms observed are fibres/matrix decohesions followed by a percolation in a preferred path with the creation of matrix strips. These strips stretch until their rupture causing the transverse failure of the yarn. This observation is coupled with a full-field displacement measurement by global approach digitale image correlation with mechanical regularisation. The heterogenous nature of the composite is accounted for in the method by means of a microstructure-based mesh from the real material geometry. In order to model these damage mechanisms, a representative geometry of the composite at the microscale, and the mechanical behaviour of the fibres (linear elastic), the matrix (viscoplastic, experimentally identified) and the fibres/matrix interfaces (bi-linear cohesive zone model (CZM)) have been determined. The experimental observations allow restricting the possible range of the parameters of the cohesive zone model among published values for similar materials. Moreover, the experimentally observed and the numerically simulated displacement fields evidence the same damage scenario. Finally, the failure envelope of a yarn in the composite under combined tensile, compressive, and shear loading is determined based on microscale simulations. The proposed approach allows predicting the first stages of damage in a yarn based on the mechanics of the composite's constituents at the microscopic scale.



Table des matières

Notations générales	9
Introduction	11
1 État de l'art	17
1.1 Introduction	19
1.2 Caractérisation à l'échelle microscopique	19
1.2.1 Caractérisation du comportement de la fibre	20
1.2.2 Caractérisation du comportement de la matrice	21
1.2.3 Caractérisation du comportement de l'interface fibre/matrice	27
1.2.4 Caractérisation des endommagements des composites à l'échelle microscopique	29
1.2.5 Conclusion	29
1.3 Mesure de champs	30
1.3.1 Principe de la corrélation d'images numériques	31
1.3.2 Corrélation d'Images par approche locale	31
1.3.3 Corrélation d'images par approche globale	31
1.3.4 Création d'un mouchetis de surface	33
1.3.5 Conclusion	35
1.4 Modélisation du comportement microscopique	35
1.4.1 Modélisation du comportement de la matrice	35
1.4.2 Modélisation de la rupture de la matrice	37
1.4.3 Modélisation de la microstructure à l'échelle microscopique	38
1.4.4 Modélisation de l'interface fibre/matrice	40
1.4.5 Modélisation des contraintes résiduelles	42
1.4.6 Conclusion	43
2 Matériel et méthode	45
2.1 Introduction	47
2.2 Présentation du matériau	47
2.2.1 Architecture du matériau composite étudié	47
2.2.2 Caractéristiques de la fibre	48
2.2.3 Caractéristiques de la matrice	48
2.3 Principe de fonctionnement d'un MEB	49
2.3.1 Création du faisceau d'électrons	49
2.3.2 Interaction entre le faisceau d'électrons et la matière	52
2.3.3 Acquisition des images	56
2.4 Présentation du montage de traction in-situ	57
2.4.1 Présentation de la platine de traction	57
2.4.2 Présentation du dispositif d'observation multi-échelle	58

3	Caractérisation expérimentale	61
3.1	Introduction	63
3.2	Développement d'un essai <i>in-situ</i> au MEB	63
3.2.1	Mise en place de l'essai de traction <i>in-situ</i> au MEB	63
3.2.2	Optimisation de l'essai	68
3.3	Adaptation d'une méthode de CIN	74
3.3.1	Adaptation d'une méthode de création de mouchetis.	74
3.3.2	Choix du logiciel de corrélation	75
3.3.3	Adaptation de la CIN aux matériaux hétérogènes	79
3.3.4	Séparation des variables élastiques	82
3.4	Caractérisation expérimentale de la dégradation	86
3.4.1	Caractérisation visuelle de l'endommagement	86
3.4.2	Évaluation de la cinématique de l'endommagement	86
3.4.3	Essai de caractérisation par traction <i>in-situ</i> au MEB	87
3.5	Conclusion	93
4	Modélisation du comportement microscopique	95
4.1	Introduction	97
4.2	Modélisation microscopique du comportement	98
4.2.1	Modélisation du comportement non-linéaire de la matrice	98
4.2.2	Modélisation de la décohésion de l'interface fibres/matrice	106
4.2.3	Modélisation par éléments finis d'une cellule élémentaire microscopique	107
4.3	Optimisation du modèle	110
4.3.1	Influence de la distribution de fibres sur la rupture de l'interface fibres/matrice.	110
4.3.2	Influence des paramètres des zones cohésifs	111
4.3.3	Influence du critère de rupture matricielle	118
4.3.4	Influence des contraintes résiduelles	120
4.4	Validation expérimentale	124
4.4.1	Mise en place de la comparaison essai/calcul	124
4.4.2	Prise en compte des endommagements dans la corrélation d'images numériques	127
4.5	Critère mésoscopique	129
4.5.1	Mise en place de l'étude	129
4.5.2	Détermination d'une enveloppe d'apparition du premier endommagement	131
4.5.3	Détermination d'un critère analytique	132
4.6	Conclusion	135
	Conclusions générales	139
	Perspectives	141

Notations générales

Abréviations et sigles

AFM	<i>Atomic Force Microscope</i> (Microscope à Force Atomiques)
BSE	<i>BackScatered Electron</i> (Électron retrodiffusé)
CER	Cellule Élémentaire représentative
CIN	Corrélation d'Images Numériques (<i>Digital Image Correlation</i> DIC)
CTE	<i>Coefficient of Thermal Expension</i> (Coefficient de dilatation Thermique)
DGEBA	Bisphenol A diglycidyl ether
FE	<i>Finite Element</i> (Éléments Finis)
FEG	<i>Field Emission Gun</i> (Canon à Emission de Champ)
FIB	<i>Focused Ion Beam</i> (Sonde Ionique Focalisée)
LVDT	<i>Linear</i>
MEB	Microscope Électronique à Balayage
PCN	Point de Charge Nulle
PGD	<i>Proper Generalized Decomposition</i>
PMMA	<i>Poly(Methyl MethAcrylate)</i>
ROI	<i>Region Of Interest</i>
RSB	Rapport Signal sur Bruit
SE	<i>Secondary Electron</i> (Électron secondaire)
VER	Volume Élémentaire représentatif
ZOI	<i>Zone Of Interest</i>

Symboles mathématiques

X	Scalar
\vec{X} ou \mathbf{X}	Vecteur
$\underline{\mathbf{X}}$	Tenseur d'ordre deux
$\underline{\underline{\mathbf{X}}}$	Tenseur d'ordre quatre
$\ \bullet\ = \sqrt{(\bullet) : (\bullet)}$	Norme du tenseur (\bullet)
$(\bullet)^e, (\bullet)^p$	Partie élastique et plastique du tenseur (\bullet)
$\langle \bullet \rangle$	Moyenne volumique du tenseur (\bullet)
$\langle \bullet \rangle_+, \langle \bullet \rangle_-$	Partie positive et négative du tenseur (\bullet)

Introduction

L'émergence de nouveaux marchés dans le domaine du transport aérien tels que l'Asie ou le Moyen-Orient [Reux, 2017, Meddah, 2018] et le succès croissant du low-cost [Treguer, 2014] provoquent une croissance rapide du trafic aérien et de la demande. Un doublement de la flotte aérienne est prévu dans les 15 prochaines années et la concurrence se durcie avec l'arrivée de nouveaux acteurs notamment dans le secteur des moyen-courriers [Barthet et al., 2014].

A cela s'ajoute l'arrivée de nouvelles normes écologiques [OACI, 2017] imposant des réductions sur les émissions de gaz polluants, les consommations des moteurs et les bruits émis. L'ensemble de ces éléments oblige les industries aéronautiques, constructeurs et équipementiers, à rechercher des solutions toujours plus innovantes [CleanSky2, 2017].

Cela se traduit par une volonté de réduire la consommation en carburant des aéronefs et d'augmenter leur capacité de transport. Pour cela, il est nécessaire de réduire la masse des structures tout en conservant une performance mécanique suffisante. Les matériaux composites sont une très bonne solution à ce problème grâce à leur faible masse volumique et leurs bonnes propriétés mécaniques et physico-chimiques [Ashby, 1989]. Initialement utilisés pour des structures secondaires, les matériaux composites se sont imposés sur des pièces primaires telles que les aubes de soufflantes ou les braces de train d'atterrissage au point de représenter plus de 50% de la masse totale sur les derniers modèle d'avion [Courteau, 2013].

Les besoins toujours plus spécifiques des pièces de structure nécessitent des matériaux toujours plus innovants et adaptés au besoin tels que les composites tissés grâce à leur importante diversité dans le motif de tissage et leur facilité de drapage. Cependant, ces matériaux ne sont pas encore autant connus que les matériaux métalliques dont sont issues les pièces depuis plus de 50 ans. En effet, les industriels n'ont aujourd'hui pas autant de recul concernant leur comportement que pour les matériaux métalliques ni de modèles suffisamment prédictifs à disposition pour le dimensionnement de structures. A cause de ces méconnaissances, l'utilisation de pièces en composites coûte chère car elle nécessite d'une part, beaucoup d'essais de caractérisation et de validation et, d'autre part, des facteurs de sécurité élevés. Afin de les rendre compétitifs vis-à-vis des matériaux métalliques, il est nécessaire de réduire le coût de développement et de conception des pièces en composite. Cela nécessite le développement de modèles de comportement plus physiques et prédictifs. En effet, cela permettrait la réduction du nombre d'essais coûteux à effectuer pour concevoir ou dimensionner une pièce au profit d'une augmentation du nombre de simulations numériques et de réduire éventuellement les coefficients d'abattement.

Les premières modélisations de l'endommagement des matériaux composites ont été effectuées à l'échelle macroscopique *i.e.* l'échelle de la pièce (cf. Fig. 1) parce que cette échelle est directement observable. En effet, initialement, les pièces étaient dimensionnées par rapport à la rupture complète de la pièce. Or, à cette échelle, la géométrie et les dimensions des pièces sont aisément accessibles et les endommagements peuvent être détectés et observés à l'œil nu ou à faible grossissement optique. Les modèles concernaient tout d'abord des matériaux anisotropes de manière générale [Tsai and Wu, 1971] puis ils ont été adaptés à des composites tissés [Dumont et al., 1987]. Depuis, de nombreux modèles ont été développés à cette échelle pour des composites tissés 2D [Ladevèze et al., 1994, Maire and Chaboche, 1997, Hochard et al., 2001, Barbero et al., 2005, Thollon and Hochard, 2009] et 3D [Ansar et al., 2011]. Afin d'utiliser ces modèles

pour des applications industrielles, de nombreux cas particuliers doivent ensuite être étudiés. A ce titre, on peut prendre pour exemple le cas de l'*Onera Damage Model* (ODM) qui a été adapté pour prévoir la réponse macroscopique au cours d'essais statiques jusqu'à la ruine finale de la structure [Marcin, 2010], pour des chargements de fatigue [Rakotoarisoa, 2013], de compression [Hurmane, 2015], d'impact [Elias, 2015] ou de matage [Mounien et al., 2017]. Les résultats obtenus par ces modèles sont très satisfaisants ce qui justifie leur utilisation pour la conception de pièces industrielles. Cependant, l'identification de ces modèles est longue et coûteuse et nécessite des essais adaptés à l'identification de chaque paramètre. Ces essais sont, de plus, parfois très complexes à mettre en place [Maire and Pacou, 1996]. On peut citer à titre d'exemple les essais de matage sur composite tissé 3D qui montrent la difficulté à faire des essais représentatifs des assemblages réels [Mounien et al., 2017]. Enfin, ces modèles doivent être ré-identifiés à chaque modification du matériau que ce soit au niveau de sa composition (nature des constituants) ou de son architecture (agencement des constituants).

Afin de prendre en compte l'agencement du composite dans la conception des pièces de structures, de nombreuses modélisations de l'échelle mésoscopique (cf. Fig. 1) ont été développées dans les dernières années. Elles permettent de modéliser l'effet de l'architecture sur l'endommagement soit de manière diffuse pour des plis unidirectionnels [Ladeveze and Lubineau, 2003, Lubineau and Ladeveze, 2008] ou tissé [Obert et al., 2014], soit de manière discrète [Le Page et al., 2004, Pineau et al., 2011, Doitrand et al., 2017]. Cependant, ces différentes approches, bien que prenant en compte l'architecture du matériau, restent trop grossières pour modéliser l'initiation et la propagation des premiers stades de l'endommagement qui se situent à l'échelle microscopique. Or ces premiers stades d'endommagement sont responsables de la tenue en fatigue des pièces de structures. Dès lors, l'étude du comportement du matériau composite à l'échelle microscopique devient nécessaire autant pour permettre de prédire le comportement en fatigue des pièces mais aussi pour développer des critères de rupture ou des lois de comportement plus physiques pour la modélisation à l'échelle mésoscopique.

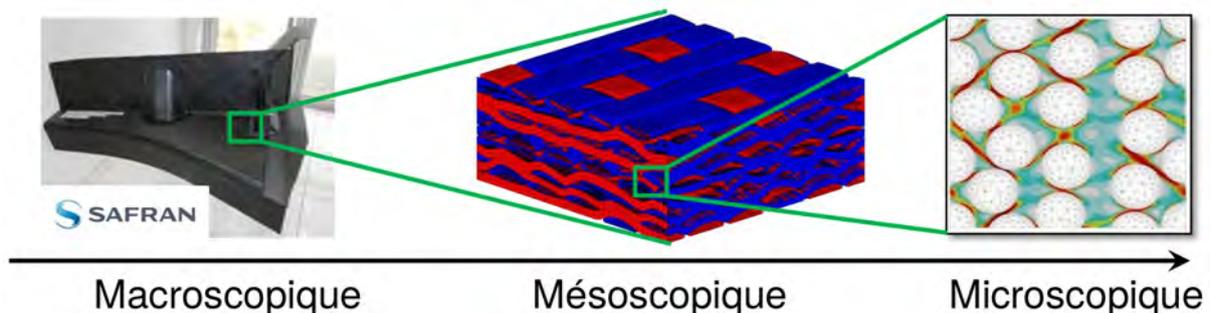


FIGURE 1 – Échelles caractéristiques des matériaux composites tissés.

La modélisation de l'échelle microscopique implique la prise en compte du comportement de chaque constituant individuellement et de leur interaction. Cela en fait un sujet vaste traité par de nombreux auteurs autant du point de vue de la modélisation numérique que du point de vue de la caractérisation expérimentale. La fibre est souvent considérée comme élastique orthotrope [Peebles et al., 1998] et modélisée comme telle. Ses propriétés longitudinales peuvent être mesurées lors d'essais sur fibre seule [Ogihara et al., 2009, Kant and Penumadu, 2013] mais ses propriétés transverses sont difficilement mesurables.

Dans le cas des composites à matrice organique (CMO), la matrice, faite de résine thermoplastique ou thermodurcissable, possède à petite échelle un comportement viscoplastique isotrope qui peut être caractérisé par des essais de traction sur barreau ou compression sur plot [Morelle et al., 2017]. De nombreux chercheurs ont modélisé le comportement de la résine seule depuis le modèle BPA en 1988 [Boyce et al., 1988] jusqu'à des théories élasto-viscoplastiques prenant en compte le couplage thermo-mécanique en grandes déformations telles que celle de Anand, Ames [Anand et al., 2009, Ames et al., 2009] et élargient pour des températures supérieures à

la T_g [Srivastava et al., 2010]. Lors de la modélisation de l'échelle microscopique certains auteurs vont prendre en compte l'ensemble de ces éléments [Canal et al., 2009] mais d'autres vont supposer un comportement élastique linéaire pour simplifier les simulations et réduire le temps de calcul [Carraro and Quaresimin, 2014]. Cependant, la majorité des auteurs font l'hypothèse que la résine se comporte de la même façon seule et à l'intérieur du composite. Or, il a été montré que ce comportement est dépendant du volume sollicité. En effet, des filaments de résine, d'un volume similaire à celui existant au sein d'un composite, possèdent une résistance en traction supérieure à celle des éprouvettes classiques [Hobbiebrunken et al., 2007]. Cette hypothèse n'est donc pas encore validée aujourd'hui mais de nombreux travaux essaient d'y apporter une réponse expérimentale [Monclus et al., 2010, Wang et al., 2012, Rodríguez et al., 2012, Aldridge et al., 2014, Belec et al., 2015, González et al., 2017].

L'interaction entre la fibre et la matrice crée ce que l'on peut considérer comme un troisième constituant à savoir l'interphase fibre/matrice. La modélisation de cette interphase peut se faire de manière explicite par l'insertion d'éléments entre la matrice et les fibres mais elle est majoritairement traitée comme une interface entre les fibres et la matrice. Dans ce dernier cas, un grand nombre d'auteurs vont considérer une rupture élastique fragile et définir des critères pour déterminer l'initiation de la décohésion fibre/matrice et sa propagation [García et al., 2014a, Carraro and Quaresimin, 2014, Mantič, 2009] comme cela est fait au niveau mésoscopique pour la rupture transverse d'un toron de fibres [Doitrand et al., 2015]. Une autre manière de procéder est l'utilisation d'éléments d'interfaces et d'une loi cohésive pour modéliser l'endommagement [Lene and Leguillon, 1982, Canal et al., 2012b, Herráez et al., 2015, Morelle et al., 2017]. Cependant, chacune de ces méthodes se base sur des paramètres caractéristiques de l'interface qui sont difficilement mesurables telle que l'énergie critique dissipée. La caractérisation et l'amélioration de la tenue de l'interface [Sharma et al., 2014] fait donc l'objet de recherches depuis de nombreuses années. De plus, l'étude de l'interface pose toujours des problèmes en ce qui concerne la variabilité des résultats trouvés et leur pertinence [Herrera-Franco and Drzal, 1992, Piggott, 1997]. De nombreuses méthodes existent pour essayer de mesurer les propriétés interfaciales [Zhandarov and Pisanova, 1997, Mai et al., 1998] : push-in/out [Rodríguez et al., 2012, Canal et al., 2012b], test de fragmentation [Zhou et al., 1999, Zhou and Goodson, 2001], test de Broutman [Ageorges et al., 1999, Schüller et al., 2000], pull-out [Miller et al., 1987], test crucifix [Ogihara et al., 2009] ou encore par Microscope à Force Atomique (MFA) [Wang and Hahn, 2007, Monclus et al., 2010], mais aucune méthode n'est unanimement reconnue par la communauté scientifique.

Enfin, le choix du Volume Élémentaire Représentatif (VER) de l'échelle microscopique peut, là aussi, se faire de différentes façons. Certains auteurs vont essayer de représenter l'agencement fibreux de manière réaliste à partir de visualisations expérimentales [Pulungan et al., 2017], ou aléatoire afin de prendre en compte l'influence de la distribution des fibres [Canal et al., 2012a, Vaughan and McCarthy, 2011a, Herráez et al., 2015]. D'autres vont considérer un agencement idéalisé tel qu'un agencement hexagonal afin de ne modéliser qu'une fibre et ainsi diminuer la taille des simulations [Paris et al., 2003]. Enfin, certains considèrent une fibre seule dans un milieu supposé infini afin d'étudier précisément l'interaction entre la fibre et la matrice [Carraro et al., 2015].

Il existe donc dans la littérature une très grande diversité concernant les possibilités de modélisation de l'échelle microscopique. Cependant, afin de pouvoir utiliser ces différentes modélisations pour prédire les premiers stades de l'endommagement, il est nécessaire de les valider expérimentalement à l'échelle microscopique. Pour cela, il faut mettre en place une campagne expérimentale adéquate. Tout d'abord, la taille et la forme des éprouvettes doivent être dimensionnées afin de permettre l'initiation des premiers stades de l'endommagement. Ensuite, il est aussi important de bien optimiser les paramètres d'acquisition des moyens d'observation afin d'être en mesure de valider les modèles. En effet, il est nécessaire de pouvoir à la fois observer l'échantillon avec une résolution suffisante pour observer les premiers stades de l'endommagement et en même temps mesurer les déplacements ou les efforts appliqués à cet échantillon. Or, à cette échelle, l'observation doit se faire à l'aide d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) car l'ordre de grandeur d'une décohésion fibre/matrice est d'environ quelques dizaines

de nanomètres. Les essais mécaniques doivent alors être adaptés pour être effectués dans la chambre d'observation d'un MEB [Mortell et al., 2014, O'Dwyer et al., 2014]. Par ailleurs, les méthodes traditionnelles de mesures appliquées aux échelles supérieures tels que les capteurs de déplacement du type LVDT (*Linear Variable Differential Transformer*) ou l'émission acoustique ne sont pas utilisables. La seule méthode pouvant mesurer des champs de déplacement à cette échelle est la Corrélation d'Images Numériques (CIN) [Sutton et al., 2009] mais elle nécessite bien souvent l'ajout d'une texture de surface [Berfield et al., 2007] afin d'augmenter la précision de la mesure. Certains auteurs ont essayé de valider leur modèle par ces moyens [Canal et al., 2012a] mais la grande diversité du point de vue de la modélisation du comportement à l'échelle microscopique et la difficulté de mesurer des grandeurs physiques à cette échelle expliquent le peu de littérature sur la validation microscopique de ces modèles ou sur des comparaisons essais/calculs.

Par ailleurs, même si la modélisation de l'échelle microscopique est nécessaire pour pouvoir modéliser les premiers stades de l'endommagement et dimensionner les pièces en fatigue, elle ne peut être utilisée pour modéliser une pièce complète. En effet, il existe une différence de plusieurs ordres de grandeur entre les détails de l'échelle microscopique (quelques microns) et la taille caractéristique d'une pièce (de l'ordre du mètre). Modéliser une pièce à l'échelle microscopique donnerait lieu à un problème complexe avec plusieurs milliards de degrés de liberté qui ne serait pas traitable avec les puissances de calculs actuelles. Les informations obtenues à l'échelle microscopique doivent être alors transportées aux échelles supérieures de manière adéquate.

La première étape est d'obtenir les propriétés effectives élastiques de l'échelle supérieure. Pour cela, on distingue deux types d'approches : (i) les approches en champ moyen et (ii) les approches en champ complet. La première méthode simplifie le problème en considérant une inclusion ellipsoïdale dans un milieu infini pour déterminer l'expression analytique du comportement homogénéisé équivalent [Mori and Tanaka, 1973]. Cette approche ne marche que pour des fractions très faibles en fibres afin de satisfaire l'hypothèse d'une inclusion dans un milieu infini. Une amélioration de cette méthode a été proposée pour prendre en compte un taux de fibres plus élevé en considérant les propriétés du milieu entourant l'inclusion comme étant le comportement homogénéisé [Doghri, 2013]. Le processus de détermination des propriétés effectives devient alors itératif. Pour atteindre des taux de fibres supérieurs ou prendre en compte la distribution des fibres, il est nécessaire d'utiliser une approche de type champ complet résolue par éléments finis. Le volume microscopique est créé de façon à être périodique et représentatif de l'échelle concernée. Il est alors possible de déterminer les propriétés effectives de l'échelle supérieure quel que soit le taux de fibres ou leur distribution [Devries et al., 1989, Gross and Seelig, 2018]. Cependant, ces approches restent dans le cadre de l'élasticité linéaire et ne tiennent pas compte des comportements non-linéaires que peuvent avoir les constituants ou de l'apparition d'endommagement.

Prendre en compte ces aspects non-linéaires pose de nombreux problèmes. Afin de modéliser tous les phénomènes de l'échelle microscopique en restant dans une approche par éléments finis, Feyel [Feyel, 1999] a proposé la méthode FE2. Cette méthode permet d'exécuter, en chaque point de Gauss du calcul de l'échelle mésoscopique, une simulation sur un Volume Élémentaire Représentatif (VER) en utilisant les valeurs de déformation et contrainte au point de gauss comme conditions limites. Cette méthode permet de modéliser le comportement multi-échelle d'un matériau en prenant en compte des non-linéarités de comportement comme des lois de comportement anélastiques ou des endommagements à l'échelle inférieure. Toutefois, elle nécessite de stocker pour chaque pas de temps du calcul la totalité des calculs effectués à l'échelle inférieure. Cette méthode est donc longue et coûteuse ce qui la rend inutilisable pour des cas d'application avec un grand nombre de degrés de liberté.

Entre ces deux extrêmes, se trouvent d'autres approches pour faire remonter des informations d'une échelle à l'autre. Certains chercheurs se sont orientés vers des approches semi-analytiques telles que la TFA (Transformation field Analysis) [Dvorak, 1992] ou la NTFA (Nonuniform Transformation Fields analysis) [Michel and Suquet, 2003]. Ces approches permettent de prendre en

compte des comportements non-linéaires mais sous certaines hypothèses. La TFA suppose des champs homogènes sur les sous-domaines du modèle microscopique et nécessite parfois un grand nombre de sous-domaines. Elle permet cependant de faire remonter l'endommagement de l'interface fibre/matrice [Roussette et al., 2009, Kruch and Chaboche, 2011]. La NTFA, quant à elle, vient décomposer le comportement du modèle microscopique sur un ensemble de modes inélastiques définis au préalable. Là encore, certains cas demandent de nombreux modes pour bien prendre en compte le comportement microscopique. Enfin, une autre façon de faire passer des informations de l'échelle microscopique vers l'échelle mésoscopique est la détermination d'un critère de rupture ou d'endommagement de l'échelle supérieure à partir de multiples simulations à l'échelle inférieure [Vaughan and McCarthy, 2011b]. Ces méthodes rentrent dans une démarche de *virtual testing* consistant à remplacer les essais physiques par leurs équivalents numériques pour réduire le coût de développement des pièces.

L'ensemble de ces études montrent qu'il est possible de faire remonter des grandeurs caractéristiques de l'échelle microscopique vers l'échelle mésoscopique pour prendre en compte l'aspect multi-échelle des matériaux composites tissés. Cependant, ces approches ne prennent pas toujours en compte l'ensemble des phénomènes ayant une influence sur l'initiation des premiers endommagements. De plus, les modélisations de l'échelle microscopique utilisées sont très peu validées expérimentalement et ne permettent pas une prédiction fiable des premiers stades de l'endommagement apparaissant à cette échelle.

L'objectif de cette thèse consiste à mettre en place une démarche de caractérisation expérimentale adaptée à l'étude des premiers stades d'endommagement suivie d'une modélisation numérique par éléments finis de ces endommagements. L'adaptation d'une méthode de corrélation d'images numériques permettra la validation de la modélisation de l'échelle microscopique. Cette dernière servira à faire remonter des informations à l'échelle supérieure, *i.e.*, l'échelle mésoscopique, pour prédire l'apparition des premiers stades de l'endommagement au sein d'un toron dans un composite carbone/époxy tissés en satin de 5.

Le premier chapitre dresse une vue d'ensemble de l'état de l'art dans le domaine de la modélisation et de la caractérisation des matériaux composites à l'échelle microscopique avec une focalisation sur les composites tissés. Une première section détaille les méthodes de caractérisation des propriétés des constituants et de l'endommagement de ces matériaux. Une deuxième section se concentre sur la mesure de champs de déplacement par Corrélation d'Images Numériques (CIN). Puis, une troisième section présente les différentes stratégies de modélisation du comportement et de l'endommagement d'un composite tissé à l'échelle microscopique. Enfin, une quatrième section décrit les différentes méthodes pour transférer des informations d'une échelle à l'autre et en particulier de l'échelle microscopique à l'échelle mésoscopique.

Le matériau de l'étude ainsi que le fonctionnement des différents outils utilisés dans les travaux présentés par la suite sont détaillés dans le second chapitre. Tout d'abord, l'architecture du matériau composite étudié ainsi que les principales caractéristiques de ces constituants seront présentées. Ensuite, ce chapitre présente le fonctionnement d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) et des principaux signaux qui seront utilisés par la suite pour analyser le matériau. Enfin, une présentation du montage de traction utilisé lors de la campagne expérimentale est effectuée.

La caractérisation de l'endommagement du matériau à l'échelle microscopique est présentée dans un troisième chapitre. La première section traite de l'observation de la cinématique complète de l'endommagement, depuis son initiation, à l'échelle microscopique, jusqu'à la rupture du toron, afin de caractériser les premiers stades de l'endommagement au sein d'un CMO carbone/époxy tissé en satin de 5. Dans une seconde partie, une adaptation d'une méthode de corrélation d'images numériques par approche globale avec régularisation mécanique est proposée afin de mesurer les champs de déplacement sur la surface du matériau. Enfin, une troisième section met cette méthode en application pour caractériser le matériau de l'étude.

Les informations obtenues expérimentalement permettent de développer une modélisation de l'endommagement à cette échelle. Ce modèle et sa validation expérimentale font l'objet d'un

quatrième chapitre. La première et la seconde section se concentrent sur la modélisation du comportement avec les prises en comptes des non-linéarités géométriques et matériaux. La troisième section se focalise sur la comparaison des résultats obtenus avec les champs de déplacement mesurés expérimentalement. Enfin, dans une dernière section, les informations obtenues par la modélisation sont utilisées pour définir à l'échelle mésoscopique un critère d'apparition du premier endommagement microscopique.

Enfin, un dernier chapitre discute les résultats obtenus lors de cette études et résume les conclusions tirées dans les précédents chapitre. Ce chapitre fait aussi état des différentes perspectives de ce travail à court et moyen termes.

État de l'art de la caractérisation et de la modélisation des matériaux composites tissés à l'échelle microscopique

Résumé

Ce chapitre établit un état de l'art des méthodes et outils de caractérisation et de modélisation de l'endommagement des matériaux composites à l'échelle microscopique. Un rappel est effectué tout d'abord sur les principales méthodes de caractérisation du comportement des constituants de ces matériaux. Ensuite, les différentes approches pour mesurer des champs de déplacement par corrélation d'images numériques sont analysées. Puis, un rappel est fait sur la modélisation des comportements des constituants et de l'endommagement des matériaux composites tissés à cette échelle. Enfin, une dernière partie traite des différentes méthodes pour faire remonter des informations d'une échelle à l'autre.

Sommaire

1.1 Introduction	19
1.2 Caractérisation à l'échelle microscopique	19
1.2.1 Caractérisation du comportement de la fibre	20
1.2.2 Caractérisation du comportement de la matrice	21
1.2.3 Caractérisation du comportement de l'interface fibre/matrice	27
1.2.4 Caractérisation des endommagements des composites à l'échelle microscopique	29
1.2.5 Conclusion	29
1.3 Mesure de champs	30
1.3.1 Principe de la corrélation d'images numériques	31
1.3.2 Corrélation d'Images par approche locale	31
1.3.3 Corrélation d'images par approche globale	31
1.3.4 Création d'un mouchetis de surface	33
1.3.5 Conclusion	35
1.4 Modélisation du comportement microscopique	35
1.4.1 Modélisation du comportement de la matrice	35
1.4.2 Modélisation de la rupture de la matrice	37
1.4.3 Modélisation de la microstructure à l'échelle microscopique	38
1.4.4 Modélisation de l'interface fibre/matrice	40
1.4.5 Modélisation des contraintes résiduelles	42
1.4.6 Conclusion	43

1.1 Introduction

Le but de cette thèse est de mettre en place une méthode permettant de prédire les premiers stades de l'endommagement au sein d'éprouvette en composite avec application sur le cas d'un matériau composite tissé en carbone/époxy. Cela nécessite, d'une part, des méthodes d'observation adaptées pour comprendre et caractériser les mécanismes d'endommagement générés lors de la sollicitation du matériau depuis leur initiation jusqu'à leur propagation ; et d'autre part, le développement de modélisations plus physiques et prédictives pouvant reproduire les endommagements observés. De nombreuses études ont déjà été réalisées dans ces domaines et ce chapitre a pour but d'établir un état de l'art résumant les outils de caractérisation et de modélisation de l'endommagement des matériaux composites tissés à l'échelle microscopique.

La première étape est d'être en mesure de caractériser le comportement et la dégradation du matériau à l'échelle microscopique. À cette échelle, les constituants du composite sont distincts. Caractériser le comportement du composite revient alors à caractériser le comportement de ses constituants et de leurs interactions. Cependant, ce comportement peut être amené à évoluer si le constituant est étudié seul ou au sein du composite. Par ailleurs, caractériser le comportement du composite, c'est aussi caractériser la manière dont les constituants s'endommagent. Pour cela, un état de l'art des différentes méthodes existantes pour la caractérisation des constituants seuls ou *in-situ* du composite et de leur endommagement est effectuée dans la première section.

Ces caractérisations permettent d'obtenir des informations sur les propriétés des constituants ou du composite mais ne permettent pas de mesurer des déformations au cours d'une sollicitation mécanique. À cette échelle, l'une des seules méthodes utilisables est la corrélation d'images numériques. La deuxième section se focalise sur les différentes approches de la corrélation d'images numériques et les méthodes utilisées pour l'améliorer.

Toutes les informations expérimentales obtenues donnent les principaux éléments à intégrer dans la modélisation du comportement du composite. Elles permettent de déterminer les lois de comportement à utiliser pour modéliser le comportement des constituants ainsi que les endommagements à représenter. Pour autant, il existe de nombreuses manières de la faire et la troisième section dresse un état de l'art de l'ensemble de ces méthodes pour justifier les choix faits pour cette étude.

À cette échelle, les méthodes et outils sont communs à de nombreux matériaux composites et les méthodes développées dans cette étude sont, elles-aussi, utilisables pour de nombreux types de matériaux. Toutefois, l'application choisie dans cette thèse concerne un matériau composite tissé 2D en carbone/époxy. Par conséquent, lorsque cela est possible, l'accent est mis sur les méthodes et outils développées pour ce matériau.

1.2 Caractérisation des matériaux composites à l'échelle microscopique

Les composites, comme leur nom l'indique, sont des matériaux composés de plusieurs constituants différents. Dans le domaine aéronautique, ces constituants sont très souvent, d'une part, des fibres faites d'un matériau possédant une forte rigidité et résistance permettant de soutenir les sollicitations appliquées, tel que le carbone et, d'autre part, une matrice faite d'un matériau plus souple tel qu'une résine thermodurcissable qui fait le lien entre les composantes renforçantes. On peut aussi, dans certains cas, considérer un troisième constituant créé par la réunion des deux précédents à savoir l'interface fibre/matrice. A l'échelle microscopique, ces constituants sont distincts et doivent être caractérisés indépendamment. Ils peuvent être alors caractérisés seuls ou dans le composite [Herráez et al., 2017].

1.2.1 Caractérisation du comportement de la fibre

Dans le cas du composite étudié dans cette thèse, la fibre est en carbone et possède un comportement élastique transverse isotrope [Donnet and Bansal, 1998, Paris and Peterlik, 2009]. Ces principales caractéristique physiques sont présentées dans le tableau 1.1. Le matériau se présente sous forme de filament de plusieurs mètres de long ce qui rend sa caractérisation particulière. En effet, contrairement à des *matériaux volumiques* tel que les métaux, il n'est pas possible d'usiner des éprouvettes permettant de déterminer des propriétés spécifiques. Ce sont les essais qui doivent être adaptés à la structure de la fibre.

TABLE 1.1 – Propriétés physiques caractéristiques d'une fibre de carbone. ([Paris and Peterlik, 2009, Herwig, 2014]; www.hexcel.com; www.techniques-ingenieur.fr)

¹ : Coefficient d'expansion thermique.

Matériaux	Diamètre de fibre (μm)	Masse volumique ($g.cm^{-3}$)	CET ¹ longitudinal ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	CET ¹ transverse ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
Carbone	4 - 15	1.77 - 2.12	-1.3 - +0.3	34 - 36

Dans le sens longitudinal, c'est à dire dans le sens de la plus grande longueur de la fibre, la fibre peut être caractérisée de manière classique. Cela peut être effectué à l'aide de tests de traction [Peebles et al., 1998], de compression sur plot [Shinohara et al., 1993] ou de tests de flexion trois points [Naito et al., 2009]. Les propriétés caractéristiques sont résumées dans le tableau 1.2.

TABLE 1.2 – Propriétés mécaniques longitudinales caractéristiques d'une fibre de carbone. ([Shinohara et al., 1993, Guigon et al., 1984, Endo, 1988, Peebles et al., 1998, Naito et al., 2009, Paris and Peterlik, 2009]; www.hexcel.com; www.techniques-ingenieur.fr)

Module de Young longitudinal (GPa)	Contrainte à rupture - tension (MPa)	Elongation à rupture (%)	Contrainte à rupture - compression (MPa)
136 - 940	900 - 6 300	0.3 - 2.2	1 030 - 2 450

Cependant, dans le sens transverse la caractérisation est plus difficile due aux dimensions de la fibre. Certaines propriétés telles que le module de Young transverse restent accessibles avec des essais classiques. Bien qu'il ne soit pas mesurable par un essai de traction, il est mesurable par un essai de compression [Kawabata, 1990, Naito et al., 2017] (cf. Tab.1.3). Les autres propriétés mécaniques, telles que la ténacité, doivent être obtenues en mettant en place des méthodes plus complexe tel que de la nano-indentation [Maurin et al., 2008, Csanádi et al., 2017] ou de la traction sur fibre entaillée à l'aide d'une sonde ionique focalisée ou *Focalised Ion Beam* (FIB) [Herráz et al., 2016, Kant and Penumadu, 2013, Ogihara et al., 2009, Naito, 2018] (cf. Fig.1.1).

TABLE 1.3 – Propriétés mécaniques transverses caractéristiques d'une fibre de carbone. ([Shinohara et al., 1993, Kawabata, 1990, Maurin et al., 2008, Paris and Peterlik, 2009, Naito et al., 2017]; www.hexcel.com; www.techniques-ingenieur.fr)

Module de Young transverse (GPa)	Contrainte à rupture - compression (MPa)	Ténacité - K_{1c} ($MPa.m^{1/2}$)
1.41 - 17.49	37 - 3 340	1.02 - 4.84

À toutes ces difficultés, s'ajoute une grande variabilité dans les résultats obtenus. En effet, une grande dispersion peut être observée entre différentes fibres testées mais aussi au sein de la même fibre. Huson *et al.* ont ainsi démontré que la rigidité mesurée par nano-indentation pouvait varier de 8 à 19% sur une longueur de 20 microns sur une même fibre [Huson et al., 2014] et que la variation de la ténacité pouvait aller jusqu'à 25%.

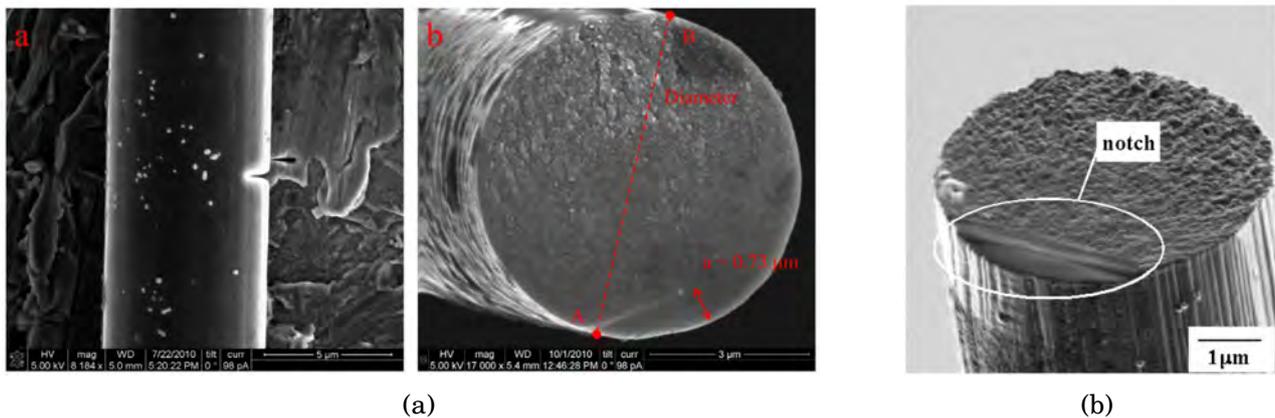


FIGURE 1.1 – a) Essai de traction sur fibre de carbone entaillée de type T700 : (gauche) Micrographie MEB de l'entaille, (droite) surface de rupture [Kant and Penumadu, 2013]. b) surface de rupture après essai de traction sur fibre de carbone entaillée de type IM-600 [Ogihara et al., 2009].

1.2.2 Caractérisation du comportement de la matrice

Dans le cas du composite étudié dans cette thèse, la matrice est une résine époxy faisant partie de la famille des polymères thermodurcissables. Ces matériaux, à l'instar des polymères thermoplastiques, possèdent un comportement non-linéaire élasto-viscoplastique avec une ductilité moins prononcée [Halary et al., 2011].

On trouve dans la littérature de nombreux travaux sur le comportement mécaniques des polymères thermoplastiques ainsi que sur la compréhension de leur origine physique [Bowden and Jukes, 1972, Bauwens-Crowet et al., 1972, Bauwens-Crowet, 1973, G'sell and Jonas, 1979, G'sell and Jonas, 1981, G'sell et al., 1983, Richeton et al., 2007]. La littérature est beaucoup moins abondante concernant les polymères thermodurcissables. Cependant, les explications et les observations effectuées sur les mécanismes impliqués dans la déformation des matériaux thermoplastiques peuvent être majoritairement transférées aux matériaux thermodurcissables selon certains auteurs. En effet, ces deux classes de matériaux présentent les mêmes allures de courbes lors de leur déformation en compression et cisaillement [Yamini and Young, 1980a, G'sell et al., 1990]. De plus, il a été montré par Halary *et al.* [Halary et al., 2011] que les modèles moléculaires de Eyring [Eyring, 1936] et Robertson [Robertson, 1966], portant sur les relaxations α (transition vitreuse) et β (relaxation secondaire) pour des résines thermoplastiques, pouvaient aussi être appliqués aux résines thermodurcissables [Halary et al., 2011]. En particulier, dans le cas des résines thermodurcissables, Halary *et al.* ont montré que la relaxation secondaire est particulièrement importante. Cette dernière est due à des mouvements coopératifs des groupements hydroxypropyléther, possible malgré la réticulation des chaînes polymères [Halary and Lauprêtre, 2015a]. *L'objectif de cette thèse n'étant pas la modélisation du comportement moléculaire d'une résine époxy, il sera supposé par la suite que le comportement de la résine peut être expliqué et modélisé par des phénomènes à petite échelle et des lois similaires à celles développées pour l'étude des résines thermoplastiques.*

Avant de détailler les principales démarches de caractérisation pour des matériaux polymères thermoplastiques et thermodurcissables, un rappel est fait sur les différents phénomènes observés lors d'une déformation macroscopique pour des températures en dessous de la T_g . Ces différents phénomènes sont représentés sur la figure 1.2 où l'on peut distinguer : (1) une région initiale élastique/visco-élastique, (2) un maximum local de la contrainte correspondant à un pic de transition, (3) un adoucissement du comportement avec une diminution de la contrainte, (4) un plateau plus ou moins prononcé suivi d'une ré-augmentation de la contrainte jusqu'à rupture du matériau si la sollicitation est poursuivie. Dans le cas contraire, on observe alors : 5) une décharge non-linéaire et 6) une recouvrance partielle de la déformation [Morelle, 2015]. Chaque phénomène est détaillé ci-dessous afin de définir le vocabulaire employé et d'expliquer succinc-

tement les mécanismes physiques sous-jacents.

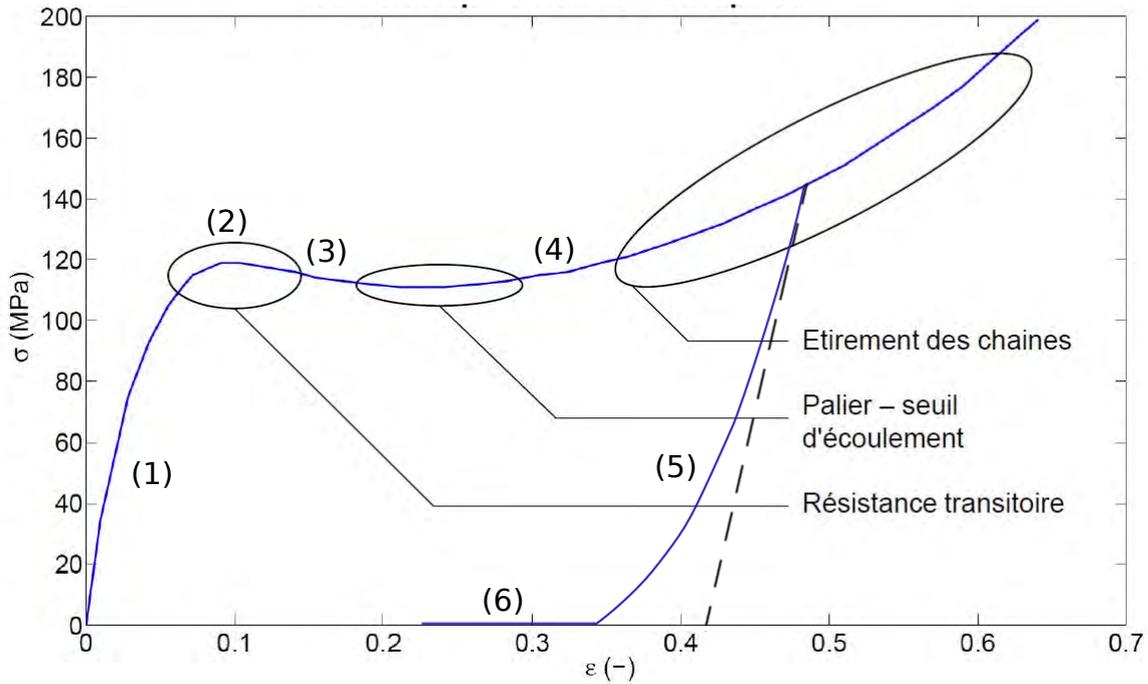


FIGURE 1.2 – Représentation schématique de la courbe contrainte/déformation en compression pour des polymères thermoplastiques ou thermodurcissables : 1) région élastique/visco-élastique, 2) pic de transition, 3) adoucissement, 4) plateau et re-durcissement, 5) décharge non-linéaire, 6) recouvrance.

Région élastique/visco-élastique - région 1 Au début de la sollicitation, le comportement est visco-élastique à cause des interactions entre les chaînes polymères [Haward and Thackray, 1968, G'sell and Jonas, 1981] avec un module de Young compris entre 1 et 4 GPa pour les polymères thermodurcissable type époxy. Ces interactions permettent une relaxation des contraintes provoquant une non-linéarité du comportement. Cependant, dans cette région l'ensemble des déformations restent visco-élastiques et peuvent donc être récupérées avec un faible temps de recouvrance [Morelle, 2015].

Pic de transition - région 2 Le maximum local situé après la partie visco-élastique est nommé pic de transition. Il correspond au moment où la vitesse d'écoulement est égale à la vitesse de déformation ce qui provoque l'arrêt de l'augmentation de la contrainte. La valeur de ce pic peut être différente pour une sollicitation en traction ou en compression à cause de l'orientation de chaînes polymères [Argon and Bessonov, 1977]. De plus, cette valeur est très dépendante de la température, de la vitesse de sollicitation et de la pression hydrostatique [Haward and Bowden, 1973]. La dépendance à ces deux derniers paramètres est particulièrement important lors de la modélisation des composites à l'échelle microscopique. En effet, les simulations sont souvent effectuées à température constante mais la structure aléatoire du composite peut créer des zones soumises à différentes vitesses de déformation et pression hydrostatique locales.

D'un point de vue physique, ce pic correspond au dépassement de la résistance inter-moléculaire permettant le mouvement des chaînes les unes contre les autres. Les mouvements ainsi créés sont irréversibles et entraînent la plastification du matériau.

Adoucissement - région 3 Une fois passé ce maximum local, on observe une diminution de la contrainte provoquant un adoucissement du comportement. Cette région se trouve juste après le pic de transition élastique/plastique, elle est donc très dépendante de l'histoire thermomécanique du matériau. Cette région se trouve, de plus, juste avant le plateau et la ré-augmentation de la

contrainte, elle est donc aussi très dépendant de la densité de réticulation du polymère comme expliqué dans la section suivante.

Ce phénomène d'adoucissement est souvent accompagné d'un phénomène de localisation avec la formation de bandes de cisaillement. La déformation se concentre alors dans ces bandes jusqu'à atteindre localement l'étape de déformation suivante [Wu and Van der Giessen, 1993]. Ce phénomène peut être caractérisé expérimentalement par des observations sous lumière polarisée [Haward and Bowden, 1973, Bowden and Jukes, 1968, Kinloch, 2013].

Ce phénomène est dû à la réorganisation des chaînes polymères une fois que l'énergie apportée a permis le dépassement de la résistance intermoléculaire permettant ainsi les mouvements entre chaînes. L'origine de ce phénomène n'est pas encore parfaitement comprise aujourd'hui. Elle peut soit provenir d'une dépendance à la vitesse de sollicitation [Haward and Bowden, 1973, G'sell and Jonas, 1979, Liang and Liechti, 1996], soit d'une localisation microscopique [Sindt et al., 1996, Hasan and Boyce, 1995].

Étirement des chaînes polymères - région 4 La réorganisation des chaînes polymères entraîne la diminution de la résistance transitoire (adoucissement) jusqu'à une valeur asymptotique provoquant ainsi la création d'un plateau. À partir d'un certain point, les liens entre les chaînes polymères vont empêcher de nouveaux mouvements de chaînes et ces dernières vont alors s'étirer en créant une ré-augmentation de la contrainte [Wang and Guth, 1952, Senden et al., 2010, G'sell and Gopez, 1985]. Ce phénomène souvent appelé résistance entropique est très dépendant de la densité de réticulation du polymère [Van Melick et al., 2003] et apparaît pour des sollicitations importantes qualifiées de grandes déformations. Cependant, selon certains auteurs, cette ré-augmentation de la contrainte pour de grandes déformations serait due à d'autres phénomènes, tels qu'un changement du volume d'activation, et pas uniquement à la résistance entropique à l'alignement des chaînes [Senden et al., 2010, Govaert et al., 2008, Hoy and Robbins, 2006, Hoy and Robbins, 2008, Hoy, 2011].

Décharge avec contrainte de rappel - région 5 Dans le cas où le matériau n'est pas sollicité jusqu'à rupture, on observe une décharge non-linéaire du matériau. Cette décharge est souvent comparée à l'effet Bauschinger pour les matériaux métalliques. Ce phénomène est relié à des contraintes internes appelées contraintes de rappel [Haward and Bowden, 1973]. Cependant, les mécanismes microscopiques responsables de ce phénomène ne sont pas totalement compris aujourd'hui.

Recouvrance statique - région 6 Une fois que le matériau est complètement déchargé, il continue à évoluer. On observe alors une réduction de l'élongation résiduelle en l'absence de contrainte externe appelé recouvrance statique [Bowden and Raha, 1974, Argon and Bessonov, 1977]. Lorsque ce phénomène est important et pour un temps suffisamment long, l'élongation résiduelle peut presque être ramenée à zéro [Marano and Rink, 2001, Marano and Rink, 2005, Marano and Rink, 2009]. Il se pose alors la question de la limite entre un comportement visco-plastique et un comportement visco-élastique non-linéaire. Cependant, dans le cas de la matrice considérée pour cette étude, une résine époxy RTM6, le comportement de la résine est considéré comme visco-plastique et modélisé comme tel.

Rupture de la matrice Les différents aspects de la déformation présentés précédemment s'observent essentiellement en compression. Lors d'une sollicitation en traction, le matériau rompt majoritairement de façon fragile proche du pic de transition. Pour la majorité des polymères, cette rupture est due à l'apparition et la coalescence de micro-cavités près de défauts [Haward and Bowden, 1973, Yamini and Young, 1980b, Kinloch, 2013]. Cependant, dans le cas des résines époxy, la densité de réticulation empêche l'apparition d'endommagements progressifs intrinsèques tels que des craquelures [Halary and Lauprêtre, 2015b]. Cette idée est renforcée par l'observation d'une conservation du module élastique malgré le comportement non-linéaire de la déformation [Morelle et al., 2017]. Ce phénomène a été observé en comparant la fissuration

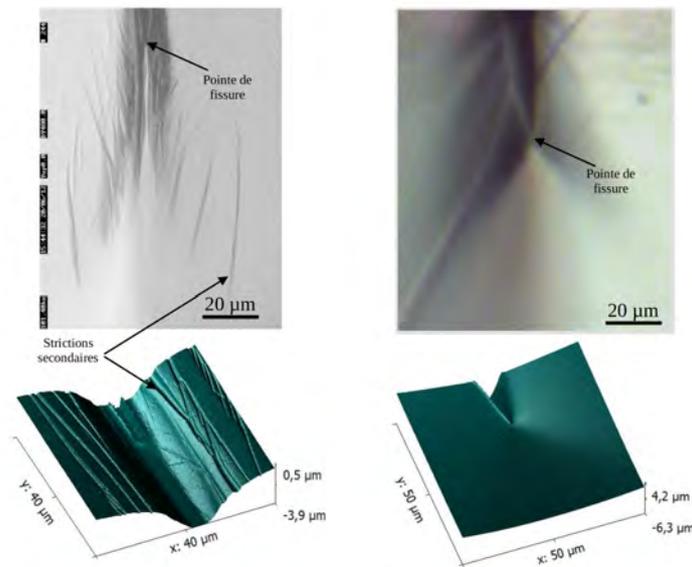


FIGURE 1.3 – Observations au voisinage de la pointe de fissures en optiques (en haut) et en AFM (Microscope à Force Atomiques) (en bas) lors d’une sollicitation de traction sur du PMMA (gauche), caractérisé par une cuvette plastique et des strictions secondaires, et sur de la résine époxy-amine stœchiométrique DGEBA-IPD (droite), sans endommagement manifeste. Les images AFM correspondent au signal de hauteur acquises à 0,3 Hz en mode contact. [Nziakou, 2015]

dans une résine thermoplastique PMMA et une résine thermodurcissable époxy lors d’essais de *Double Cleavage Drilled Compression* (DCDC) [Nziakou, 2015]. La figure 1.3 montre la présence de strictions secondaires dans le cas de la résine thermoplastique mais aucun endommagement manifeste n’est observable dans le cas de la résine thermodurcissable [Nziakou, 2015]. Cela confirme aussi le fait que, malgré la réticulation importante, la non-linéarité observée pour les thermodurcissable est due à un mouvement des chaînes polymères grâce à une mobilité suffisante des points de réticulation. À ce moment, le matériau rompt au niveau d’un défaut où la contrainte maximale est atteinte [Andrews and Reed, 1978, Fiedler et al., 2001, Morelle et al., 2017].

1.2.2.1 Comportement ex-situ

La rupture fragile observée pour des sollicitations de traction est essentiellement due à un effet d’échelle. Plus le volume est grand, plus la présence de défauts est importante au sein du matériau. En effet, Hobbiebrunken *et al.* ont montré qu’il existait un effet de taille sur la rupture des résines époxy. Pour cela, ils ont créé des fibres de résine de taille moyenne de $36.7 \mu\text{m}$ pour une dispersion de 22.3 à $51.4 \mu\text{m}$. Ces éprouvettes ont été sollicités en traction et ont montré une rupture pour une elongation beaucoup plus importante. La résine peut, dans certains cas, atteindre la résistance théorique du polymère [Hobbiebrunken et al., 2007]. Ce phénomène a aussi été montré par Littell *et al.* [Littell et al., 2008] qui ont effectué des tests de traction, compression et torsion sur des petites éprouvettes. Les courbes contrainte/déformation obtenus montrent que les différents aspects de la déformation cités plus haut se retrouvent aussi pour des sollicitations en traction [Littell et al., 2008]. La plastification est donc plus importante lors de l’étude de la matrice à l’échelle microscopique.

On a pu voir que les différents aspects de la déformation étaient dépendants de la température et de la vitesse de sollicitation. Ces paramètres vont aussi jouer sur la rupture des échantillons. Une basse température va provoquer une rupture plutôt fragile alors qu’une sollicitation à haute température va entraîner une rupture plus ductile [Hobbiebrunken et al., 2005]. L’influence de la vitesse de sollicitation à pu être mis en avant par des essais d’impacts aux barres

de Hopkinson, où, à l'inverse de la température, une basse vitesse de sollicitation va entraîner une rupture plus ductile qu'une haute vitesse de sollicitation [Gerlach et al., 2008, Río and Rodríguez, 2010]. Par ailleurs, la densité de réticulation va aussi avoir un impact sur la rupture du matériau. Lorsque la réticulation est trop importante, le mouvement des chaînes est restreint et entraîne une rupture fragile et instable de l'échantillon [Yamini and Young, 1980b, Morelle, 2015]. Malheureusement, la plupart des études sur les résines époxy ne couvrent que l'un de ces trois aspects : vitesse de sollicitation, température, pression hydrostatique. De plus, elles se concentrent parfois uniquement sur le pic de plastification ou parfois sur la totalité de la déformation mais sans l'ensemble des dépendances [Morelle, 2015].

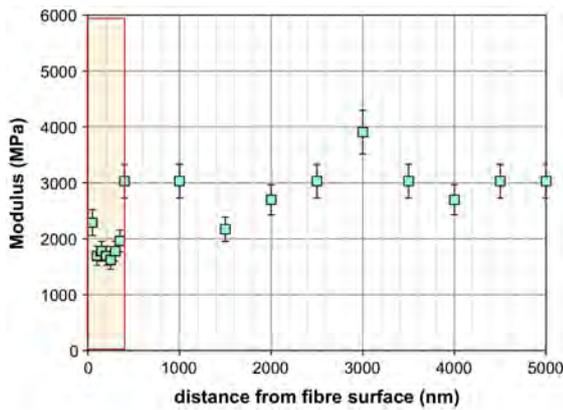
La plupart de ces caractérisations sont faite pour des chargements essentiellement monotones. Or en cyclique, il apparaît des phénomènes d'érouissage importants lors de la décharge et des comportements hystérétiques [Shen et al., 2004, Littell et al., 2008]. Cependant, la majorité des études qui sont réalisées en cyclique ne concernent que les thermoplastiques. On retrouve dans ces études les mêmes dépendances à la vitesse de sollicitation et à la température [Rabinowitz and Beardmore, 1974, G'sell and Jonas, 1981]. Ces travaux sont souvent accompagnés d'études sur la relaxation et le fluage de ces matériaux [Bauwens-Crowet and Bauwens, 1975, G'sell and Jonas, 1981, Hasan and Boyce, 1995].

1.2.2.2 Comportement in-situ

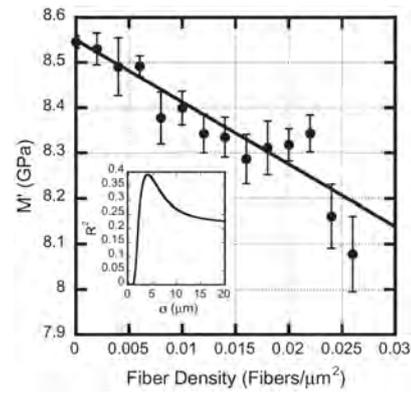
Lors de la caractérisation d'un matériau composite, de nombreux auteurs font l'hypothèse que le comportement de la résine *in-situ* est similaire à celui caractérisé sur matrice seule. Cependant, le comportement effectif de la matrice au sein du composite est une question encore d'actualité : influence du confinement, changement des propriétés chimiques par la présence de la fibre, etc... Hobbiebrunken *et al.* [Hobbiebrunken et al., 2007] ont montré par l'étude d'échantillons microscopiques, qu'il existe une influence du volume sollicité sur le comportement de la résine [Hobbiebrunken et al., 2007]. Or au sein du composite, le volume de la matrice entre les fibres n'excède pas de beaucoup celui d'une fibre. Le comportement en traction de la matrice *in-situ* du composite plastifie donc plus que ce que montre les éprouvettes macroscopiques classiques et présente l'ensemble des phénomènes décrit plus haut.

La caractérisation du comportement de la matrice au sein du composite n'est pas facile due à la taille de la zone et l'information reste essentiellement surfacique. On peut distinguer pour cela plusieurs méthodes permettant de donner des informations concernant le comportement de la matrice :

- **Nano-indentation** : Cette méthode consiste à indenter à l'aide d'une pointe la surface de la matrice. Initialement développée pour les matériaux métalliques, elle permet de déterminer la dureté et le module de Young d'un matériau en fonction de la taille de l'empreinte et de la courbe force/déplacement mesurée par l'indenteur. Cependant, pour les matériaux développant un comportement de cohésion-friction tels que les thermoplastiques ou les thermodurcissables, il n'est pas possible d'utiliser la relation classique entre la dureté et la limite élastique [Herráez et al., 2017]. Il est alors nécessaire d'utiliser un modèle à éléments finis et de mesurer la taille de l'empreinte indépendamment, par un Microscope à Force Atomique (AFM pour *Atomic Force Microscope*) par exemple, afin de remonter aux propriétés du matériau [Rodríguez et al., 2012, Minervino et al., 2014]. La taille de l'empreinte laissée par l'indenteur sur le matériau est de l'ordre du micron. Cette méthode possède grâce à cela l'avantage de pouvoir effectuer des cartographies en indentant plusieurs endroits d'une même poche de résine entre les fibres.
- **AFM** : À l'instar de la nano-indentation, l'utilisation d'un microscope à force atomique permet aussi d'effectuer des cartographies des propriétés et notamment du module de Young par mesure de la force exercée sur la pointe du microscope. Cette technique a pu mettre en évidence une différence de comportement avec une module plus faible sur une zone très restreinte près de la fibre ($\sim 400\text{nm}$) (cf. Fig. 1.4a). Cette diminution du module s'expliquerait par une sous-réticulation de la matrice près de la fibre. Ce changement de propriétés



(a) [Belec et al., 2015]



(b) [Aldridge et al., 2014]

FIGURE 1.4 – (a) Évolution du module élastique de la matrice mesuré par AFM en fonction de la distance à la fibre [Belec et al., 2015]. (b) Évolution du module élastique de la matrice mesuré par spectroscopie Raman en fonction de la densité de fibre [Aldridge et al., 2014].

très localisé traduit plus l'existence d'une interphase due à l'interaction fibre/matrice que d'un réel changement de propriétés de la matrice au sein du composite [Belec et al., 2015].

- **Spectroscopie Raman** : Cette méthode de caractérisation non destructive est basée sur le phénomène physique appelé effet Raman selon lequel un milieu modifie légèrement la fréquence de la lumière y circulant. Aldridge *et al.* ont appliqué cette méthode à la détermination du module d'une matrice époxy au sein d'un composite. Ils ont ainsi montré (cf. Fig. 1.4b) que le module de la matrice était dépendant de la densité de fibres au sein du composite [Aldridge et al., 2014]. Par ailleurs, cette différence ne serait pas due à des contraintes au sein de la matrice mais à une inhomogénéité de la matrice ou à une restructuration du réseau du polymère. Cette influence pourrait expliquer la variabilité du module élastique de la matrice observée sur la figure 1.4a par Belec *et al.* en dehors de la zone proche de la fibre.
- **Micropiliers** : Afin d'essayer de reproduire les essais de caractérisation classiques tel que la compression sur plot, une technique permettant la création de micropiliers dans les zones de résine a été mise au point. Pour cela, une sonde ionique focalisée (FIB pour *Focused ion beam*) vient graver la surface du composite pour dégager un micropilier dans la résine (cf. Fig. 1.5a). Ce plot peut être ensuite sollicité par un outil de micro-compression [Guruprasad et al., 2016, González et al., 2017]. Cependant, plusieurs difficultés empêchent la pleine utilisation de cette méthode pour la détermination des propriétés *in-situ* de la matrice. Premièrement, un effet de taille a été mis en avant par Wang *et al.* [Wang et al., 2012]. Pour des diamètres de plots inférieurs à 1.5 microns, la limite d'élasticité augmente avec la réduction du diamètre (cf. Fig. 1.5b). Ce phénomène se retrouve aussi pour la contrainte à rupture pour des diamètres inférieurs à 2.5 microns [Wang et al., 2012] (cf. Fig. 1.5c). Deuxièmement, lors de la création du plot par le FIB, une couche superficielle d'une épaisseur estimée à 30 nm vient se créer sur la surface du plot. Cette couche composée par les ions gallium du faisceau du FIB possède une rigidité supérieure à celle de la matrice et introduit un biais dans la caractérisation [Wang et al., 2012].

Ces différentes analyses montrent qu'il existe bien une différence de comportement entre la matrice seule et la matrice *in-situ* du composite. Cependant, la prise en compte de cette différence pour la modélisation du comportement d'un composite à l'échelle microscopique reste problématique. Premièrement, les résultats présentés montrent qu'il est difficile de bien quantifier cette différence et de remonter aux propriétés effectives de la matrice dans le composite [Herráez et al., 2017, Wang et al., 2012]. Deuxièmement, cette différence se concentre essentiellement proche de la fibre et provient plus de l'interaction entre la fibre et la matrice que de la matrice en elle-même [Belec et al., 2015]. Enfin, troisièmement, la différence de comportement due

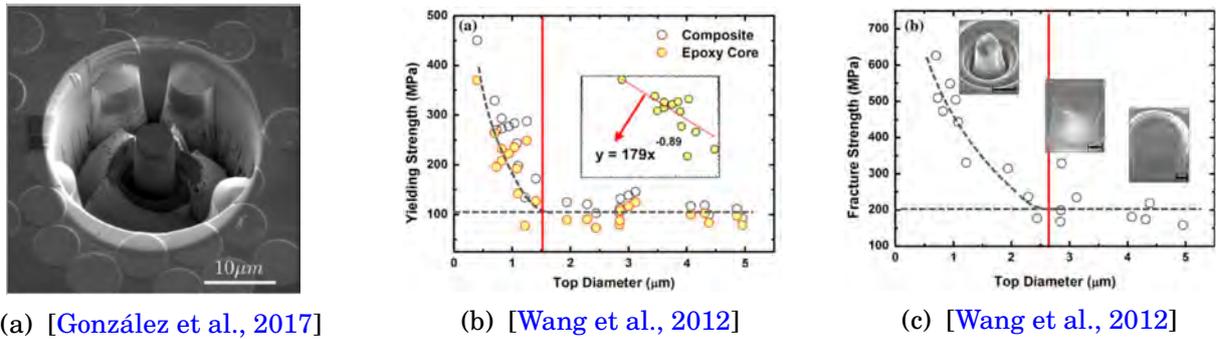


FIGURE 1.5 – (a) Observation MEB d'un micropilier de résine gravé par FIB [González et al., 2017]. (b) Évolution du module élastique de la matrice en fonction du diamètre du micropilier [Wang et al., 2012]. (c) Évolution de la contrainte à rupture de la matrice en fonction du diamètre du micropilier [Wang et al., 2012]

au taux de fibres sur le module élastique reste faible (de l'ordre de 4% [Aldridge et al., 2014]). Pour ces raisons, le comportement de la matrice *in-situ* du composite sera supposée identique au comportement de la matrice seule dans la suite de cette étude.

1.2.3 Caractérisation du comportement de l'interface fibre/matrice

L'interface fibre/matrice n'existe que par l'interaction des deux autres constituants au sein du composite. Elle ne peut donc être étudiée qu'au sein du matériau composite. Plusieurs méthodes de caractérisation existent pour cela [Zhandarov and Pisanova, 1997, Mai et al., 1998] et peuvent être séparés en deux catégories. Les premières viennent caractériser l'interface depuis la surface d'un matériau composite (*push-in*, *push-out*, AFM). Les secondes créent des éprouvettes spécifiques à partir des fibres et de la matrice pour venir solliciter spécifiquement l'interface (*pull-out*, Broutman, fragmentation, crucifix). L'ensemble de ces méthodes est schématisé dans la figure 1.6.

- **AFM** : De la même façon que pour la caractérisation de la matrice, le AFM peut être utilisé pour caractériser spécifiquement l'interface entre deux constituants (cf. Fig. 1.6a). Il permet ainsi de mesurer la taille de l'interface ou de l'interphase dans certains cas ainsi que la différence de module entre les deux constituants [Wang and Hahn, 2007, Monclus et al., 2010]. Cependant, ce test ne donne aucune information concernant la tenue à l'effort de l'interface.
- **Push-in/push-out** : Cette méthode se base sur la technique de la nano-indentation. L'indentateur est placé sur la fibre et applique une force suffisante pour faire céder l'interface fibre/matrice. L'éprouvette est soit une lame mince (essai *push-out*), soit une éprouvette épaisse (essai *push-in* cf. Fig. 1.6b). Ce test permet de mesurer les propriétés en cisaillement de l'interface [Zhou and Goodson, 2001, Rodríguez et al., 2012, Canal et al., 2012b]. Lors de ce test, une grande partie des contraintes mesurées provient du frottement entre la fibre et la matrice. Ce frottement doit être pris en compte dans la détermination des propriétés de l'interface soit par des modèles analytiques soit par des modélisations par éléments finis. Cependant, ces mesures ne sont pas validées par l'ensemble de la communauté scientifique à cause de la difficulté de modéliser ces frottements [Herrera-Franco and Drzal, 1992].
- **Pull-out** : A l'opposé du test de *push-in*, il est possible d'effectuer des tests de *pull-out* ou test de la goutte (*droplet test* en anglais) [Miller et al., 1987]. Ce test consiste à imprégner une partie de la fibre dans une goutte de résine. Cette goutte est ensuite coincée par une plaque percée par exemple, et une traction est appliquée sur la fibre (cf. Fig. 1.6c). L'interface est alors sollicitée en cisaillement. On retrouve pour ce test les mêmes problèmes évoqués plus haut pour le test de *push-in* dus aux frottements entre la fibre et la matrice.

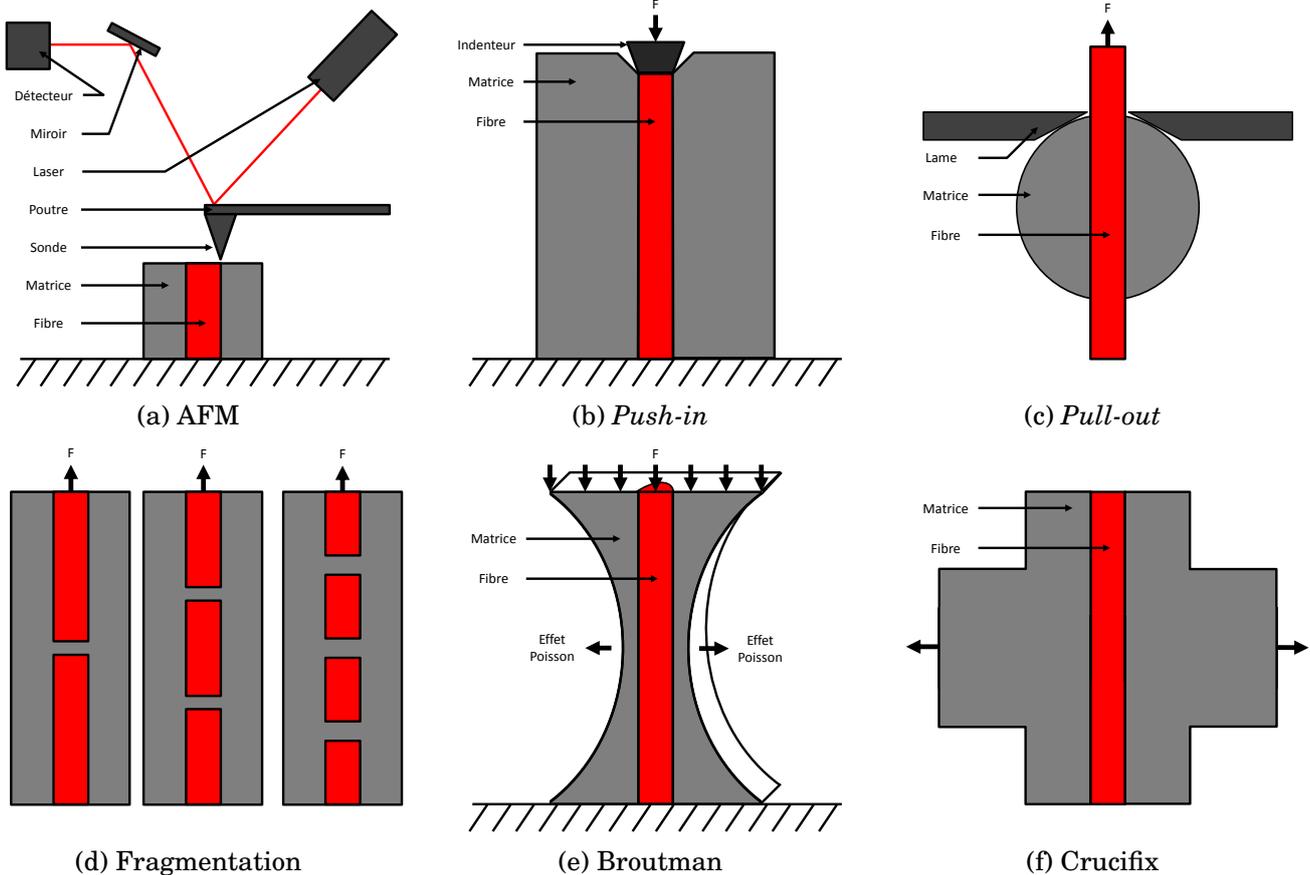


FIGURE 1.6 – Schématisation des différents tests de caractérisation de l'interface fibre matrice. (a) test AFM; (b) Test de *push-in*; (c) test de *pull-out*; (d) test de fragmentation; (e) test de Broutman et (f) test du crucifix

- **Fragmentation** : Ce test consiste à faire une traction sur fibre enrobée de matrice [Tripathi and Jones, 1998, Zhou et al., 1999, Zhou and Goodson, 2001] (cf. Fig. 1.6d). Contrairement au test de *Pull-out*, la traction se fait sur le composite en entier et non sur la fibre seule. LA traction va provoquer la rupture de la fibre puis la sollicitation de l'interface en cisaillement.
- **Broutman** : Les tests précédents sollicitent exclusivement la fibre en cisaillement. Afin de tester la tenue de l'interface dans la direction normale à la fibre, Broutman *et al.* ont développé un test éponyme [Broutman, 1969]. Ce test consiste en une compression sur une fibre dans un bloc de matrice (cf. Fig. 1.6e). La structure de la matrice englobant la fibre permet de concentrer la charge dans une petite section au centre de l'éprouvette. La différence entre les ratios de Poisson entraîne une sollicitation de traction sur l'interface dans la direction normale à la fibre [Ageorges et al., 1999, Schüller et al., 2000]. La décohésion fibre/matrice est observée par projection de lumière sur la structure.
- **Crucifix** : De façon similaire au test de Broutman, le test du crucifix a pour but de solliciter l'interface fibre/matrice dans la direction normale à la fibre [Miller et al., 1987] (cf. Fig. 1.6f).

Ces tests permettent de déterminer plusieurs paramètres de l'interface nécessaires à la modélisation du comportement qui sont résumés dans le tableau 1.4.

L'ensemble de ces valeurs montre qu'il existe une grande dispersion dans les valeurs mesurées. Cela reflète bien les problèmes d'incertitudes évoqués plus haut et le peu d'accord quant à la validité de ces tests [Herrera-Franco and Drzal, 1992, Piggott, 1997].

TABLE 1.4 – Propriétés mécaniques de l'interface fibres/matrice pour différentes fibres de carbone et matrices polymère.

Résistance normale de l'interface (MPa)	10 - 13 [1]	10.5 [2]	25.4 [3]	300 [4]	91.2 [5]
Résistance transverse de l'interface (MPa)	132.4 [3]				
Taux d'énergie critique libérée en mode 1 ($J.m^{-2}$)	5.06 [4]	5.5 [6]	2 - 10 [8]		
Taux d'énergie critique libérée en mode 2 ($J.m^{-2}$)	6 - 25 [7]	11 [8]	12.12 [9]	130 - 200 [10]	614 [11]

Références : [1] : [Ageorges et al., 1999]; [2] : [Schüller et al., 2000]; [3] : [Zhandarov and Mäder, 2005]; [4] : [García et al., 2014b]; [5] : [Zhandarov and Pisanova, 1997]; [6] : [Koyanagi et al., 2009]; [7] : [Varna et al., 1997]; [8] : [Koyanagi et al., 2009, Zhandarov and Mäder, 2005]; [9] : [Graciani et al., 2011]; [10] : [Chua and Piggott, 1985]; [11] : [Zhou et al., 1999].

1.2.4 Caractérisation des endommagements des composites à l'échelle microscopique

La dégradation des matériaux composites est un phénomène complexe car il est multi-échelle. L'initiation de la dégradation se fait à l'échelle microscopique. L'endommagement à cette échelle est piloté par les décohésions fibres/matrice. Ces décohésions vont ensuite percoler dans un chemin préférentiel comme montré sur la figure 1.7a. À cette échelle, la matrice peut se déformer plastiquement de manière importante comme l'a montré la section sur la caractérisation de la matrice. La création du chemin de percolation entraîne alors l'extension des bandes de matrice entre les fibres. La rupture de ces bandes provoque la rupture transverse des torons à l'échelle mésoscopique comme montré sur la figure 1.7b. Ces ruptures entraînent à leur tour des délaminages entre les torons. Enfin, l'accumulation de ces dégradations à l'échelle mésoscopique entraîne la rupture des fibres et la ruine de la structure comme montré sur la figure 1.7c [Gao et al., 1999, Ivanov et al., 2009, Daggumati et al., 2010, Osada et al., 2003].

À l'échelle microscopique, les endommagements sont de l'ordre du micromètre. Afin de les observer, des méthodes spécifiques doivent être mises en places. Pour cela, des essais peuvent être réalisés *in-situ* à l'aide d'un Microscope Électronique à Balayage [Mortell et al., 2014, O'Dwyer et al., 2014] ou par thermographie [Lisle et al., 2015]. En revanche, les dégradations ne sont pas caractérisables à cette échelle avec des méthodes conventionnelles telles que des extensomètres ou l'émission acoustique. Une des seules méthodes disponibles permettant la mesure de champs de déplacement sans contact est la corrélation d'images numériques dont un état de l'art est effectué dans la section suivante.

1.2.5 Conclusion

Cette section a montré que la fibre de carbone possède un comportement isotrope transverse élastique et une rupture fragile. La mesure de ses paramètres mécaniques, tels que son module élastique transverse, est complexe à cause de sa structure filaire mais des essais adaptés permettent de déterminer ses propriétés. La matrice époxy thermodurcissable, en revanche, possède un comportement non-linéaire viscoplastique et une rupture fragile. Il a été mis en évidence que ce comportement est sujet à un effet de taille, la rupture matricielle étant déclenchée par la présence de défauts, la réduction du volume sollicité permet d'augmenter la résistance de la

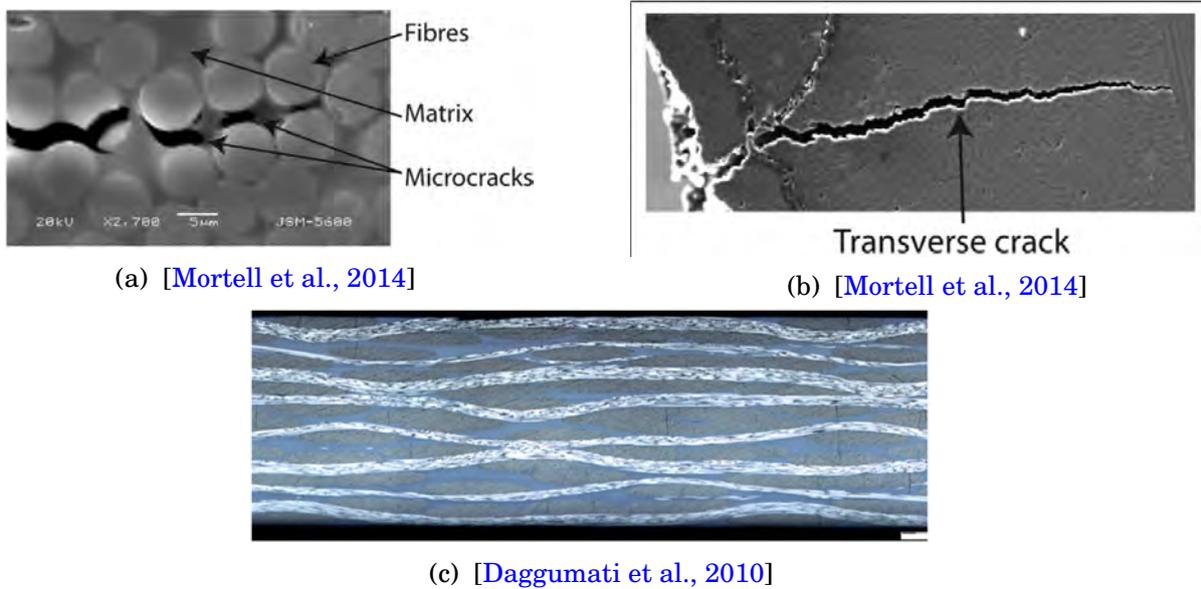


FIGURE 1.7 – (a) Observation MEB de décohésions fibre/matrice [Mortell et al., 2014]. (b) Observation MEB de l'évolution des décohésions en une rupture transverse d'un toron [Mortell et al., 2014]. (c) Observation optique de la fissuration transverse des torons dans un satin de 5 carbone/epoxy [Daggumati et al., 2010]

matrice et d'atteindre la résistance théorique. Cela permet de faire l'hypothèse que le comportement en traction de la matrice à l'échelle microscopique au sein d'un toron de composite n'est pas équivalent à celui des éprouvettes à l'échelle macroscopique mais est similaire au comportement en compression. Les valeurs des paramètres de la loi de comportement matricielle à l'échelle microscopique, tels que la module de Young, sont aussi sujets à discussion. Il a été montré qu'il existe une variation locale des propriétés et en particulier dans une région de quelques centaines de nanomètres au bord de la fibre. Cependant, cette différence est difficilement quantifiable et reste faible, il sera donc considéré dans le reste de cette étude que les propriétés mécaniques ne changent pas entre la matrice *ex-situ* et *in-situ*. Le changement des propriétés dans la zone proche de la fibre est considéré comme étant dû à l'interaction entre les deux constituants par la création d'une interphase. De nombreux moyens existent pour essayer de caractériser l'interface à proprement dit, i.e., la liaison entre la fibre et la matrice ou l'interphase, i.e., toute la zone modifiée par l'interaction entre les deux constituants. Cette caractérisation est toujours un sujet d'actualité dans la communauté scientifique et cela se traduit par une grande variabilité sur les paramètres mécaniques obtenus. Cependant, la bonne caractérisation de cette interphase est essentielle puisque cette dernière est à l'origine du scénario d'endommagement à l'échelle microscopique. Il est alors nécessaire de pouvoir observer son évolution et cela peut se faire par l'utilisation couplé d'un Microscope Électronique à Balayage et de la mesure de champ par corrélation d'images numériques.

1.3 Mesure de champs de déplacement par corrélation optique

La Corrélation d'Images Numériques (CIN) est une méthode de traitement de l'image basée sur les niveaux de gris permettant de mesurer des champs de déplacement à partir d'une image de référence et d'une image de la même zone mais ayant subie une déformation. Cette méthode possède plusieurs avantages. Premièrement, la mesure du déplacement se fait sans contact avec le matériau. Cela permet de ne pas affecter le comportement du matériau et ainsi de ne pas introduire de biais dans la mesure. Deuxièmement, la mesure du déplacement peut se faire sur la totalité de la zone observée et non sur une zone restreinte comme pour une jauge de déformation. Enfin, troisièmement, même si l'acquisition du signal se fait pendant l'essai (enregistrement

des images) son traitement se fait à posteriori de l'essai et permet ainsi une optimisation des paramètres.

Une première section détaille les principes généraux de la corrélation d'images numériques. Les sections deux et trois développent les deux approches communément employées pour utiliser la CIN. Une quatrième section traite des méthodes permettant d'améliorer la précision de la CIN.

1.3.1 Principe de la corrélation d'images numériques

La corrélation d'images numériques permet la mesure d'un champ de déplacement entre une image de référence, f , et une image g déformée par un champ de déplacement u défini en tout point x de l'image. Un ouvrage de référence dans le domaine est le livre de Sutton *et al.* [Sutton *et al.*, 2009]. Cette méthode repose sur une hypothèse principale qui est la conservation des niveaux de gris entre les deux images ce qui se traduit par :

$$\forall x \quad f(x) - g(x + u(x)) = 0 \quad (1.1)$$

Le but de la procédure de corrélation va être de minimiser cette différence au carré sur un domaine Ω :

$$\Phi_c^2 = \int_{\Omega} [f(x) - g(x + u(x))]^2 dx \quad (1.2)$$

L'une des principales différences entre les différentes approches de la CIN est le choix de ce domaine. Soit le domaine représente une partie de l'image et la procédure est appliquée plusieurs fois indépendamment pour couvrir toute l'image. On parle de corrélation par approche locale. Soit le domaine est l'ensemble de la zone pour laquelle on veut mesurer le déplacement et la procédure est appliquée sur tout le domaine. On parle alors de corrélation par approche globale. Dans les deux cas, l'objectif et l'hypothèse de base restent les mêmes.

1.3.2 Corrélation d'Images par approche locale

La technique de corrélation d'images numériques a été initialement développée par approche locale [Sutton *et al.*, 1983, Sutton *et al.*, 1986]. Elle consiste en une découpe de l'image originelle en des vignettes de petites tailles mais contenant suffisamment de détails pour être retrouvées dans l'image déformée. Cette approche est intuitive car elle vient effectuer une mesure indépendante pour chaque vignette de l'image en des points locaux de l'image (cf. Fig. 1.8). Le champ de déplacement est ensuite interpolé et des opérations de lissage peuvent être effectuées pour filtrer les résultats [Chevalier *et al.*, 2001, Bornert *et al.*, 2009].

Cette méthode présente l'avantage d'être rapide car le calcul du déplacement de chaque vignette se fait indépendamment. Les calculs peuvent donc être effectués en parallèle ce qui accélère le processus. Cependant, cette méthode de séparation implique la mesure d'un champ de déplacement discontinu. De plus, dans certains cas, comme l'apparition d'endommagement, elle peut ne pas réussir à trouver de déplacement permettant de corréler suffisamment les vignettes entre elles. On parle alors de zones non corrélés dans lesquelles le déplacement ne peut être mesuré.

1.3.3 Corrélation d'images par approche globale

La méthode par approche globale, contrairement à l'approche locale considère la totalité de l'image pour mesurer le champ de déplacement [Besnard *et al.*, 2006]. Pour cela, le champ de déplacement u est décomposé sur une base de fonctions définies sur les nœuds d'un maillage

$$u(x) = \sum_n u_n \cdot \psi_n(x) \quad (1.3)$$

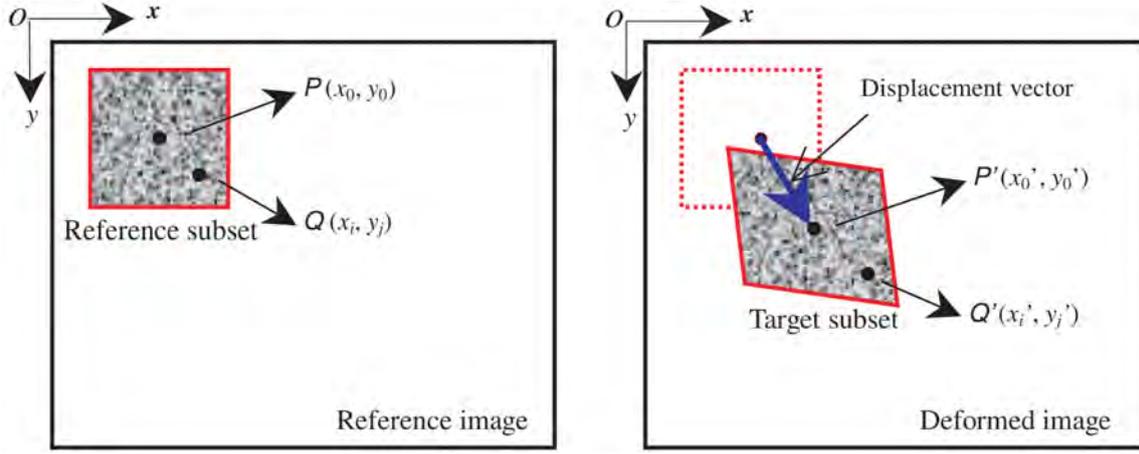


FIGURE 1.8 – Représentation schématique d'une vignette sur l'image de référence (gauche) et de sa cible dans l'image déformée [Pan et al., 2009]

où les u_n sont les inconnues recherchées et $\psi_n(x)$ la base de fonction choisie. Il est alors possible de montrer que minimiser la fonctionnelle (eq.1.2) est équivalent à résoudre une séquence de systèmes linéaires [Hild and Roux, 2008]

$$\underline{M} \cdot \mathbf{u} - \mathbf{b} = 0 \quad (1.4)$$

où \underline{M} représente la matrice de corrélation et \mathbf{b} les résidus de corrélation avec :

$$M_{mn} = \int_{\Omega} \left[\nabla f(\mathbf{x}) \cdot \psi_n(\mathbf{x}) \right] \cdot \left[\nabla f(\mathbf{x}) \cdot \psi_m(\mathbf{x}) \right] d\Omega \quad (1.5)$$

$$b_m = \int_{\Omega} \left[f(\mathbf{x}) - g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \right] \cdot \left[\nabla f(\mathbf{x}) \cdot \psi_m(\mathbf{x}) \right] d\Omega \quad (1.6)$$

L'équation (1.5) montre que la matrice de corrélation ne dépend que de l'image de référence f et des fonctions de forme qui sont connues dès le départ. La matrice est donc calculée une fois pour toute au début du processus de corrélation. Seulement le résidu de corrélation est mis à jour durant la procédure.

Cependant, ce problème est un problème mal posé. Il nécessite des méthodes de régularisation pour obtenir une solution [Bonnet and Constantinescu, 2005]. La décomposition du champ de déplacement d'un maillage à élément finis permet pour cela l'utilisation de plusieurs solutions. Ainsi d'autres termes peuvent être ajoutés à la minimisation [Réthoré et al., 2008], le champ de déplacement peut être décomposé par une méthode PGD (Proper Generalized Decomposition) [Passieux and Périé, 2012] ou le champ peut être régularisé par un problème élastique [Claire et al., 2004, Réthoré et al., 2009, Tomičević et al., 2013]. Dans le cas de cette dernière méthode, un problème mécanique élastique est ajouté au problème de corrélation.

$$\underline{K} \cdot \mathbf{u} - \mathbf{f}_r = 0 \quad (1.7)$$

où \underline{K} est l'assemblage de la matrice de rigidité de chaque élément et \mathbf{f}_r est le résidu des efforts. Puisque qu'il est supposé qu'il n'y a pas de force interne, cette équation est égale à zéro pour le champ de déplacement respectant le modèle élastique imposé. La minimisation se fait alors sur une somme pondérée de fonctionnelles [Tomičević et al., 2013]

$$(w_o + w_m) \cdot \Phi_t^2 = w_o \cdot \tilde{\Phi}_c^2 + w_m \cdot \tilde{\Phi}_m^2 \quad (1.8)$$

avec

$$\tilde{\Phi}_m^2 \propto \mathbf{u}^t \cdot \underline{K}^t \cdot \underline{K} \cdot \mathbf{u} \quad (1.9)$$

La quantité $\underline{K}^t \cdot \underline{K} \cdot u$ est définie comme étant le résidu mécanique. Cette quantité correspond au conjugué, au sens d'un travail, du vecteur des déplacements nodaux. Il doit être mentionné que la régularisation mécanique n'est utilisée dans ce cas que pour guider le schéma de minimisation à travers un processus itératif où à chaque pas le poids w_m sur le terme mécanique est diminué progressivement. Ce poids est proportionnel à une longueur à la puissance 4. Cette longueur est appelé longueur de régularisation [Tomičević et al., 2013].

Bien que cette approche soit moins rapide que l'approche locale, elle présente de nombreux avantages. Tout d'abord, l'utilisation d'un maillage impose la continuité du champ de déplacement mesuré. Les discontinuités sont alors déterminées par la présence de forts gradients au sein du champ de déplacement ou grâce aux résidus de corrélation et aux résidus mécaniques. De plus, dans le cas d'images bruitées, le processus est plus stable que pour une approche locale [Hild and Roux, 2012]. Enfin, grâce à l'utilisation d'un maillage, il est possible de comparer avec la même base cinématique les mesures expérimentales faites par corrélation et les simulations numériques par éléments finis.

1.3.4 Création d'un mouchetis de surface

La corrélation d'images numériques se base sur les niveaux de gris de l'image. Lorsque la texture naturelle du matériau ne fournit pas assez d'information pour que le processus de corrélation parvienne à mesurer un déplacement, il est possible d'ajouter artificiellement de la texture sur la surface de l'échantillon.

À l'échelle macroscopique, la précision recherchée pour les mesures est de l'ordre du millimètre ou plus, les détails doivent alors être de tailles équivalente. Pour cela, une technique classique est l'application de peinture sur la surface avec une sous-couche blanche et des tâches noires par-dessus [Lecompte et al., 2006]. Cette technique peut être utilisée pour l'échelle mésoscopique mais son utilisation pour l'échelle microscopique est limitée par la taille des tâches réalisables. En effet, par l'utilisation de pistolet à peinture avec des buses spécifiques, il est possible de réduire la taille mais pas en dessous d'un diamètre de 10 à 30 microns [Berfield et al., 2007] ce qui est trop grossier pour mesurer des déplacements inférieurs au micron.

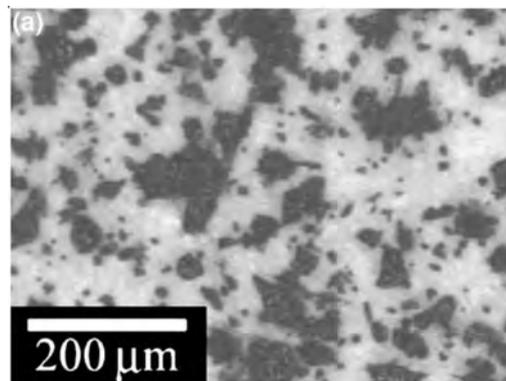


FIGURE 1.9 – Mouchetis à base de peinture créé à l'aide d'un pistolet à peinture [Berfield et al., 2007].

Pour créer un mouchetis à l'échelle microscopique, un autre procédé est régulièrement employé, celui de la lithographie électronique. Cette technique permet de graver des motifs avec une résolution pouvant aller jusqu'au nanomètre [Kishimoto, 2012, Chen and Liu, 2001]. Son principe est schématisé en figure 1.10. Une couche de substrat (en jaune) est déposée sur l'échantillon (trait noir). Ce substrat est ensuite gravé par un faisceau électronique selon un motif défini au préalable. Une couche conductrice est alors déposée sur l'échantillon (en bleu) et le substrat est enlevé ne laissant sur la surface que le motif gravé. Cette méthode présente de nombreux inconvénients. Premièrement, la taille maximale des zones marquées est d'environ 300 par 300 μm^2 . Deuxièmement, cette méthode se fait à « à l'aveugle » *i.e.*, on ne peut prédire à l'avance où la gravure va être effectuée sur la surface de l'échantillon. En effet, la gravure se fait à l'aide du

rayonnement électronique provenant de la colonne électronique du MEB, le même qui sert pour l'observation. Ainsi il est impossible d'observer l'échantillon pour déterminer une zone particulière sans graver le substrat. Une solution serait de venir observer une première fois l'échantillon monté dans les mors, de retenir les positions du faisceau électronique sur la zone d'observation voulue, de sortir l'éprouvette des mors pour appliquer le substrat et de remonter le tout pour graver aux positions précédemment relevées. Cependant, lorsque l'éprouvette est montée à la main, rien ne peut garantir une mise en place avec une précision de quelques dizaines de microns. La gravure doit être effectuée à une position approximative en espérant englober un toron et non une poche de matrice par exemple.

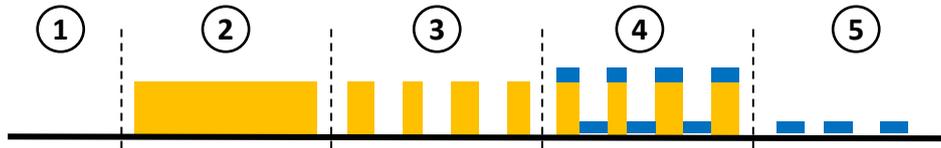


FIGURE 1.10 – Schématisation du procédé de gravure par lithographie électronique.

Pour pallier ces difficultés et essayer de garder les avantages des mouchetis de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique, de nouvelles méthodes ont été développées. C'est le cas des méthodes dépôt de particules en solution [Lionello and Cristofolini, 2014]. Pour cela, une solution diluante neutre et évaporable est utilisée telle que de l'eau ou de l'alcool. L'avantage de ces méthodes est que la taille du mouchetis est indépendante de la taille des gouttes ou de la quantité de solution utilisée mais dépend uniquement de la taille de particules. L'application du mouchetis peut alors se faire à l'aide d'un pistolet à peinture [Berfield et al., 2007, Lionello and Cristofolini, 2014] mais le processus est délicat et très dépendant de nombreux paramètres tels que la pression dans le pistolet ou la taille de la buse [Lionello and Cristofolini, 2014]. D'autres processus d'application plus simples ont été développés par la trempe directe de l'échantillon dans une solution diluée de particules en céramique [Canal et al., 2012a, Mehdikhani et al., 2016]. Ces méthodes présentent l'avantage de permettre un dépôt sur l'ensemble de la zone étudiée tout en gardant la microstructure du matériau visible (cf. Fig. 1.11a et 1.11c). De plus, dans le cas d'un matériau composite à matrice organique, les particules en céramique offrent un très bon contraste chimique avec les constituants et donc un très bon contraste visuel lors de l'observation au MEB (cf. chapitre 2.3). Cependant, la création de la solution peut poser certains problèmes tels que la création d'agrégats entre les particules qui créent alors un mouchetis supérieur à la taille des fibres comme montré par la figure 1.11b [Mehdikhani et al., 2016]. La création de ces agrégats est liée en partie au pH de la solution. Plus ce dernier est éloigné du point de charge nulle (PCN) (ou *Point of Zero Charge* (PZC)), moins la solution forme d'agrégats [Tombácz et al., 1995, Ghosh et al., 2008].

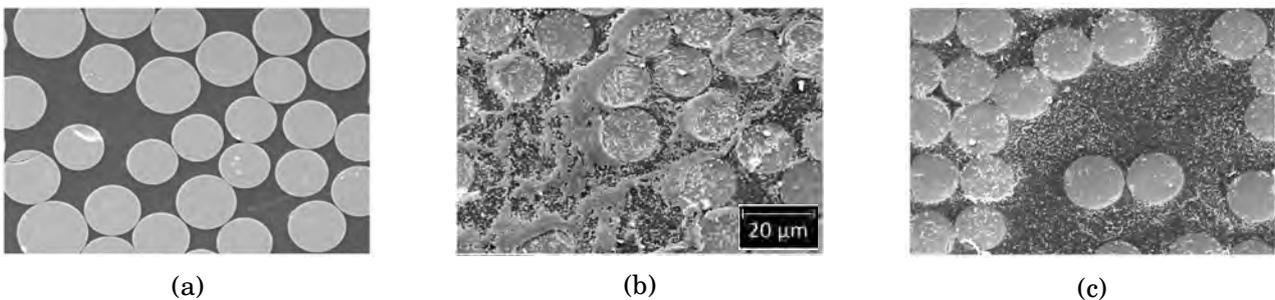


FIGURE 1.11 – Observation au MEB de la surface d'un composite verre/époxy : (a) avant dépôt de particule ; (b) après 1 trempe dans une solution concentrée à 1% en masse en particule d'alumine sans agent dispersant ; (c) après 2 trempes dans une solution concentrée à 0.05% en masse en particule d'alumine en présence d'un agent dispersant [Mehdikhani et al., 2016].

1.3.5 Conclusion

Cette section a mis en avant l'existence de deux approches pour l'utilisation de la méthode de corrélation d'images numériques. Chacune de ces deux approches possède des avantages et des inconvénients. Cependant, dans une optique de caractérisation et de validation de modèle numérique, l'approche globale sera préférée car elle se base sur l'utilisation d'un maillage qui peut servir, en parallèle, à la simulation du comportement par éléments finis. La comparaison entre les deux champs de déplacement, expérimental et numérique, se fait alors simplement grâce à l'utilisation d'une base cinématique commune. Quelle que soit l'approche choisie, les deux se basent sur les niveaux de gris de l'image acquise pour mesurer des champs de déplacement. Dans le but d'améliorer la précision de la mesure, il est possible de rajouter artificiellement des niveaux de gris. Cette section a montré que les méthodes employées pour cela à l'échelle macroscopique n'étaient pas applicables à l'échelle microscopique pour obtenir la résolution voulue. Cependant, d'autres méthodes ont été développées spécifiquement pour créer des mouchetis à l'échelle microscopique. La méthode qui semble la plus avantageuse, et qui sera utilisée dans cette thèse, est la méthode de dépôt de particules en céramique par la trempe de l'échantillon dans une solution aqueuse en faisant très attention à ne pas former d'agrégats.

1.4 Modélisation numérique du comportement des composites à fibres longues à l'échelle microscopique.

La première section a mis en avant les différents aspects du comportement des constituants et du composite qui doivent être modélisés. Si la modélisation de la fibre pose peu de problèmes avec un comportement élastique isotrope transverse, il n'en est pas de même pour la modélisation du comportement de la matrice ou de l'interface fibre/matrice. Cette section met tout d'abord en avant les différents modèles utilisés pour cela avec leurs avantages et leurs inconvénients. Elle fait ensuite une description des différentes méthodes disponibles pour la représentation de la micro-structure du composite. Enfin, cette section se focalise sur la modélisation des contraintes résiduelles à cette échelle.

1.4.1 Modélisation du comportement de la matrice

La majorité des modèles ont été développés pour des résines thermoplastiques. Cependant, les mécanismes entre les résines thermoplastiques et thermodurcissables sont très similaires et ces modèles peuvent être adaptés pour les deux types de résines [Fleischhauer et al., 2012].

Le premier modèle développé par [Haward and Thackray, 1968] met en œuvre un ressort linéaire modélisant la réponse élastique à petite déformation avec en série un amortisseur viscoplastique modélisant le pic de transition. Ces deux éléments sont en parallèle d'un ressort non-linéaire modélisant l'alignement des chaînes pour de grandes déformations. Ce modèle reste cependant à une dimension.

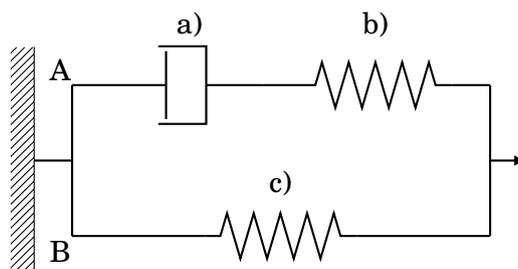


FIGURE 1.12 – Modèle rhéologique de [Haward and Thackray, 1968]. a) amortisseur viscoplastique, b) ressort élastique et c) ressort non-linéaire.

Il a ensuite été étendu en 3D par Boyce, Parks et Argon [Boyce et al., 1988] dont le modèle est connu comme le modèle BPA. Il s'inspire du modèle rhéologique de Haward [Haward and Thackray, 1968] et de la *double kinking theory* de Argon [Argon, 1973] pour développer un modèle prenant en compte la dépendance à la température et à la vitesse de sollicitation.

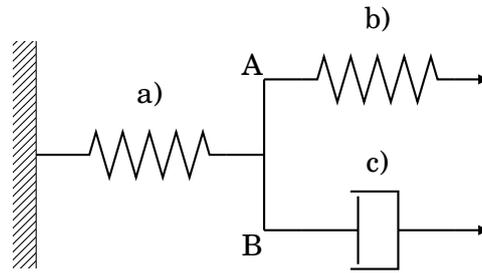


FIGURE 1.13 – Modèle rhéologique du modèle BPA [Boyce et al., 1988]. a) Ressort élastique ; b) ressort de Langevin ; c) amortisseur viscoplastique. La branche A représente la résistance entropique à l'étirement des chaînes et la branche B représente les résistances intermoléculaires à l'écoulement plastique.

A partir de ce modèle, de nombreuses améliorations ont ensuite été apportées pour développer des aspects non traités ou améliorer une partie spécifique du modèle. Ainsi une amélioration de la modélisation de la partie entropique a pu être effectuée [Arruda and Boyce, 1993] par extension du modèle de Wang *et al.* [Wang and Guth, 1952]. Cela a permis une meilleure description pour des grandes déformations avec peu de paramètres et pour de nombreux états de sollicitation. Cependant, ce modèle néglige l'évolution initiale et l'adoucissement et tend à sous-estimer la souplesse du matériau pour des grandes déformations [Wu and Van der Giessen, 1993].

Wu et Van Der Giessen ont ensuite étudié l'effet des bandes de cisaillement [Wu and Van der Giessen, 1994] et développèrent par la suite un modèle qui généralise ceux de Wang [Wang and Guth, 1952] et Arruda [Arruda and Boyce, 1993]. Cependant, même si ce modèle ne fait pas d'approximation sur la direction des chaînes polymères, peu d'améliorations, en particulier concernant la modélisation du pic de transition, peuvent être notées. Ce dernier point est amélioré par la suite par Hasan *et al.* [Hasan and Boyce, 1995]. Ce modèle montre une bonne modélisation du pic de transition et de l'adoucissement qui s'en suit même s'il ne prend pas en compte la dépendance à la pression hydrostatique sur le pic.

Par la suite de nombreux modèles ont essayé de mieux décrire le phénomène d'hystérésis lors de sollicitations cycliques [Bergström and Boyce, 1998, Huber and Tsakmakis, 2000, Khan and Zhang, 2001, Amin et al., 2002]. Cependant, ces formulations ont été développées pour des matériaux thermoplastiques présentant peu d'adoucissement et ne nécessitant pas les améliorations proposées par Hasan *et al.* Ils sont pour la même raison peu adaptés pour l'étude des polymères thermodurcissables. Afin de résoudre ce problème, Anand *et al.* [Anand and Gurtin, 2003] ont proposé un nouveau modèle dans un cadre thermodynamiquement admissible. Ce modèle est toujours basé sur le modèle rhéologique de Haward mais présente une meilleure modélisation du pic de transition.

Afin d'aller encore plus loin, les chercheurs ont dû tout d'abord se détacher de la loi d'écoulement de Eyring [Eyring, 1936]. Richeton *et al.* [Richeton et al., 2003, Richeton et al., 2005a, Richeton et al., 2005b] ont proposé une nouvelle loi d'écoulement plastique en reformulant le modèle coopératif de Fotheringham *et al.* [Fotheringham and Cherry, 1978] basé sur le principe d'équivalence temps/température [Bauwens-Crowet et al., 1969]. Avec ce modèle, Richeton *et al.* ont pu augmenter la plage d'utilisation du modèle mais pas sa précision [Richeton et al., 2007].

Pour cela, il a été ensuite nécessaire de se détacher des modèles rhéologiques de base proposés par Haward [Haward and Thackray, 1968] et Boyce [Boyce et al., 1988]. En se basant sur l'approche de Richeton *et al.*, Mulliken *et al.* [Mulliken and Boyce, 2006] ont étendu le modèle de Bergstrom [Bergström and Boyce, 1998] en supposant une séparation de la branche modélisant

la résistance intermoléculaire en fonction de la vitesse de sollicitation. Un processus nommé α est actif pour des faibles vitesses de sollicitation et des hautes températures alors que un processus nommé β est actif pour des hautes vitesses de sollicitation et des basses températures. La séparation du comportement en deux contributions activées en fonction de la vitesse de sollicitation comme montré sur la figure 1.14 permet à nouveau d'augmenter la plage d'utilisation du modèle telle que pour des fortes vitesses de sollicitation avec de faibles températures. Cependant la précision du modèle n'est pas très supérieure à celle du modèle BPA [Boyce et al., 1988].

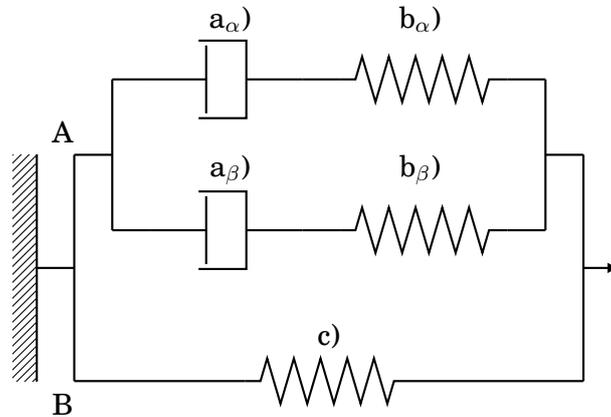


FIGURE 1.14 – Modèle rhéologique de [Mulliken and Boyce, 2006]. La branche A représente la résistance intermoléculaire pour le processus α et β . La branche B représente la résistance entropique à l'alignement moléculaire.

Il faut attendre les travaux de Anand *et al.* [Anand and Ames, 2006, Anand et al., 2009, Ames et al., 2009] pour voir une amélioration de la précision du modèle avec un autre modèle rhéologique mais toujours basé sur les travaux de Richeton *et al.* [Richeton et al., 2005a, Richeton et al., 2005b, Richeton et al., 2007]. Le modèle consiste en deux branches en parallèle comme précédemment (cf. Fig. 1.14) et est montré sur la figure 1.15. La branche B représente toujours le comportement à forte déformation dû à l'élongation des chaînes polymères et modélisé par un ressort non-linéaire de Langevin. La branche A représente toujours la partie élastique et la résistance intermoléculaire. Cependant, elle est composée de plusieurs éléments de Kelvin-Voigt en série avec un ressort élastique. Chaque élément de Kelvin-Voigt représente des détails du comportement macro de plus en plus finement. Chaque ressort lié à un amortisseur permet de créer une contrainte de rappel permettant de reproduire l'écrouissage pendant la décharge. Comme fait précédemment par [Anand and Gurtin, 2003], ce modèle s'inscrit dans un cadre thermodynamique en grandes déformations mais est, cette fois, couplé thermo-mécaniquement. Ce modèle est ensuite étendu pour des températures supérieures à la T_g [Srivastava et al., 2010]. Le modèle de Ames et Anand [Ames et al., 2009] est celui qui permet le mieux de prendre en compte l'ensemble des phénomènes pouvant apparaître au sein de la matrice et servira de base au modèle utilisé dans la suite de cette étude.

1.4.2 Modélisation de la rupture de la matrice

La section précédente a mis en évidence l'aspect fragile de la rupture matricielle en traction. Pour cette raison, la rupture des résines therm durcissables est souvent modélisée suivant les principes de la mécanique linéaire de la rupture [Halary and Lauprêtre, 2015b] basés sur les critères de Griffith [Griffith and Eng,] et Irwin [Irwin, 1957]. Un des critères de rupture qui semble le plus réaliste est le critère de Mohr qui prend en compte la contrainte hydrostatique, responsable de la percolation des micro-cavités, et la composante déviatorique [Fiedler et al., 2001]. Morelle *et al.* ont, quant à eux, comparé quatre critères de rupture différents basés sur les contraintes principales ou sur la déformations plastique cumulée [Morelle et al., 2017]. Ils

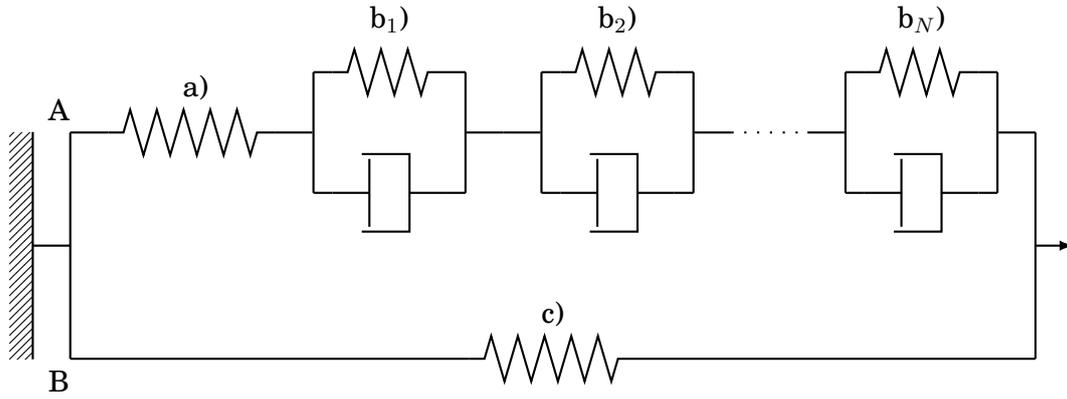


FIGURE 1.15 – Modèle rhéologique de [Anand et al., 2009, Ames et al., 2009]. La branche A représente les éléments du comportement macro de plus en plus finement avec chaque nouvel élément de Kelvin-Voigt. La branche B contribue à la contrainte globale et devient importante pour les grandes déformation durant la phase de re-durcissement.

ont montré que le critère basé sur la déformation plastique équivalente (eq. 1.10) permettait de reproduire au mieux les observations expérimentales comme montré sur la figure 1.16.

$$p_e - a \cdot e^{-b \cdot \frac{\sigma_e}{\sigma_H}} - c = 0 \quad (1.10)$$

Où p_e représente la déformation plastique cumulée, σ_e la contrainte de Von Mises, σ_H la contrainte hydrostatique et a, b, c des paramètres matériaux.

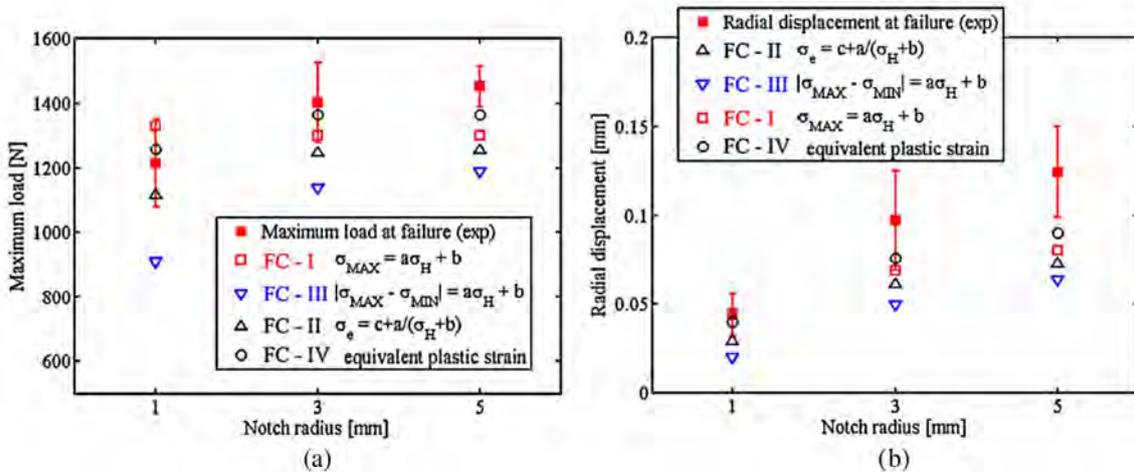


FIGURE 1.16 – Comparaison entre le modèle et les mesures expérimentales sur un essai de traction sur éprouvette perforée : (a) par rapport à la contrainte à rupture ; (b) par rapport au déplacement radial dans le trou. [Morelle et al., 2017]

En considérant, au vue de la section précédente, que la matrice se comporte à l'échelle microscopique de façon similaire en traction et en compression, i.e., elle présente un adoucissement et une déformation plastique importante, il semble plus pertinent de prendre un critère basé sur la déformations plastique ou la déformation plastique cumulée pour la rupture matricielle au sein du toron.

1.4.3 Modélisation de la microstructure à l'échelle microscopique

Quelles que soient les modélisations utilisées pour les constituants, il est nécessaire de les intégrer dans une cellule représentant le composite à l'échelle microscopique et plusieurs possi-

bilités existent pour cela.

Dans le but de conserver un coût de calcul faible, certains chercheurs ne modélisent qu'une seule fibre explicitement (cf. Fig. 1.17). Si le taux de fibre est élevé, une hypothèse de distribution idéalisée (carrée ou hexagonale) est posée avec des conditions de périodicité aux bords de la cellule [Begis et al., 1981, Paris et al., 2003]. Si le taux de fibre est très faible, d'autres chercheurs font l'hypothèse qu'il n'y a pas d'influence d'une fibre sur l'autre et que la fibre modélisée se trouve dans une matrice infinie [Mantič et al., 2005, Correa et al., 2008, Carraro et al., 2015].

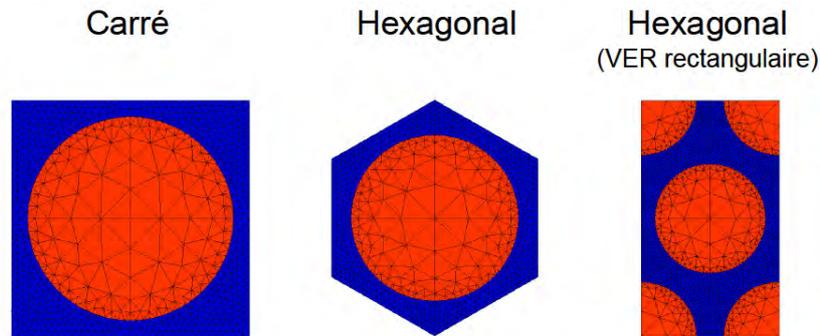


FIGURE 1.17 – Exemple de maillage de VER courant pour des distributions carrées et hexagonales.

Cependant, ces approches sont des approximations de la réalité. L'observation expérimentale [Vaughan and McCarthy, 2010] montre par exemple que toutes les fibres n'ont pas strictement le même rayon et que la fraction volumique locale en fibres peut subir de grande variation à cause de la distribution aléatoire des fibres. Pour prendre en compte ces phénomènes, il est nécessaire de modéliser explicitement plus d'une fibre (cf. Fig. 1.18). Il est alors possible de créer des distributions aléatoires de fibres en empêchant les interpénétrations [González and Llorca, 2007, Segurado and Llorca, 2002, Pathan et al., 2017] ou en utilisant des descripteurs morphologiques issus de l'observation expérimentale [Melro et al., 2008, Trias et al., 2006, Vaughan and McCarthy, 2010].

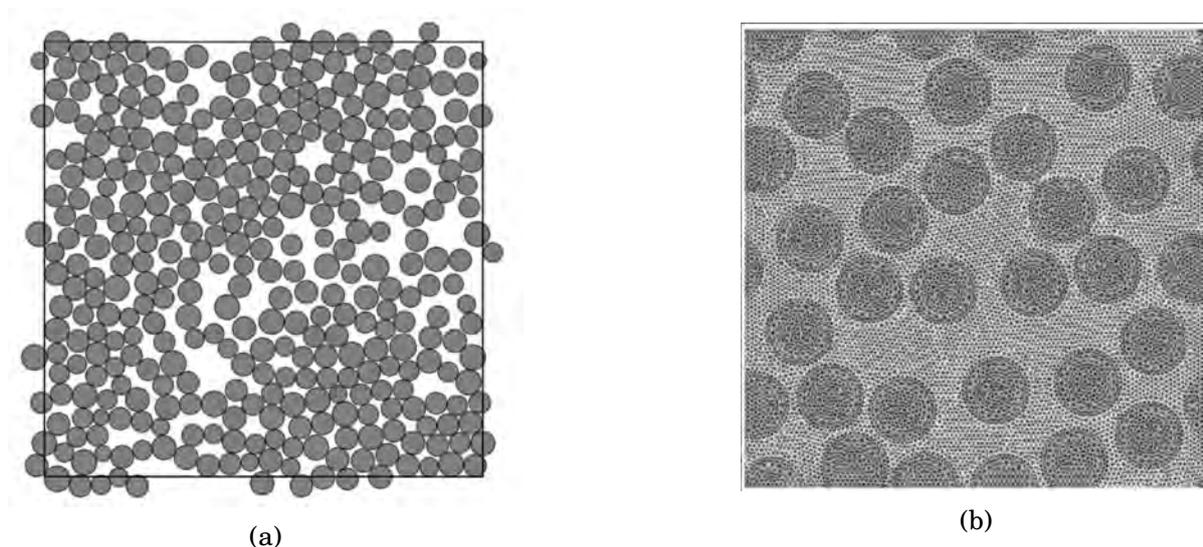


FIGURE 1.18 – (a) Distribution aléatoire périodique de fibres [Pathan et al., 2017]. (b) Maillage périodique d'un VER avec une distribution aléatoire périodique de fibres [González and Llorca, 2007].

Bien que ces dernières modélisations permettent une représentation très proche de la distribution réelle, elles ne permettent pas la comparaison directe avec un champ de déplacement qui serait mesuré sur un échantillon. Pour cela, il est nécessaire de créer une cellule directement

issue de la micro-structure [Pulungan et al., 2017].

On voit donc que lorsque le but recherché est la modélisation du comportement avec prise en compte de la distribution, l'utilisation de cellules aléatoires est préconisée. En effet, il est possible d'en générer plusieurs en faisant varier la taille et le nombre de fibres modélisées avec les mêmes conditions aux limites et ainsi étudier l'influence de la distribution sur le comportement [Pulungan et al., 2017]. Cependant, lorsque le but est de comparer ou de valider des simulations avec des mesures de champs expérimentales, il est nécessaire d'utiliser des cellules issues de la microstructure réelle du matériau. Cela permet de s'affranchir des hypothèses sur l'influence de la distribution et d'appliquer des conditions aux limites mesurées expérimentalement par corrélation d'images numériques par exemple.

1.4.4 Modélisation de l'interface fibre/matrice

On observe de manière générale deux manières de modéliser l'interface fibres/matrice. La première vient de la mécanique de la rupture par la définition d'un critère de rupture. L'autre se fait par l'insertion d'éléments cohésifs à l'interface avec une loi d'endommagement.

1.4.4.1 Modélisation par la mécanique de la rupture

L'approche par la mécanique de la rupture fait l'hypothèse que l'interface entre la fibre et la matrice se rompt de manière élastique et fragile. Une interface parfaite est donc supposée à l'interface jusqu'à la rupture lorsque le critère est atteint. Ce critère peut être formulé en contrainte et/ou en énergie mais afin d'être prédictif, les deux doivent être pris en compte. En effet, Carraro *et al.* [Carraro et al., 2015] ont mis en avant l'influence de la taille de la fibre sur le choix du critère (cf. Fig. 1.19a). Pour cela, de nombreux auteurs utilisent le critère couplé de Leguillon [Leguillon, 2002]. Ce critère est utilisé pour modéliser l'initiation de la rupture de l'interface [Mantić, 2009, Mantić and García, 2012, García et al., 2014a, García et al., 2014b, García et al., 2015b, García et al., 2015a, Carraro and Quaresimin, 2014, Carraro et al., 2015]. L'utilisation du critère couplé permet aussi de prévoir l'angle pour lequel la fissuration de l'interface s'arrête pour se propager dans la matrice. En compression, ce phénomène apparaît pour une ouverture de décohesion d'environ 26° par rapport à l'axe de symétrie [Correa et al., 2008] (cf. Fig. 1.19b). En traction, ce phénomène apparaît pour une ouverture de décohesion entre 60° et 70° [Mantić et al., 2005]. La fissuration dans la matrice se propage alors avec un angle de 65° - 70° par rapport à la tangente à la fibre, autrement dit dans la direction normal à la direction de sollicitation comme montré sur la figure 1.19c.

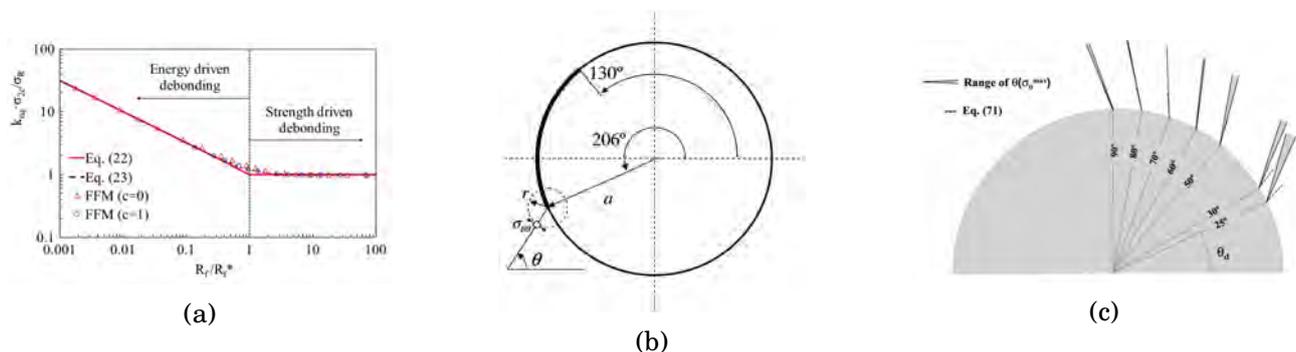


FIGURE 1.19 – (a) Influence du rayon de la fibre sur le facteur de concentration de contrainte [Carraro et al., 2015]. (b) Schématisation de la décohesion et de l'angle de passage à une rupture de la matrice lors d'une sollicitation de compression [Correa et al., 2008]. (c) Schématisation de la la plage des directions que peut prendre la fissuration matricielle pour différents angles pour la transition entre la décohesion et la rupture matricielle [Mantić et al., 2005].

Cette modélisation permet de bien représenter le scénario d'endommagement avec en premier lieu une ouverture de l'interface normal à la sollicitation en traction.

Cependant, l'utilisation de cette modélisation repose sur une hypothèse forte d'élasticité ce qui n'est pas le cas de la matrice et ne permet pas de prendre en compte l'existence d'une interphase plus souple. De plus, elle nécessite la détermination d'un critère adapté basé sur des paramètres qui ne sont pas facilement accessibles comme l'a montré la section précédente. Enfin, l'utilisation de cette méthode nécessite un remaillage local dès que l'interface cède et donc une interruption du calcul.

1.4.4.2 Modélisation par zones cohésives

L'approche par éléments cohésifs ajoute des éléments de volume nul à l'interface entre les constituants. Différentes lois de comportement peuvent alors être utilisées dans l'élément mais la plus utilisée est le modèle bilinéaire [Alfano and Crisfield, 2001] montré sur la figure 1.20. Ce modèle prévoit une pente élastique tant que l'élément n'est pas endommagé puis un endommagement linéaire de l'interface jusqu'à rupture complète de l'élément.

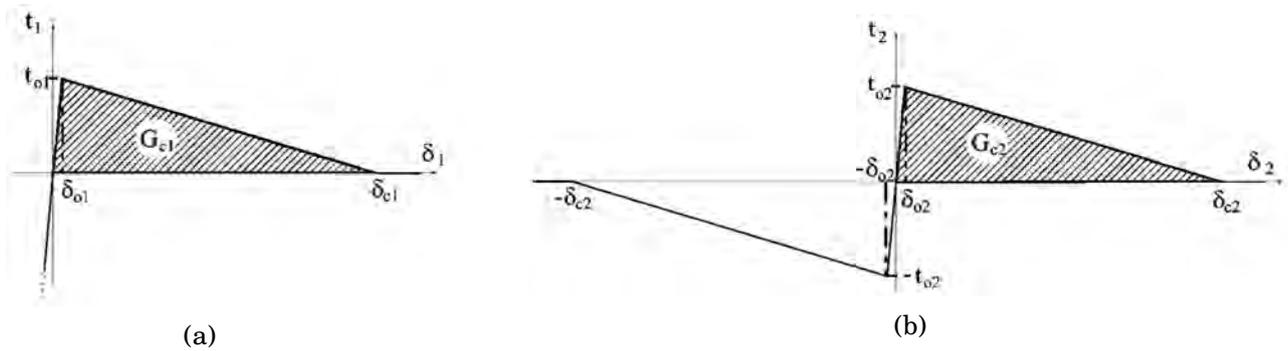


FIGURE 1.20 – Représentation de la loi cohésive bilinéaire de Alfano *et al.* [Alfano and Crisfield, 2001] dans (a) la direction normale et (b) la direction transverse [Alfano and Crisfield, 2001].

Cependant, cette approche comporte certains problèmes. Premièrement, la transition entre le domaine élastique et le domaine endommagé se fait brutalement. Certains auteurs ont pour cela développé des lois avec des transitions non-linéaires entre l'état sain et en l'état endommagé [Needleman, 1987] mais cela implique l'insertion de nouveaux paramètres dans le comportement de l'interface. Deuxièmement, l'insertion d'éléments cohésifs au sein d'une structure peut assouplir le comportement global de cette dernière si la pente élastique est trop faible ou si le nombre de d'éléments insérés est trop important. Une hypothèse sur la localisation de l'endommagement à l'interface fibre/matrice est faite mais elle reste faible au vue des observations expérimentales. Cette hypothèse permet de restreindre l'insertion d'éléments cohésifs au pourtour de la fibre et ainsi ne pas faire d'hypothèse sur quelle fibre s'endommage en premier.

Toutefois, cette approche présente de nombreux avantages et est utilisée par de nombreux auteurs [González and Llorca, 2007, Totry et al., 2008a, Totry et al., 2008b, Totry et al., 2010, Vaughan and McCarthy, 2010, Vaughan and McCarthy, 2011a, Canal et al., 2009, Canal et al., 2012b, Herráez et al., 2015]. Les éléments sont insérés dès le début du calcul et donc aucun remaillage n'est nécessaire en cours de calcul si le scénario d'endommagement est connu au préalable. De plus, la partie élastique du modèle permet de prendre en compte l'existence d'une interphase entre la fibre et la matrice. Enfin, comme pour la modélisation par la mécanique linéaire de la rupture, l'approche par éléments cohésifs permet de gérer la phase d'initiation des décohésions et leur propagation le long de la fibre pour différents types de sollicitations telles que la compression [González and Llorca, 2007], la traction [Canal et al., 2009] ou le cisaillement transverse à la fibre [Totry et al., 2008a] (cf. Fig. 1.21).

Ces travaux montrent que la modélisation de l'initiation des décohésions est possible à la fois par la mécanique linéaire de la rupture ou par le modèle des zones cohésives. De plus, Garcia *et al.* [García et al., 2014b] ont comparé l'effet de la taille des fibres sur la prédiction de la contrainte transverse critique pour la création d'une décohésion. Ils ont montré que, pour des paramètres similaires pour les deux approches, des contraintes semblables étaient trouvés

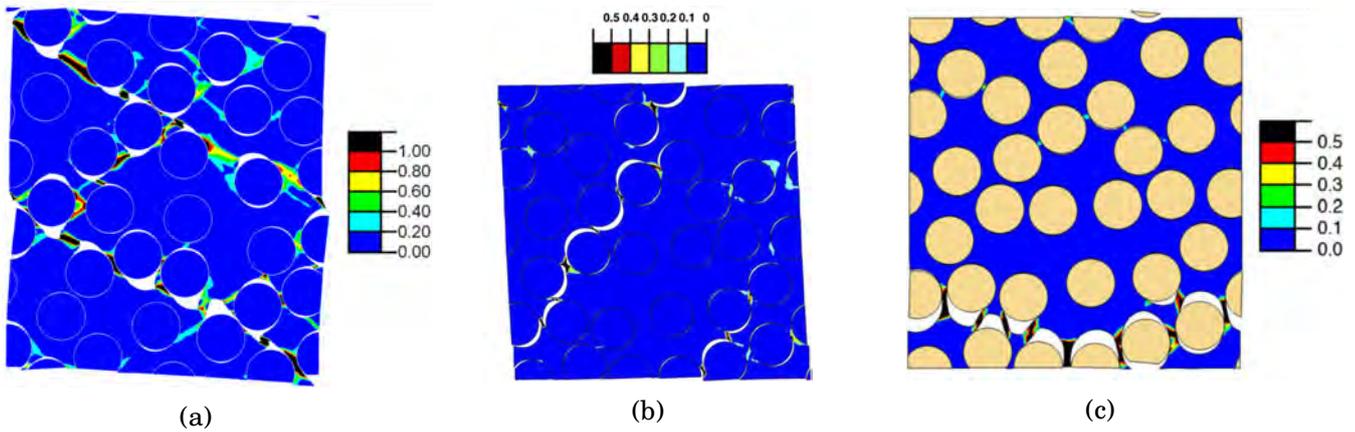


FIGURE 1.21 – Modélisation par éléments cohésifs de l'initiation des décohésions et de leur propagation en un chemin de percolation pour des sollicitations de (a) compression (axe horizontale) [González and Llorca, 2007]; (b) cisaillement pur [Totry et al., 2008a]; (c) traction (axe vertical) [Canal et al., 2009]. Le champ affiché pour les trois sollicitations est la déformations plastique cumulée.

lorsque le diamètre de la fibre est supérieur à 2 micromètres. Cependant, la simplicité de la mise en place de l'approche par éléments cohésifs, qui ne nécessite pas de remaillage en cours de calcul, et l'hypothèse forte sur l'élasticité imposée dans l'approche par la mécanique linéaire de la rupture, orientent le choix pour la modélisation de l'interface fibre/matrice dans cette étude vers l'approche par éléments cohésifs.

1.4.5 Modélisation des contraintes résiduelles

Lors de la fabrication d'un matériau composite à matrice polymère thermodurcissable, les constituants subissent une cuisson afin de polymériser la matrice (cf. Fig. 1.22). Le cycle thermique imposée provoque la création de contraintes résiduelles de deux types : (i) thermiques dues à la différence entre les coefficients de dilatation thermiques (CTE : *Coefficient of Thermal Expansion*) de la fibre et de la matrice, (ii) chimiques dues à une contraction de la matrice lors de la polymérisation. Ces contraintes résiduelles doivent être modélisées car elles peuvent créer des endommagements initiaux et elles s'ajoutent aux contraintes mécaniques modifiant ainsi le seuil d'endommagement [Withers and Bhadeshia, 2001b].

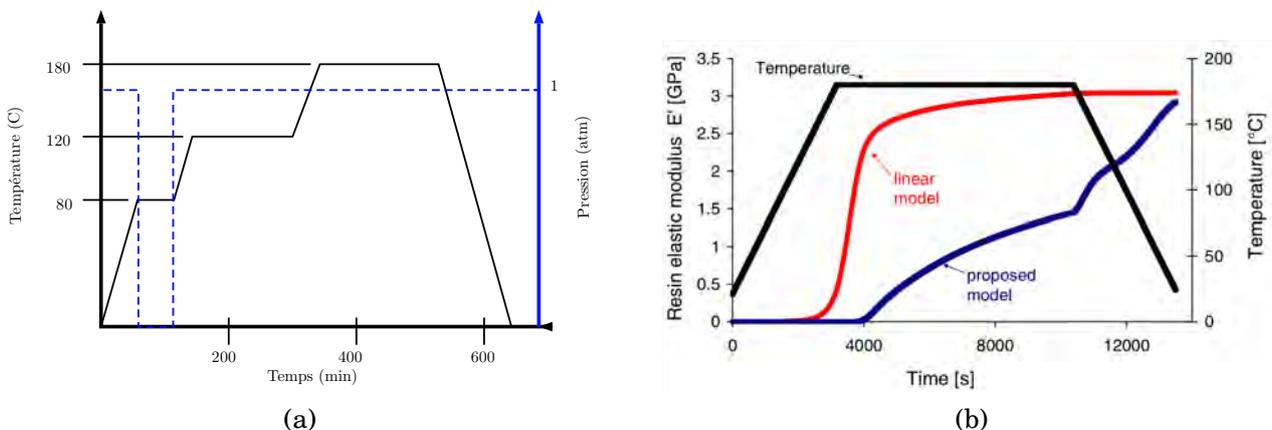


FIGURE 1.22 – (a) Courbe de cuisson de la matrice lors du processus RTM [Morelle, 2015]. (b) Évolution du module élastique d'une résine époxy prédit par un modèle linéaire basé sur le degré de réticulation et par le modèle proposé par Abou Msallem et al. [Msallem et al., 2010]

Cependant, à l'instar de la modélisation de l'interface fibre/matrice, deux difficultés majeures sont rencontrées. La première vient de la caractérisation de ces contraintes. Il existe différentes façons pour cela mais ces méthodes sont majoritairement des moyens de mesure indirects. En effet, ce qui est mesuré est souvent l'effet que les contraintes résiduelles ont sur la matière après un changement de structure tel que la création d'un trou [Withers and Bhadeshia, 2001a]. Un modèle est alors nécessaire pour remonter à la valeur des contraintes résiduelles initialement présentes. La deuxième difficulté est la modélisation du comportement des constituants lors du processus de fabrication. En effet, pour modéliser complètement le comportement, il faut prendre en compte les aspects thermiques, chimiques et mécaniques de la réaction de polymérisation. Dans la cas contraire, de grandes divergences peuvent apparaître d'un modèle à l'autre comme montré sur la figure 1.22 pour l'estimation du module élastique durant la polymérisation [Msalem et al., 2010]. Cependant, ces modèles sont complexes et leurs paramètres sont difficiles à obtenir et à valider. Le but de cette thèse n'étant pas la modélisation du comportement lors du processus de fabrication, le choix a été fait de ne modéliser que les contraintes résiduelles dues à la différence de CTE entre les constituants. En effet, ces dernières sont modélisables par l'application d'un refroidissement sur la cellule avant l'application de sollicitations mécaniques et la connaissance des CTE des différents constituants qui sont donnés par les fournisseurs.

1.4.6 Conclusion

Cette section a mis en avant les différentes possibilités pour la modélisation du comportement endommageable d'un composite à l'échelle microscopique. Il a été montré, dans la section 1.2, que, à l'échelle microscopique, la matrice se comporte de façon similaire en traction et en compression. Sur cette observation, il a été montré dans cette section que le modèle qui représente le plus fidèlement le comportement viscoplastique de la matrice est le modèle de Anand et Ames [Anand et al., 2009, Ames et al., 2009]. Il permet de modéliser l'ensemble des phénomènes observés sur la courbe de comportement dans un cadre thermodynamique en grande déformation en prenant en compte la dépendance du comportement à la température et à la vitesse de déformation. La fibre est modélisée comme isotrope transverse et non-endommageable. En effet, la rupture de la fibre intervient à la fin du scénario d'endommagement et cette étude ne concerne que l'étude des premiers stades de l'endommagement. En revanche, la dégradation de l'interphase intervient dès le début de l'endommagement et doit être modélisée. Cette section a montré que l'approche la plus adaptée pour cela est l'utilisation d'éléments cohésifs. En effet, elle permet de gérer l'initiation et la propagation de la décohésion jusqu'à la création d'un chemin de percolation préférentiel. La rupture des bandes de matrice ainsi créées peut alors se faire à l'aide d'un critère de rupture fragile basé sur les déformations plastiques. L'ensemble de ces comportements doivent être insérés au sein d'une cellule représentative de l'échelle microscopique. Il a été montré que pour pouvoir prendre en compte l'influence de la distribution des fibres, l'utilisation d'une cellule avec une distribution aléatoire de fibres et des conditions périodiques sont nécessaires. De plus, lors de la comparaison entre simulations numériques et mesures expérimentales, des cellules issues directement de la microstructure réelle du matériau devront être utilisées avec des conditions aux limites issues des essais et obtenues par CIN, par exemple. Enfin, il a été mis en avant dans cette section l'importance de modéliser les contraintes résiduelles dues à la fabrication du matériau. Cependant, dans une volonté de simplicité, seules les contraintes résiduelles issues du refroidissement thermiques seront modélisées.

Chapitre 2

Matériel et méthode

Résumé

Ce chapitre fait état des différents moyens d'essais et d'observations déterminés par le chapitre précédent et disponibles pour cette étude. Il décrit leurs fonctionnements et les vérifications de faisabilité qui ont été effectuées.

Sommaire

2.1 Introduction	47
2.2 Présentation du matériau	47
2.2.1 Architecture du matériau composite étudié	47
2.2.2 Caractéristiques de la fibre	48
2.2.3 Caractéristiques de la matrice	48
2.3 Principe de fonctionnement d'un MEB	49
2.3.1 Création du faisceau d'électrons	49
2.3.2 Interaction entre le faisceau d'électrons et la matière	52
2.3.3 Acquisition des images	56
2.4 Présentation du montage de traction in-situ	57
2.4.1 Présentation de la platine de traction	57
2.4.2 Présentation du dispositif d'observation multi-échelle	58

2.1 Introduction

Caractériser le comportement d'un matériau demande la mise en place de techniques et méthodes spécifiques. Ces techniques font appel à un vocabulaire particulier et à des connaissances spécifiques. Ce chapitre a pour objectif de définir ce vocabulaire et ces connaissances afin que le lecteur puisse être à même de suivre les discussions qui seront menées par la suite.

Tout d'abord, les méthodes et analyses développées dans cette étude peuvent être appliquées à un grand nombre de matériaux à l'échelle microscopique. Cependant, dans le cadre de cette thèse, elles sont appliquées à un matériau composite tissé spécifique. Ce matériau et ses principales caractéristiques ont été présentés dans une première section.

Ensuite, comme montré par le chapitre 1, l'étude des endommagements à l'échelle microscopique demande l'utilisation de moyens spécifiques. Il a été conclu que le moyen d'observation le plus adapté dans cette étude pour observer les premiers stades de l'endommagement est un Microscope Électronique à Balayage (MEB). Son fonctionnement et ses spécificités pour l'observation de la surface d'un matériau composite sont détaillés dans une seconde section.

Enfin, pour créer ces premiers stades de l'endommagement, il a fallu solliciter le matériau. Pour cela, une micro-platine de traction a été utilisée pour effectuer des tests *in-situ* dans le MEB. Les caractéristiques de cette platine sont présentées dans une troisième section.

2.2 Présentation du matériau de l'étude

Le matériau utilisé dans le cadre de cette thèse est un composite tissé à matrice organique. Il peut être décrit par ses constituants, des fibres et de la matrice, et par leur organisation au sein du matériau.

2.2.1 Architecture du matériau composite étudié

Le matériau est un composite tissé 2D. Il est composé d'une stratification de 8 couches de tissage en satin de 5 comme montré sur la figure 2.1. Ce tissage est fait de torons dont la taille caractéristique d'une coupe transversale est de l'ordre de 2 à 3 mm de largeur pour 200 à 400 microns d'épaisseur. Chaque pli de tissé mesure environ 500 microns d'épaisseur, l'empilement des plis et leur imbrication donne une épaisseur finale pour le matériau consolidé d'environ 3.8 mm.

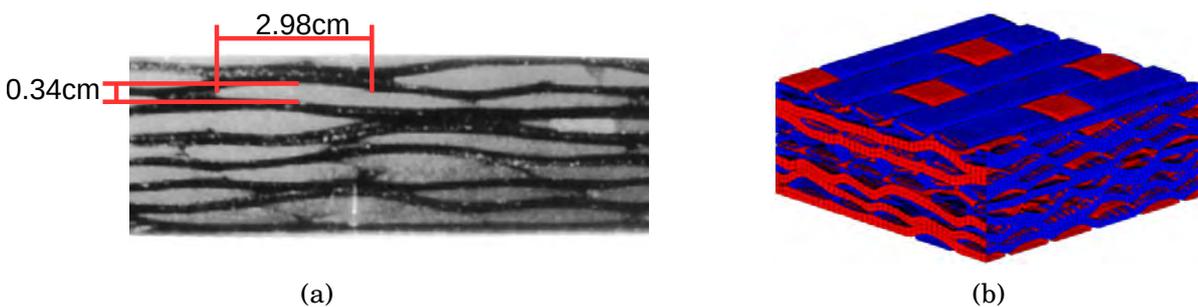


FIGURE 2.1 – (a) Microscopie optique de la tranche du composite. Les zones claires sont les torons transverses et les zones foncées sont les torons longitudinaux. (b) Représentation numérique de l'agencement de toron au sein du composite.

Ce composite est fabriqué par un procédé RTM (*Resine Transfer Moulding*) schématisé sur la figure 2.2a. Les stratifications de tissage sont disposées dans le moule et compactées. La résine, préchauffée à 80°C, est ensuite injectée sous pression (1 à 5 bar) dans le moule préchauffé à 120°C. Ces températures de préchauffage et une aspiration appliquée aux bords du moule facilitent la progression de la résine au sein de l'architecture. Le moule est ensuite chauffé pour faire polymériser la résine à une température de 180 degrés (cf. Fig. 2.2b).

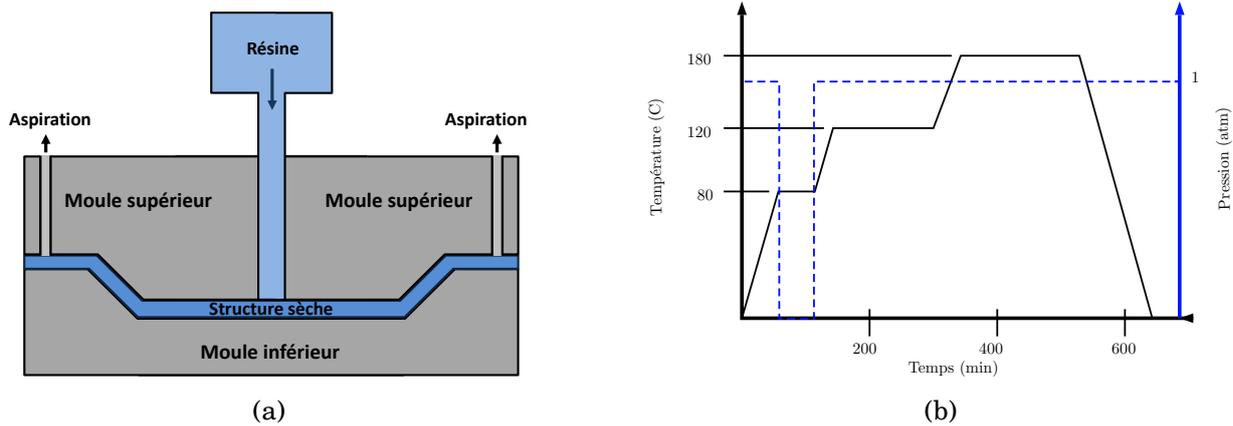


FIGURE 2.2 – a) Schéma de fonctionnement du processus RTM (*Resine Transfer Moulding*). b) Courbe de cuisson de la matrice lors du processus RTM (www.hexcel.com).

2.2.2 Caractéristiques de la fibre

Les fibres utilisées pour le composite considéré sont des fibres de carbone de type HexTow[®] AS7 (www.hexcel.com). Ces fibres ont été développées pour des applications industrielles. Ses principales caractéristiques, données par le fournisseur, sont résumées dans le tableau 2.1

Module de Young sens longitudinal	(E_l)	248	GPa
Module de Young sens transverse	(E_t)	10	GPa
Module de cisaillement sens longitudinal	(G_{lt})	26	GPa
Coefficient de Poisson sens longitudinal	(ν_{lt})	0.26	-
Coefficient de Poisson sens transverse	(ν_{tt})	0.3	-
Contrainte à rupture	(σ_f)	2 895	MPa
Élongation à rupture	(ε_f)	1.7	%
Densité	(ρ)	1.79	g/cm ³
Diamètre de la fibre	(d)	6.9	μm

TABLE 2.1 – Propriétés mécaniques de la fibre de carbone HexTow[®] AS7.

2.2.3 Caractéristiques de la matrice

La matrice est une résine thermodurcissable HexFlow[®] RTM-6 (www.hexcel.com). Cette résine a été créée pour répondre aux attentes industrielles pour le processus RTM à savoir une résine possédant une viscosité suffisamment faible pour bien imprégner l'architecture, une grande plage de température d'utilisation et un cycle de cuisson simple. Les principales propriétés élastiques de cette résine sont résumées dans le tableau 2.2.

Cette matrice est très utilisée dans l'industrie pour les composites hautes performances [Morelle, 2015] grâce à une forte réticulation qui lui confère une bonne rigidité et de nombreuses autres propriétés telles que :

- une haute température de transition vitreuse d'environ 220 degrés Celsius,
- une grande plage de température en utilisation de -60 à 180 degrés,
- un système dégazée et prêt à utiliser,

Module de Young	(E)	2.89	GPa
Coefficient de Poisson	(ν)	0.38	-
Contrainte à rupture	(σ_f)	75	MPa
Élongation à rupture	(ε_f)	3.4	%

TABLE 2.2 – Propriétés mécaniques de la matrice HexFlow[®] RTM 6.

- une bonne résistance au vieillissement et à l'humidité,
- une faible absorption de l'humidité,
- une faible viscosité nécessitant une faible pression d'injection (comprise entre 1 et 5 bar),
- une grande fenêtre d'injection (temps de gel) supérieure à 4h à 120 degrés celsius.

Le chapitre 1 a montré que les résines époxy ne pouvaient être modélisées par un comportement purement élastique. Une caractérisation plus poussée sera faite dans le chapitre 3 afin de modéliser correctement son comportement viscoplastique.

2.3 Principe de fonctionnement d'un Microscope Electronique à Balayage

Le Microscope Électronique à Balayage (MEB) permet l'observation d'un échantillon par analyse des électrons issus de l'interaction entre un faisceau d'électrons incidents (électrons primaires) et l'échantillon. Contrairement aux microscopes photoniques (couramment appelés microscopes optiques) qui sont limités par la longueur d'onde du visible à des résolutions de 0.1 microns pour les microscopes les plus performants¹, les MEB peuvent obtenir des résolutions inférieures au nanomètre². Comme pour toute observation, il est nécessaire d'optimiser les paramètres d'acquisition du MEB pour soit améliorer la résolution (taille minimale d'un détail observable), soit augmenter le Rapport Signal sur Bruit (RSB) qui est un indicateur de la qualité de la transmission d'une information³. Pour améliorer ces paramètres, il est nécessaire de comprendre comment fonctionne un MEB et comment sont créées les images acquises.

2.3.1 Création du faisceau d'électrons

La figure 2.3 schématise le fonctionnement de la colonne électronique permettant la création d'un faisceau d'électrons. Un canon à électrons forme une source virtuelle, i.e., une zone aussi ponctuelle que possible qui servira pour le système électronique de point d'origine émettant des électrons. Ces électrons vont passer au travers des condensateurs formés par des bobines. Ces condensateurs agissent comme des lentilles optiques et permettent de focaliser et réduire le faisceau. Enfin, le faisceau passe à travers des bobines permettant de le dévier et ainsi balayer la zone d'observation voulue. L'image obtenue à la surface de l'échantillon est appelée le *spot*. La taille de ce *spot* va influencer sur la résolution de l'observation. On nomme distance de travail la distance entre la sortie de la colonne électronique et l'échantillon. La totalité de la colonne électronique doit être mise sous vide afin que le faisceau ne soit pas perturbé par les molécules qui seraient présentes dans la colonne.

1. www.cnrs.fr

2. www.in-pharmatechnologist.com

3. Ce rapport représente le rapport des puissances entre le signal d'amplitude maximale pour laquelle la distorsion à la sortie reste inférieure à une valeur limite et le bruit de fond, information non significative correspondant en général au signal présent à la sortie du dispositif en l'absence d'un signal à l'entrée.

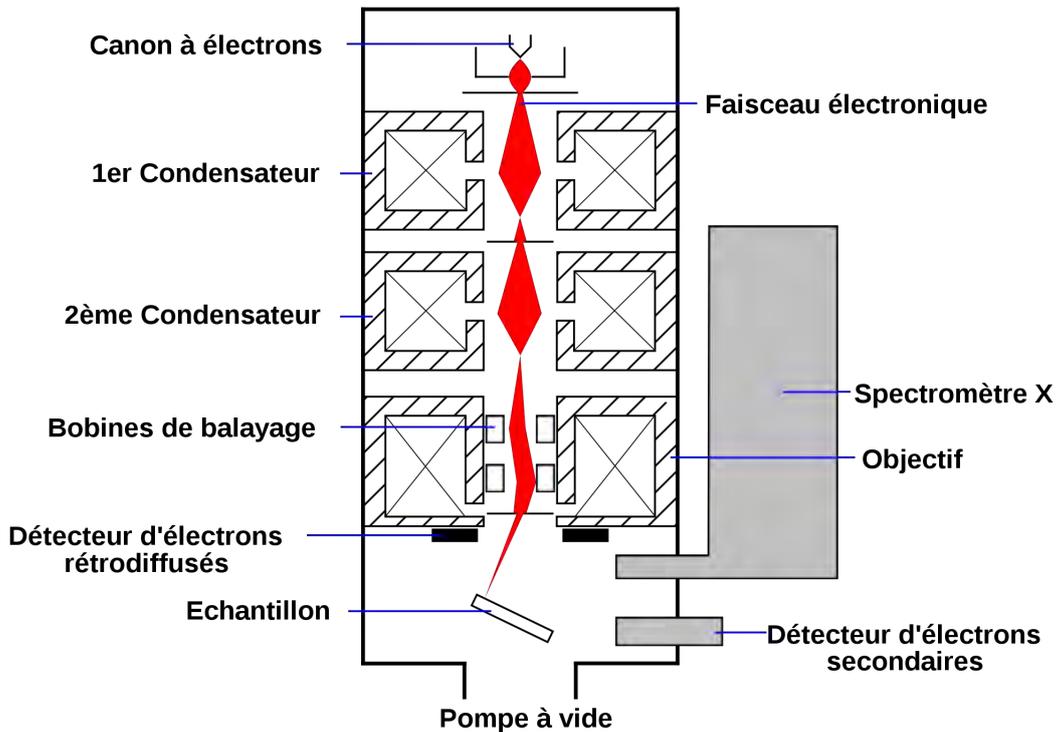


FIGURE 2.3 – Schéma du principe de fonctionnement d'une colonne électronique dans un microscope électronique à balayage. (Source : [Wikipedia](#))

2.3.1.1 Émission des électrons

L'émission d'électrons se fait à l'aide d'un canon à électrons par l'application d'un courant sur un filament (cf. Fig. 2.4). Plusieurs méthodes existent pour cela mais seulement deux sont détaillées ici correspondant aux deux méthodes utilisées au sein du laboratoire de l'Onera. Ces deux méthodes utilisent un filament de tungstène comme cathode pour émettre des électrons, l'une par émission thermoïonique, l'autre par émission par effet de champ.

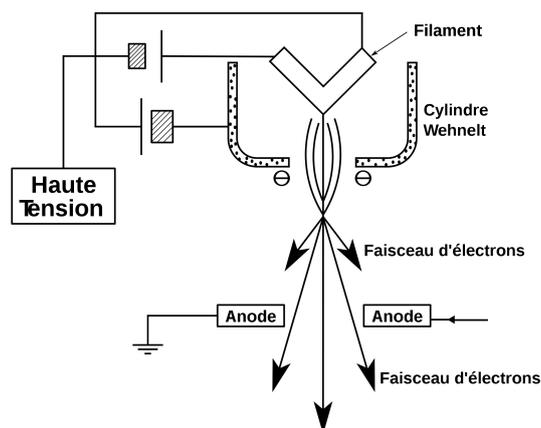


FIGURE 2.4 – Schéma du principe de fonctionnement d'un canon électronique à émission thermoïonique. (Source : [Wikipedia](#))

Dans le cas de la méthode par émission thermoïonique, le filament est linéaire et est chauffé par effet Joule à une température située entre 1700 et 2400 degrés Celsius. L'énergie apportée permet aux électrons de dépasser la barrière de potentiel et s'extraire du solide. Le vide nécessaire pour cela doit être inférieure à 10^{-2} Pa. Le cylindre Wehnelt va ramener les électrons du

faisceau sur l'axe optique. L'endroit où le faisceau d'électrons possède le diamètre le plus faible est appelé *cross-over* et va servir de source virtuelle. La brillance de cette source est définie par la formule suivante :

$$B = \frac{I_e}{(\pi(\frac{d}{2})^2)(\pi\alpha^2)} \quad (2.1)$$

où I_e représente le courant d'entrée, α représente le demi-angle d'ouverture de la source et d représente le diamètre de la source virtuelle. Dans le cas de la méthode par émission thermoïonique, ce diamètre est compris entre 30 et 100 microns pour une brillance de $10^5 \text{ A.cm}^{-2}.\text{sr}^{-1}$.

Pour la méthode d'émission par effet de champ (FEG : *Field Emission Gun*), le filament forme une pointe d'une centaine de nanomètres. La tension appliquée entre l'anode et la cathode (cf. Fig. 2.4) permet de créer un champ électrique intense permettant d'arracher les électrons par effet tunnel pour une énergie inférieure à la barrière de potentiel. Le vide nécessaire doit être inférieur à 10^{-6} Pa . La taille de la source virtuelle ainsi créée est entre 15 et 30 nanomètres pour une brillance de $10^7 \text{ A.cm}^{-2}.\text{sr}^{-1}$.

L'utilisation d'un FEG permet d'obtenir une source virtuelle à la sortie du canon plus petite avec une brillance supérieure et donc une meilleure résolution que pour un canon avec un filament linéaire. De plus, la création d'une source virtuelle plus petite permet de limiter le nombre de bobines réductrices ou de condensateurs nécessaires à l'obtention d'un *spot* suffisamment petit. Cela réduit la création d'aberrations lors du passage entre les bobines mais rend le signal plus sensible aux vibrations. Enfin, la durée de vie d'un filament FEG est dix fois plus grande que celle d'un filament linéaire. Malgré tous ces avantages, un des freins à l'utilisation d'un MEB-FEG est son prix. En effet, le coût d'un filament est beaucoup plus élevé dans le cas d'un FEG et la nécessité de faire un vide plus poussé implique l'achat de pompes plus performantes et donc plus coûteuses.

Le canon à électrons contrôle aussi le débit des électrons par le courant appliqué dans le cas du filament linéaire ou par la tension appliquée à la pointe dans le cas d'un FEG. Une augmentation du débit d'électrons ou du courant du faisceau va augmenter le signal envoyé. Par conséquent, le signal mesuré va aussi augmenter et le RSB va être réduit. Cependant, une augmentation du courant provoque aussi une augmentation de la taille de la source virtuelle, donc de la taille du *spot* sur l'échantillon et par conséquent une diminution de la résolution. De plus, l'utilisation d'un courant de forte intensité peut dégrader l'état de surface comme cela sera montré dans la section 3.2.

2.3.1.2 Bobines réductrices

Les bobines réductrices sont des condensateurs ou lentilles électromagnétiques (cf. Fig. 2.3) dont le but est de réduire la taille du *spot* qui est la projection de la source virtuelle sur la surface de l'échantillon. Le but est d'obtenir une taille de *spot* inférieure aux détails à observer.

Ces bobines peuvent être sources d'aberrations optiques lorsque les électrons proches de l'axe optique ne focalisent pas dans la même plan que ceux loin de l'axe optique. La projection de la source virtuelle sur la surface de l'échantillon devient alors un disque au lieu d'un point ponctuel. Cette aberration est appelée aberration sphérique. Pour éviter ce problème, ces bobines sont couplées avec des diaphragmes afin de réduire le diamètre du faisceau et n'utiliser que les électrons proches de l'axe optique.

2.3.1.3 Bobine objectif

La dernière lentille électronique appelé lentille objectif ou bobine objectif possède une focale variable de plusieurs millimètres. Elle sert à focaliser le spot à la surface de l'échantillon afin d'obtenir la résolution souhaitée.

Cette lentille est couplée à des bobines de balayage situées juste au-dessus d'elle (cf. Fig. 2.3). Ces bobines de balayage servent à balayer la surface de l'échantillon. Par défaut, le balayage des

bobines est ajusté pour que le temps de balayage d'une bobine soit égal au temps de mesure d'une ligne et que le temps de balayage de l'autre soit équivalent au temps d'acquisition de l'image (cf. Fig. 2.5a). Cependant, il se peut que le balayage créé par les bobines ne soit pas aligné avec le déplacement de la platine de l'échantillon. Cela ne pose pas de problème pour de l'observation ponctuelle mais cette désorientation doit être corrigée lorsque le but est de faire l'acquisition d'un champ complet par mosaïque de plusieurs visualisations locales comme ce sera le cas dans cette thèse. Dans le cas contraire, la totalité de la zone voulue ne pourra pas être observée comme cela est montré par la figure 2.5b. En effet, les positions de la mosaïque, correspondant au centre de chaque image, sont définies sur la taille de la zone balayée. Le décalage entre le déplacement de la platine et le balayage du MEB, représenté en bleu sur la figure 2.5b, provoque un pavage non parfait de la surface.

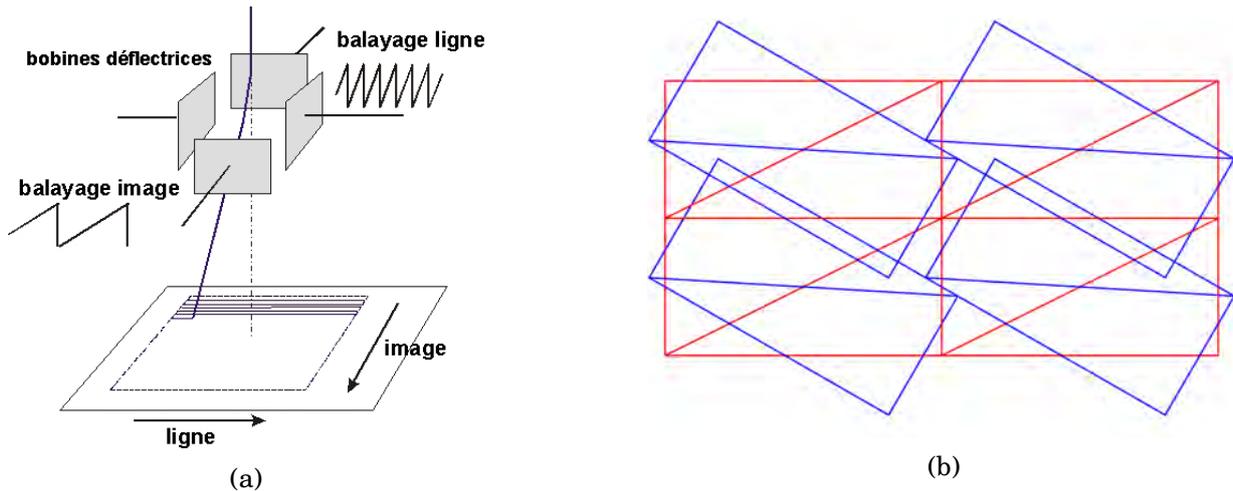


FIGURE 2.5 – (a) Schéma de fonctionnement des bobines de déflexion utilisées pour le balayage de la zone observée. (b) Principe de la mosaïque d'image. En rouge lorsque le déplacement de la platine est aligné avec le balayage du MEB. En bleu, lorsque le déplacement de la platine n'est pas aligné avec le balayage du MEB.

2.3.2 Interaction entre le faisceau d'électrons et la matière

Les électrons du faisceau, créés par le canon à électrons et dirigés par la colonne électronique, sont appelés électrons incidents ou électrons primaires. Ces électrons frappent la surface avec une énergie cinétique équivalente, E_c , à la tension appliquée au canon à électrons, U , habituellement entre 5 et 20 kilovolts (kV), multipliée par la charge d'un électron, q .

$$E_c = q \cdot U \quad (2.2)$$

Ils pénètrent la surface de l'échantillon et peuvent alors interagir avec le matériau de différentes façons. Ces interactions provoquent l'émission de différentes particules (cf. Fig. 2.6) mais deux sont intéressantes pour l'étude et seront détaillées ici : les Électrons Secondaires (SE : *Secondary Electron*) et les électrons rétrodiffusés (BSE : *Back-Scattered Electron*). La figure 2.6 montre un schéma de la poire de diffusion des différentes particules, *i.e.*, la zone sollicitée par le rayon incident et qui sera analysée. On peut remarquer sur ce schéma, qui n'est pas à l'échelle, que les SE sont issus d'une zone proche de la surface (d'une profondeur de quelques nanomètres) alors que les BSE sont issus d'une zone bien plus large et sont ainsi peu impactés par les phénomènes de surface comme vont le montrer les sections suivantes.

2.3.2.1 Électrons secondaires

Les électrons secondaires sont créés à la suite d'un choc entre un électron incident et un électron du matériau. L'électron du matériau acquiert ainsi de l'énergie qui lui permet de s'échapper

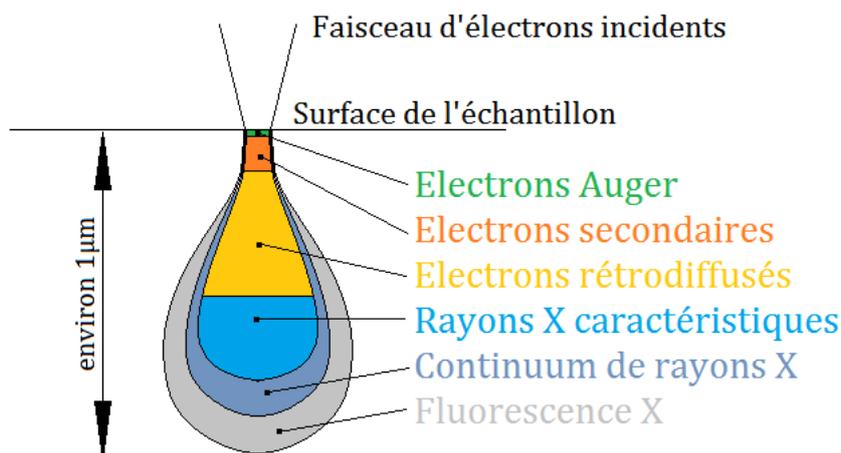


FIGURE 2.6 – Poire de diffusion des différents types d'électrons utilisés lors de l'observation par un microscope électronique à balayage (échelle non respectée). (Source : [Haye, 2016])

de l'orbite atomique (cf Fig. 2.7a). Cependant, ces électrons sont de faible énergie et possèdent un faible libre parcours moyen⁴. Les électrons secondaires subissent alors de nombreux chocs provoquant une perte d'énergie. Ceux qui vont ressortir sont par conséquent issus d'interactions proches de la surface (de l'ordre de 10 nm depuis la surface). Ils ressortent avec une énergie inférieure au kilo-électronvolt.

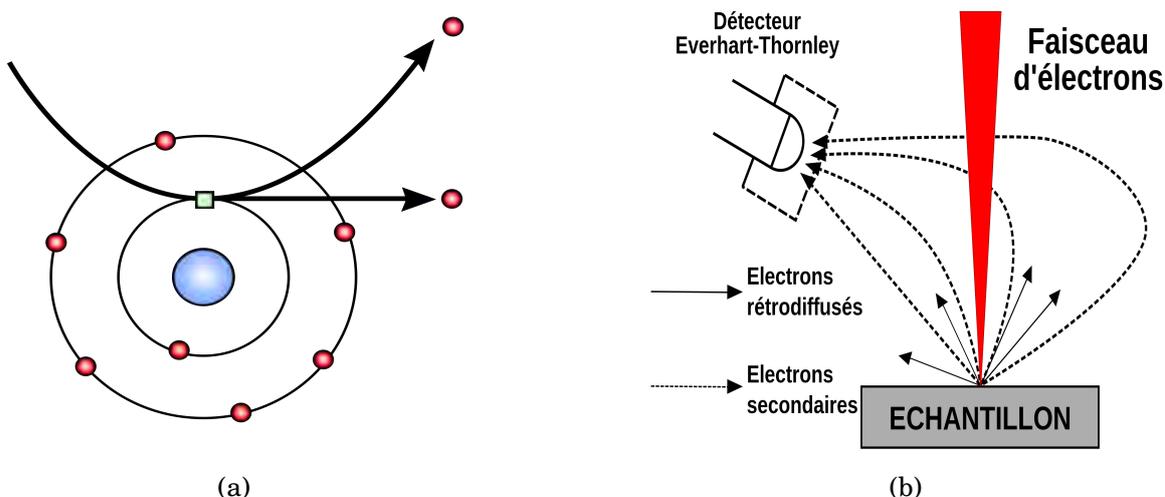


FIGURE 2.7 – a) Création d'un électron secondaire par choc avec un électron du faisceau incident ; b) Schéma d'un détecteur Evenhart-Thorney. (Source : [Wikipedia](#))

Un détecteur Evenhart-Thorney (cf Fig. 2.7b) placé sur le coté de la chambre va pouvoir capter ces électrons. Pour cela, une grille placée à l'entrée du détecteur est polarisée afin de les attirer. Les électrons attirés sont comptés et le signal obtenu est converti en niveau de gris. Comme mentionné, les électrons secondaires ne sont issus que des 10 premiers nanomètres de l'échantillon. Ils vont ainsi fournir une information topologique de la surface. En effet, le détecteur récupérera plus d'électrons pour une face inclinée vers lui et lui assignera un niveau de gris plus clair. Au contraire, une face dont la normale n'est pas dirigée vers le détecteur donnera un niveau de gris plus foncé comme montré par la figure 2.8a où l'on peut voir une micrographie d'une empreinte d'un indenteur tétraédrique.

4. Cette grandeur correspond à la distance qu'une particule peut effectuer entre deux chocs successifs avec d'autres particules. Dans le cas des électrons, cette distance augmente avec l'augmentation de l'énergie de l'électron.

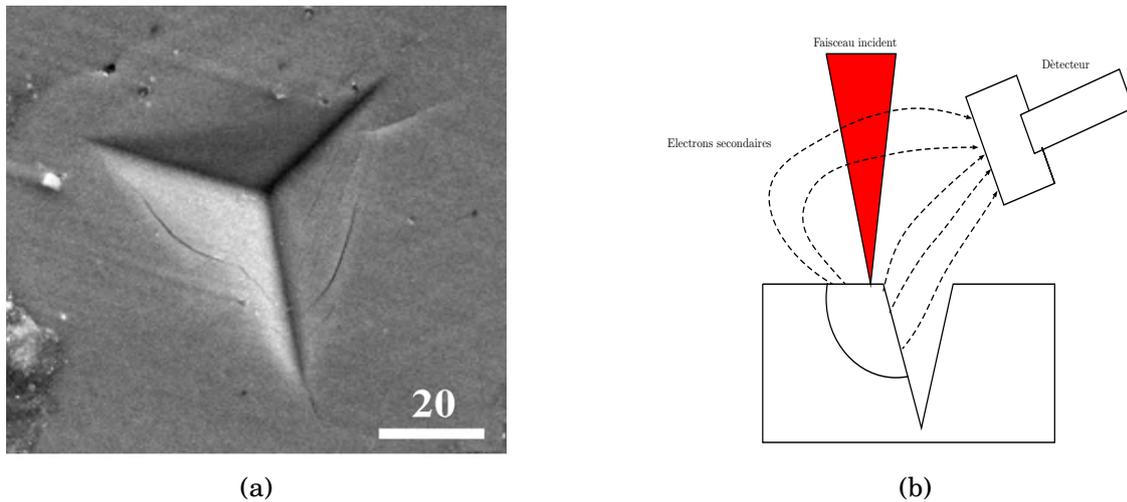


FIGURE 2.8 – a) Imagerie en électrons secondaires d’une empreinte d’un indenteur tétraédrique sur du TiAl_3 . Le détecteur Evenhart-Thorney se trouve sur la droite du bord supérieur de l’image (Source : [Byakova et al., 2012]). b) Schéma de l’augmentation du signal en présence d’un bord libre.

Cette sensibilité à la topologie de surface peut apporter des informations 3D sur la surface mais à l’inverse, les dégradations peuvent faire apparaître des effets de bords non désirés. En effet, lorsqu’une dégradation est présente, caractérisé par une rupture dans la continuité du matériau, le bord libre va émettre des électrons secondaires et augmenter l’intensité du signal mesuré (cf Fig. 2.8b). Cette augmentation peut saturer le signal et masquer les détails autour. Par ailleurs, toujours à cause de cette sensibilité à la surface, l’observation prolongée d’une zone provoque un assombrissement de l’image. Ce phénomène a été vérifié expérimentalement et est montré sur la figure 2.9a pour laquelle plusieurs observations ont été réalisées avec un champ de visualisation de plus en plus grand. On peut remarquer que les zones déjà observées présentent un niveau de gris moyen plus sombre que le reste de l’éprouvette. En effet, le faisceau réagit avec des molécules encore présentes dans la chambre puisque le vide n’est pas parfait, et provoque le dépôt d’une couche de molécules organiques à la surface de l’échantillon. Le numéro atomique moyen de ces molécules étant plus faible que celui du carbone pur, l’image s’assombrit pour les raisons expliquées dans la section 2.3.2.2. Ces changements de niveaux de gris de l’image acquise sont néfastes pour la méthode de corrélation d’images numériques qui sera utilisée dans cette thèse car la première hypothèse de cette méthode est la conservation des niveaux de gris.

Dans le cas des électrons secondaires, le détecteur étant fixe dans la chambre du MEB, augmenter la distance de travail permet d’éloigner le détecteur de la surface de l’échantillon (cf. Fig. 2.7b). Ainsi, avec une même polarisation de la grille du détecteur, il est possible d’augmenter l’efficacité de collection du détecteur *i.e.*, sa capacité à attirer les électrons, en augmentant la distance de travail car les trajectoires des électrons sont alors moins courbées. On observe alors une augmentation du RSB qui permet de diminuer le courant de sonde et donc la taille du spot et ainsi augmenter la résolution de l’image. De plus, augmenter la distance de travail provoque aussi une augmentation de la profondeur de champ de l’image comme montré sur la figure 2.9b, ce qui peut être avantageux dans certains cas.

2.3.2.2 Électrons rétrodiffusés

Les électrons rétrodiffusés sont les électrons du faisceau incident qui ressortent de l’échantillon à la suite de chocs quasi-élastiques avec les particules du matériau. Ces électrons possèdent une forte énergie pouvant théoriquement aller jusqu’à l’énergie du faisceau si les atomes de l’échantillon sont très lourds (numéro atomique élevé) et si les chocs sont considérés comme parfaitement élastiques. En effet, chaque choc va dévier la trajectoire de l’électron d’un certain

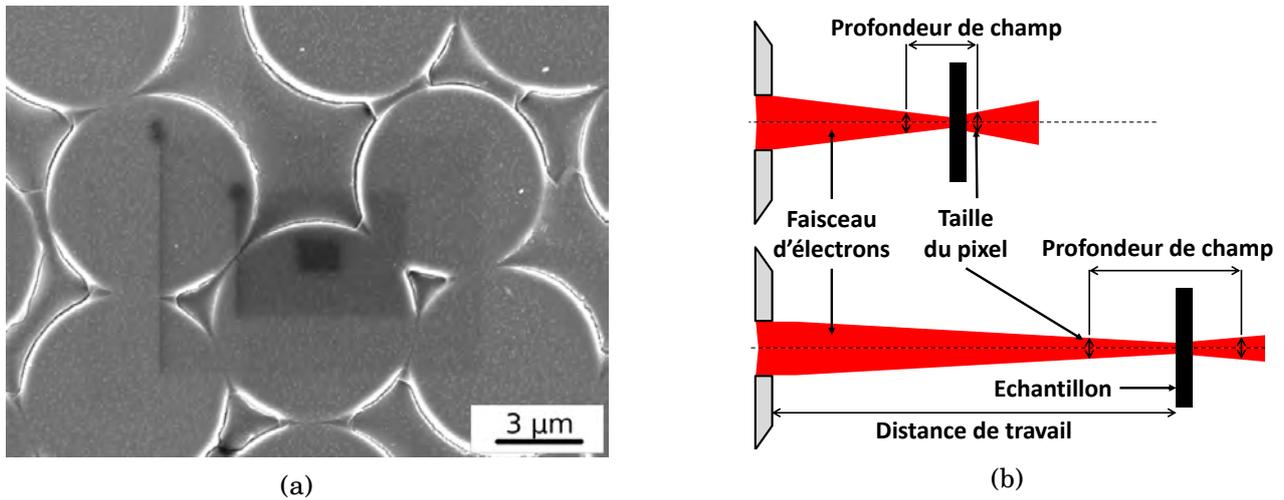


FIGURE 2.9 – (a) Visualisation concentrique de la surface avec un grandissement de plus en plus petit, i.e., une zone observée de plus en plus grande. (b) Évolution de la profondeur de champ en fonction de la distance de travail.

angle. Cet angle est relié au numéro atomique de matériau sondé. Plus celui-ci est élevé, plus la déviation sera grande et plus l'énergie de sortie sera élevée. La mesure de l'énergie des électrons rétrodiffusés permet alors d'obtenir une information chimique du matériau en reliant le niveau de gris à un élément chimique particulier, plus le matériau possède un numéro atomique élevé, plus le niveau de gris sera clair.

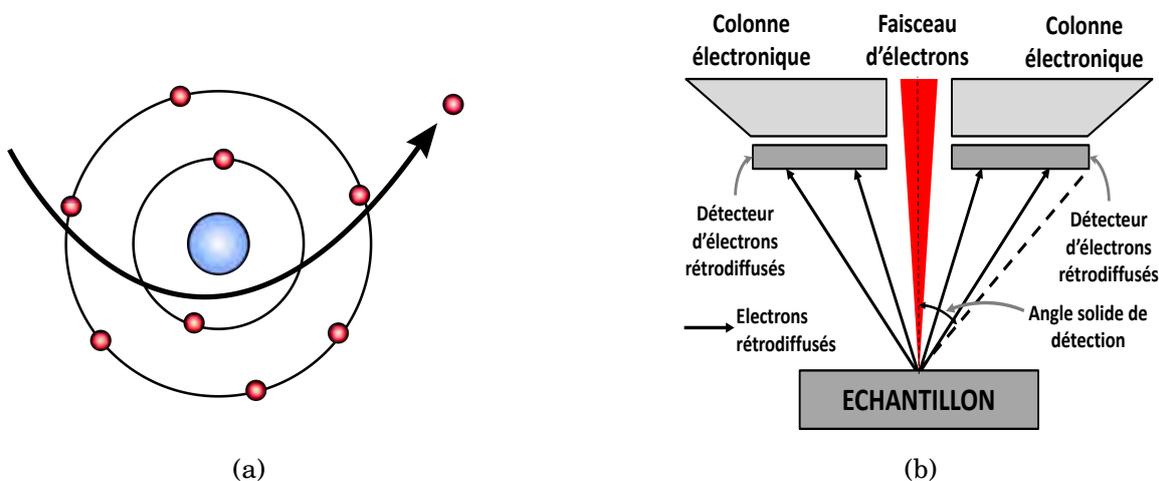


FIGURE 2.10 – (a) Création d'un électron rétrodiffusé par choc élastique avec les atomes de la matière (Source : [Wikipedia](#)); (b) Schéma d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés.

Dans le cas des électrons rétrodiffusés, le détecteur est placé sous la colonne électronique. Diminuer la distance de travail, i.e., la distance entre le bas de la colonne électronique et l'échantillon, permet d'augmenter l'angle solide de détection (cf. Fig. 2.10b) ce qui permet d'augmenter le RSB. Chaque détecteur BSE possède une distance de travail optimale permettant de maximiser le signal mesuré. L'effet est donc l'inverse de celui des SE. Lors de l'observation, il est soit possible de privilégier l'un des deux signaux, soit de trouver un compromis pour observer de façon optimale avec les deux signaux.

Les électrons secondaires qui arrivent sur le détecteur BSE sont de trop faible énergie pour être captés. En revanche, les électrons rétrodiffusés qui ressortent dans la direction du capteur Evenhart-Thorney sont captés par ce dernier. L'acquisition d'image par l'analyse des SE donne

alors aussi une information chimique, *i.e.*, une différence de numéro atomique, de la surface de l'échantillon.

2.3.3 Acquisition des images

Le balayage de l'échantillon et l'analyse de ces signaux à chaque point de mesure permet d'obtenir une micrographie de la zone étudiée. Cependant plusieurs éléments peuvent encore jouer sur la qualité du signal mesuré indépendamment des paramètres du faisceau ou du signal analysé.

2.3.3.1 Conductivité des échantillons

L'observation de la surface d'un échantillon au MEB provient de l'interaction entre les électrons du faisceau incident et la matière. Cette dernière doit être conductrice pour permettre la circulation et l'évacuation des électrons. Si la matière étudiée est isolante, les électrons incidents ne sont pas évacués. On observe alors un effet de charge au sein du matériau et une saturation du signal qui va se traduire par un blanchiment de la surface. Cette saturation augmente plus l'observation se prolonge et se dissipe dans le temps si le matériau n'est plus observé. Cet effet, à l'instar de l'effet de bord, dégrade la qualité de l'observation et peut masquer les détails autours.

Dans le cas du matériau étudié, la matrice en résine époxy est un matériau isolant. Des visualisations en MEB-FEG par BSE ont été réalisées dans le cadre de cette étude afin de visualiser ce phénomène. La figure 2.11a montre la surface du matériau sans traitement et met en évidence ce phénomène de blanchiment. Pour pallier à ce problème, il est possible de métalliser la surface en déposant une couche conductrice. Cette couche peut être soit créée en carbone par un procédé de sublimation du graphite, soit en or par pulvérisation cathodique. L'observation peut alors se faire sans apparition du phénomène de charge comme montré figure 2.11b.

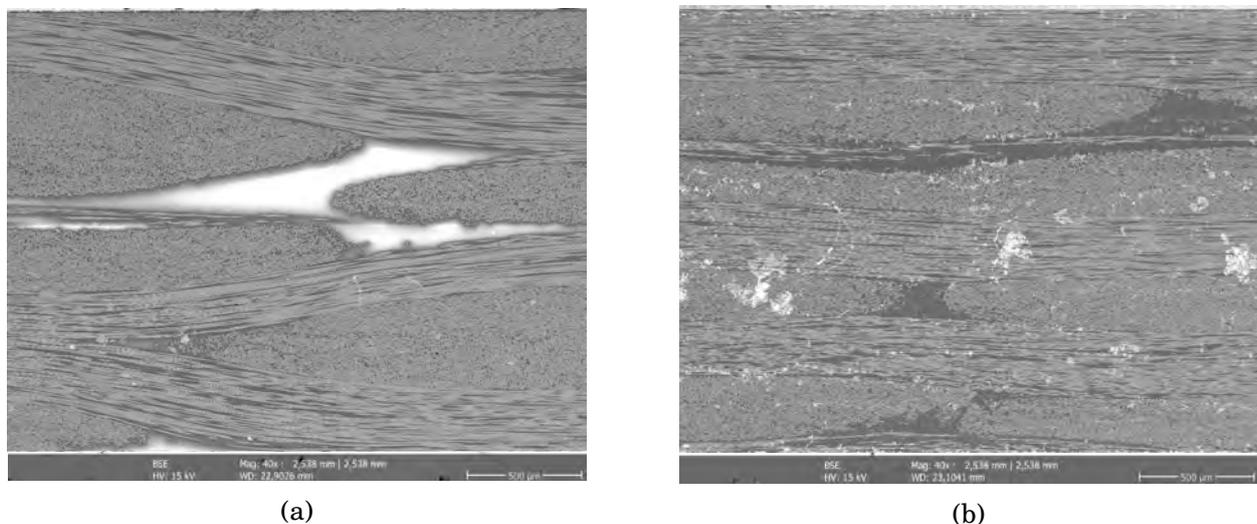


FIGURE 2.11 – Observations au MEB par BSE de la surface du matériau réalisées à l'Onera : (a) sans couche conductrice, les zones blanches sont des poches de matrice qui chargent lors de l'observation au MEB ; (b) avec couche conductrice en carbone et dépôt de mouchetis (tâches blanches).

Cependant, l'effet de charge va aussi apparaître lors de la création d'un endommagement qui provoque une fissuration de la couche conductrice. Cet effet peut alors se cumuler à l'effet de bord lors de l'observation des SE comme montré sur la figure 2.9a autour des fibres.

2.3.3.2 Gestion du bruit

La première étape lors de l'observation en MEB est l'optimisation du faisceau pour trouver le meilleur compromis entre un RSB élevé et une résolution suffisante. Une fois que cette opti-

misation est maximale, une deuxième étape permet de réduire encore le RSB en optimisant les paramètres d'acquisitions de l'image. Cela peut se faire en augmentant le temps d'intégration de la mesure, *i.e.*, le temps passé sur chaque pixel pour acquérir le signal. Le signal est alors moyenné dans le temps et le bruit est diminué. Toutefois, cette augmentation a un impact direct sur le temps d'acquisition de l'image qui peut parfois devenir très conséquent (plusieurs dizaines de minutes par image) ainsi que sur la surface de l'échantillon qui peut être dégradée (cf. section 3.2) ou noircie. Une autre façon est de moyennner les images en venant acquérir soit plusieurs fois la même ligne soit l'image entière. Le signal est alors là aussi moyenné et le bruit est diminué. Cette méthode permet de fractionner le temps de bombardement sur la surface de l'échantillon et ainsi réduire le taux d'énergie reçu par le matériau mais ne permet pas de réduire le temps d'acquisition de chaque image.

2.4 Présentation du montage de traction in-situ

Le chapitre 1 a montré que les premières dégradations de l'échelle microscopique correspondaient à des décohésions à l'interface fibre/matrice. Ces dégradations sont de l'ordre d'une centaine de nanomètres et doivent être observées à l'aide d'un MEB dont le principe de fonctionnement a été présenté dans la section précédente. Cependant, ces dégradations ont tendance à se refermer lorsque la sollicitation de l'éprouvette est enlevée. Afin de pouvoir caractériser correctement l'endommagement, l'observation doit se faire sous-charge. La platine de traction doit pour cela pouvoir être insérée dans la chambre du MEB. Il est alors possible d'effectuer la totalité de l'essai *in-situ* du MEB et d'observer le matériau à plusieurs niveaux de charge sans sortir l'éprouvette de la chambre du MEB.

2.4.1 Présentation de la platine de traction

Le dispositif expérimental utilisé pour solliciter l'échantillon dans cette étude est une micro-platine de traction/compression de la marque DEBEN⁵ équipée d'un capteur de force et d'un capteur de déplacement (cf. Fig. 2.12a). La capacité maximale de la platine est de 2000 N en traction et en compression. Cette platine a été choisie pour son faible encombrement (inférieur à $20 \times 10 \times 5 \text{ cm}^3$) afin de pouvoir être insérée dans la chambre d'un MEB et son faible poids (inférieur à 4 kilogrammes) afin d'être supportée par le porte échantillon du MEB. Un passage étanche dans la porte du MEB permet de piloter la platine de l'extérieur et de faire des observations pendant l'essai.

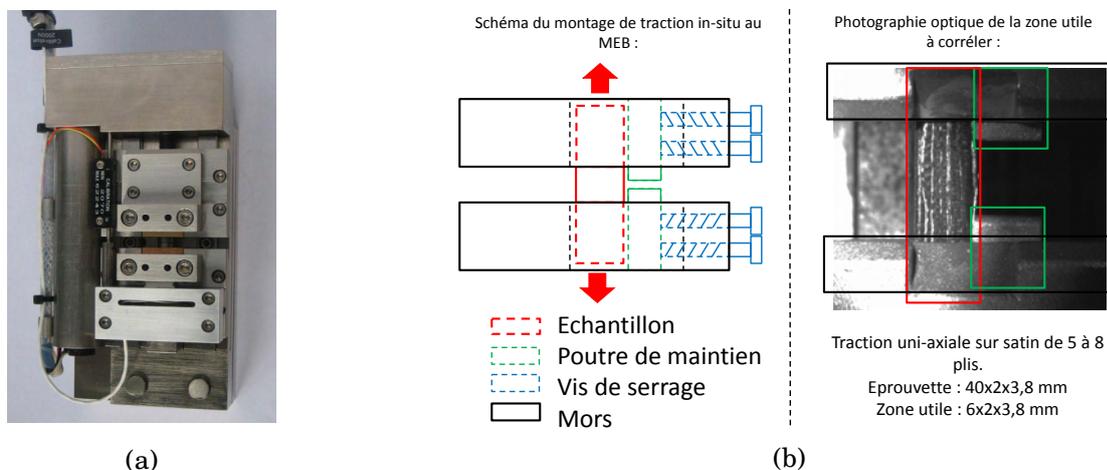


FIGURE 2.12 – (a) Dispositif expérimental utilisé pour réaliser les essais de traction sous MEB. (b) Schéma de la zone observable sur la tranche de l'éprouvette durant l'essai de traction.

5. <http://deben.co.uk/products/>

Des mors de traction peuvent être montés sur cette platine. Ils peuvent être utilisés pour des éprouvettes à section rectangulaire de dimension maximale de $4 \times 4 \text{ mm}^2$. Pour cela, deux cales en acier sont placés sur l'éprouvette et deux vis viennent appuyer sur ces cales pour serrer l'éprouvette contre le fond des mors comme schématisé sur la figure 2.12b. La zone utile de l'éprouvette est de 6 mm pour une longueur d'éprouvette de 40 mm.

2.4.2 Présentation du dispositif d'observation multi-échelle

L'un des objectifs de cette thèse est de pouvoir obtenir une modélisation multi-échelle. Pour cela, être capable d'observer plusieurs échelles à la fois permettrait de pouvoir caractériser le composite de manière multi-échelle. La platine de micro-traction présentée dans la section précédente permet de faire des essais dans le MEB et de caractériser le comportement à l'échelle microscopique. Cependant, à cette échelle, il n'est pas possible d'observer la totalité de la zone utile de l'éprouvette et d'obtenir des informations sur la déformation de la mésostructure. Or, même si l'éprouvette est sollicitée globalement en traction, l'architecture du composite peut provoquer une sollicitation différente au niveau du toron. Il est alors important de connaître le champ de déformation autour de la zone d'intérêt afin de bien caractériser les premiers stades de l'endommagement. Pour pallier ce problème, un essai multi-échelle a été mis au point en parallèle de cette thèse. Cet essai permet d'effectuer, en parallèle de la visualisation microscopique avec le MEB (visualisation locale) et une observation optique de toute la zone utile de l'éprouvette (visualisation globale) comme montré par la figure 2.13. Pour cela, un objectif et une caméra optique sont ajoutée sur le côté de la chambre du MEB (cf. Fig. 2.14).

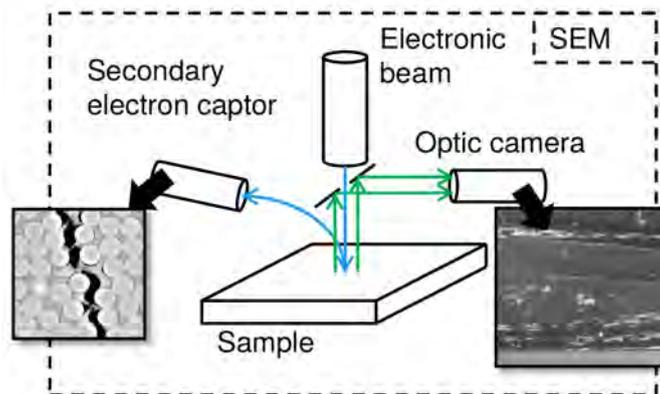


FIGURE 2.13 – Schéma de principe de l'observation multi-échelle durant un test *in-situ* du MEB.

Les deux observations ne peuvent cependant pas être faites simultanément dans la version actuelle. Pour effectuer la visualisation globale, un miroir oblique monté sur un bras mécanique vient se placer au-dessus de l'échantillon mais masque, par la même occasion, le faisceau du MEB empêchant ainsi l'observation électronique. Étant donné que les observations électroniques doivent être effectuées lorsque la platine est arrêtée car sinon elle génère des vibrations, les essais sont obligatoirement incrémentaux. Par conséquent, une observation optique globale est faite en continue pendant la montée en charge de l'éprouvette et une observation électronique locale est effectuée lorsque qu'un palier est atteint. Par ailleurs, la distance de travail pour l'observation électronique est aussi affectée. En effet, le bras portant le miroir se situant entre l'éprouvette et la colonne électronique, cette distance ne peut être inférieure à 15mm. Elle est, de plus, limitée au maximum à 24mm qui est la distance maximale de focalisation de la caméra CCD. Cette caméra possède une résolution de $1.5 \mu\text{m}$ qui permet de distinguer les fibres dans les torons mais ne permet pas de voir l'endommagement avant que celui-ci n'ait formé une rupture transverse du toron. L'objectif inséré dans l'axe optique est un objectif à grande focale qui permet d'éviter les distorsions des images acquises. Enfin, l'éclairage de l'échantillon se fait à l'aide d'une disposition de Diodes Électro-Luminescentes (LED) disposées de façon circulaire autour de l'objectif.

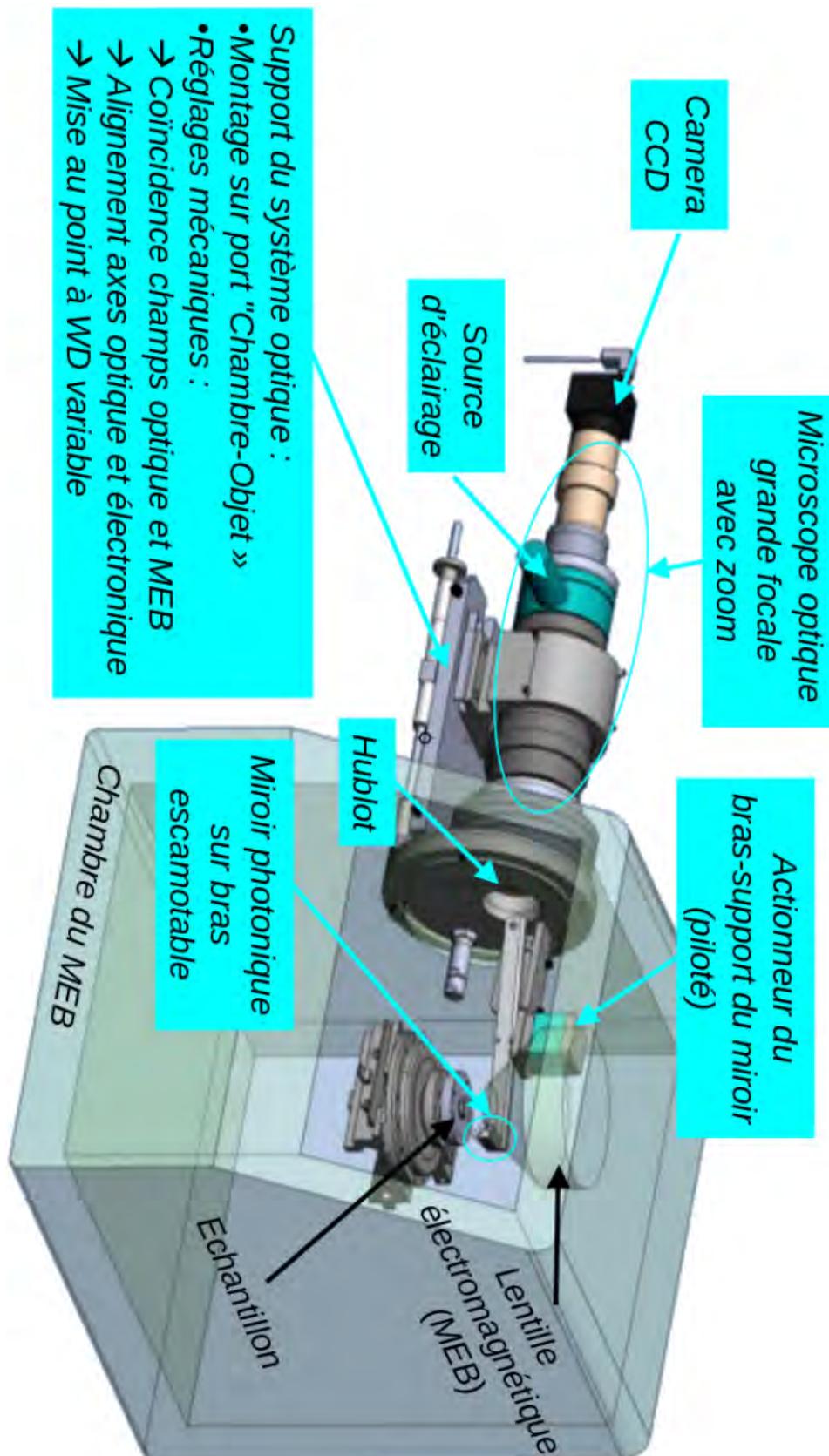


FIGURE 2.14 – Représentation 3D de l'agencement de la caméra optique et de l'objectif sur la chambre du MEB.

Caractérisation des premiers stades de dégradation à l'échelle microscopique : traction incrémentale *in-situ* au MEB

Résumé

Ce chapitre présente la campagne expérimentale pour la caractérisation des premiers stades de l'endommagement. La mise en place des essais de traction *in-situ* au microscopique électronique à balayage est développée. Une adaptation d'une méthode de corrélation d'images numériques avec régularisation mécanique est présentée. Les résultats de l'analyse menée dans ce chapitre serviront à la mise en place de la modélisation de l'endommagement proposée dans le prochain chapitre.

Sommaire

3.1 Introduction	63
3.2 Développement d'un essai <i>in-situ</i> au MEB	63
3.2.1 Mise en place de l'essai de traction <i>in-situ</i> au MEB	63
3.2.2 Optimisation de l'essai	68
3.3 Adaptation d'une méthode de CIN	74
3.3.1 Adaptation d'une méthode de création de mouchetis.	74
3.3.2 Choix du logiciel de corrélation	75
3.3.3 Adaptation de la CIN aux matériaux hétérogènes	79
3.3.4 Séparation des variables élastiques	82
3.4 Caractérisation expérimentale de la dégradation	86
3.4.1 Caractérisation visuelle de l'endommagement	86
3.4.2 Évaluation de la cinématique de l'endommagement	86
3.4.3 Essai de caractérisation par traction <i>in-situ</i> au MEB	87
3.5 Conclusion	93

3.1 Introduction

Le chapitre 1 a mis en avant l'existence d'un grand nombre de travaux de modélisation pour représenter les premiers stades de l'endommagement au sein de matériaux composites. Cependant, il a aussi mis en avant la difficulté à valider ces modèles de comportement à cause de la difficulté à mesurer des paramètres matériaux à l'échelle microscopique. Ce manque de validation empêche l'utilisation de ces modèles dans des optiques de prédiction ou d'optimisation des pièces en fonction des dégradations de l'échelle microscopique.

Ce chapitre a pour objectif de mettre en place une campagne expérimentale permettant de visualiser et caractériser les premiers stades de l'endommagement à la surface d'un matériau composite à l'aide de tests de traction. Comme montré par le chapitre 1, l'observation de ces dégradations doit se faire à l'aide d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) et si possible sous charge pour éviter la refermeture des dégradations. Le chapitre 2 a montré que l'observation de ce matériau au MEB était possible mais que certaines précautions telles que l'utilisation d'une couche conductrice en surface étaient nécessaires. Par ailleurs, le chapitre précédent a aussi montré que les caractéristiques de la platine de traction permettent son insertion dans un MEB pour observer les dégradations sous charge. Dès lors, à l'aide d'un passage étanche pour le pilotage de la platine, il est possible de réaliser la totalité de l'essai à l'intérieur du MEB. Cela permet l'observation de plusieurs niveaux de charge sans sortir l'éprouvette de la chambre du MEB. Ces essais ont pour but d'obtenir la cinématique complète de la dégradation, de la décohé- sion fibre/matrice à la rupture transverse du toron comme montré dans le chapitre 1. A partir des micrographies acquises au cours de l'essai, il est possible de caractériser l'endommagement par la mesure du champ de déplacement. Le chapitre 1 a mis en avant qu'une méthode très adaptée pour cela est la Corrélation d'Images Numériques (CIN) car elle permet une mesure sans contact et un traitement des données à posteriori de l'essai laissant à l'utilisateur la possibilité de régler au mieux les paramètres de mesure.

La section 3.2 présente la mise en place des essais de traction *in-situ*, la validation de la faisabilité de l'essai et la détermination des paramètres d'acquisition des micrographies en MEB. Puis, dans la section 3.3, les deux approches couramment utilisées pour la corrélation d'images numériques sont présentées et comparées dans le cas particulier du matériau étudié. Cette section présente aussi l'adaptation d'une méthode de création de mouchetis à l'échelle microscopique dans le but d'améliorer la précision de la mesure de champs par corrélation d'images numériques. Enfin, la section 3.4 présente les essais avec les paramètres optimisés de la première section et la caractérisation de l'endommagement du composite carbone/epoxy à 8 couches de tissé en satin de 5.

3.2 Développement d'un essai de traction incrémentale *in-situ* au Microscope Électronique à Balayage

3.2.1 Mise en place de l'essai de traction *in-situ* au MEB

Les matériaux composites sont des matériaux difficiles à usiner et la création d'une éprouvette est souvent problématique. Pour cette raison, la faisabilité de l'essai et sa validité doivent être vérifiées. Dans le cas présent, l'éprouvette est à section rectangulaire et n'est maintenue que par les efforts de pression appliqués par les mors comme montré dans la section 2.4. Pour vérifier la faisabilité de l'essai mécanique, des essais de traction ont été réalisés en dehors du MEB. Pour cela, des essais de traction ont été effectués sur table sous une caméra afin d'acquérir une image de toute la zone utile de l'éprouvette au début et à la fin de l'essai (cf. Fig. 3.1). Les images permettront de mesurer le champ de déplacement par corrélation d'images numériques et de les comparer aux mesures faites par les capteurs de la platine d'essai.

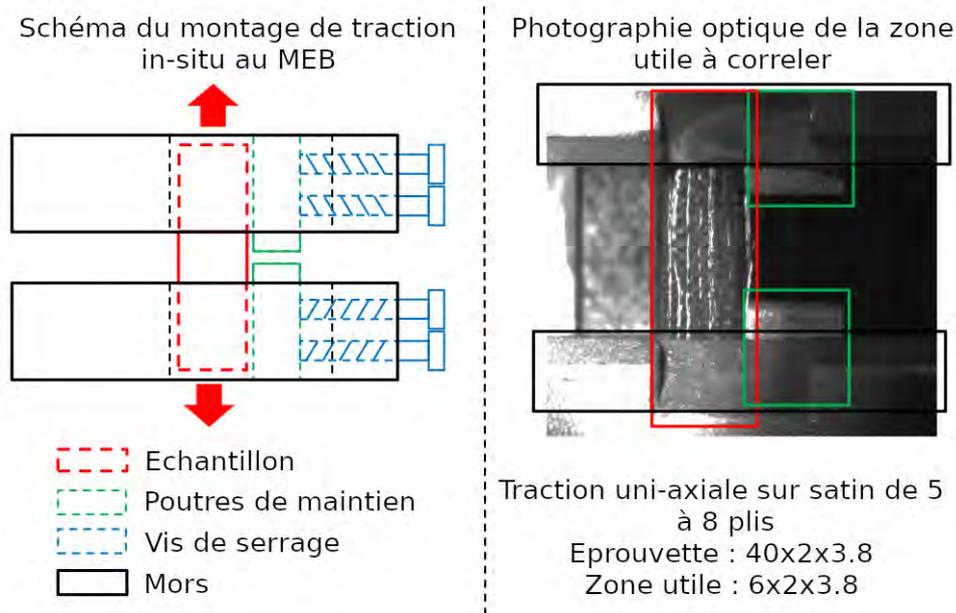


FIGURE 3.1 – Schéma de la zone observable sur la tranche de l'éprouvette durant l'essai de traction.

3.2.1.1 Vérification de la faisabilité d'un essai de traction sur éprouvette à section rectangulaire

La taille de l'éprouvette utilisée est de $40 \times 2 \times 3.8 \text{ mm}^3$ (longueur (L) \times largeur (l) \times épaisseur (e)). La justification des dimensions de l'éprouvette est effectuée dans la section 3.2.2. Chaque face de l'éprouvette est polie au micron pour limiter les défauts de surface pouvant engendrer un endommagement prématuré. Lors de ces premiers essais, l'éprouvette est en contact direct avec les mors comme montré dans le chapitre 2.4. Ces essais ont montré que l'éprouvette glisse dans les mors avant d'atteindre la charge maximale. Afin de remédier à ce problème, des fines feuilles d'aluminium d'épaisseur 0.15 mm sont ajoutées entre les mors et l'éprouvette pour augmenter le transfert d'effort entre les deux surfaces. Par ailleurs, les surfaces de l'éprouvette en contact avec les mors sont légèrement abrasées à l'aide d'un papier abrasif en carbure de silicium de granulométrie standard 80 (nombre de grains par cm^2 soit des grains d'environ $200 \mu\text{m}$). La mise en place de ces méthodes et le passage systématique de toutes les pièces aux ultrasons dans une solution alcoolique pour dégraisser et décoller les impuretés, a permis de solliciter la pièce avec la capacité maximale de la platine d'essai. L'utilisation des mesures des capteurs de force et de déplacement de la platine permet de tracer la courbe force/déplacement montrée sur la figure 3.2. Lors de cet essai, l'éprouvette a été sollicitée jusqu'à la force maximale de la platine puis déchargée. Ce cycle a été répété quatre fois de suite. À chaque montée en charge, des arrêts ont été effectués à 500, 1000 et 1500 Newton afin de vérifier que l'éprouvette tenait bien dans les mors.

La figure 3.2 montre deux choses importantes : (i) les arrêts de la platine provoquent un décrochement de la courbe témoignant soit d'un mouvement de l'éprouvette dans les mors, soit de l'existence d'un fluage au sein du matériau. Ce phénomène est très présent sur la première montée en charge et presque absent sur les cycles suivants. (ii) Le comportement présente une grande différence entre la première montée en charge et les cycles suivants qui, eux, sont relativement identiques. Ce changement de pente peut s'expliquer de deux façons : soit un glissement de l'éprouvette dans les mors, *i.e.*, un déplacement continu de l'éprouvette pour une charge fixe, soit une mise en place de l'éprouvette dans les mors, *i.e.*, un ajustement entre les aspérités de la surface des mors et la surface de l'échantillon.

Les améliorations apportées au montage montrent que l'éprouvette peut atteindre la charge maximale sans déchaussement. De plus, lors de l'arrêt de la sollicitation, un maintien de la charge a été observé avec une évolution très faible du déplacement (de l'ordre de quelques dizaines

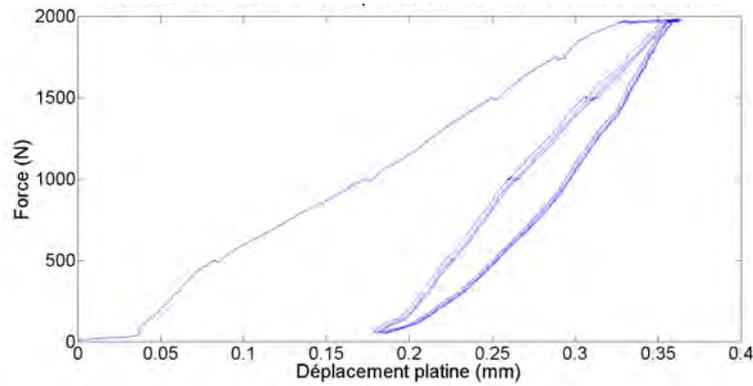


FIGURE 3.2 – Courbe force/déplacement de la traverse lors de plusieurs charges et décharges de l'éprouvette

de nanomètres) pour des charges allant jusqu'à 1975N. Or cela ne serait pas le cas si l'éprouvette glissait dans les mors. Cette observation laisse à penser que le changement de pente est dû uniquement à une mise en place de l'éprouvette dans les mors.

Un autre essai a été réalisé sous une caméra pour vérifier la sollicitation appliquée par l'éprouvette à l'aide d'une méthode de corrélation d'images numériques. Le logiciel utilisé pour cela est Corréli-RT3 [Tomičević et al., 2013]. L'éprouvette est préchargée à 25N. Cet état servira de référence à la corrélation d'images numériques. Le champ de déplacement dans la direction de sollicitation (cf. Fig. 3.3a) montre un champ avec un gradient dans le sens de la sollicitation et un déplacement uniforme dans le sens orthogonal à la direction de sollicitation. Pour vérifier le comportement global, des extensomètres virtuels¹ sont utilisés pour mesurer la déformation. La contrainte est obtenue à partir de la force mesurée par la platine. Les valeurs obtenues pour chaque image prise lors de l'essai permet de tracer la courbe de comportement contrainte/déformation montrée sur la figure 3.3b. Cette courbe donne un module de Young par régression linéaire de 77.45 GPa. Cette valeur est conforme aux essais faits à l'Onera en dehors de cette thèse sur des éprouvettes macroscopiques qui fournissent un module de Young de 76.29 GPa. Cet essai montre que l'éprouvette est bien alignée avec la direction de sollicitation en traction et qu'elle est bien maintenue sur toute sa largeur.

Afin de déterminer si le changement de comportement entre deux cycles est dû au matériau ou au montage d'essai, une comparaison est effectuée entre une éprouvette d'aluminium 6065 de dimension $40 \times 2 \times 3.8 \text{ mm}^3$ ($L \times l \times e$) et une éprouvette composite de dimension $40 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$ ($L \times l \times e$). La taille différente pour l'éprouvette composite est justifiée dans la section 3.2.2 concernant le dimensionnement vis-à-vis des premiers stades de la dégradation observés lors des essais macroscopiques sur coupon. Les deux éprouvettes ont subi le même protocole pour la mise en place dans les mors. L'essai de traction consiste en une montée jusqu'à 500 N (soit 66 MPa pour l'éprouvette métallique et 125 MPa pour l'éprouvette composite), une décharge complète et une seconde montée. Le seuil de 500 N a été choisi afin de ne provoquer ni plastification, ni dégradation aux seins des éprouvettes pour comparer la différence entre la première et la seconde montée en charge. La figure 3.4 montre la comparaison entre la courbe contrainte/déformation mesurée sur l'éprouvette métallique et celle mesurée sur l'éprouvette composite. Le même phénomène de changement de comportement est observé pour l'éprouvette métallique et pour l'éprouvette composite et n'est donc pas dû au matériau.

Afin de vérifier le comportement du matériau, le champ de déplacement est mesuré par corrélation d'images numériques (cf. Fig. 3.5a). Le champ de déplacement présente un gradient dans le sens de la sollicitation et un déplacement uniforme dans le sens orthogonal à la direction de

1. Un extensomètre virtuel est une ligne définie arbitrairement sur l'image de référence et dont le déplacement des extrémités est suivi au cours de l'essai par CIN. Connaissant la distance initiale entre les deux extrémités (nombre de pixels), il est possible de calculer la déformation globale entre ces deux points à partir de la variation de positions des extrémités de la ligne.

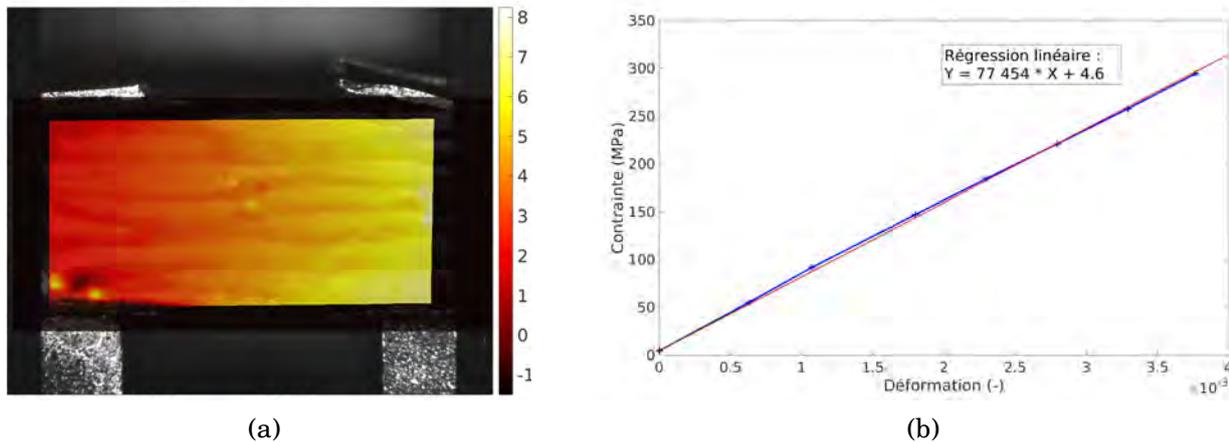


FIGURE 3.3 – (a) Superposition de l'image de référence et du champ de déplacement dans le sens horizontal mesuré en pixel par corrélation d'images numériques à 1400 N (184 MPa). (b) Courbe contrainte/déformation (bleue) obtenue par CIN à plusieurs niveaux de charge et sa régression linéaire (rouge).

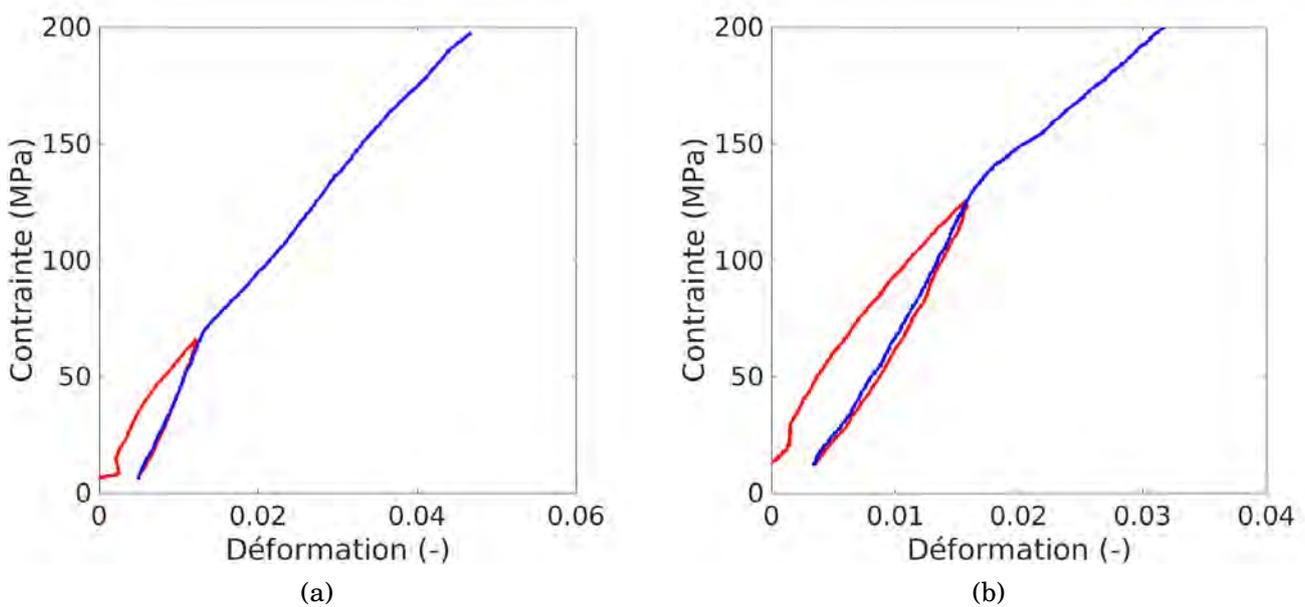


FIGURE 3.4 – Courbe expérimentale contrainte/déformation de l'ingénieur issue des mesures du capteur de la platine lors de l'essai traction sur (a) éprouvette métallique et (b) éprouvette composite

sollicitation. La courbe de comportement obtenue à l'aide d'extensomètres virtuels (cf. Fig. 3.5b) montre que le comportement mesuré par corrélation d'images numériques ne varie pas entre les deux chargements appliqués à l'éprouvette.

Cet essai a montré que : (i) l'éprouvette tient la charge lors d'une sollicitation à force constante, (ii) le comportement mesuré est similaire au comportement macroscopique et (iii) le déplacement résiduel entre les deux états déchargés est faible (30 microns) mais suffisant pour rendre la détermination de la déformation impossible par la mesure du capteur de déplacement de la platine.

La même procédure est appliquée à l'éprouvette composite, le champ de déplacement et la courbe de comportement sont montrés sur la figure 3.6. Les mêmes conclusions que pour l'éprouvette métallique peuvent être faites pour l'éprouvette composite : le champ présente un gradient dans le sens de la sollicitation et un déplacement uniforme dans le sens orthogonal à la direction de sollicitation (cf. Fig. 3.6a) et la courbe de comportement obtenue par corrélation d'images numériques ne montre pas de différence entre les deux cycles de chargement (cf. Fig. 3.6b).

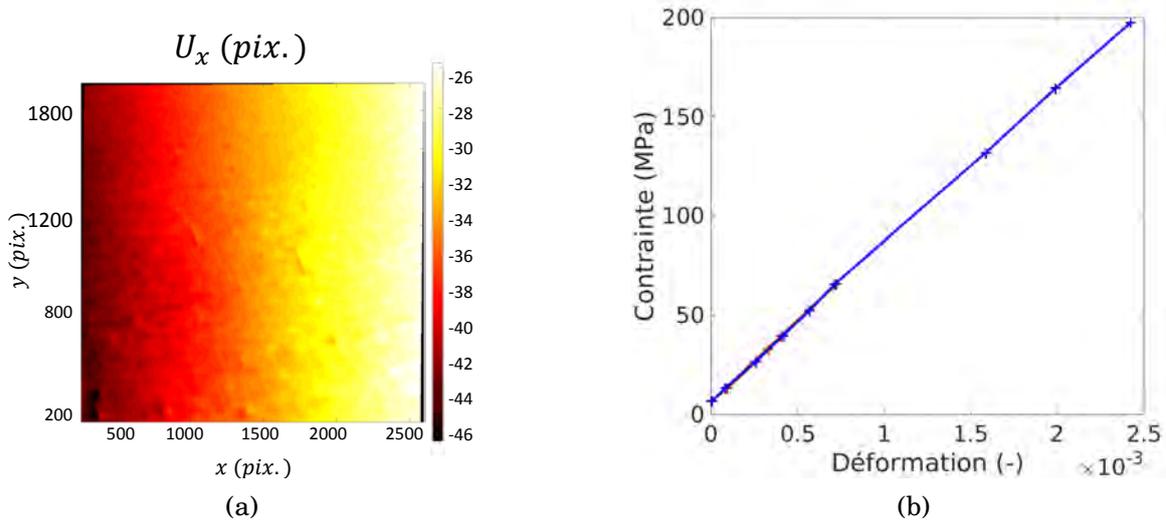


FIGURE 3.5 – (a) Champ de déplacement dans le sens de la sollicitation pour l'éprouvette métallique ; (b) Courbe contrainte/déformation obtenue à partir d'extensomètres virtuels. La courbe rouge représente le premier cycle et la courbe en bleue représente la seconde montée.

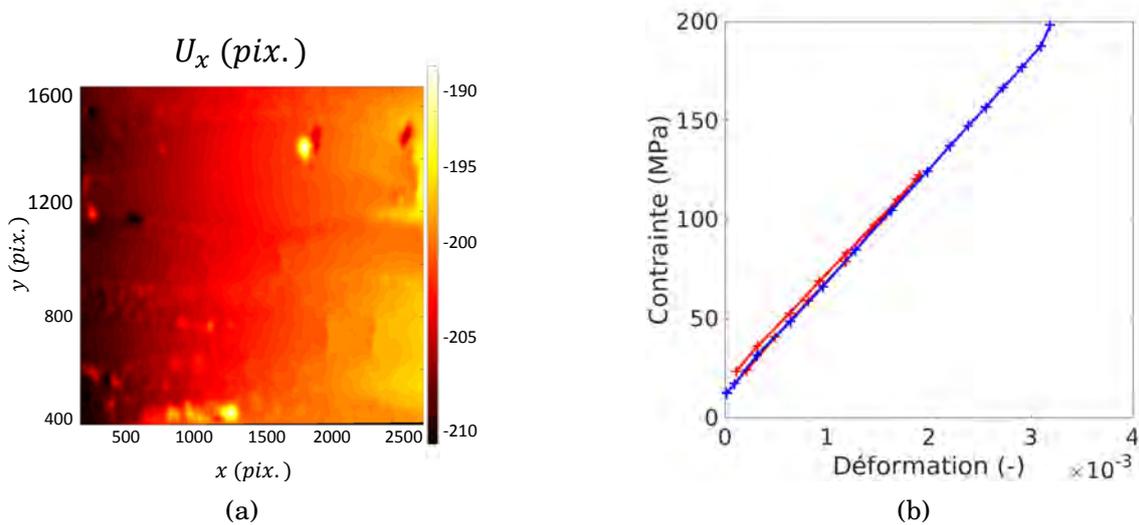


FIGURE 3.6 – (a) Champ de déplacement dans le sens de la sollicitation pour l'éprouvette composite ; (b) Courbe contrainte/déformation obtenue à partir d'extensomètres virtuels. La courbe rouge représente le premier cycle et la courbe en bleue représente la seconde montée.

L'ensemble de ces observations confirme l'hypothèse d'une mise en place de l'éprouvette dans les mors. Cette mise en place peut être due aux rayures provoquées lors de l'abrasion des surfaces en contact avec les mors à l'aide d'un papier possédant des grains de 200 microns. Ces rayures sont toutefois nécessaires pour le maintien de l'éprouvette dans les mors. Le déplacement mesuré par la platine à l'aide de la position des mors n'est donc pas utilisable et seulement la mesure par corrélation d'images numériques doit être utilisée. Toutefois, le maintien de l'éprouvette dans les mors permet de valider la faisabilité de l'essai de traction.

3.2.1.2 Vérification de la faisabilité d'un essai *in-situ* au MEB

La section précédente a démontré la faisabilité de l'essai concernant la platine de traction. Cependant, comme mis en avant dans le chapitre 1, l'essai doit être réalisé *in-situ* au MEB afin de pouvoir observer les premiers stades de la dégradation. Le chapitre 2.4 a montré que la platine peut être placée dans le MEB et qu'il est possible d'observer l'éprouvette composite si elle

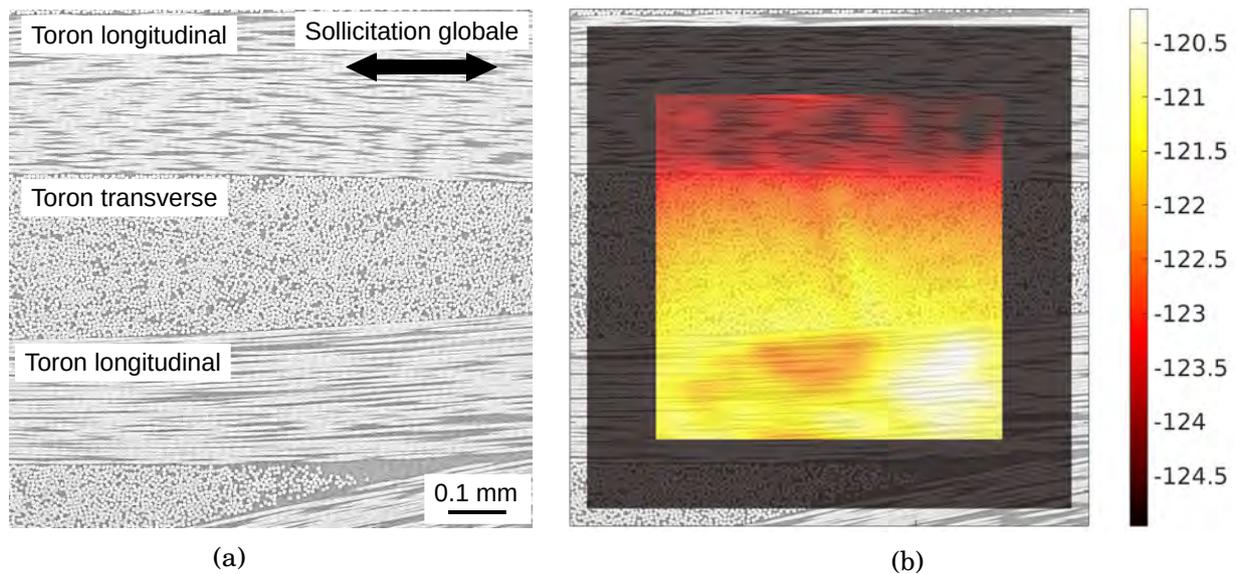


FIGURE 3.7 – (a) Micrographie MEB par électrons secondaires de la surface de l'échantillon à 0N. (b) Champ de déplacement dans la direction de sollicitation mesuré par CIN.

est rendue conductrice par le dépôt d'une couche de carbone.

Un essai *in-situ* a été réalisé dans le MEB sur une éprouvette composite. Le comportement observé par les capteurs est le même que celui montré sur la figure 3.4b. Le MEB utilisé pour cet essai est un MEB Zeiss de modèle DSM-960A à filament linéaire de tungstène. Grâce à la métallisation, il a été possible d'acquérir des micrographies de la surface avant et après l'essai comme montré sur la figure 3.7a. Le champ de déplacement mesuré dans la direction de sollicitation est montré sur la figure 3.7b. Ce champ montre que le toron transverse (au centre de l'image) est en cisaillement malgré une sollicitation globale en traction dans la direction des torons longitudinaux. Cela est dû à l'architecture du composite qui provoque un déplacement différent pour les deux torons longitudinaux entourant le toron transverse. Cette observation renforce l'intérêt de l'essai multi-échelle présenté dans le chapitre 2.4. Par ailleurs, l'essai a permis de montrer que la surface était observable aussi bien avec des SE que des BSE.

Toutefois, cet essai présente deux limitations pour la caractérisation de l'évolution des dégradations. Premièrement, les images étant acquises par balayage de la surface, le déplacement de l'éprouvette doit être stoppé durant l'acquisition et les mors doivent être bloqué en déplacement. En effet, le blocage des mors à force constante vient fausser les images à cause des vibrations du moteur. De plus, le maintien de la charge pourrait entraîner des dégradations supplémentaires par fluage de l'éprouvette. Par conséquent, seuls des essais incrémentaux avec arrêt de la platine sont réalisables et il est alors nécessaire de bien déterminer les paliers auxquels faire les observations. Deuxièmement, l'acquisition d'une image est longue (proche de la minute) et plusieurs images sont nécessaires pour balayer la surface d'un toron ou la zone utile. Les paramètres d'acquisition doivent par conséquent être optimisés pour obtenir une résolution suffisante pour observer les premières décohésions tout en minimisant le temps d'acquisition. Malgré ces inconvénients, les essais sont réalisables *in-situ* du MEB.

3.2.2 Optimisation de l'essai

3.2.2.1 Dimensionnement de l'éprouvette

Afin de pouvoir observer les premiers stades de la dégradation, les éprouvettes doivent être dimensionnées afin que la charge maximale de la platine puisse dépasser le seuil de la dégradation du matériau. Pour cela, le dimensionnement de l'éprouvette est basé sur des essais de traction multi-instrumentés sur coupon réalisées sur des éprouvettes de satin de 5 à 8 couches. Ces essais ont été réalisées à l'ONERA en dehors du cadre de cette thèse. La figure 3.8 montre les résultats

obtenus par émission acoustique. Le seuil d'endommagement mésoscopique est établi au niveau du premier changement de pente dans la courbe de l'énergie cumulée. Sur la figure 3.8, il se situe autour de 230 MPa. La première taille d'éprouvette a été définie à $40 \times 2 \times 3.8 \text{ mm}^3$ (L×l×e). L'épaisseur de 3.8 mm correspond à l'épaisseur de la plaque. De cette façon, l'éprouvette peut être chargée jusqu'à 260 MPa.

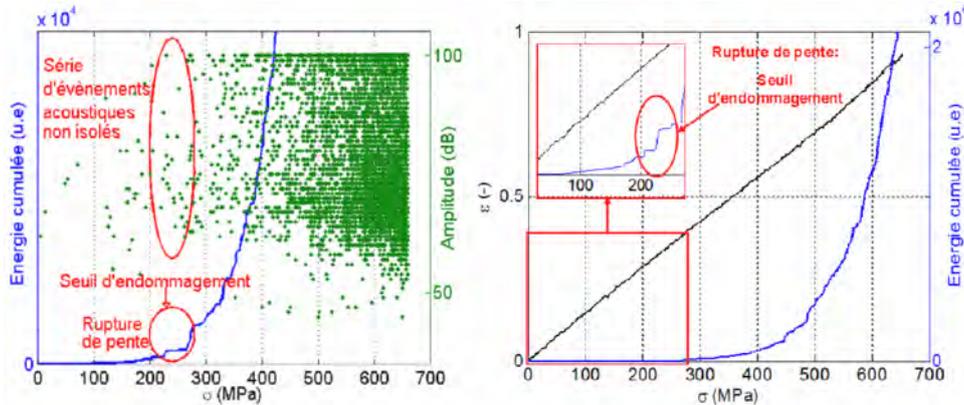


FIGURE 3.8 – Courbes d'amplitude/contrainte (vert) à gauche, d'énergie acoustique cumulée/contrainte (bleu) à gauche et à droite, et de déformation/contrainte (noir) à droite pour un essai de traction uniaxiale à 90° .

Plusieurs essais de traction avec cette taille d'éprouvette ont été effectués cependant certaines éprouvettes ne se sont pas endommagées et lorsqu'elles se sont endommagées, les fissurations de toron ne se sont produites que sur les bords de l'éprouvette. L'analyse approfondie des images acquises durant les essais macros a permis de montrer que le seuil de 230 MPa correspond bien à de la fissuration mais uniquement sur les faces externes de l'éprouvette à cause des effets de bords ou des défauts sur la surface. Les premières fissurations à coeur du matériau apparaissent pour une contrainte comprise entre 350 et 500 MPa comme montré sur la figure 3.9.

La capacité de la platine de traction ne pouvant être augmentée, la section de l'éprouvette doit être réduite. La largeur précédente de l'éprouvette (2 mm) est proche de la largeur d'un toron et ne peut être réduite d'avantage. En effet, sa réduction entraînerait une réduction de la surface de contact entre les mors et l'éprouvette et pourrait augmenter les problèmes de glissement. La seule solution est, par conséquent, la réduction de l'épaisseur de l'éprouvette. La nouvelle taille d'éprouvette est fixé à $40 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$ (L×l×e). Un nouveau test de traction est effectué avec cette taille d'éprouvette. L'éprouvette tient la charge sans glissement et la visualisation de la surface à la fin de l'essai montre la présence de fissurations dans les torons à coeur de l'éprouvette et valide ainsi la dimension des éprouvettes.

3.2.2.2 Optimisation des paramètres d'acquisition des images MEB

Afin de pouvoir observer les décohésions de façon optimale, il est nécessaire d'optimiser les paramètres d'acquisition des micrographies. La première étape a été la comparaison des différents MEB disponibles au sein de l'Onera. La taille caractéristique d'une décohésion étant de l'ordre d'une centaine de nanomètres, les images acquises doivent posséder une bonne résolution pour des pixels inférieurs à 100 nm. Le tableau 3.1 dresse une rapide comparaison des trois MEB. Comme le montre le tableau, seul le MEB Gemini, qui est le MEB-FEG, peut permettre d'effectuer les essais *in-situ* et de visualiser l'amorçage des décohésions. Le MEB 960 possède une résolution insuffisante qui permet de visualiser l'amorçage d'une fissuration transverse mais ne permet pas de visualiser l'amorçage des décohésions. Le MEB Merlin, malgré une émission d'électrons par effet thermoionique comme expliqué dans le chapitre 2.3, permet d'obtenir une visualisation de l'interface grâce à un courant de sonde plus élevé mais ne permet pas de faire des essais *in-situ*.

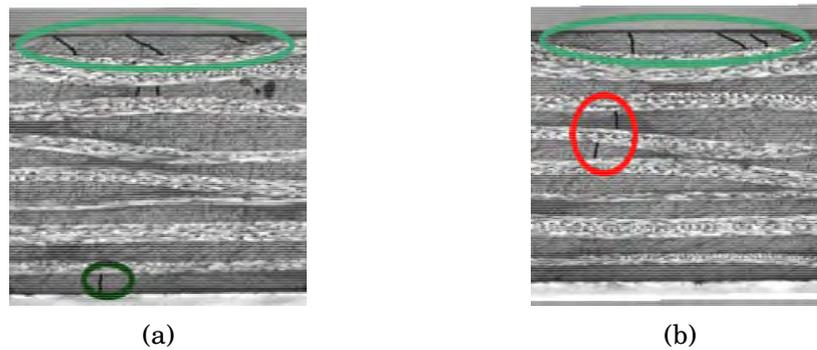
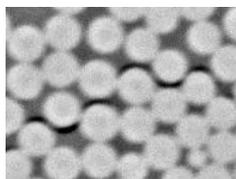
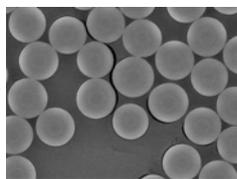
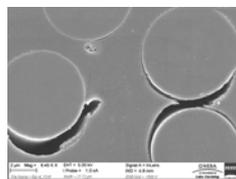


FIGURE 3.9 – a) Dégradation d'une éprouvette macro à 250 MPa ; b) Dégradation d'une éprouvette macro à 500 MPa.

TABLE 3.1 – Comparaison des MEB disponibles à l'Onera

Nom	MEB 960	MEB Gemini	MEB Merlin
Rendu			
Technologie	thermoïonique	effet de champ	thermoïonique
Faisabilité <i>in-situ</i>	Essais <i>in-situ</i> possible	Essais <i>in-situ</i> possible	Essais <i>in-situ</i> impossible
Précision de visualisation	Pas de décohésions visibles	Visualisation des décohésions mais pas de l'interface	Visualisation de l'interface fibre et matrice

L'observation des décohésions sera effectuée par BSE pour les raisons suivantes (cf. chapitre 2.3) :

- plus de contraste entre la fibre et la matrice grâce à leur nature chimique,
- plus de contraste avec les dégradations qui sont de nature chimique différente (air),
- moins de sensibilité aux changements d'état de surface,
- moins de sensibilité à l'effet de charge aux bords des dégradations.

Afin de maximiser le Rapport Signal sur Bruit (RSB), le choix est de privilégier les BSE. La distance de travail est donc imposée aux alentours de 10 *mm* (cf. chapitre 2.3). Les paramètres optimaux de l'acquisition doivent ensuite être déterminés en respectant les contraintes suivantes :

- la taille d'un pixel est fixée à quelques dizaines de nanomètres afin de pouvoir observer les décohésions,
- la taille de l'image doit être suffisamment grande, 4000 × 4000 pixel (~150 × 150 *microns*), afin de garder un maximum de fibres au sein de l'image en cas de mouvements de corps rigide. Cette taille permet aussi de limiter les déplacements de la platine et de diminuer le temps d'acquisition lors d'une mosaïque d'images.
- Une large zone de toron doit être observée car il n'est pas possible de savoir, à priori, où la fissure va se propager. Mais le temps d'observation de la zone complète ne doit pas être trop long.

Le chapitre 2.3 a mis en avant le lien entre la résolution et les valeurs de tension et de courant de sonde. Dans le cas présent, dans le but d'augmenter le RSB, l'idée a été d'augmenter le courant de sonde. Cependant, il est apparu que l'observation prolongée de la surface d'un matériau provoquait une dégradation de la couche conductrice et du matériau. Pour mieux analyser ce phénomène, une zone d'une éprouvette témoin a été observée plusieurs fois avec un courant de sonde de 2 nA et une tension de 10 kV . Les résultats sont présentés sur la figure 3.10 et montrent une dégradation diffuse et progressive dans l'échantillon lors des différentes observations.

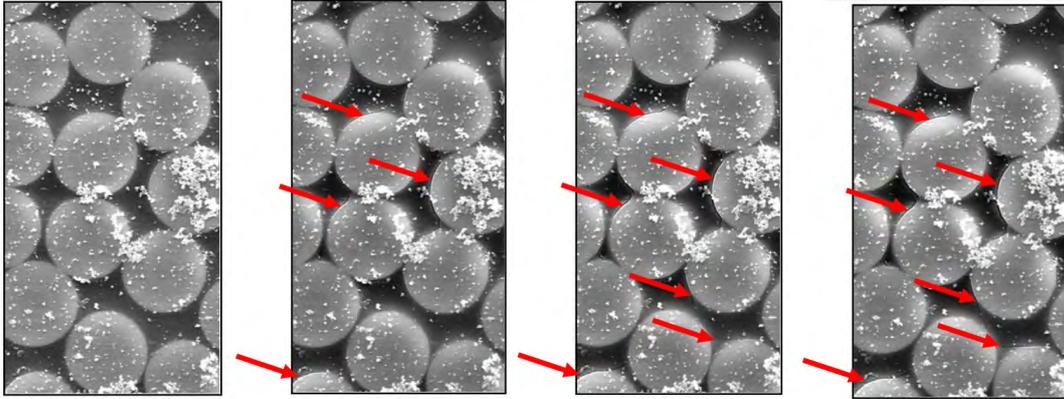


FIGURE 3.10 – Rupture de la matrice par observation BSE de la surface avec une intensité de courant de sonde de 2 nA , une tension de 10 kV et un temps d'intégration de 16 par pixel. De gauche à droite : acquisition initiale, après 2 acquisitions, après 4 acquisitions, après 6 acquisitions.

Un agrandissement de cette dégradation est montré sur la figure 3.11. Cette dégradation se fait initialement à l'interface fibre/matrice puis traverse les poches de matrice interfibre. De plus, cette dégradation reste présente même si le temps d'exposition est fractionné avec une moyenne par ligne ou par image (cf. section 2.3). D'autres essais ont montré que ces dégradations n'apparaissent pas pour des courants de sondes inférieures à 1 nA . Le choix du courant de sonde du MEB Gemini n'étant pas linéaire, l'option la plus proche correspond à un courant de sonde d'environ 700 pA . Ce paramètre sera utilisé par défaut pour toutes les observations MEB dans la suite de cette étude. En ce qui concerne la tension, le meilleur compromis entre résolution et bruit a été trouvé pour une valeur de 15 kV .

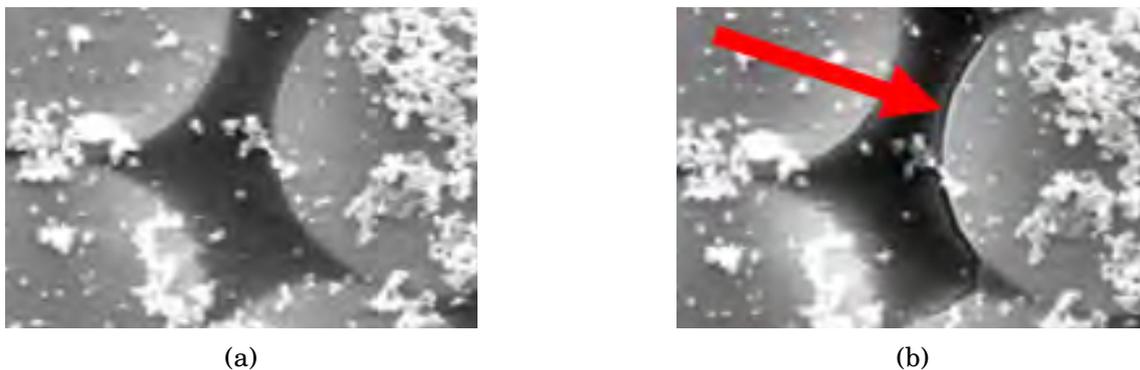


FIGURE 3.11 – Visualisation MEB par SE de la surface avec une intensité de courant de sonde de 2 nA , une tension de 10 kV et 16 acquisitions par pixel : (a) première visualisation et (b) sixième visualisation avec présence de dégradation à l'interface fibre/matrice et dans la matrice.

Enfin, le dernier paramètre à déterminer est le temps d'intégration, *i.e.*, le temps passé sur chaque pixel pour acquérir le signal, permettant de moyennner la valeur de chaque pixel. Pour le MEB Gemini, ce temps d'intégration correspond à un nombre d'acquisitions par pixel qui ne

prend comme valeur que des puissances de 2. La figure 3.12 présente une comparaison d'une même zone pour plusieurs temps d'intégration. Il a ainsi pu être montré un gain significatif au niveau du bruit jusqu'à une intégration de 16. Cependant, le temps d'acquisition d'une image MEB est directement proportionnel au temps d'intégration. Par conséquent, l'utilisation d'un temps d'intégration de 32 (cf. Fig. 3.12c) permet un gain au niveau du RSB qui n'est pas avantageux au vu du temps nécessaire pour l'acquisition par rapport à un temps d'intégration de 16. Ce dernier temps d'intégration sera utilisé par la suite pour les acquisitions d'images au niveau du toron.

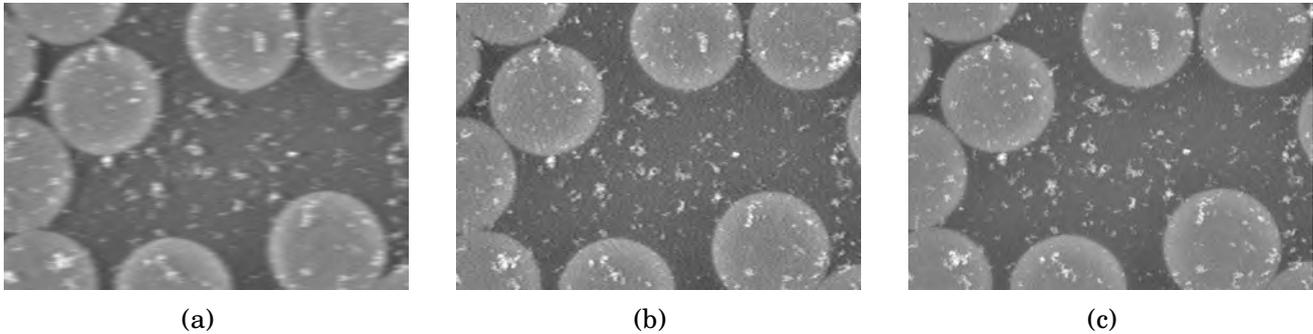


FIGURE 3.12 – Etude de l'influence du temps d'intégration sur le bruit de l'image acquise par BSE. (a) Intégration de 4, (b) intégration de 16 et (c) intégration de 32.

L'ensemble de ses paramètres permet l'acquisition d'une image de $154 \times 154 \mu\text{m}^2$ (cf. Fig. 3.13a) avec une résolution de $38.5 \text{ nm}/\text{pixel}$ permettant l'observation des décohésions (cf. Fig. 3.13b) pour un temps de 51 s. Cela permet d'acquérir un champ de $1542 \times 432 \mu\text{m}^2$, soit la moitié d'un toron, par mosaïque avec un recouvrement de 10% en 30 mn (cf. Fig. 3.13c). Cependant, cette observation locale ne permet pas connaître l'évolution de la dégradation dans le reste de l'éprouvette. Or la caractérisation de la dégradation de l'échelle mésoscopique, *i.e.*, la localisation des fissures transverses et le niveau de charge lors de leur apparition, est importante car elle permet de déterminer les zones où la dégradation microscopique se concentre et comment elle évolue avec la charge. Pour cela, une observation globale est couplée à cette observation locale pour vérifier la dégradation mésoscopique sur l'ensemble de l'éprouvette. Cette observation n'ayant pour but que de visualiser l'apparition de fissures transverses, la résolution est diminuée pour réduire au maximum le temps d'acquisition. Les images acquises lors de cette mosaïque sont de $868 \times 868 \mu\text{m}^2$ pour une résolution de $600 \text{ nm}/\text{pixel}$. Cela permet de couvrir un champ de $7116 \times 2430 \mu\text{m}^2$, soit la totalité de la zone utile, en 10mn avec un recouvrement de 10% entre les images.

Synthèse Cette section a permis de mettre en place un essai de traction *in-situ* d'un microscope électronique à balayage. Les paramètres de l'essai tels que la dimension de l'éprouvette ou la résolution des micrographies ont été adaptés pour permettre la création de dégradations au sein du matériau et leur observation de l'amorçage des décohésions fibres/matrice jusqu'à la rupture transverse des torons. L'étude de la courbe contrainte/déformation mesurée par les capteurs de la platine d'essai a montré une différence de comportement entre le premier cycle et les suivants. En revanche, la mesure du champ de déformation par corrélation d'images numériques a montré que l'éprouvette était bien sollicitée en traction et que le comportement était identique entre les cycles. De plus, le module élastique calculé à partir de ces champs correspond au module élastique mesuré lors des essais de traction macroscopiques sur coupons. La mesure par le capteur est donc à proscrire.

La comparaison entre une éprouvette métallique et une éprouvette composite a mis en avant l'indépendance du problème vis-à-vis du matériau. Les éprouvettes tenant la charge sans glisser, l'hypothèse avancée pour justifier ce changement de comportement est une mise en place de l'éprouvette dans les mors lors du premier chargement. En effet, les faces des éprouvettes sont légèrement abrasées par des grains de 200 nm et le déplacement résiduel est de l'ordre

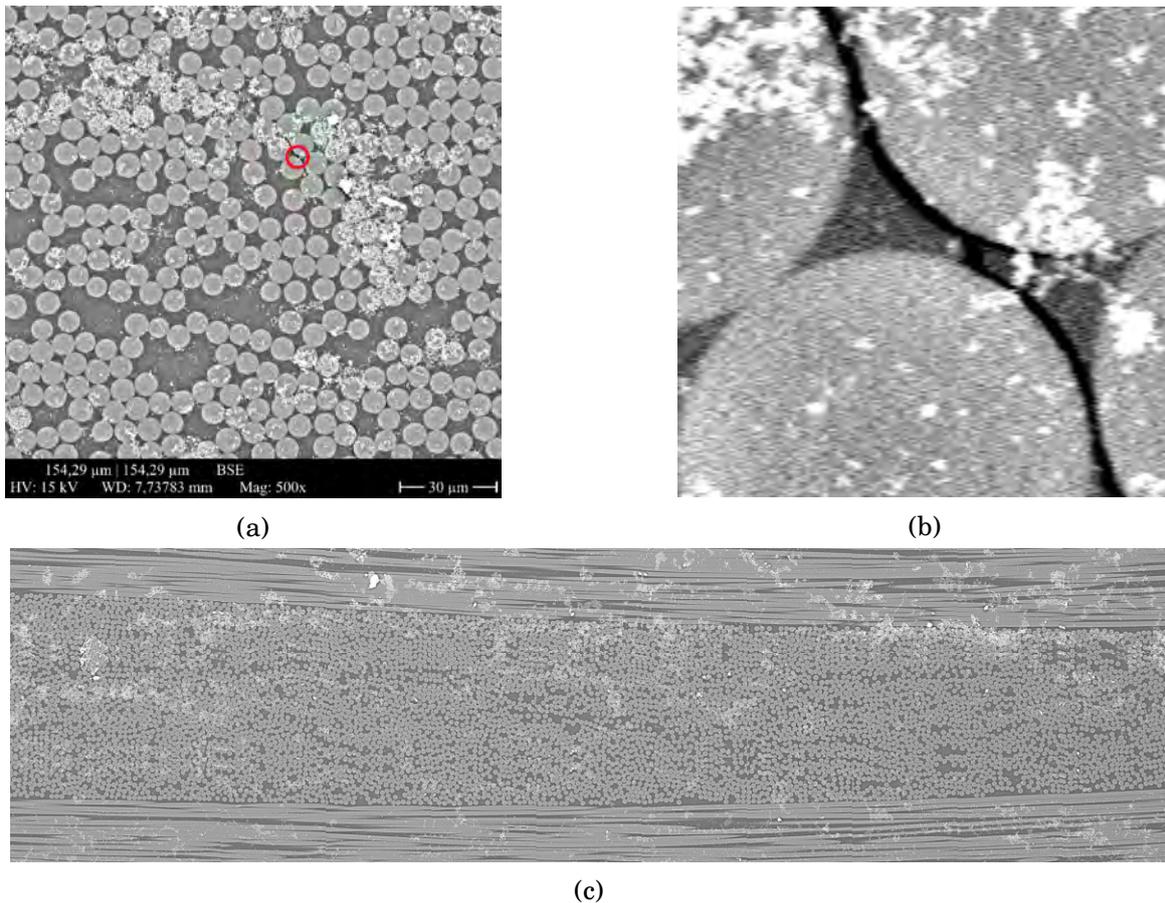


FIGURE 3.13 – (a) Image acquise au MEB par BSE avec les paramètres optimisés. (b) Agrandissement numérique de la zone entourée en rouge sur l'image (a) et visualisation de décohésions fibres/matrice. (c) Assemblage des images de la mosaïque.

de 30 nm. Cela pourrait par conséquent correspondre à une accommodation des rayures sur les mors. L'essai est donc valide tant que la mesure de la déformation est faite par corrélation d'images numériques.

La taille des éprouvettes a été déterminée par l'étude des essais effectués sur des éprouvettes macroscopiques. Elle est fixée à $40 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$ (L×l×e) afin d'atteindre le seuil de dégradation des torons au centre de l'éprouvette, soit 500 MPa.

Enfin, les paramètres optimaux pour l'acquisition des micrographies par BSE sont résumés dans le tableau 3.2.

TABLE 3.2 – Paramètres optimaux pour l'acquisition des micrographies par BSE

Paramètre	Tension (kV)	Courant (pA)	Intégration (-)	Résolution ($\mu\text{m}/\text{pixel}$)	Taille d'image (pixel)
Valeur	15	700	16	38.5	4000 × 4000

Cette optimisation permet de couvrir un champ équivalent à un demi-toron avec une résolution suffisante pour observer les premières dégradations et pour un temps d'environ 30 mn environ. Cette zone reste petite par rapport à la taille de la zone utile et une visualisation globale avec moins de résolution est effectuée afin de vérifier la présence de dégradations mésoscopiques dans d'autres torons. Par ailleurs, cette étude a aussi mis en avant que l'observation du matériau (et probablement de tout matériau composite à matrice organique) avec un courant de sonde supérieur à 1nA provoque la création de dégradation à la surface et notamment à l'interface fibre/matrice.

Les images acquises durant la mise en place des essais ont montré que la mesure de champs

de déplacement par corrélation d'images numériques est possible. Cependant, pour les images acquises cette mesure n'est pas suffisamment précise pour permettre la mesure de déplacement entre les fibres. Cela nous a conduit à adapter une méthode de CIN à approche globale avec régularisation mécanique pour la mesure de champs de déplacement à la surface de matériaux hétérogènes possédant un fort contraste de rigidité entre leurs constituants.

3.3 Adaptation d'une méthode de Corrélation d'Images Numériques à approche globale avec régularisation mécanique pour la mesure de champs de déplacement à la surface de matériaux hétérogènes possédant un fort contraste de rigidité entre leurs constituants.

Cette section a pour objectif de mesurer les champs de déplacement locaux à l'échelle microscopique pendant un essai *in-situ* au MEB. Le chapitre 1 a mis en avant qu'à cette échelle les méthodes traditionnelles (capteur de déplacement, émission acoustique,...) ne sont pas envisageables. L'une des seules méthodes utilisables est la corrélation d'images numériques (CIN). Cette méthode se base sur les niveaux de gris de l'image analysée pour mesurer un champ de déplacement. Afin d'améliorer le processus de corrélation, une texture artificielle, appelée mouchetis, est souvent ajoutée sur la surface à visualiser. L'optimisation d'un mouchetis à l'échelle microscopique fait l'objet d'une analyse dans la première partie de cette section. Une seconde partie dresse une comparaison entre l'approche locale et l'approche globale pour la corrélation d'images numériques afin de déterminer l'approche la plus pertinente pour cette étude. Enfin, les parties 3 et 4 se concentrent sur l'adaptation de la CIN à approche globale avec régularisation mécanique pour la mesure de champs de déplacement à la surface de matériaux hétérogènes possédant un fort contraste de rigidité entre leurs constituants.

3.3.1 Adaptation d'une méthode de création de mouchetis.

À l'échelle microscopique, les fibres forment une texture naturelle qui permet la mesure du champ de déplacement. Cependant, dans les poches de matrice entre les torons, les niveaux de gris sont relativement uniformes. Afin de permettre la mesure de champs de déplacement dans les poches de matrice et d'améliorer la précision de cette mesure, une texture artificielle est nécessaire. La section 1.3.4 a mis en avant que l'une des méthodes les plus adaptées pour cela est le dépôt de particules céramiques en solution [Mehdikhani et al., 2016] avec la création de la couche conductrice en carbone. Deux solutions étaient disponibles pour cela à l'Onera : une solution de particules d'alumine de taille 50nm déjà diluée et initialement concentrée à 23% en masse de particules ou une poudre sèche de particules de 120 nm.

La mise en place du protocole a été effectuée avec la solution déjà diluée. La première étape a été de déterminer la concentration optimale en particules d'alumine. Pour cela, une comparaison entre plusieurs concentrations différentes a été effectuée. La figure 3.14 montre des micrographies de la surface du matériau composite pour 4 concentrations différentes. On peut remarquer que la solution concentrée à 23% en masse vient complètement masquer la surface du composite (partie inférieure de l'image). On observe que la meilleure concentration est à 0.05%. Les concentrations supérieures viennent masquer certains détails et les concentrations inférieures laissent certaines zones dépourvues de particules. Cette concentration est conforme aux résultats trouvés par Mehdikhani *et al.*. Cependant, la taille et la distribution des particules sur le matériau restent trop faibles pour améliorer les résultats de la corrélation d'images numériques. En effet, la taille d'un pixel est de quelques dizaines de nanomètres et il est recommandé que les détails de mouchetis soient de l'ordre de quelques pixels afin de pouvoir être différenciés du bruit [Zhou and Goodson, 2001]. Il est alors nécessaire d'utiliser la poudre sèche de particules de taille 120 nm et de préparer la solution manuellement. La solution ainsi créée ne possède pas de dispersant empêchant la création d'agrégats dans la solution. Cependant, un effet similaire

peut être obtenu en passant la solution aux ultrasons. L'influence de la concentration massique de la solution en particules sèches montre de la même façon que la meilleure concentration pour éviter les agrégats est de 0.05%. Cependant, la densité en particules reste toujours faible.

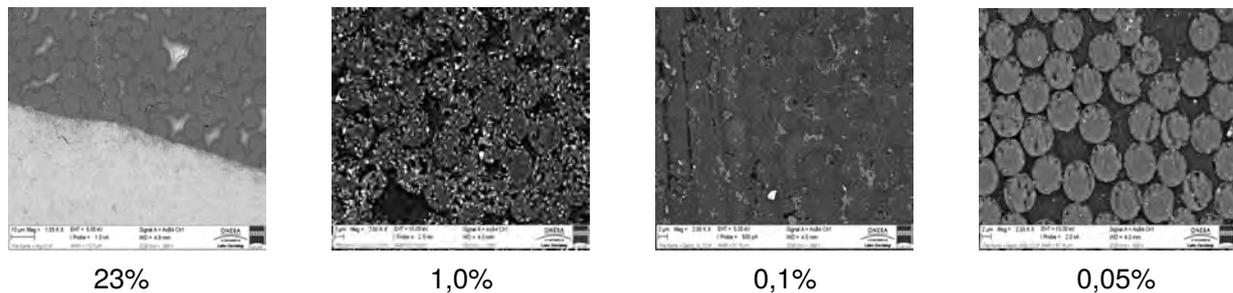


FIGURE 3.14 – Influence de la concentration en particules d'alumine sur le dépôt.

Une solution pour palier ce problème est d'effectuer plusieurs trempes de l'éprouvette dans la solution. L'influence du nombre de trempes sur le dépôt est montrée en figure 3.15. Chaque nouvelle trempe vient augmenter la densité en particules sur la surface de l'échantillon sans pour autant créer des agrégats. Le nombre de trempes choisi par la suite est de 6. Au-dessus, la densité en particules devient trop importante et masque par endroit l'interface fibre/matrice et donc les potentielles décohésions.

Cette méthode permet d'apporter de l'information pour la corrélation d'images numériques à la fois dans les torons de fibres mais aussi dans les poches de matrices, là où il n'y a pas de gradient de gris (cf. Fig. 3.16). Les tractions in-situ effectuées avec le mouchetis montrent une bonne adhésion des particules d'alumine sur la surface. Ce mouchetis pourra donc être utilisé pour la corrélation d'images numériques et permettre de mesurer le champ de déplacement dans les poches de matrice au sein des torons.

L'ensemble des tests précédents a été effectué avec un solvant aqueux. Cependant, ce dernier présente un inconvénient majeur qui est son temps d'évaporation. Ce temps peut engendrer la création de gouttes qui vont concentrer les particules à certains endroits et particulièrement sur les bords. De plus, ces gouttes peuvent créer des coulures qui viennent enlever toutes les particules sur leur chemin. Pour palier ce problème, un solvant alcoolique a été utilisé. Les conclusions précédentes sur la concentration de la solution ou sur le nombre de trempes restent identiques mais le temps de séchage est considérablement réduit.

3.3.2 Choix du logiciel de corrélation

Le chapitre 1.3 a mis en avant l'existence de deux approches différentes pour la corrélation d'images numériques : l'approche locale et l'approche globale. Chacune de ces approches ont leurs avantages et leurs inconvénients. L'approche locale est plus rapide grâce à la résolution de petits problèmes indépendants. Cependant, l'approche globale permet une comparaison entre les mesures expérimentales et les simulations numériques plus directe par l'utilisation d'une même base cinématique. Le problème étant mal posé, une régularisation mécanique est nécessaire pour la CIN globale. Afin de choisir l'approche la plus adaptée, les deux seront comparées pour la mesure de champs de déplacement pour les images acquises lors des essais sous MEB de la section précédente, tout d'abord avec un mouchetis puis sans. L'approche locale sera effectuée par le logiciel VIC-2D [Correlated Solutions, 2009] et l'approche globale par Correli-RT3 [Hild and Roux, 2008].

3.3.2.1 Comparaison des deux approches avec un mouchetis

Dans le cas d'une image avec mouchetis, la corrélation par approche locale (cf. Fig. 3.17b et 3.17c) mesure un déplacement sur presque toute l'image pour une taille de fenêtre de 21 pixels,

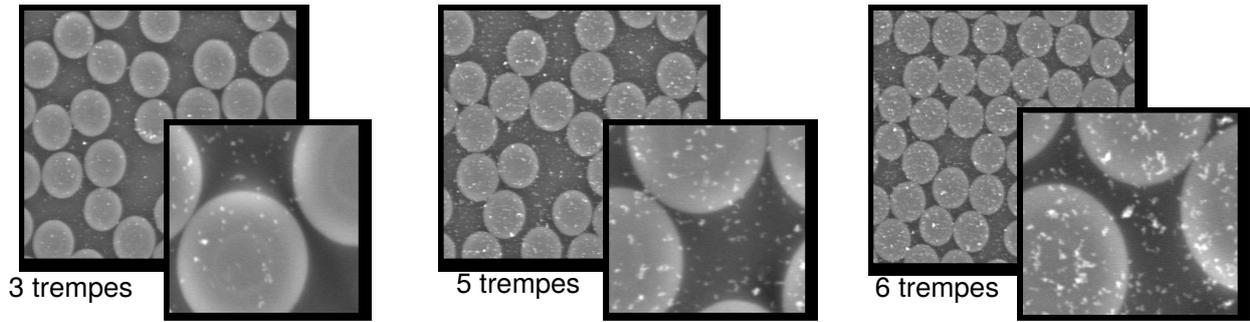


FIGURE 3.15 – Influence du nombre de trempes sur le dépôt.

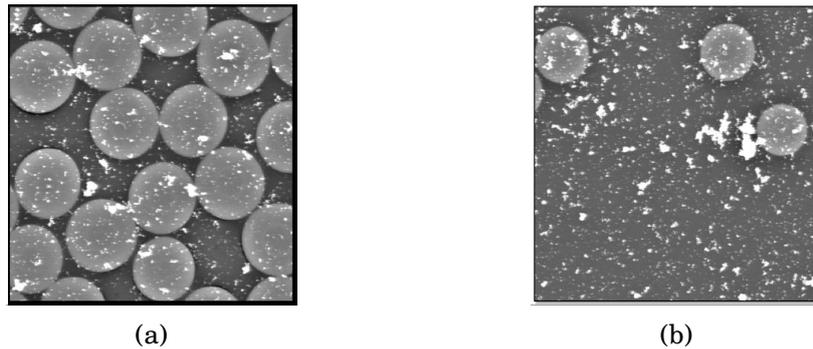


FIGURE 3.16 – Dépôt de particules : a) sur un toron ; b) sur la matrice.

taille permettant d'obtenir une résolution suffisante. Cependant, une taille de fenêtre de 61 pixels, soit la taille d'une demie fibre, est nécessaire pour mesurer un déplacement sur la totalité de l'image. Dans la cas de la corrélation globale avec une longueur de régularisation mécanique de 128 pixels (cf. Fig.3.17a), un maillage d'une taille moyenne d'élément de 10 pixels permet de mesurer un champ de déplacement sur le domaine complet. Cette comparaison montre que pour une image avec mouchetis, les deux approches mesurent des champs de déplacement similaires et permettent de mesurer un champ de déplacement sur la totalité de l'image.

3.3.2.2 Comparaison des deux approches sans mouchetis

L'objectif est de pouvoir caractériser les premières dégradations en termes de déformation ou de localisation par exemple. Cependant, l'application d'un mouchetis entraîne l'augmentation du nombre de manipulations de l'éprouvette et implique de tremper l'éprouvette dans une solution. Or les matériaux composites sont sensibles à l'humidité et l'un des principaux effets est l'affaiblissement de la tenue de l'interface fibre/matrice. Cette dernière étant responsable des première dégradations [Asp, 1998, Assarar et al., 2011], il est préférable de ne pas tremper le matériau dans un liquide. Par conséquent, l'idée est de déterminer la capacité à mesurer un champ de déplacement sans la présence d'un mouchetis. Dans le cas de l'approche locale, une taille de fenêtre de corrélation de la taille d'une fibre (environ 140 pixel) est nécessaire pour mesurer un champ de déplacement sur la totalité de l'image. Cependant, cette taille de fenêtre donne une résolution qui n'est pas suffisante (cf. Fig.3.18b) et toute taille de fenêtre inférieure ne permet pas la mesure d'un champ de déplacement sur toute la zone d'intérêt (cf. Fig.3.18c). Dans le cas de l'approche globale avec régularisation mécanique pour une longueur de régularisation de 128 pixels (cf. Fig.3.18a), un maillage d'une taille moyenne d'élément de 10 pixels permet de mesurer un champ de déplacement sur le domaine complet.

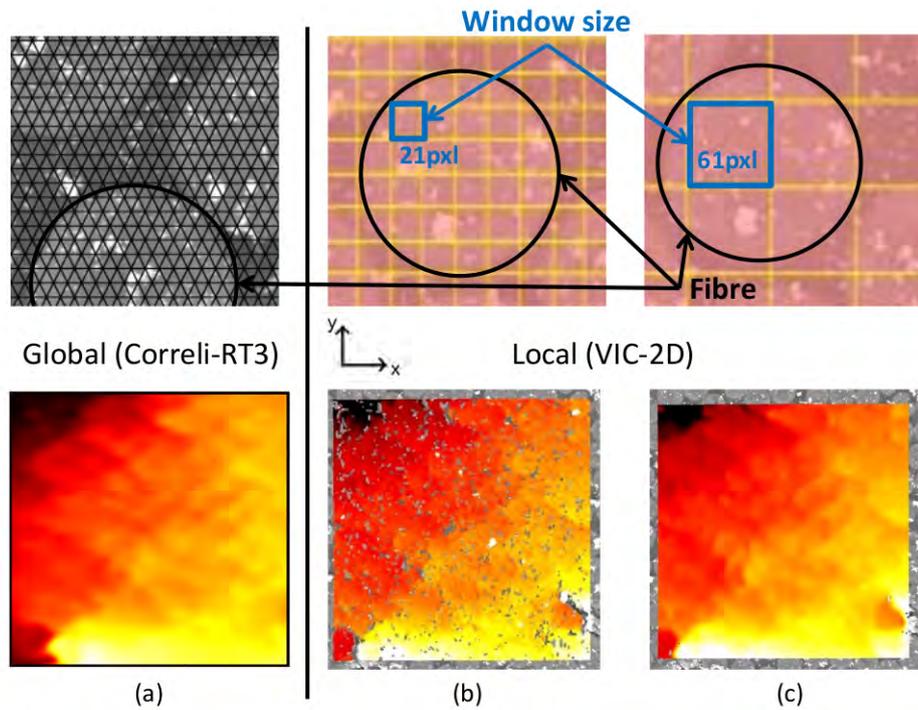


FIGURE 3.17 – (*ligne supérieure*) Visualisation de la taille des éléments utilisés pour la CIN et (*ligne inférieure*) champ de déplacement mesuré dans la direction x (direction de sollicitation) pour (a) la corrélation globale ; (b) la corrélation locale avec une fenêtre de 21 pixels ; (c) la corrélation locale avec une fenêtre de 61 pixels.

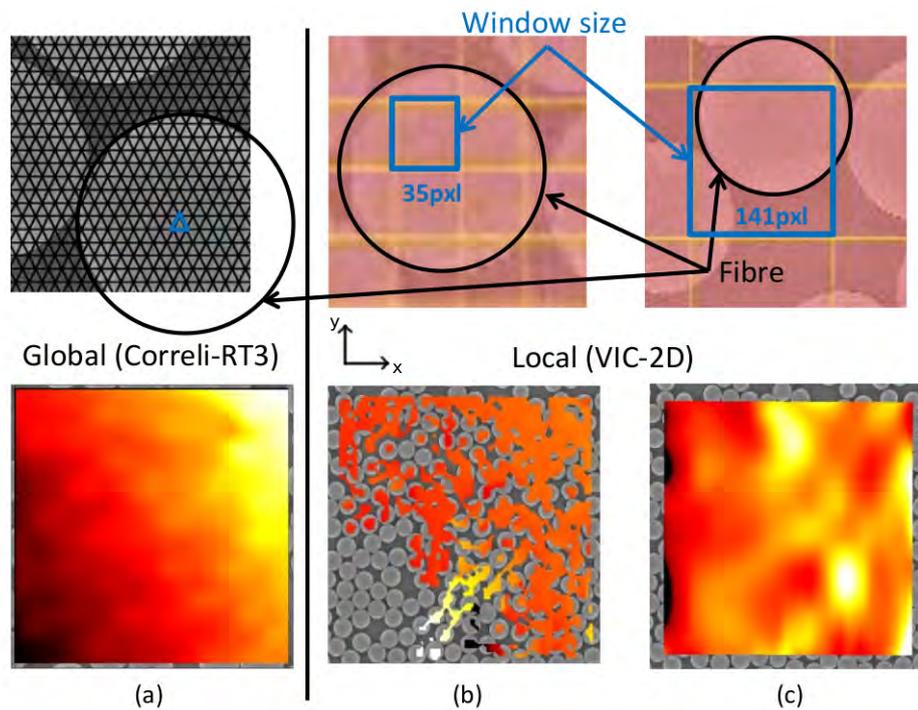


FIGURE 3.18 – (*ligne supérieure*) Visualisation de la taille des éléments utilisés pour la corrélation et (*ligne inférieure*) champ de déplacement mesuré dans la direction x (direction de sollicitation) pour (a) la corrélation globale ; (b) la corrélation locale avec une fenêtre de 35 pixels ; (c) la corrélation locale avec une fenêtre de 141 pixels.

3.3.2.3 Application de la méthode de corrélation globale avec régularisation mécanique

Cette comparaison met en avant que, pour les images acquises lors des essais effectués au MEB, la corrélation par approche globale avec régularisation mécanique est plus utile. En effet, l'hypothèse de continuité du champ permet de mesurer un champ de déplacement sur l'ensemble de l'image. À cela s'ajoute l'utilisation de la régularisation mécanique qui permet de mesurer un champ de déplacement sans l'utilisation d'un mouchetis. Alors que sans ce dernier, la CIN locale ne peut atteindre la même résolution de mesure. Par ailleurs, le maillage utilisé lors de la CIN globale peut être utilisé lors de simulations numériques par éléments finis. L'utilisation d'une même base cinématique pour la mesure expérimentale et la simulation numérique permet, d'une part, une comparaison plus rapide des champs obtenus et, d'autre part, l'utilisation des champs mesurés comme conditions limites pour la simulation numérique afin de valider le modèle numérique développé. Pour ces raisons, cette approche sera utilisée dans la suite de cette étude. La figure 3.19 montre des résultats plus détaillés obtenus par l'utilisation de l'approche globale avec régularisation mécanique et sans mouchetis afin de visualiser les points faibles concernant la détection de la dégradation et la mesure du champ de déplacement à l'échelle microscopique.

Tout d'abord, on peut remarquer sur la figure 3.19c, la présence de résidus mécaniques tout autour des interfaces fibres/matrice. Ce phénomène empêche l'utilisation des résidus mécaniques pour la détection des décohésions fibres/matrice à cause de l'existence d'éléments du maillage disposés à cheval sur l'interface. Dans ce cas précis, la régularisation mécanique considère un seul comportement matériau pour deux constituants très différents. Cela vient de l'utilisation d'un maillage uniforme (cf. Fig. 3.18a ou Fig. 3.23a). Ensuite, les champs montrés sur les figure 3.19a et 3.19b possèdent une résolution spatiale trop faible pour être comparés à des simulations numériques car ils ne capturent pas bien l'interface entre les fibres et la matrice. Cela est dû à l'hypothèse d'un comportement homogène élastique dans le processus de régularisation alors que le comportement matériau de la fibre et de la matrice sont très différents [HexcelCorporation, 1998a, HexcelCorporation, 1998b].

Afin d'être capable d'utiliser les résidus mécaniques pour détecter les dégradations, la régularisation mécanique doit être étendue en prenant en compte l'hétérogénéité des propriétés des constituants. Premièrement, un maillage conforme à la microstructure est nécessaire. Deuxièmement, des paramètres matériaux différents doivent être utilisés pour la fibre et la matrice. L'ensemble de ces développements sera appliqué au cas le moins favorable, i.e., le cas sans mouchetis. En effet, le mouchetis n'étant là que pour améliorer la précision de la mesure, les améliorations apportées fonctionneront toujours en présence d'un mouchetis.

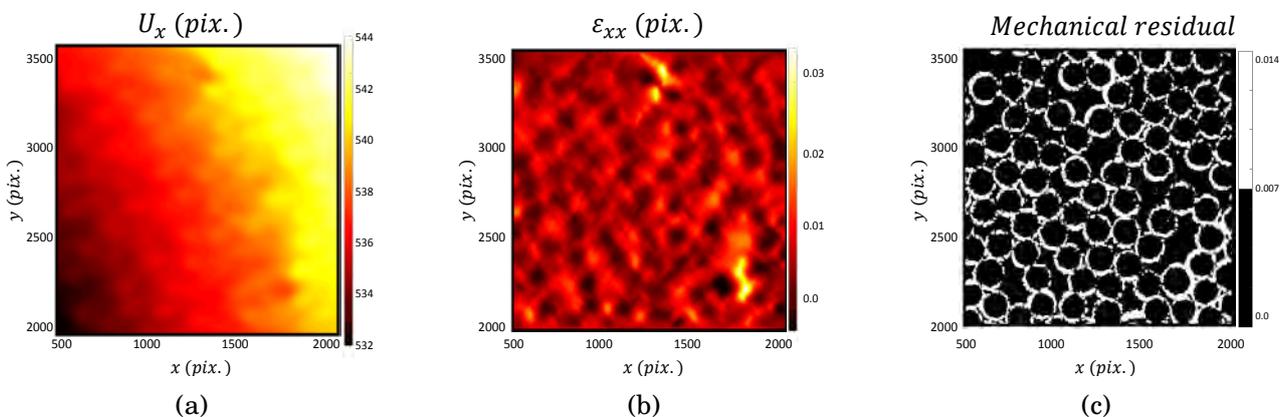


FIGURE 3.19 – (a) Champ de déplacement dans la direction horizontale (mesuré en pixel, 1 pixel \equiv 46 nm), (b) champ de déformation dans la direction horizontale et (c) résidus mécaniques (unité arbitraire) pour un maillage homogène de taille moyenne d'élément de 10 pixels et une longueur de régularisation de 128 pixels.

3.3.3 Adaptation de la CIN aux matériaux hétérogènes

3.3.3.1 Création d'un maillage conforme à la microstructure du matériau

Afin de créer un maillage conforme à la microstructure de matériau, il est nécessaire de récupérer la géométrie de la microstructure, i.e., le centre des fibres et leur rayon. En l'absence de mouchetis, le contraste entre la fibre et la matrice est suffisant pour récupérer la géométrie à partir d'opérations morphologiques. La procédure pour cela est détaillée ci dessous :

- Sélection de la zone à traiter afin de réduire le temps de traitement de l'image.
- Filtrage de l'image par l'utilisation d'un filtre médian sur l'image pour la réduction du bruit. Chaque pixel prend la valeur médiane des $n \times n$ pixels voisins.
- Binarisation de l'image par un seuillage Multi-Otsu [Sezgin et al., 2004].
- Nettoyage de l'image grâce à une suite d'ouvertures (érosion puis dilatation) pour supprimer les artefacts dans la matrice et de fermetures (dilatation puis érosion) pour combler les trous dans les fibres. (Fig. 3.20)

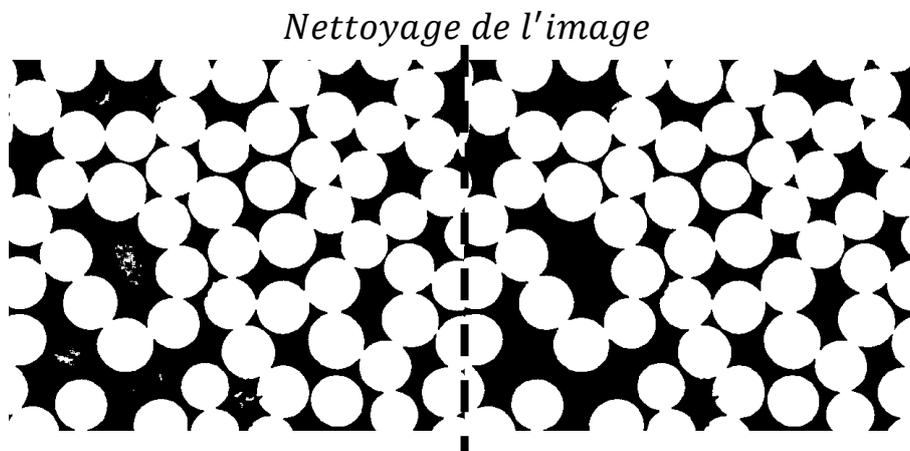


FIGURE 3.20 – Suppression des artefacts dans la matrice.

- Séparation des fibres par l'application d'une transformation *watershed* et labélisation des différents objets.
- Classification des objets et création d'une structure regroupant les détails de chaque objet (indice, centre de gravité, surface, grand axe et petit axe).
- Trie des objets en fonction de leur surface et conservation de ceux dont la surface est proche de celle d'une fibre moyenne.
- Reconstruction des fibres restantes coupées par le watershed (cf. Fig. 3.21a) . Les moitiés de fibres sont récupérées grâce à leurs surfaces et proximités (cf. Fig. 3.21b) et ajoutées à la sélection des objets détectés (cf. Fig. 3.21c).
- Labelisation des tous les objets extraits (fibres entières et fibres reconstruites) et récupération du centre et du rayon de chaque fibre.
- Ajout des fibres non détectées ($\sim 5\%$) par l'utilisateur par comparaison entre les fibres détectées et l'image de référence.

Cependant, dans le cas d'images avec mouchetis, le watershed de l'image vient fractionner les fibres en de nombreux morceaux (cf. Fig. 3.22b) et rend impossible la classification des objets comme précédemment fait. Pour palier ce problème, le nettoyage est fait comme précédemment mais à partir de l'image montré sur la figure 3.22a, deux opérations sont menées en parallèle : d'un coté, le watershed de l'image pour segmenter les objets (cf. Fig. 3.22b); de l'autre, une

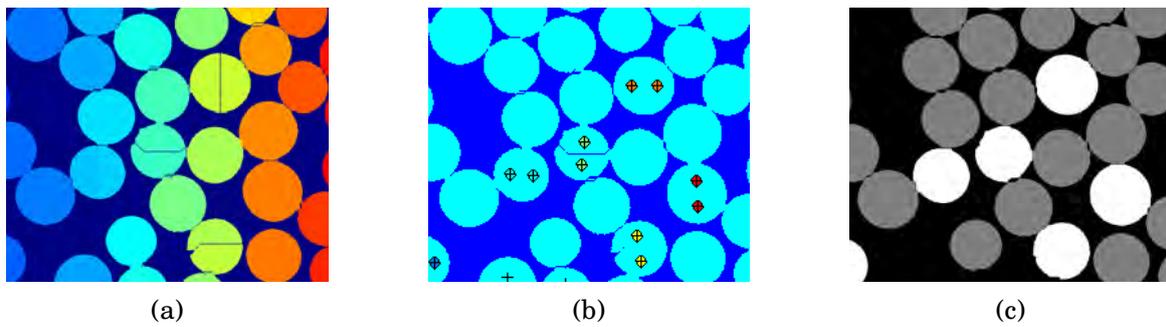


FIGURE 3.21 – Reconstruction des fibres coupées pas le watershed. a) Watershed et labelisation des objets ; b) reconstruction des morceaux de fibres et c) fibres détectées.

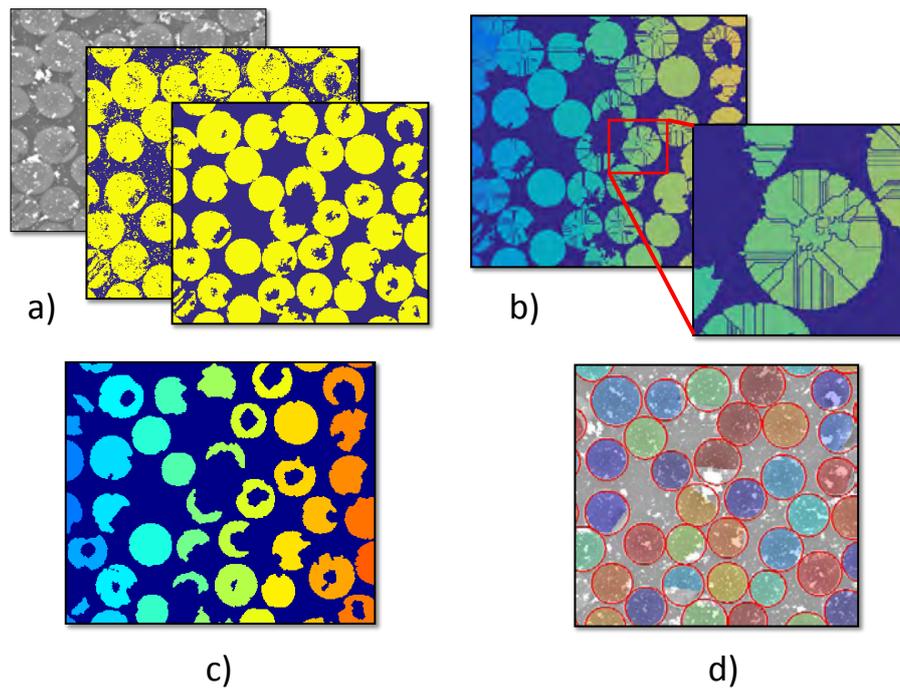


FIGURE 3.22 – a) Segmentation et nettoyage de l'image ; b) Watershed de l'image segmentée ; c) Création des squelettes des fibres pour reconstruction ; d) Image de référence et fibres détectées

érosion forte des objets. Cette érosion est effectuée jusqu'à ce que les objets respectent un des deux critères suivant : soit une élongation maximale inférieure au diamètre moyen d'une fibre, soit une aire inférieure à la moitié d'une fibre. Dès qu'un objet répond à l'un de ces critères, il est sauvegardé en mémoire et l'érosion continue sur les autres objets. De cette façon, l'image finale obtenue correspond au «cœur» de chaque fibre (cf. Fig. 3.22c). Les images 3.22b et 3.22c sont ensuite combinées l'une avec l'autre. Chaque objet de l'image (c) est transféré indépendamment sur l'image (b). Tous les fragments dus au watershed ayant au moins un pixel en commun avec l'objet de l'image (c) sont considérés comme appartenant à la même fibre et sont stockés dans une nouvelle image. Cela permet de récupérer itérativement chaque fibre. Enfin, le cercle circonscrit à chacun de ces objets est récupéré pour obtenir la géométrie finale (cf. Fig. 3.22d).

Cette méthode de récupération de la géométrie permet de récupérer plus de 90% des fibres présentes sur la micrographie. De plus, elle fonctionne de manière aussi efficace pour les images sans dépôt de particules. Cependant, lors de cette procédure, les rayons des fibres sont obtenus de manière indépendante et il est possible que certains d'entre eux s'interpénètrent et empêchent la création du maillage (cf. Fig. 3.23b). Pour éviter cela, deux options sont possibles, la première consiste à réduire légèrement les rayons qui s'interpénètrent et d'insérer un bande de matrice (cf. Fig. 3.23c) ; la deuxième consiste à ovaliser légèrement les fibres pour créer un bord commun

où les fibres sont en contact (cf. Fig. 3.23d). La géométrie est ensuite maillée et peut être utilisée dans Correli-RT3.

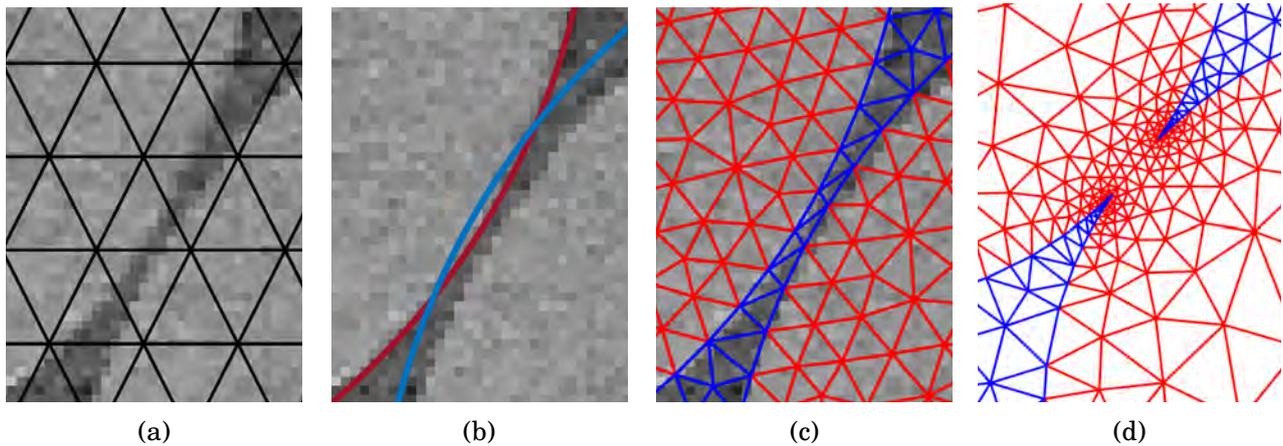


FIGURE 3.23 – (a) Maillage uniforme, (b) fibres interpénétrées (c) maillage conforme à la microstructure avec fibres réduites, (d) maillage conforme à la microstructure avec fibre collées.

3.3.3.2 Utilisation d'un maillage conforme à la microstructure

Le maillage créé à partir de la microstructure (cf. Fig. 3.23c) est utilisé dans la procédure de corrélation de Correli-RT3 et les résultats sont présentés sur la figure 3.24. Entre le maillage homogène initial et le maillage basé sur la microstructure, uniquement la position des noeuds a changé. Pour cette raison, peu de différences existent au niveau des champs de déplacement ou de déformation entre les figures 3.19a (resp.3.19b) et fig. 3.24a (resp.3.24b). Cependant, la figure 3.24c montre que les résidus mécaniques ne sont plus localisés sur toutes les interfaces mais uniquement sur celles qui présentent une décohésion fibre/matrice que l'on peut aussi voir visuellement sur l'image déformée ou sur le champ de déformation (cf. Fig. 3.19b). Cette concentration est normale puisque le comportement à cette endroit n'est pas en accord avec le modèle mécanique imposé. L'utilisation d'un maillage conforme à la microstructure permet donc la détection des premières décohésions et le suivi de leurs évolutions.

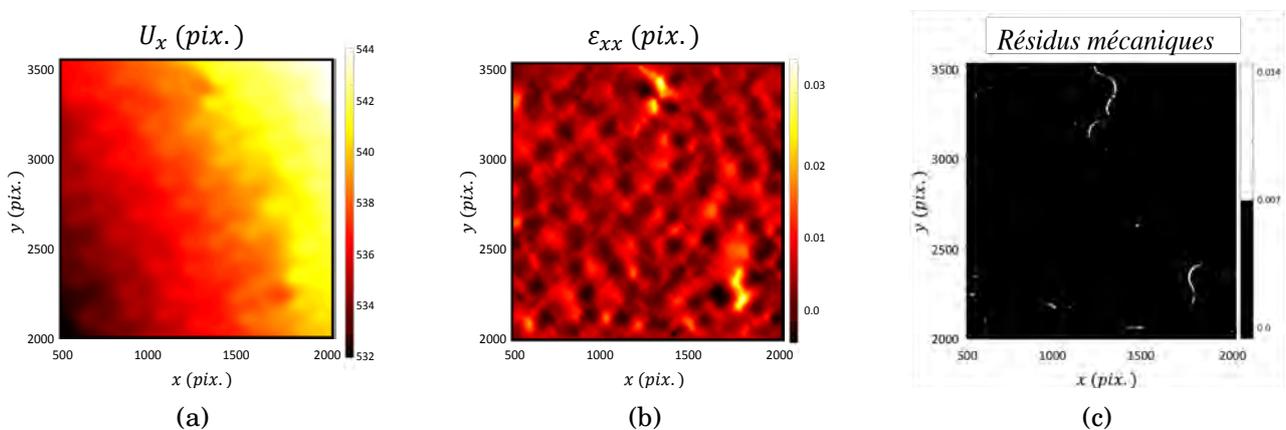


FIGURE 3.24 – a) Champ de déplacement dans la direction horizontale (mesuré en pixel, 1 pixel \equiv 46 nm), b) champ de déformation dans la direction horizontale et c) résidus mécaniques (unité arbitraire) pour un maillage basé sur la microstructure avec une taille moyenne d'élément de 5 pixels et une longueur de régularisation de 128 pixels.

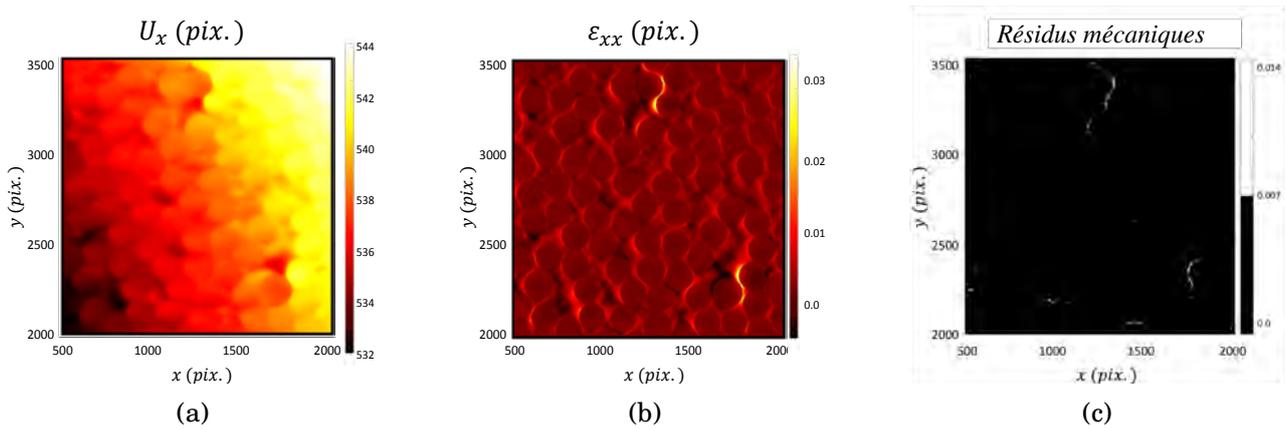


FIGURE 3.25 – **a**) Champ de déplacement dans la direction horizontale (mesuré en pixel, 1 pixel \equiv 46 nm), **b**) champ de déformation dans la direction horizontale et **c**) résidus mécaniques (unité arbitraire) pour un maillage basé sur la microstructure avec taille moyenne d'élément de 5 pixel, une longueur de régularisation de 128 pixel et un ratio de 5 entre les modules de Young des constituants.

3.3.4 Séparation des variables élastiques

Grâce au maillage conforme à la microstructure, il est possible d'attribuer des comportements élastiques différents pour chacun des constituants dans le procédé de régularisation et ainsi prendre en compte la nature hétérogène du composite. Pour cela, différents modules de Young et coefficients de Poisson sont utilisés pour la fibre et la matrice. Le choix se fait lors de la construction de la matrice de rigidité \underline{K} présentée dans la section 1.3 en fonction de la position de l'élément dans le maillage. Les valeurs étant normalisées, elles correspondent approximativement au ratio entre les propriétés mesurées expérimentalement : entre 12 et 15 GPa pour le module transverse de la fibre de carbone et entre 2.8 et 3 pour la matrice époxy (cf. section 1.2). Le coefficient de Poisson est fixé à 0.3 pour les deux matériaux.

Les résultats obtenus avec cette méthode sont présentés sur la figure 3.25. En prenant en compte la différence de comportement entre les constituants en terme de propriétés mécaniques, la microstructure du composite est maintenant pris en compte dans le champ de déplacement et de déformation (cf. Fig. 3.25a et 3.25b). Cependant, la comparaison entre les figures 3.24c et 3.25c montre que la prise en compte de l'hétérogénéité des constituants a un faible impact sur les résidus mécaniques. La valeur maximale de ces derniers est un peu plus faible mais leur localisation ne change pas. Cela s'explique par le fait que les résidus mécaniques sont essentiellement dus aux décohésions et donc indépendant des propriétés matériau mise dans la corrélation d'images numériques. Cela est un bon résultat dans l'optique de détecter les premières dégradations car il signifie que les résidus mécaniques augmenteront là où il y a des décohésions quelles que soient les paramètres élastiques utilisés.

La comparaison des résidus entre la version initiale, l'utilisation d'un maillage conforme et la séparation des variables élastiques est montré sur la figure 3.26. Comme attendu, la diminution de la longueur de régularisation provoque une diminution du résidu optique et une augmentation du résidu mécanique puisque le poids est diminué sur la partie mécanique. Les conclusions émises précédemment sont retrouvées sur les courbes. La figure 3.26a montre que l'utilisation d'un maillage conforme n'a pas beaucoup d'influence sur le résidu optique puisque seulement les noeuds du maillage sont déplacés mais il impacte le résidu mécanique. En revanche, la séparation des variables élastiques a peu d'effet sur le résidu mécanique mais a un fort impact sur le résidu optique. En effet, dans le cas présent, les résidus mécaniques sont dus à la présence de décohésions fibres/matrice qui ne peuvent être captés avec un modèle élastique quelque soit les paramètres utilisés.

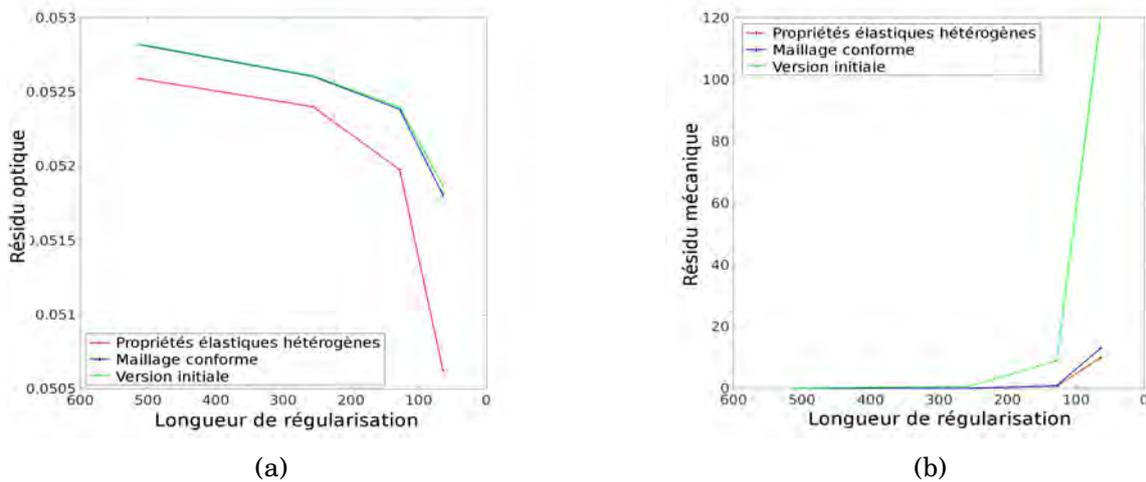


FIGURE 3.26 – Evolution du résidu (a) optique et (b) mécanique pour les trois versions du logiciel en fonction de la longueur de régularisation.

3.3.4.1 Évaluation de la précision de la mesure

Afin de pouvoir utiliser ces améliorations pour la mesure du champ de déplacement, l'erreur de mesure commise doit être évaluée. Pour cela, deux images de la même zone, avec un léger mouvement de corps rigide entre les deux, sont acquises. La résolution des deux images est de 46 nm/pixel et une d'elles est montrée sur la figure 3.27a. Les résultats montrés sont obtenus avec une longueur de régularisation de 128 pixel et un ratio de 5 entre les modules élastiques. À cause des images acquises au MEB, le bruit est élevé comme le montre le champ de résidus sur la figure 3.27d. Par conséquent, une incertitude de mesure plus élevée qu'en observation optique est attendue. Le champ de déplacement mesuré dans la direction horizontale (cf. Fig. 3.27b) a une valeur moyenne de 1.03 pixel et un écart type de 0.22 pixel, ce qui correspond à une incertitude de mesure de 10 nm (cf. Fig. 3.27e). Le champ de déplacement mesuré dans la direction verticale (cf. Fig. 3.27c) a une valeur moyenne de -0.57 pixel et un écart type de 0.17 pixel ce qui correspond à une incertitude de mesure de 8 nm (cf. Fig. 3.27f). Cette incertitude de mesure est suffisamment faible et permet la détection des dégradations puisque l'ordre de grandeur d'une décohésion fibre/matrice est de quelques dizaines de nanomètres.

3.3.4.2 Influence du ratio de propriétés

Maintenant que les propriétés élastiques des constituants sont différentes, l'influence du ratio entre les modules élastiques doit être évalué. Pour cela, la même mesure de champ est effectuée pour différents ratios et les résultats sont présentés sur la figure 3.28. On peut remarquer sur la figure 3.28a que plus le ratio des modules est élevé, plus le résidu optique est faible. Cela est dû à une plus grande liberté de mouvement laissée à la partie matrice pour accommoder les niveaux de gris. Dans l'optique de mesurer des champs de déplacement les plus précis possibles, il est intéressant d'augmenter le ratio des modules puisque cela réduit la différence entre l'image initiale et l'image déformée et donc donne un champ plus proche de la réalité.

Cependant, utiliser un ratio élevé entre les modules a deux conséquences. Premièrement, cela donne plus de liberté de mouvement pour la mesure du champ de déplacement dans la matrice. Cette mesure est alors plus sensible au bruit et le processus de minimisation nécessite plus d'itérations pour arriver à convergence et plus de temps de calcul comme le montre la figure 3.28b. Deuxièmement, cela implique de faire l'hypothèse que la fibre est presque indéformable. Le but étant la mesure du champ de déplacement sur l'ensemble de l'image, cette hypothèse peut sembler forte. Cependant, les simulations numériques ont montré que la déformation de la fibre était très faible et que le déplacement associé ne pouvait pas être mesuré avec la résolution actuelle. L'hypothèse est donc raisonnable et utiliser un ratio élevé entre les modules permet de réduire

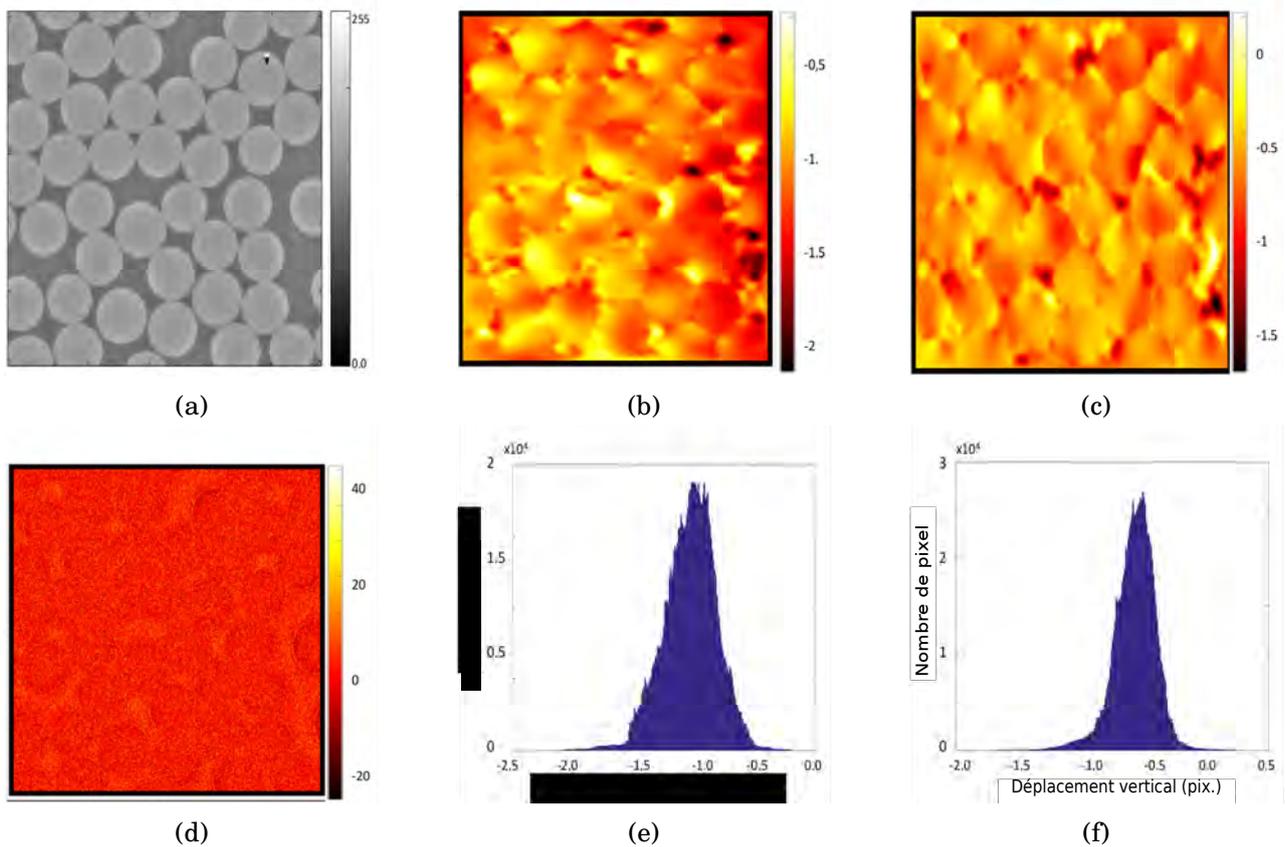


FIGURE 3.27 – (a) Image de référence. Champ de déplacement (mesuré en pixels, 1 pixel \equiv 46 nm) selon la direction horizontale (b) et verticale (c). (d) champ de résidus des niveaux de gris (sans dimension). Histogramme des déplacements dans la direction horizontale (e) et verticale (f).

les résidus de corrélation.

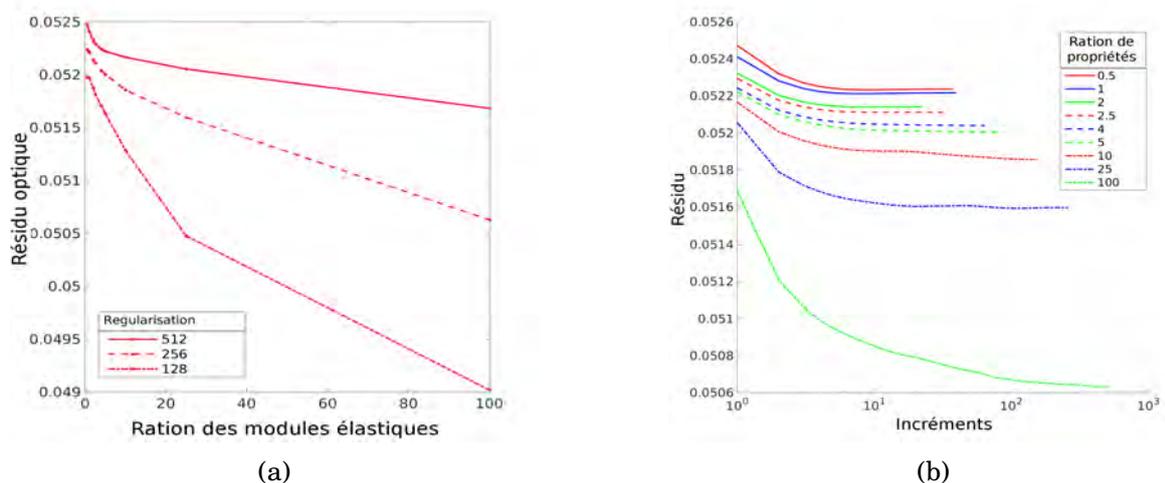


FIGURE 3.28 – (a) Évolution du résidu optique en fonction du ratio de module de Young pour différentes longueurs de régularisation. (b) Évolution du résidu optique pour une longueur de régularisation fixée (*i.e.*, 128 pixels) en fonction du nombre d'itérations pour différents ratios des modules de Young.

L'évolution de la norme des résidus mécaniques en fonction du ratio des modules de Young pour différentes longueurs de régularisation est montrée sur la figure 3.29. On peut remarquer une forte décroissance initiale du résidu mécanique avec l'augmentation du ratio entre les mo-

dules de Young et une stabilisation lorsque le ratio est très important, *i.e.*, lorsque la fibre est considérée beaucoup plus rigide que la matrice. Entre ces deux étapes, on peut observer un minimum local pour un ratio compris entre 2 et 2,5. Ce minimum ne correspond pas au ratio de propriétés mesurées expérimentalement mais ce ratio n'est pas incohérent au regard des valeurs trouvées dans la littérature et reportées dans la section 1.2. Cette observation peut remettre en cause la mesure du module transverse de la fibre faite en dehors de cette thèse. Cependant, cette piste n'a pas été explorée durant cette thèse et pourrait faire l'objet de travaux ultérieurs dans le but de ré-identifier des paramètres matériaux.

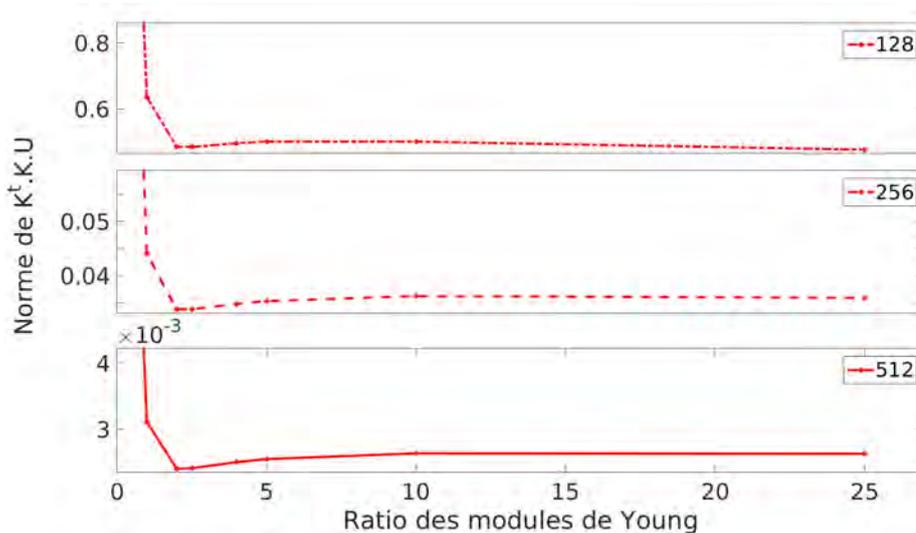


FIGURE 3.29 – Évolution de la norme des résidus mécaniques en fonction du ratio entre les modules de Young pour différentes longueurs de régularisation.

Dans le cas où aucune information n'est connue sur les matériaux, utiliser un ratio élevé de entre les modules de Young est une bonne pratique. Cependant, dans le cas où les propriétés des la fibre et de la matrice sont connues, il est préférable d'utiliser ces données afin d'appliquer une régularisation mécanique plus physique.

Synthèse Cette section a permis d'adapter et d'optimiser une méthode de dépôt de mouchetis pour la mesure de champ de déplacement par corrélation d'images numériques. Il a été montré que le dépôt de particules en solution permet la création d'un mouchetis sur l'ensemble de la surface du matériau. Pour cela, des particules d'alumine de taille moyenne de 120 nanomètres ont été utilisées et diluées dans une solution alcoolique afin de diminuer le temps d'évaporation de la solution. Une dilution des particules pour atteindre une concentration massique de 0.05% permet d'obtenir un mouchetis sans trop d'agrégats. Par ailleurs, il a été montré que l'absence de dispersif dans la solution peut être compensé par le passage de la solution dans un bain d'ultrasons pendant plusieurs minutes. En revanche, l'influence du pH sur la solution (création de plus d'agrégats pour un pH proche du point de charge nulle, cf. section 1.3.4) n'a pas été étudiée et peut être une piste supplémentaire pour compléter l'effet produit par les ultrasons.

La comparaison entre l'approche locale et globale de la corrélation d'images numériques a mis en avant que pour les images acquises durant les essais, la méthode par approche globale est plus prometteuse car grâce à la continuité du champ et à la régularisation mécanique, il est possible de mesurer un champ de déplacement sur des images sans mouchetis. Cependant, il a été montré que cette approche devait être adaptée aux matériaux hétérogènes avec un fort contraste de propriétés dans le but de détecter les premières dégradations à l'interface fibre/matrice. Pour cela, cette section a décrit une méthode de détermination des centres et des rayons des fibres pour des images avec et sans mouchetis. Cette méthode a permis la création d'un maillage conforme à la microstructure qui peut être utilisé pour la corrélation. L'utilisation de ce maillage permet de concentrer les résidus mécaniques sur les interfaces présentant une décohésion fibre/matrice

et ainsi détecter les premières dégradations. L'utilisation d'un maillage basé sur la microstructure permet aussi d'utiliser différents paramètres élastiques pour la régularisation mécanique et ainsi prendre en compte l'hétérogénéité du matériau à l'échelle microscopique. Cette prise en compte permet de mesurer le champ de déplacement entre les fibres avec une erreur inférieure au cinquième de pixel. Par ailleurs, l'influence du ratio entre les modules élastiques a été étudié. Il a été montré que l'utilisation d'un ratio élevé permettait de réduire le résidu optique, *i.e.*, réduire la différence entre l'image initiale et l'image déformée corrigé du champ de déplacement, au prix d'une augmentation du temps de calcul. Un point non étudié dans cette étude est l'utilisation du résidu mécanique pour la ré-identification des propriétés matériaux. L'évolution du résidu mécanique présentant un minimum local en fonction du ratio des modules de Young, cette analyse pourrait être utilisée pour valider les propriétés matériaux *in-situ*.

L'adaptation de la méthode de CIN globale avec régularisation mécanique permet la mesure du champ de déplacement entre les fibres à l'échelle microscopique. Cette méthode, couplée à l'essai mis en place dans la première section, va permettre de caractériser les premiers stades de la dégradation.

3.4 Caractérisation expérimentale des premiers stades de la dégradation d'un composite carbone/époxy tissé en satin de 5

3.4.1 Caractérisation visuelle de l'endommagement

Lors de la mise en place de l'essai dans la section 3.2, il a été possible de visualiser les différents mécanismes de dégradations à la surface du matériau composite. Comme mis en avant dans le chapitre 1, les premiers phénomènes sont des décohésions de l'interface fibre/matrice un peu partout dans le toron comme montré sur la figure 3.30a. Certaines de ces décohésions sont présentes dès l'état initial et sont probablement dues à des contraintes résiduelles résultantes du processus de fabrication du matériau. Avec la poursuite de la sollicitation, les décohésions percolent dans un chemin préférentiel comme montré sur la figure 3.30b. Ces percolations entraînent l'élongation des bandes de matrice entre les fibres jusqu'à une rupture transverse totale du toron 3.30c. Cette élongation confirme les conclusions faites dans le chapitre 1 sur un comportement visco-plastique avec une forte déformation en traction. Ces informations permettent d'orienter la modélisation de l'échelle microscopique effectuée dans le chapitre suivant.

L'observation de ces dégradations s'est faite à différents paliers définis en fonction des observations macroscopiques. Cependant, ces observations MEB n'ont pas été faites aux mêmes endroits de la surface du composite lors de chaque palier. Par conséquent, il est impossible d'appliquer la méthode de corrélation d'images numériques pour mesurer les champs de déplacement sur la surface du composite car il n'existe pas d'image de référence des zones observées. Pour appliquer la méthode de CIN développée dans la section 3.3, il est nécessaire de définir les paliers pour observer une même zone tout au long de l'essai et ainsi mesurer le champ de déplacement. Pour cela, un essai filmé en continu est effectué sous une caméra afin d'obtenir la cinématique de l'endommagement.

3.4.2 Évaluation de la cinématique de l'endommagement

La caméra utilisée pendant l'essai est une caméra à capteur CCD (*charge-coupled device* ou dispositif à transfert de charge (DTC)) avec une résolution de 5 micromètres par pixel. La fréquence d'acquisition de la caméra est d'une image par seconde. L'éprouvette, de dimension $40 \times 2 \times 2$ (L×l×e), est sollicitée à $0.05 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$, soit une vitesse de déformation initiale de $1.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. L'observation de la courbe contrainte/déformation obtenue par corrélation d'images numériques, similaire à celles obtenues dans la section 3.2, ne montre pas de rupture de pente. En revanche, l'observation des champs de déplacement montrent l'apparition de fissures transverses dans les torons. Ces fissurations sont caractérisées par une rupture au niveau du champ de déplacement comme visualisables sur la figure 3.31a. Pour mieux visualiser ces dégradations,

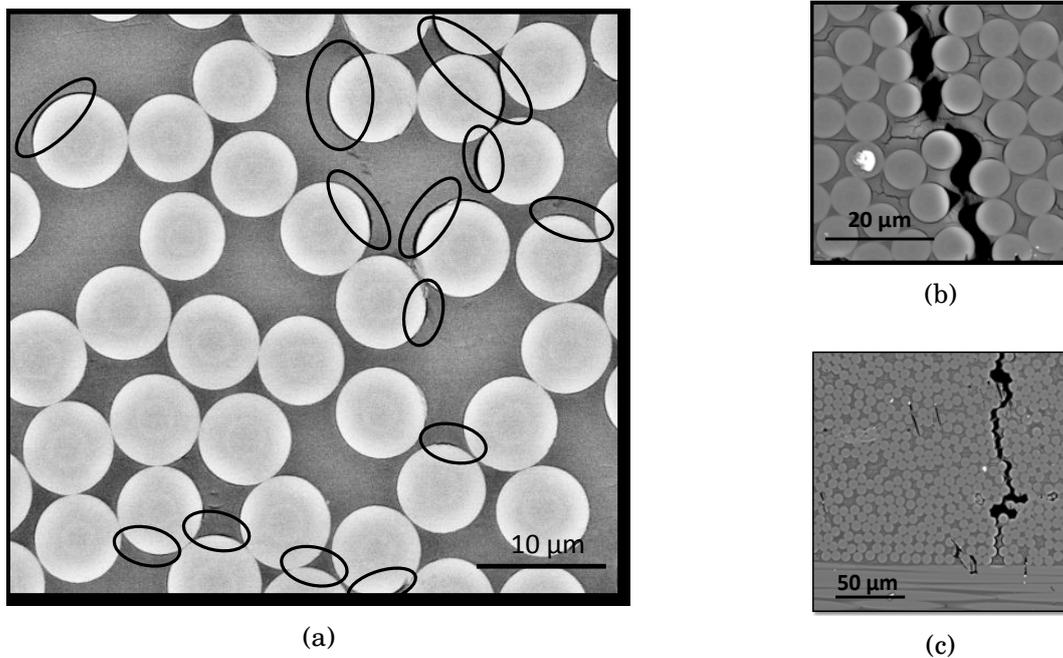


FIGURE 3.30 – Observations microscopiques au MEB. (a) Décohésions diffuses à l'interface fibre/matrice ($\sim 250MPa$), (b) percolation des décohésions ($\sim 450MPa$) et (c) fissure transverse dans un toron ($\sim 500MPa$).

il est possible de tracer le profil d'évolution du déplacement le long de l'éprouvette. Les fissures correspondent alors à des sauts de la courbe. Trois profils sont tracés pour plusieurs valeurs de force le long des lignes pointillées de la figure 3.31a. Ces lignes numérotées correspondent dans l'ordre aux figures 3.31b, 3.31c et 3.31d.

On peut remarquer sur la figure 3.31b à 2600 pixels et sur la figure 3.31d à 2300 pixels, que les premières dégradations apparaissent aux alentours de 1000 N soit 250 MPa. Ces endommagements sont probablement dues à la présence de défauts, dans le cas présent des porosités dans le toron, qui provoquent l'amorçage de la fissuration. Les fissures suivantes vont ensuite apparaître progressivement sur l'ensemble de la surface. On peut ainsi voir, entre autres, l'apparition d'une fissure entre 1200 et 1300 N à 1700 pixels sur la figure 3.31c et à 2000 pixels sur la figure 3.31d. Puis une fissuration vers 1400 N à 1200 pixels sur la figure 3.31d et des fissuration vers 1900 N à 700 et 1400 pixels sur la figure 3.31d.

Ces observations montrent qu'à partir de 1000 N, le matériau se dégrade progressivement sur l'ensemble de la surface. Afin d'observer l'évolution de la dégradation dans un toron qui ne présente pas de défauts visibles, il est nécessaire de répartir équitablement les paliers d'observation MEB entre 1000N et la capacité maximale de la platine. La mise en place de l'essai prenant environ 2 heures et chaque palier (observation microscopique, observation mésoscopique et montée en charge au palier suivant) prenant environ 1 heure, seulement 8 paliers d'observation peuvent être effectués pour faire tenir l'essai sur une journée afin d'éviter les problèmes de relaxation dans l'éprouvette. Les paliers choisis sont 0N pour acquérir l'état initial du matériau puis de 1000 N à 1975N par incrément de 160 N. Lorsque la platine peut être préparée la veille, un palier supplémentaire peut être effectué en effectuant des incréments de 140 N.

3.4.3 Essai de caractérisation par traction *in-situ* au MEB

La tranche observable de la première éprouvette est montrée sur la figure 3.32a. Le rectangle rouge représente la zone observée avec une résolution plus importante. L'essai précédent n'a pas montré de localisation particulière des endommagements au sein de la zone utile. Le toron observé a alors été choisi de telle sorte que : (i) il ne présente pas de défauts initiaux visibles afin de ne pas amorcer les dégradations avant le premier palier d'observation de 1000N, (ii) il ne

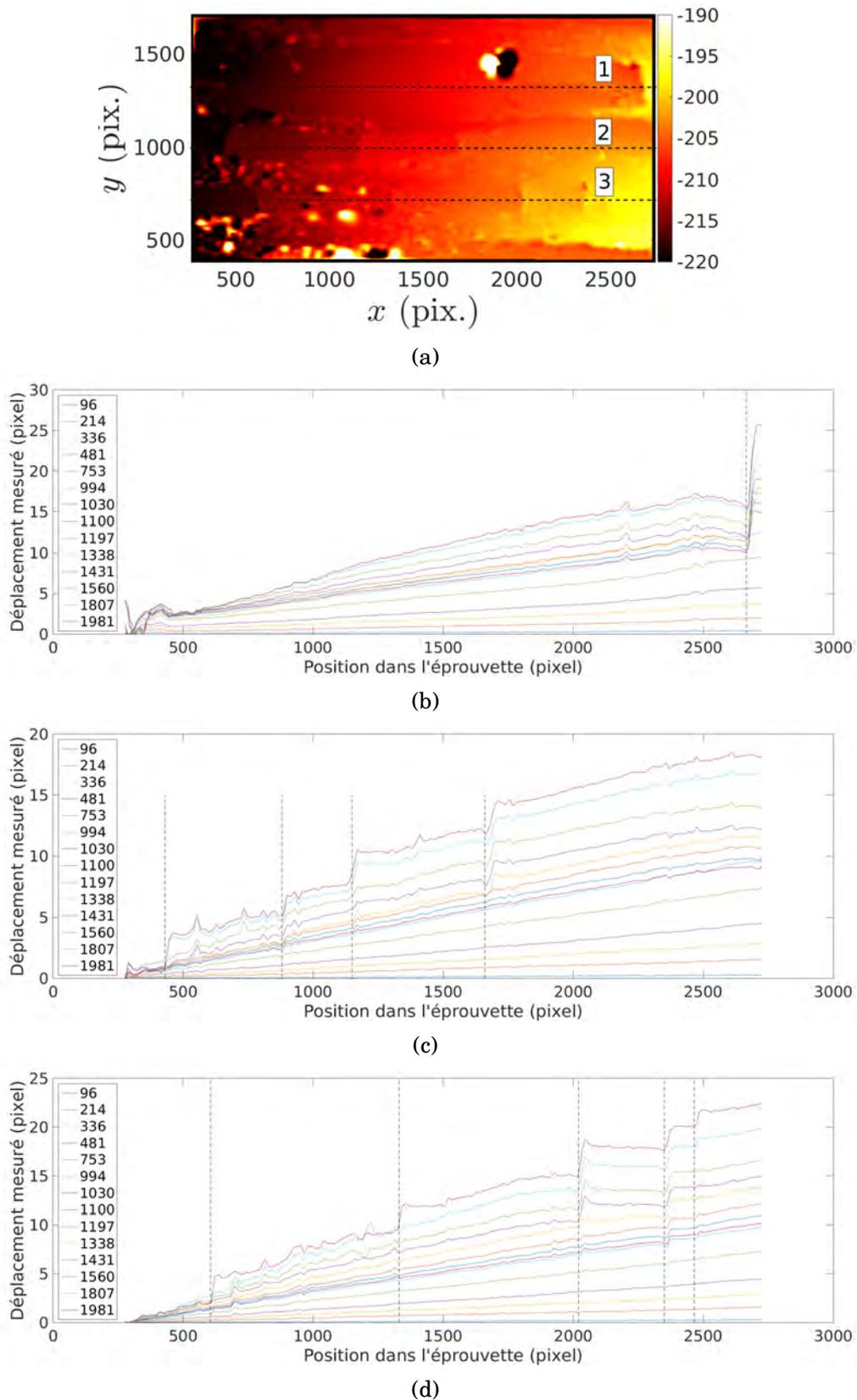


FIGURE 3.31 – (a) Champ de déplacement horizontal mesuré en pixel (1 pixel = 5 microns) pour une force de 1981 N soit 495 MPa. (b), (c) et (d) évolution du déplacement mesuré en fonction de la position horizontale dans l'éprouvette pour différentes valeurs de force (Newton) le long respectivement de la ligne 1, 2 et 3 de la figure (a). Chaque trait pointillé vertical représente la position d'un endommagement.

soit pas situé sur un bord et (iii) il ne présente pas de défaut au niveau du mouchetis (agrégat important masquant la microstructure). Par ailleurs, la position de la zone observée sur le toron a été déterminée par l'analyse d'essais macroscopiques. Ces derniers ont montré que les fissures transverses apparaissent préférentiellement au niveau du tiers de la section du toron.

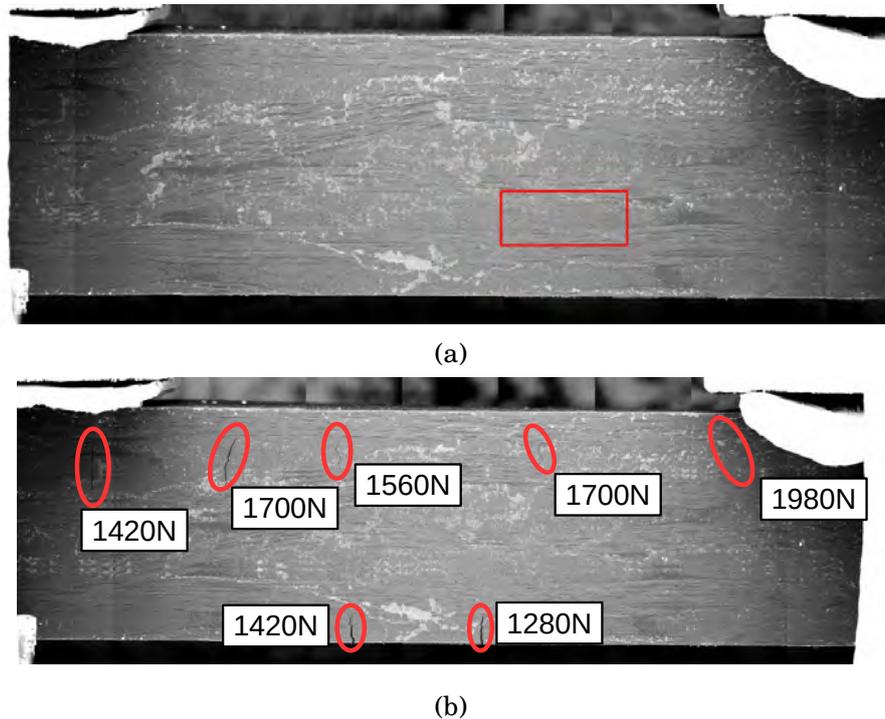


FIGURE 3.32 – (a) Mosaïque de micrographies BSE couvrant la totalité de la zone utile de l'éprouvette avant l'essai. Le rectangle rouge correspond à la zone observée avec une plus grande résolution. (b) Mosaïque de micrographies BSE couvrant la totalité de la zone utile de l'éprouvette à 1980 N. Les fissures transverses sont entourées en rouge avec le niveau de charge du palier auquel elles apparaissent.

L'éprouvette de dimension $40 \times 2 \times 2$ (L×l×e), a été sollicitée en traction à une vitesse de $0.05 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. L'observation a consisté en une mosaïque locale et une mosaïque globale à chaque palier espacé de 140N entre 1000 N et 1975N. La figure 3.32b montre les fissures transverses observées à la fin de l'essai et le niveau de charge associé. La première fissuration apparaît entre 1140 et 1280 N dans un toron extérieur fragilisé par la réduction de section dans l'épaisseur. Deux autres fissures apparaissent entre 1280 et 1420N, une dans le toron déjà fissuré au bord de l'éprouvette et une autre dans un des torons sous le toron longitudinal extérieur du côté non poncé. Les fissures suivantes vont toutes apparaître dans les torons transverses sous le toron longitudinal extérieur. Lors de cet essai, aucune fissuration ne s'est produite dans la zone observée avec une forte résolution.

Deux autres essais ont été réalisés avec le même protocole et la zone utile de chaque éprouvette est représentée sur la figure 3.33. Les zones d'observation locale ont été déterminées en prenant en compte les observations de l'essai précédent ou les fissures étaient apparues majoritairement dans les torons transverses en dessous du toron longitudinal extérieur. Les éprouvettes ont été sollicitées de la même façon et les mosaïques de l'observation globale sont présentées sur la figure 3.34. Lors des deux essais, des fissures se sont créées dans les torons transverses en commençant par les torons sur le bord de l'éprouvette poncé puis progressivement dans chaque pli de tissé. Cependant, aucune fissure ne s'est propagée dans les zones observées.

Les essais effectués n'ont pas permis la visualisation de la progression de la dégradation avec une haute résolution. La localisation d'une fissure transverse est très liée à l'architecture du composite. Le caractère apparemment aléatoire de sa localisation dans les essais effectués provient très probablement de la taille du volume sollicité qui, pour les raisons mentionnées

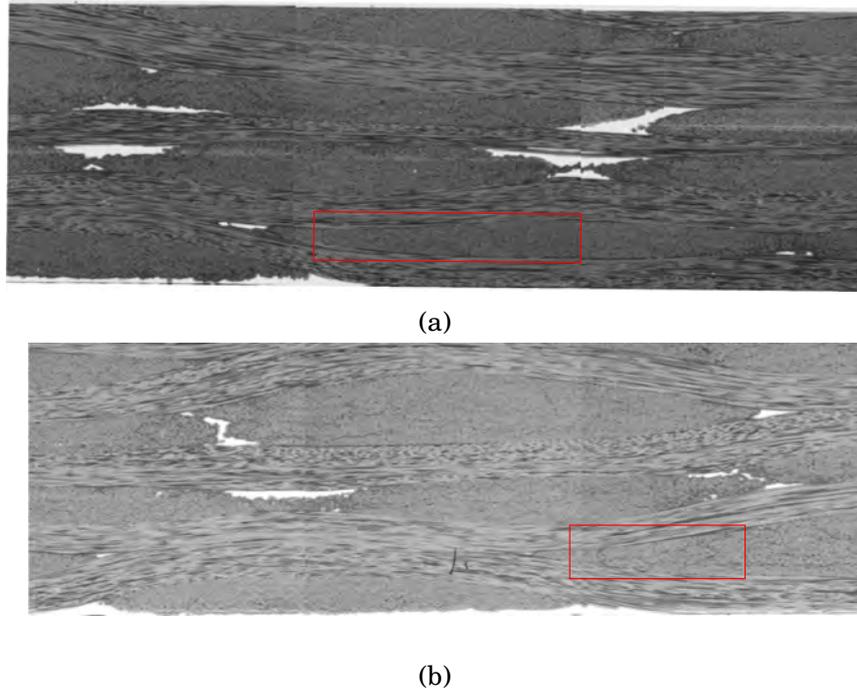


FIGURE 3.33 – (Mosaïque de micrographies BSE couvrant la totalité de la zone utile de l'éprouvette. Le rectangle rouge correspond à la zone observée avec une plus grande résolution.

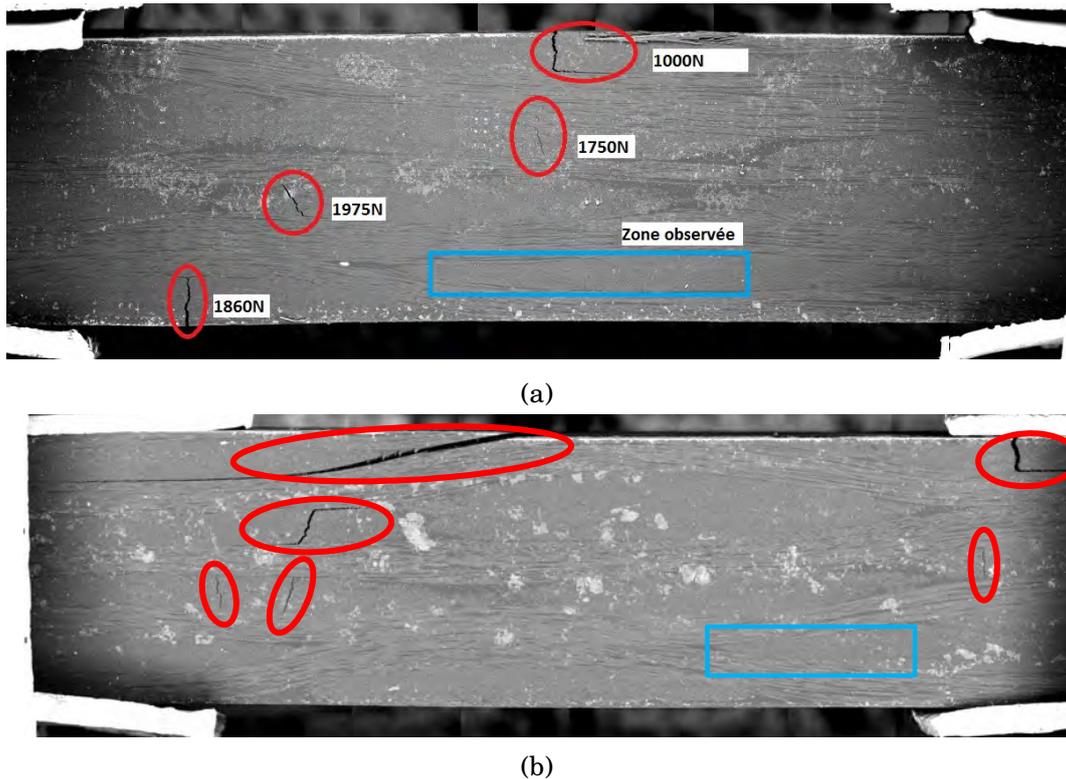


FIGURE 3.34 – Mosaïque de micrographies BSE couvrant la totalité de la zone utile de l'éprouvette. Le rectangle bleu correspond à la zone observée avec une plus grande résolution. Les fissures transverses sont entourées en rouge avec le niveau de charge du palier auquel elles apparaissent.

dans la section 3.2, est inférieure au volume élémentaire représentatif. Plusieurs solutions ont été proposées pour pallier ce problème.

Concernant la création d'une fissure dans la zone observée, la solution la plus simple avec les moyens actuels serait la dégradation de la résolution de l'image. En effet, l'observation globale montre qu'avec une résolution de 600 nm/pixel , il est possible de visualiser les premiers stades de la fissuration transverse comme montré sur l'image de gauche de la figure 3.35. En augmentant d'un facteur 3 la résolution pour atteindre les 200 nm/pixel , il serait possible d'observer la totalité de l'image et de visualiser la percolation des décohésions. Bien que cette solution permettrait à coup sûr d'observer la propagation d'une fissure transverse, elle ne permettrait alors pas de visualiser l'amorçage des décohésions et nécessiterait un temps d'acquisition d'environ une heure trente par palier.

Une autre solution actuellement en cours de développement, est l'implémentation d'un logiciel permettant de piloter à la fois la platine d'essai, le porte-échantillon du MEB et l'acquisition des images. Cette solution prometteuse permettrait de faire continuer l'essai durant la nuit et par conséquent d'observer plusieurs zones localement tout en gardant les paramètres d'acquisitions optimisés dans la section 3.2. Cette solution présente toutefois un inconvénient concernant le temps d'acquisition à chaque palier. Ce dernier durerait plusieurs heures et une possible relaxation du matériau durant l'observation sera alors à considérer.

Enfin, concernant la représentativité de l'essai et du volume sollicité, la solution sera l'achat d'une platine de traction de capacité supérieure. Une telle platine existe dans le commerce et est compatible avec l'observation MEB. L'utilisation d'une telle platine permettrait, d'une part, de solliciter un VER complet et d'autre part, de solliciter l'éprouvette avec une contrainte plus importante et ainsi créer plus d'endommagement dans les torons.

Cependant, même si l'observation locale n'a pas permis la visualisation de la création d'une fissuration transverse, la visualisation globale apporte tout de même des informations. Premièrement, la figure 3.32b montre que la distribution des paliers est satisfaisante. En effet, aucune fissure n'apparaît avant le premier palier et chaque palier montre l'apparition d'un ou deux fissures maximum. De plus, on peut observer deux mécanismes différents pour la propagation de la fissuration. Le premier peut être considéré comme rapide avec l'apparition d'une fissuration complète du toron sans initiation visible sur le palier précédent. L'autre, plus lent, permet la visualisation de la progression des fissures sur plusieurs paliers comme le montre la figure 3.35. Cette rupture progressive montre que la percolation des décohésions n'entraîne pas directement la rupture totale du toron. Cela confirme la création de bandes de matrice entre les fibres qui s'étirent avant de rompre provoquant la rupture du toron. Par ailleurs, chaque palier étant espacé d'une centaine de MPa, rien n'exclut le fait que la fissure apparue entre deux paliers ne se soit créée de façon progressive sur une plage de chargement plus restreinte.

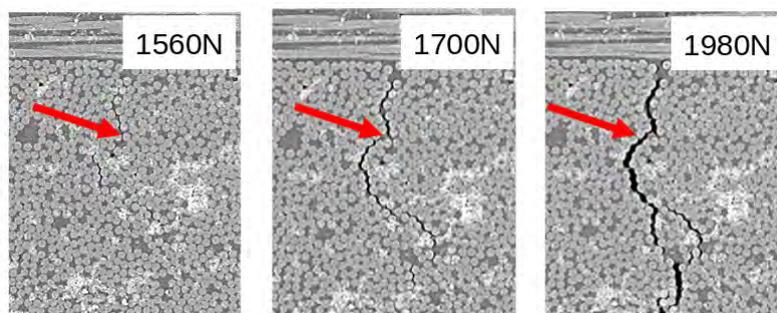


FIGURE 3.35 – Observation MEB par BSE de la progression d'une fissuration transverse pour différents niveaux de chargement.

Par ailleurs, la propagation de la fissure transverse en un délaminage inter-toron a pu être observée et est montré sur la figure 3.36. On peut observer que le délaminage inter-toron ne se fait que d'un seul côté de la fissure. De plus, ce délaminage se fait tout d'abord par décohésion entre les fibres transverses collées au toron longitudinal et la matrice. Le cisaillement entre les deux torons va ensuite augmenter la taille et le nombre de décohésion le long de l'interface comme montré par les figure 3.36a, 3.36b et 3.36c. Une fois que les décohésions sont suffisam-

ment ouvertes, le cisaillement entre les deux torons va étirer la matrice et provoquer la rupture de la matrice entre la fibre transverse et la fibre longitudinale comme montré sur la figure 3.36d.

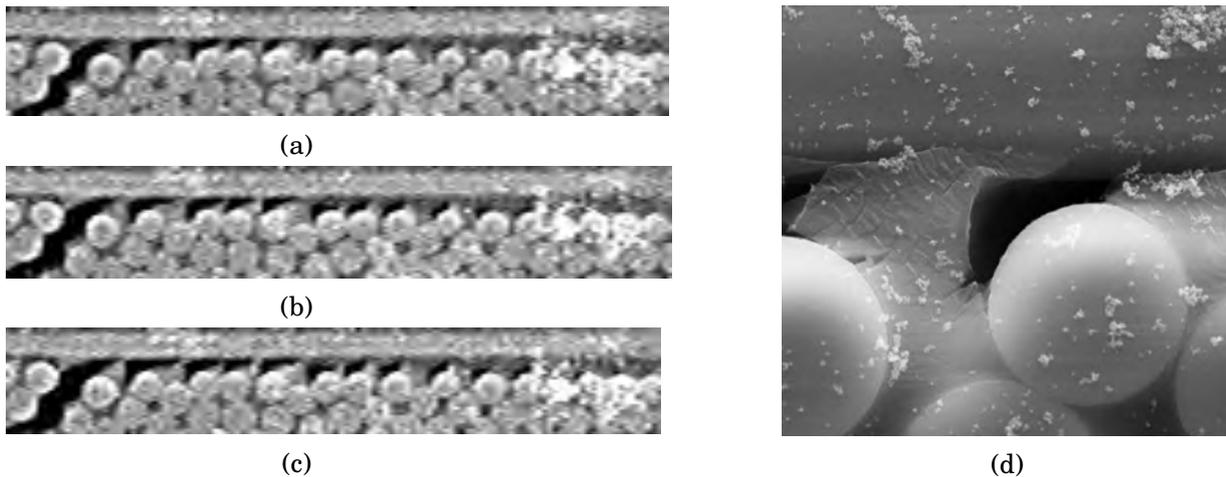


FIGURE 3.36 – Zoom sur la micrographie MEB par BSE acquise pendant l’observation globale pour les paliers de (a) 1700N, (b) 1920 N et (c) 1980N. (d) Décohésion fibre/matrice à l’interface entre un toron transverse et un toron longitudinal lors d’un délaminage inter-toron.

3.4.3.1 Essai multi-échelle *in-situ* au MEB

L’essai effectué avec l’éprouvette montrée sur la figure 3.34b a permis d’utiliser le dispositif d’observation multi-échelle présenté dans la section 2.4.2. Pour rappel, ce dispositif permet d’observer la surface de l’échantillon à la fois de manière optique en continu durant la sollicitation et de manière électronique à chaque palier de charge. La figure 3.37 montre la superposition des images acquises lors de l’essai pas les différents dispositifs. On peut remarquer sur l’image 3.37b que les deux acquisitions se superposent correctement lorsque qu’elles sont affichées en micromètres. Les champs de déplacement ont été calculés indépendamment sur les images optiques et sur les images électroniques. La figure 3.37d montre ces champs de déplacement affichés sur une même échelle de couleur et avec le même point de référence pour la calcul du déplacement. On observe une très bonne continuité entre les deux champs mesurés malgré la différence de résolution des deux images. Cette continuité des champs de déplacement valide la possibilité d’une observation multi-échelle lors d’un essai *in-situ* au MEB. Malheureusement, l’essai n’ayant pas permis la visualisation de la percolation des décohésion, l’analyse n’a pas été poussé plus loin. Cependant, cet essai ouvre la porte à de nombreuses perspectives et possibilités en terme de suivi et de caractérisation de l’endommagement.

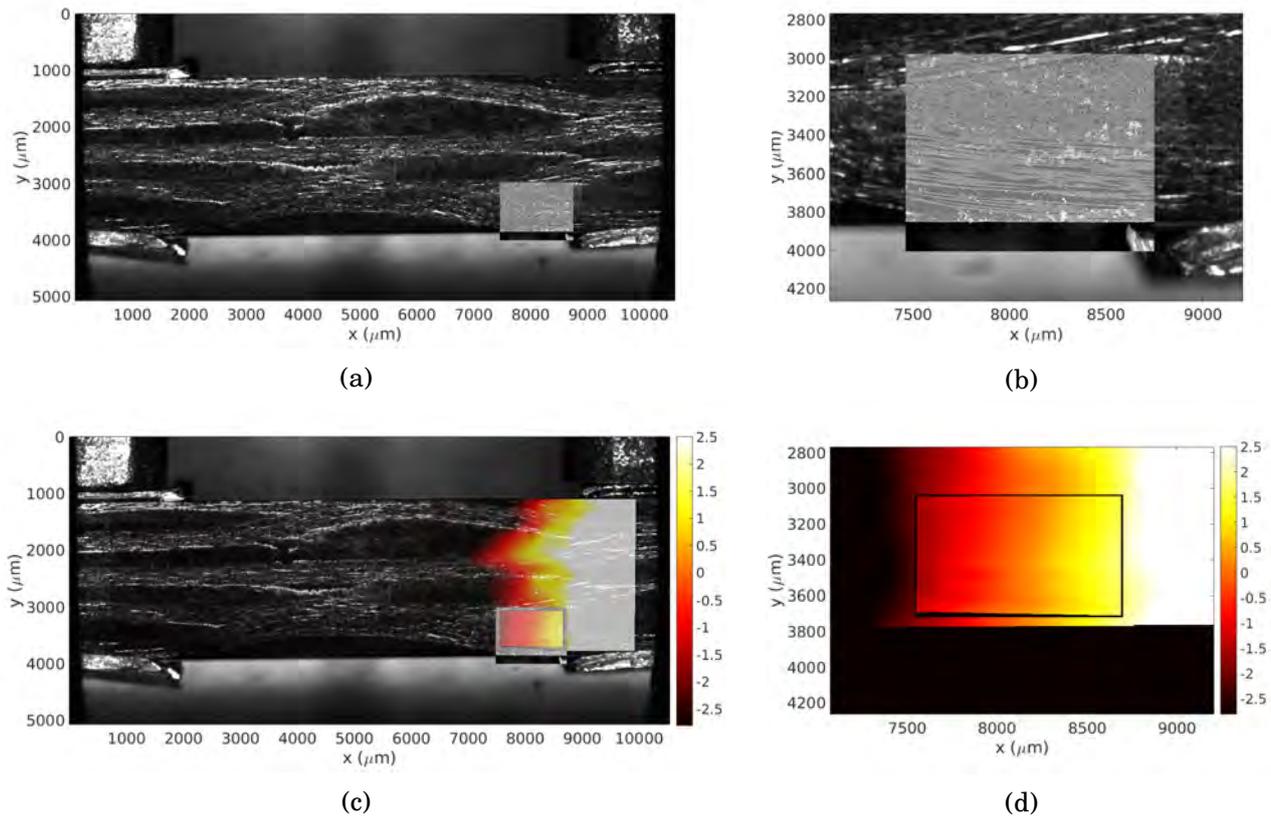


FIGURE 3.37 – Visualisation des images acquises par le dispositif d’observation multi-échelle et champs mesurés par CIN. (a) Superposition de l’image acquise par la camera optique (grand champ) et l’image acquise par le MEB lors de la mosaïque globale. (b) Agrandissement de l’image (a) sur la zone commune aux deux observations. (c) Superposition des deux acquisitions avec les champs de déplacement mesurés par CIN avec une régularisation mécanique de 128 pixels et affiché sur la même échelle de couleurs. (d) Agrandissement de l’image (c) sur la zone commune aux deux observations avec juste les champs de déplacement mesurés.

3.5 Conclusion

Ce chapitre a montré que la platine d’essai disponible pour faire des tests *in-situ* au MEB permet d’appliquer une sollicitation de traction alignée avec l’éprouvette testée. L’abrasion des faces en contact, le passage du montage aux ultrasons et l’utilisation d’un feuille mince d’aluminium entre l’éprouvette et les mors a permis la suppression des problèmes de glissement et l’utilisation de la capacité maximale de la platine. Cependant, l’observation des courbes de comportement moyens contrainte/déformation mesurées par extensomètres virtuels ont mis en évidence l’existence d’une mise en place des éprouvettes dans les mors. Cette mise en place s’observe aussi bien pour une éprouvette composite que pour une éprouvette métallique et est, par conséquent, inhérente au montage de l’essai de traction. Ce problème empêche l’utilisation du capteur de déplacement des mors pour mesurer la déformation au sein de l’éprouvette. Cependant, il a été montré que la mesure par corrélation d’images numériques et le calcul de la déformation par extensomètre virtuel permet de retrouver le module élastique de traction mesuré à l’échelle macroscopique. Cette mesure peut donc être utilisée pour caractériser le comportement.

Le dimensionnement des éprouvettes a permis la création des premiers stades de l’endommagement au sein des éprouvettes. Les contraintes relevées pour les différents mécanismes de dégradation sont en accord avec la littérature et les essais macroscopiques. Une image au Microscope Électronique à Balayage (MEB) de 4000×4000 pixels avec une résolution de 38.5 nm/pixel permet d’observer les premières dégradations avec une résolution suffisante. Cette taille d’image permet de plus l’observation d’une zone équivalente à un demi-toron dans un temps réduit de

30 minutes. Par ailleurs, il a été montré que l'utilisation d'un courant de sonde supérieur à 1 nA provoquait la dégradation des interfaces fibres/matrice lors de l'observation. Cette dégradation s'aggrave avec la répétition de l'observation de la surface. Afin de prévenir ces problèmes, un courant de sonde de 700 pA, une tension de 15 kV et une intégration de 16 sont utilisés durant les acquisitions d'images.

À partir des images acquises, il a été montré que la méthode de corrélation d'images numériques par approche globale (CIN globale) avec régularisation mécanique est la plus efficace dans le cas étudié. L'adaptation de cette méthode à l'étude des matériaux hétérogènes par la prise en compte de la microstructure a permis de réduire les résidus mécaniques et les résidus optiques et ainsi améliorer la précision de la mesure. Par ailleurs, il existe un minimum dans la courbe d'évolution du résidu mécanique en fonction du ratio des modules de Young. S'il ne peut à priori pas servir à identifier les propriétés des constituants, ce minimum donne le rapport permettant la mesure la plus précise dans le cas où les modules de Young ne sont pas connus.

La réalisation d'un essai filmé sur table a déterminé que les paliers le plus adaptés, a part celui à 0N pour acquérir l'état initiale du matériau, se situent entre 1000N et 1975N par incrément de 160N. Cela permet de maximiser le nombre de paliers en effectuant une visualisation globale et locale pour chaque palier tout en maintenant l'essai sur une seule journée. La visualisation globale à chacun de ces paliers a permis d'observer une fissuration progressive du toron avec la rupture des bandes de matrice après un étirement important. Cependant, malgré l'apparition de plusieurs fissures transverses, aucune n'est apparue dans la zone observée plus en détail au MEB. Il n'a donc pas pu être observé l'apparition et l'évolution des décohésions. Cela met en avant la grande dépendance de la fissuration à l'architecture du composite et à la présence de défauts. De nombreuses voies d'amélioration ont été discutées et sont détaillées dans les perspectives à la fin de cette étude.

Enfin, la mise en place d'un dispositif d'observation multi-échelle a permis d'observer simultanément l'éprouvette complète de manière optique durant les étapes de sollicitation monotone et d'observer la surface de l'échantillon avec une plus grande résolution durant les paliers. La continuité des champs de déplacement mesurés aux différentes échelles valide la pertinence de l'essai.

L'ensemble de ces observations doit être prises en compte lors de la modélisation numérique du comportement dans le chapitre suivant.

Modélisation numérique du comportement du composite à l'échelle microscopique

Résumé

Ce chapitre présente la modélisation du comportement du composite avec la prise en compte des non-linéarités (géométriques et comportements matériaux) et la modélisation des dégradations observées lors de la campagne expérimentale. Ce modèle est ensuite comparé aux champs de déplacement mesurés expérimentalement afin de mettre en place une méthode de validation. Enfin, les informations obtenues par cette modélisation sont transférées à l'échelle supérieure par la détermination d'un critère de premier endommagement.

Sommaire

4.1 Introduction	97
4.2 Modélisation microscopique du comportement	98
4.2.1 Modélisation du comportement non-linéaire de la matrice	98
4.2.2 Modélisation de la décohésion de l'interface fibres/matrice	106
4.2.3 Modélisation par éléments finis d'une cellule élémentaire microscopique . .	107
4.3 Optimisation du modèle	110
4.3.1 Influence de la distribution de fibres sur la rupture de l'interface fibres/ matrice.	110
4.3.2 Influence des paramètres des zones cohésifs	111
4.3.3 Influence du critère de rupture matricielle	118
4.3.4 Influence des contraintes résiduelles	120
4.4 Validation expérimentale	124
4.4.1 Mise en place de la comparaison essai/calcul	124
4.4.2 Prise en compte des endommagements dans la corrélation d'images numé- riques	127
4.5 Critère mésoscopique	129
4.5.1 Mise en place de l'étude	129
4.5.2 Détermination d'une enveloppe d'apparition du premier endommagement .	131
4.5.3 Détermination d'un critère analytique	132
4.6 Conclusion	135

4.1 Introduction

Aujourd'hui, les modèles de comportement utilisés dans l'industrie pour les matériaux composites sont majoritairement macroscopiques et propres à un type d'architecture et de constituants. Ces modèles doivent par conséquent être ré-identifiés à chaque changement dans la composition du matériaux (constituants, architecture, etc ...). Dans le but de réduire le nombre d'essais nécessaires à l'identification des modèles, il est utile de développer des modèles plus physiques et plus prédictifs. Par ailleurs, afin de pouvoir dimensionner des pièces soumises à des sollicitations de fatigue, il est important de prendre en compte le comportement des constituants et la modélisation des premiers stades de l'endommagement à l'échelle microscopique, ces mécanismes étant à la base du comportement en fatigue. Enfin, pour que ces modèles soient représentatifs de la réalité du comportement, leur développement doit se baser sur les observations expérimentales effectuées dans le chapitre 3.

Ce précédent chapitre a mis en avant que les premières dégradations apparaissant dans le matériau sont des décohésions fibres/matrice suivies de leur percolation dans un chemin préférentiel transverse à la direction de chargement. Ces dégradations de l'interface fibres/matrice entraînent la formation de bandes de matrice qui s'étirent et se plastifient jusqu'à rupture provoquant la fissuration transverse du toron.

Afin de modéliser correctement l'ensemble de ces observations, une première section de ce chapitre se concentre sur le modèle développé dans cette étude et les différents éléments le composant. Elle commence par la présentation de la Cellule Élémentaire Représentative (CER) de l'échelle microscopique et des comportements de ses constituants. A ce titre, le chapitre 1 a mis en avant que le modèle le plus abouti pour la modélisation du comportement viscoplastique de la matrice était le modèle de Anand et Ames [Anand et al., 2009, Ames et al., 2009]. Ce modèle sera tout d'abord présenté avant d'être identifié sur des résultats expérimentaux. La fibre sera considérée comme élastique linéaire. La modélisation des décohésions sera faite par une loi de comportement endommageable bilinéaire. Enfin, la description de la mise en place du calcul éléments finis, avec la création d'une CER de l'échelle microscopique et l'insertion d'éléments cohésifs à toutes les interfaces fibres/matrice, sera explicitée. La prise en compte des contraintes résiduelles se fera par l'application d'un différentiel thermique avant les sollicitations mécaniques et sera présenté à la fin de cette section. L'ensemble de ce modèle sera développé avec la suite logiciel Z-set.

La deuxième section analyse tout d'abord l'influence des différentes parties du modèle telles que la distribution des fibres au sein de la CER ou les paramètres du modèle de zones cohésives sur l'évolution de l'endommagement et le comportement moyen de la cellule. Il sera fait par la suite une comparaison entre les champs expérimentaux mesurés à l'aide de la méthode développée dans la section 3.3 et les champs simulés par le modèle présenté dans ce chapitre. Cette comparaison va mettre en avant une différence importante dans les champs au niveaux des décohésions. Une méthode sera proposée permettant de prendre en compte les décohésions dans la mesure du champ de déplacement sans changer la méthode de corrélation.

Enfin, une dernière section utilise le modèle développé pour faire remonter des informations sur les premiers stades de l'endommagement à l'échelle mésoscopique. Pour cela, la cellule est soumise à une campagne d'essais virtuels. Elle est ainsi soumise à différentes sollicitations biaxiales afin de récupérer les courbes de comportement moyen dans différents plans de l'espace des contraintes. Ces courbes présentent un maximum au moment où la première décohésion rompt suivie par une chute de la contrainte. La récupération de ces maximums permet de déterminer une enveloppe de rupture du premier endommagement à l'échelle microscopique. Afin de pouvoir utiliser cette enveloppe à l'échelle mésoscopique, un critère analytique est ensuite déterminé à partir des points relevés.

4.2 Modélisation du comportement endommageable d'un CMO à l'échelle microscopique en prenant en compte les non-linéarités des constituants

4.2.1 Modélisation du comportement non-linéaire de la matrice

Le chapitre 1 a mis en avant que, lors de tests sur des éprouvettes macroscopiques, les résines thermodurcissables exhibent un comportement en compression de type viscoplastique, similaire à celui d'une résine thermoplastique, et un comportement en traction de type élastique fragile. Lors de la rupture en traction, l'initiation de l'endommagement se fait au niveau de défauts. Cependant, ces observations ne sont valables qu'à l'échelle macroscopique [Hobbiebrunken et al., 2007]. En effet, le chapitre 1 a montré qu'à l'échelle microscopique, la résine thermodurcissable présente un comportement en traction similaire à celui observé en compression et comparable à celui d'une résine thermoplastique. Cela a, de plus, été vérifié dans cette étude aux travers des observations expérimentales du chapitre 3 qui montrent de grandes déformations de la matrice en traction. Ce changement de comportement est dû à un volume de matrice sollicité faible et proche de la taille de la zone plastique. Par conséquent dans la suite de cette étude, il est considéré que les effets d'écrouissage seront similaires en traction et en compression et uniquement la contrainte d'écoulement variera.

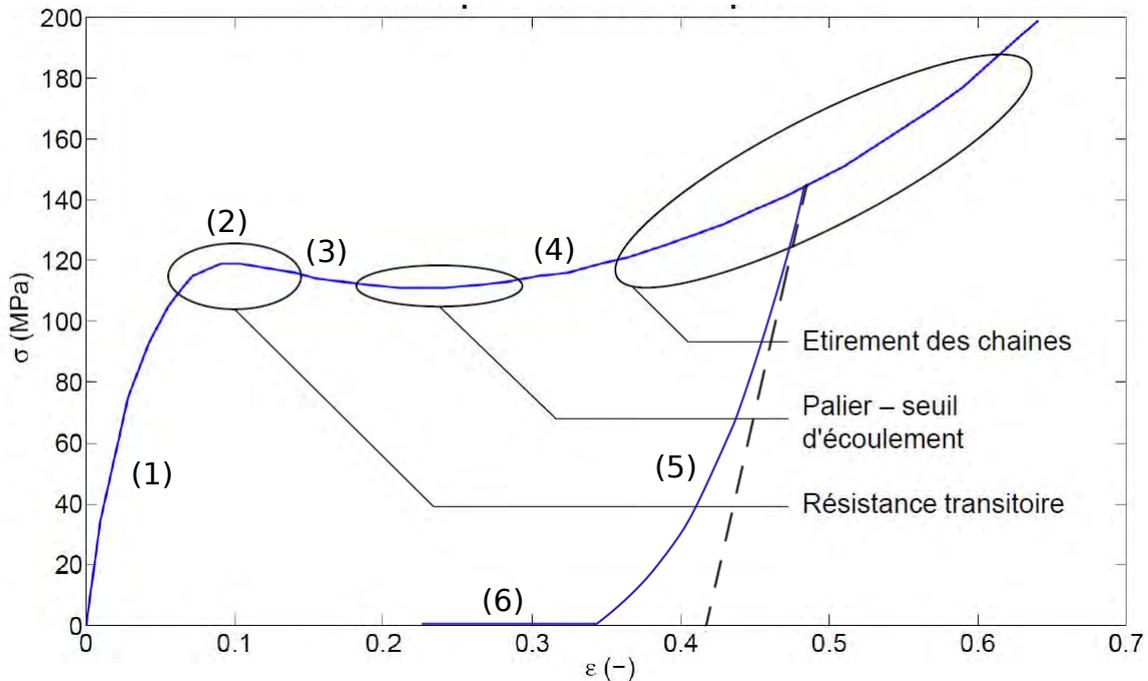


FIGURE 4.1 – Représentation schématique de la courbe contrainte/déformation pour des polymères thermoplastiques ou thermodurcissables : 1) région élastique/visco-élastique, 2) pic de transition, 3) adoucissement, 4) plateau et re-durcissement, 5) décharge non-linéaire, 6) recouvrement.

Le chapitre 1 a mis en avant que l'une des modélisations de comportement viscoplastique les plus abouties est celle de Anand et Ames [Anand et al., 2009, Ames et al., 2009]. Cette modélisation permet de prendre en compte tous les aspects de la déformation plastique (cf. Fig. 4.1) et va servir de base pour modéliser correctement le comportement de la matrice. Initialement développés pour des résines thermoplastiques, le chapitre bibliographique a montré que ces modèles de comportement s'adaptent très bien aux résines thermodurcissables malgré la réticulation des chaînes de polymère. L'adaptation de ce modèle et son identification pour la résine RTM-6 ont été effectuées durant mon stage de master [Naylor, 2016] et complétées durant cette thèse. Les principaux éléments et résultats sont présentés ici.

4.2.1.1 Comportement en grande déformation

Le chapitre 1 a montré que les bandes de matrice subissaient de grande élongation dans le chemin de percolation créé par les décohésions fibres/matrice. Dans ce contexte, il est nécessaire de prendre en compte les grandes déformations pouvant intervenir dans le comportement de la matrice. Pour cela, on définit le tenseur gradient de déformation, $\underline{F} = \text{grad}_{\vec{x}_i} \vec{x}_t$ avec \vec{x}_i la position initiale d'un point du volume analysé et \vec{x}_t la position actuelle de ce point. Ce tenseur étant inversible, il est possible de définir deux tenseurs symétriques définis positifs \underline{V} et \underline{U} uniques et un unique tenseur orthogonal \underline{R} tels que $\underline{F} = \underline{R} \cdot \underline{U} = \underline{V} \cdot \underline{R}$ comme montré sur la figure 4.2. Il est alors possible de définir les tenseurs de Cauchy-Green droit et gauche respectivement tels que $\underline{C} = \underline{F}^T \underline{F} = \underline{U}^2$ et $\underline{B} = \underline{F} \underline{F}^T = \underline{V}^2$.

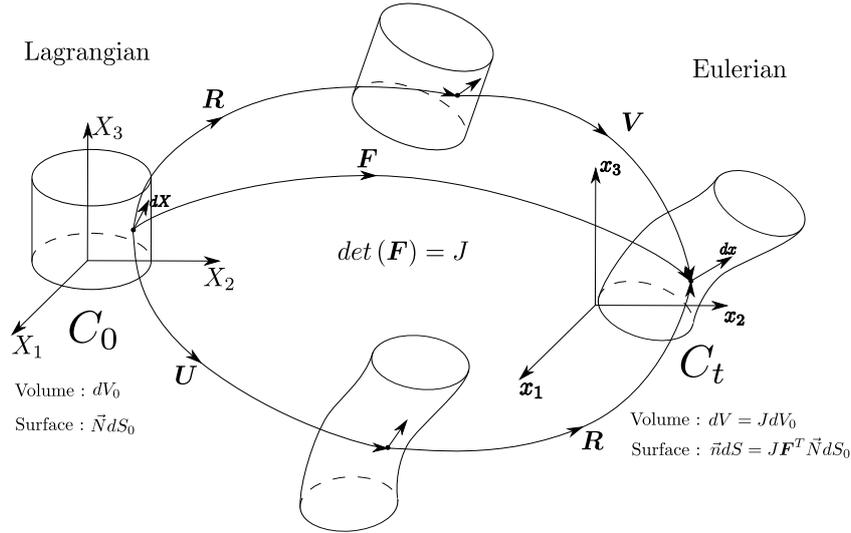


FIGURE 4.2 – Représentation schématique de la décomposition polaire du gradient de déformation.

En se basant sur les travaux de Miehe *et. al* [Miehe et al., 2002], on peut définir la mesure de la déformation de Hencky comme étant la moitié du logarithme du tenseur de Cauchy-Green droit, \underline{C} . Cette déformation peut ensuite être décomposée additivement en une partie élastique et une partie plastique en se basant sur un tenseur de plasticité $\underline{C}^p = \underline{F}^{pT} \cdot \underline{F}^p$. \underline{F}^p représente la transformation de la configuration de référence à une configuration intermédiaire aussi appelée configuration relaxée. Elle correspond à la configuration qu'on obtient à partir de la configuration actuelle si toutes les contraintes sont supprimées.

$$\begin{aligned} \underline{E}^e &= \frac{1}{2} \ln(\underline{C}) - \frac{1}{2} \ln(\underline{C}^p) \\ &= \ln(\underline{U}) - \frac{1}{2} \ln(\underline{C}^p) \\ &= \underline{E} - \underline{E}^p \end{aligned} \quad (4.1)$$

Cette décomposition additive permet de formuler la loi de comportement plastique dans un cadre proche de celui en petites déformations [Miehe et al., 2009].

Dans l'approche Lagrangien, la densité de puissance mécanique est donnée par :

$$P(t) = \underline{T} : \frac{d\underline{E}}{dt} \quad (4.2)$$

avec \underline{T} le tenseur nominal de contrainte conjugué à la mesure de déformation [Miehe et al., 2002]. Chaque définition d'un tenseur de déformation est conjugué avec un tenseur de contrainte afin

que la densité de puissance s'écrive comme dans l'équation (4.2) pour un matériau isotrope. L'utilisation d'un mauvais couple ne respecte plus les principes de la thermodynamique et peut générer des erreurs dans le comportement simulé [Ji et al., 2010]. Dans le cas du tenseur de déformation de Hencky, pour un matériau isotrope, le tenseur conjugué est le tenseur des contraintes de Kirchhoff $\underline{\tau}$ retourné dans la configuration de référence [Miehe et al., 2009] :

$$\underline{\Sigma} = \underline{R}^T \cdot \underline{\tau} \cdot \underline{R} \quad (4.3)$$

L'utilisation de ces tenseurs et d'une décomposition additive de la déformation permet de garder un formalisme proche de celui des petites déformations et d'utiliser ce cadre bien développé pour prendre en compte les grandes déformations apparaissant dans les bandes de matrice. En particulier, la modélisation du comportement de la résine lors du pic de transition et du plateau qui s'en suit sera fait dans le cadre des petites déformations.

4.2.1.2 Cadre général en décomposition additive des déformations

Un cadre général pour les modèles viscoplastiques a été proposé par Chaboche [Chaboche, 2008] et comprend obligatoirement les éléments suivants :

- La séparation de la déformation totale en un tenseur de déformation élastique et un tenseur de déformation plastique. Cette séparation est déjà imposée par le cadre choisi en grandes déformations (eq. 4.1).
- Une surface de plasticité f qui détermine le passage d'un comportement élastique à un comportement viscoplastique (eq. 4.4). Cette surface est définie à partir d'un critère d'écoulement, \tilde{f} . Lorsque l'état de sollicitation du matériau se trouve à l'intérieur de la surface de plasticité, $\tilde{f} < 0$, le comportement est élastique ; lorsqu'il dépasse cette surface, $\tilde{f} > 0$, des déformations plastiques commencent à évoluer.

$$f(\underline{\sigma}) = \tilde{f}(\underline{\sigma}) = 0 \quad (4.4)$$

- Une règle de normalité qui donne la direction de l'évolution de la déformation viscoplastique dans l'espace des déformations (eq. 4.5). λ est la déformation plastique cumulée et \mathbf{n} la direction de l'écoulement viscoplastique. Lorsque cet écoulement est normal à la surface de plasticité, il est dit *associé* et dérive directement de la surface de plasticité, f . C'est souvent le cas pour des matériaux qui ne dépendent que des contraintes déviatoriques, et non de la pression hydrostatique, et cela donne une déformation plastique isovolumique. Lorsque que cette écoulement dépend de la pression hydrostatique, une forme plus générale peut être utilisée avec un potentiel viscoplastique, φ_{vp} , et l'écoulement est alors nommé *non-associé*.

$$\dot{\epsilon}_{vp} = \lambda \mathbf{n} \quad (4.5)$$

$$\text{avec } \mathbf{n} = \frac{df}{d\sigma} \quad \text{si écoulement associé} \quad (4.6)$$

$$\text{ou } \mathbf{n} = \frac{d\varphi_{vp}}{d\sigma} \quad \text{si écoulement non-associé} \quad (4.7)$$

- Une cinématique de l'écoulement qui décrit la vitesse de l'évolution de la déformation viscoplastique en fonction de la distance à la surface de plasticité dite surcontrainte, \tilde{f} .

Cependant, d'autres éléments peuvent venir s'ajouter aux quatre précédents.

- Un écrouissage cinématique qui décrit le déplacement dans l'espace des contraintes de la surface de plasticité lors de l'écoulement viscoplastique. L'équation (4.4) prend alors la forme (4.8) avec une contrainte de rappel, \underline{X} .

$$f(\underline{\sigma}) = \tilde{f}(\underline{\sigma} - \underline{X}) \quad (4.8)$$

- Un écrouissage isotrope, R , qui décrit l'évolution de la taille de la surface de plasticité lors de l'écoulement. Ce mécanisme vient changer - en augmentant ou en diminuant - la limite d'élasticité sous l'influence d'une déformation plastique du polymère et du réarrangement moléculaire résultant. L'équation (4.8) prend alors la forme :

$$f(\underline{\sigma}) = \tilde{f}(\underline{\sigma} - \underline{X}) - R \quad (4.9)$$

- Une règle de recouvrance - statique et/ou dynamique - qui décrit une relaxation de la contrainte de rappel. À la différence de la recouvrance statique qui est active en permanence, la recouvrance dynamique n'a d'action que lorsque l'arrangement moléculaire du matériau est en évolution, *i.e.*, $\dot{\lambda} > 0$.

4.2.1.3 Critère d'écoulement

Il a été observé que l'écoulement plastique des polymères dépend souvent de la pression hydrostatique [Howard and Bowden, 1973] ce qui implique une différence entre les seuils d'écoulement en traction et en compression.

Le critère de Von Mises, ne dépendant que de la partie déviatorique, ne convient donc pas. En effet, il implique une limite d'élasticité identique en traction et compression, ce qui n'est pas le cas des polymères considérés.

Drucker et Prager [Drucker and Prager, 1952] ont proposé une modification du critère de Von Mises en introduisant une dépendance à la pression hydrostatique.¹

$$aI_1 + b\sqrt{3J_2} = 1 \quad (4.10)$$

Bien que ce soit l'un des critères les plus utilisés, il a été mis en évidence l'existence d'un défaut [Christensen, 2006]. En effet, ce critère prévoit une limite d'élasticité infinie en compression équi-biaxiale lorsque le rapport entre la limite d'élasticité en compression et la limite d'élasticité en traction est de 3. Le critère de Raghava [Raghava and Caddell, 1973], exprimé ci-dessous (eq. 4.11), utilise les mêmes invariants et n'a pas ce défaut. En outre, il décrit bien la limite d'élasticité de nombreux types de matériau [Christensen, 2004].

$$3J_2 + (C - T)I_1 = CT \quad (4.11)$$

T représente la limite d'élasticité réelle en traction et C celle en compression. Lorsque les limites sont identiques en compression et en traction, on retrouve le critère de Von Mises. La solution positive de cette équation quadratique en T donne le critère d'écoulement associée au critère de Raghava :

$$\tilde{f}(\underline{\sigma}) = \frac{1}{2\tau} \left((\tau - 1) I_1(\underline{\sigma}) + \sqrt{(\tau - 1)^2 I_1^2(\underline{\sigma}) + 12\tau J_2(\underline{\sigma})} \right) \quad (4.12)$$

avec τ le rapport entre la limite d'élasticité en compression et la limite d'élasticité en traction, $\tau = C/T$. Avec cette définition, on trouve $f = \sigma$ en traction uniaxiale. L'utilisation de cette fonction dans le cadre d'un écoulement associé implique un changement de volume à cause de la dépendance à la pression hydrostatique. Cependant, Christensen [Christensen, 2006] constate que, généralement, cette dépendance est trop importante et propose l'ajout d'un facteur, A , dans la fonction d'écoulement. L'écoulement est alors non-associé et est défini par un potentiel viscoplastique φ_{vp} .

$$\varphi_{vp}(\underline{\sigma}) = \frac{1}{2\tau} \left((\tau - 1) AI_1(\underline{\sigma}) + \sqrt{(\tau - 1)^2 A^2 I_1^2(\underline{\sigma}) + 12\tau J_2(\underline{\sigma})} \right) \quad (4.13)$$

1. Pour rappel, soit un tenseur d'ordre 2, \underline{a} , et son déviateur $\underline{b} = \underline{a} - \frac{1}{3}tr(\underline{a})\underline{I}$, les invariants du tenseur sont définis comme suit : $I_1 = tr(\underline{a})$; $I_2 = \frac{1}{2}tr(\underline{a}\cdot\underline{a})$; $I_3 = det(\underline{a})$; $J_1 = tr(\underline{b}) = 0$; $J_2 = \frac{1}{3}I_1^2 - I_2$; $J_3 = \frac{2}{27}I_1^3 - \frac{1}{3}I_1I_2 + I_3$. La pression hydrostatique est $p = \frac{1}{3}I_1$.

4.2.1.4 Vitesse d'écoulement

Selon la théorie d'Eyring [Eyring, 1936], l'écoulement viscoplastique est activé thermiquement. Ceci entraîne une dépendance du comportement viscoplastique à la température et à la vitesse de sollicitation. Bauwens-Crowet [Bauwens-Crowet, 1973] a montré que deux mécanismes sont généralement nécessaires pour modéliser la contrainte d'écoulement sur un large domaine de températures et de vitesses. Le mécanisme α domine à de faibles vitesses et des températures élevées alors que le mécanisme β prédomine pour des vitesses élevées et des températures basses. Cette modélisation présente cependant deux inconvénients majeurs : ne pas être inversible aisément et une asymptote en basse vitesse non horizontale conduisant à des valeurs de contraintes d'écoulement, σ_y , négatives sous chargement uniaxial pour de très faibles vitesses de sollicitation.

Pour palier ce problème, Fotheringham et Cherry [Fotheringham and Cherry, 1978] ont changé le modèle et prennent en compte des mouvements coopératifs des chaînes de polymères. Ces mouvements coopératifs impliquent la présence de n transitions élémentaires. Le modèle coopératif a enfin été reformulé par Richeton et al. [Richeton et al., 2005a] et inversé pour prendre la forme suivante :

$$\frac{\sigma_y}{T} = \frac{\sigma_i(0) - mT}{T} + \frac{2k_b}{V} \sinh^{-1} \left[\left(\frac{\dot{\lambda}}{\lambda_0} \exp\left(\frac{Q}{k_b T}\right) \right)^{1/n} \right] \quad (4.14)$$

m , V et λ_0 sont des paramètres propres au matériau et ne dépendent pas de la température. Ce modèle est inversible pour une traction uniaxiale, *i.e.*, $f(\sigma) = \sigma_y$ et permet d'exprimer la vitesse de déformation plastique en fonction de la charge (eq. 4.15). Le premier terme du membre de droite de l'équation (4.14) est alors pris en compte dans les mécanismes d'écrouissage.

$$\dot{\lambda} = \lambda_0 \exp\left(-\frac{Q}{k_b T}\right) \sinh^n \left\langle \frac{V \left(\tilde{f}(\sigma - \underline{X}) - R \right)}{2k_b T} \right\rangle_+ \quad (4.15)$$

Les parenthèses de Macaulay assurent que la déformation plastique ne peut qu'augmenter au cours de la déformation et s'annule lorsque $f < 0$, *i.e.*, à l'intérieur du domaine élastique.

4.2.1.5 Mécanismes d'écrouissage

La définition d'une loi d'écoulement dans les sections précédentes permet d'obtenir un seuil à partir duquel le matériau plastifie le long d'un plateau. Pour bien modéliser le comportement de la résine thermodurcissable, il est nécessaire d'ajouter des écrouissages.

4.2.1.5.1 Écrouissage cinématique

Afin de modéliser le comportement non linéaire observé dès le début de la charge et lors de la décharge, Ames, Anand *et al.* [Ames et al., 2009, Anand et al., 2009] utilisent un écrouissage cinématique modifiant la position du centre de la surface de plastification. Il est alors nécessaire d'introduire une variable interne, $\underline{\alpha}$, pour décrire cette position. La forme générale inclut un terme de durcissement par la déformation, un terme de recouvrance dynamique et un terme de recouvrance statique [Chaboche, 2008] :

$$\dot{\underline{\alpha}}_j = h_j(\dots) \dot{\underline{\epsilon}}_{vp} - r_j^D(\dots) \underline{\alpha}_j \dot{\lambda} - r_j^s(\dots) \underline{\alpha}_j \quad (4.16)$$

La forme utilisée pour cet écrouissage introduit un terme de recouvrance dynamique proposé par Armstrong et Frederick [Frederick and Armstrong, 2007] et permet de relier la contrainte de

rappel à la variable interne, α [Ames et al., 2009, Anand et al., 2009] .

$$\dot{\alpha}_1 = \dot{\lambda} (\underline{n} - D\underline{\alpha}_1) \quad (4.17)$$

$$\underline{X} = \frac{2}{3} C \underline{\alpha}_1 \quad (4.18)$$

La modélisation de la résistance intramoléculaire liée à l'étirement des chaînes de polymères se base sur un écrouissage cinématique de type Prager avec une évolution du module caoutchouteux μ_B selon le modèle de Gent [Gent, 1996] :

$$\dot{\alpha}_2 = \dot{\lambda} \underline{n} \quad (4.19)$$

$$\underline{X} = \mu_B \underline{\alpha}_2 \quad (4.20)$$

$$\mu_B = \mu_R \frac{3I_m^C - I_1^C}{3(I_m^C - I_1^C)} \quad (4.21)$$

où μ_R est le module caoutchouteux initial, I_1^C est le premier invariant du tenseur plastique de Cauchy-Green gauche, \underline{C}^p , et I_m^C est la valeur maximale de $I_1^C - 3$. Il est à noter que la non-présence de termes de recouvrance implique une égalité entre la variable interne $\underline{\alpha}_2$ et la déformation plastique $\underline{\varepsilon}_{vp}$.

4.2.1.5.2 Écrouissage isotrope

Le pic de transition décrit dans le chapitre 1 est une résistance transitoire due à l'évolution en volume libre du polymère et qui dépend de l'histoire thermique du matériau [Ames et al., 2009, Srivastava et al., 2010]. Souvent traduit comme une contrainte interne qui intervient dans la cinématique de l'écoulement, cette résistance peut être modélisée par un écrouissage isotrope *i.e.* par une extension de la surface de plasticité du matériau.

Cependant, l'introduction d'un écrouissage isotrope augmente la taille de la surface de plasticité et implique l'élévation de la contrainte d'écoulement. La taille initiale de la surface est alors fixée à zéro comme pour le modèle de Ames *et al.* [Ames et al., 2009]. Ce dernier modèle utilise pour reproduire cet effet deux équations différentielles d'ordre 1 couplées. Contrairement au modèle de Ames *et al.* [Ames et al., 2009], il est choisi, par simplification, dans cette étude de prendre comme constant le paramètre représentant la *deformation-induced disordering* [Anand et al., 2009] autrement dit le désordre du réseau polymère augmentant à cause de la déformation plastique. Cela permet de résoudre analytiquement les équations différentielles et d'obtenir l'équation (4.22) pour modéliser l'écrouissage isotrope. Les coefficients ainsi obtenus sont indépendants de la vitesse d'écoulement, $\dot{\lambda}$, mais peuvent dépendre de la température. On pourra constater dans la section suivante (cf. section 4.2.1.6) que l'erreur commise par cette simplification est modérée.

$$R = Q_1 (1 - \exp(-b_1 \lambda)) + Q_2 (1 - \exp(-b_2 \lambda)) \quad (4.22)$$

Q_1, Q_2, b_1 et b_2 sont des paramètres du matériau tels que $Q_1 = -Q_2$ et $b_1 > b_2$. Ceci afin d'assurer une limite nulle lorsque la déformation plastique cumulée tend vers l'infini et une saturation du durcissement plus rapide que l'assouplissement afin de modéliser le pic de contrainte au début de l'écoulement.

4.2.1.6 Identification expérimentale

L'identification de l'ensemble des paramètres de cette loi a été effectuée sur des mesures expérimentales lors d'essais de compression sur plot (cf. Fig. 4.3a). Pour cela, l'équation (4.14) peut être reformulée comme suit (eq. 4.23) pour faire apparaître qu'une augmentation de la température a le même effet qu'une réduction de la vitesse.

$$\frac{\sigma_y}{T} = \frac{\sigma_i(0)}{T} - m + \frac{2k_b}{V} \sinh^{-1} \left[\exp \left(\log \left(\frac{\dot{\lambda}}{\dot{\lambda}_0} \right) \ln(10) + \frac{Q}{k_b T} \right)^{1/n} \right] \quad (4.23)$$

Cette équivalence temps/température dans le comportement de la résine permet de ramener les valeurs pour plusieurs températures et plusieurs vitesses de sollicitation sur une seule courbe à l'aide des décalages suivant :

$$\Delta \left(\log \dot{\lambda} \right) = \left(-\frac{Q}{\ln(10) \cdot k_b} \right) \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{Ref}} \right) \quad (4.24)$$

$$\Delta \left(\frac{\sigma_y}{T} \right) = -\sigma_i(0) \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{Ref}} \right) \quad (4.25)$$

La valeur des pics d'écoulement obtenus sur la figure 4.3a peuvent être alors décalés pour former la courbe maîtresse de la figure 4.3b. Les paramètres de la loi d'écoulement peuvent ensuite être identifiés sur cette courbe.

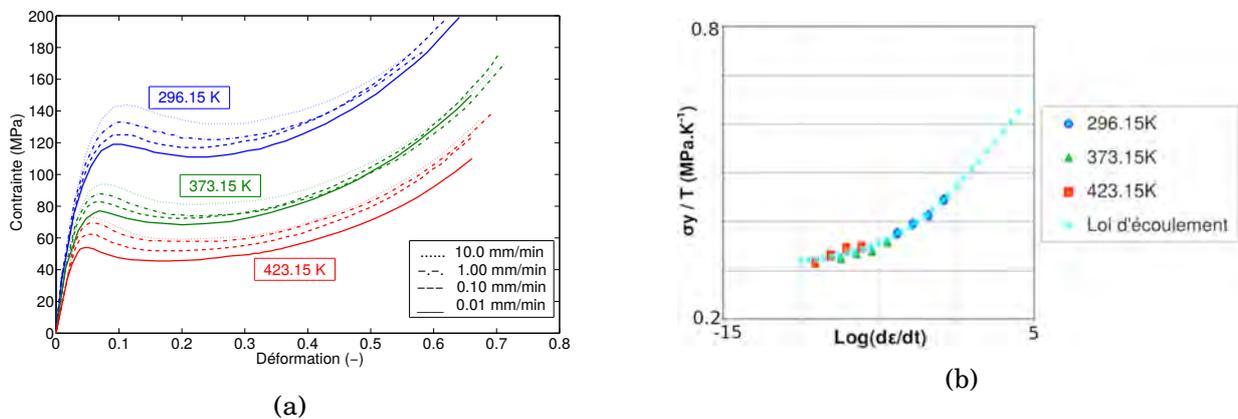


FIGURE 4.3 – (a) Courbes expérimentales contraintes-déformations [Morelle et al., 2012]. (b) Valeurs des contraintes d'écoulement décalées grâce à l'équivalence temps/température et courbe maîtresse.

L'identification des autres paramètres a été effectuée un écouissage après l'autre. Premièrement, l'écrouissage d'Amstrong-Frédéricq a permis de fixer la hauteur du plateau (cf. Fig. 4.4a). Deuxièmement, l'identification de l'écrouissage de Gent permet de modéliser l'étirement des chaînes de polymères (cf. Fig. 4.4a) et met en avant l'importance de la prise en compte de la température dans cet écouissage. Cette dépendance est introduite de façon linéaire dans le module caoutchouteux, μ_R (cf. Tab 4.1) et permet d'obtenir une bonne correspondance sur la fin de la déformation comme montrée sur la figure 4.4c. Finalement, l'identification de l'écrouissage isotrope se fait sur le pic de transition. La figure 4.4d montre que l'ensemble de ces éléments permet une bonne représentation des essais avec la prise en compte de la vitesse de déformation et de la température. Les paramètres du modèle sont présentés dans le tableau 4.1

Param	Valeurs	Unités	Param	Valeurs	Unités
Q	$1.66 \cdot 10^{-22}$	$N.mm$	C	$((48.0 - 0.16 * (T - 296.15K))) * 25.$	MPa
$\dot{\lambda}_0$	$5.0 \cdot 10^{16}$	s^{-1}	D	25.0	
$\sigma_i(0)$	205	MPa	μ_R	$(66.0 - 0.25K^{-1} * (T - 296.15K))$	MPa
V	$1.8 \cdot 10^{-19}$	mm^3	I_m^C	5.3	MPa
m	0.386		Q_1	$90. - 0.2K^{-1} * (T - 296.15K)$	MPa
n	8.3		Q_2	$-(90. - 0.2K^{-1} * (T - 296.15K))$	MPa
T_{ref}	296.15	K	b_1	80.0	
k_b	$1.38 \cdot 10^{-23}$	$J.K^{-1}$	b_2	$7.3 + 0.04K^{-1} * (T - 296.15K)$	
R	8.3144621	$J.mol^{-1}.K^{-1}$			

TABLE 4.1 – Paramètres de la loi de comportement viscoplastique

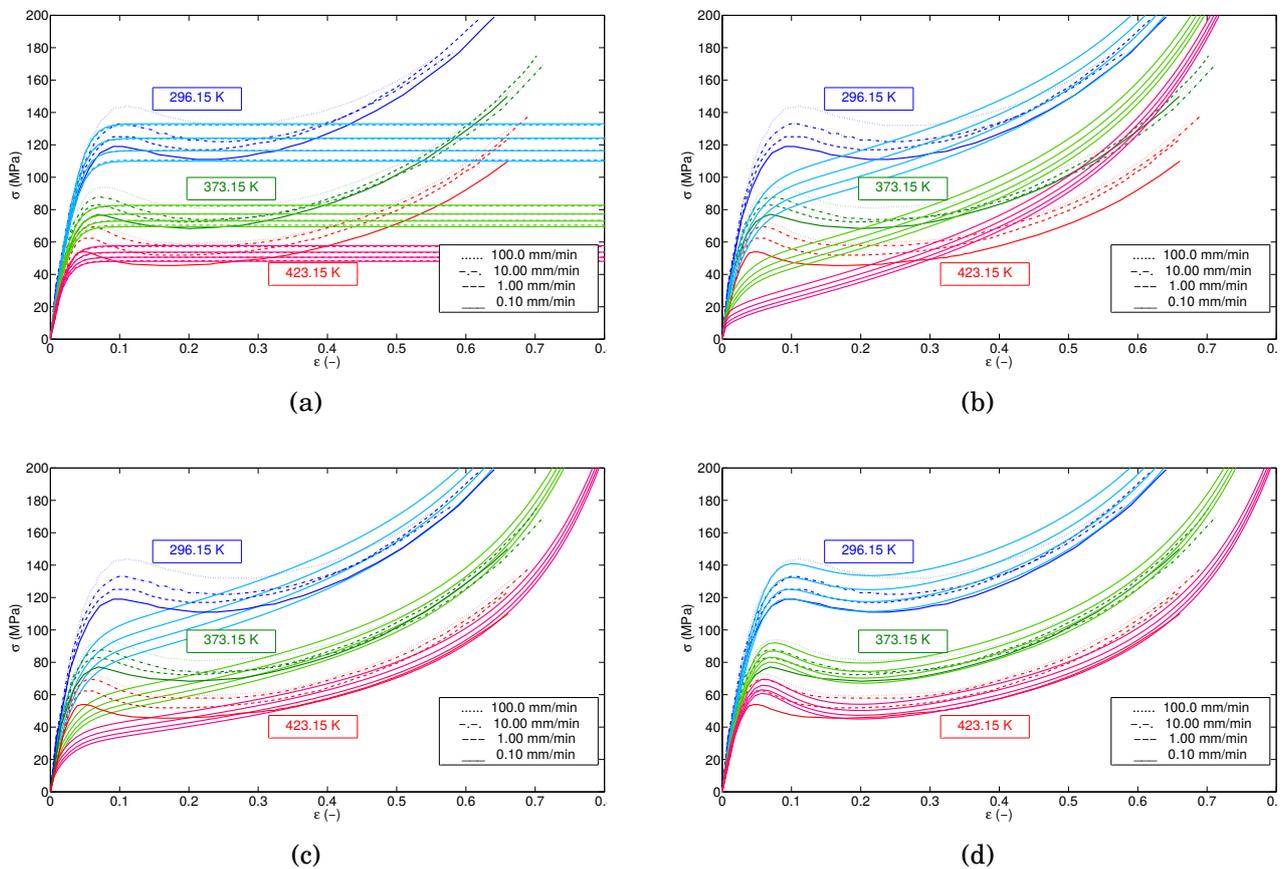


FIGURE 4.4 – Identification successive des paramètres des différents écrouissages sur les essais de compression. (a) Identification du palier. (b) Identification de l'étirement des chaînes de polymères. (c) Identification de l'étirement des chaînes de polymères avec prise en compte de la température. (d) Identification du pic de transition.

4.2.1.7 Modélisation de la rupture de la matrice

La section 3.2 a montré qu'à partir d'une certaine charge, les décohésions forment un chemin de percolation en grandissant et provoquent la création de bandes de matrice entre les fibres. Ces bandes subissent une grande elongation avant de rompre provoquant ainsi la création d'une fissure transverse dans le toron.

Afin de modéliser ce phénomène, le chapitre 1 a montré que la méthode la plus pertinente pour cette étude est l'utilisation d'un critère basé sur la déformation anélastique. En effet, l'utilisation d'un critère en contrainte (ou en déformation élastique) ne permet pas la rupture pour des déformations importantes tant que la contrainte est inférieure à la contrainte maximale du pic de transition (cf. Fig. 4.1). Dans le but de pouvoir rompre à la fin du plateau plastique quelque soit la contrainte, il est nécessaire de se baser sur la déformation plastique. L'utilisation de la déformation plastique cumulée implique la possibilité de rompre en compression ce qui n'est pas le cas physiquement. Pour ces raisons, le critère utilisé dans ce modèle se base sur un seuil maximal de la déformation principale maximale pour rompre les bandes de matrice. Pour cela, le logiciel d'éléments finis utilise une procédure d'arrêt de l'intégration des éléments lorsque qu'un nombre de points de Gauss, défini par l'utilisateur, dépassent la valeur seuil choisie par l'utilisateur. L'utilisation de cette procédure permet de rompre toutes les bandes de matrices et ainsi fissurer la cellule en deux.

4.2.2 Modélisation de la décohésion de l'interface fibres/matrice

Les premières dégradations qui apparaissent dans le matériau sont des décohésions aux interfaces fibres/matrice (cf. chapitre 1 et 3). Afin de modéliser correctement cet endommagement, le chapitre 1 a montré que la méthode la plus adaptée est l'utilisation d'éléments cohésifs à l'interface fibres/matrice gérés par une loi endommageable.

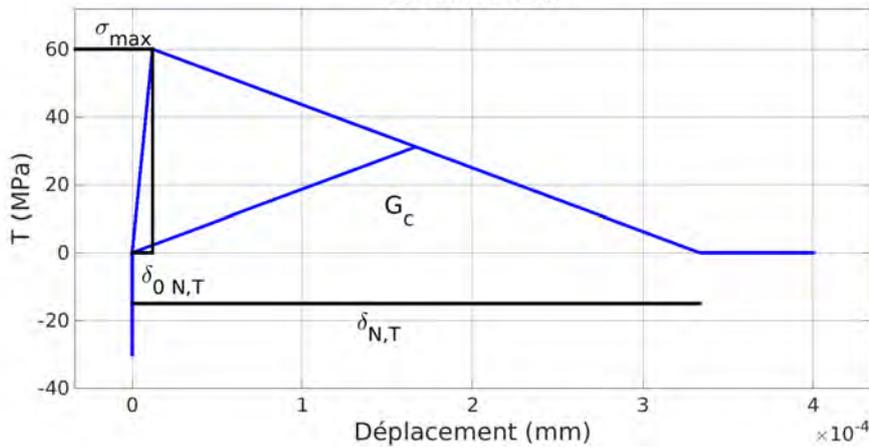


FIGURE 4.5 – Loi bilinéaire utilisée pour les éléments cohésifs

De nombreuses lois existent pour modéliser le comportement d'un élément cohésif mais pour chacune, le même problème concernant la détermination des paramètres se pose. Les observations effectuées ne permettant pas de discriminer entre les lois, le choix d'une loi simple bilinéaire a été fait dans cette thèse. Le comportement se base sur la loi cohésive de Crisfield [Alfano and Crisfield, 2001] et est représenté sur la figure 4.5. La variable d'endommagement, λ , pilotant cette loi est définie de la manière suivante :

$$\lambda = \frac{1}{\eta} \frac{\langle \kappa \rangle}{1 + \langle \kappa \rangle} \quad (4.26)$$

où κ gère la mixité des modes normal et tangent :

$$\kappa = \sqrt{\left(\frac{\langle u_N \rangle}{\delta_{0N}}\right)^2 + \left(\frac{\|u_T\|}{\delta_{0T}}\right)^2} - 1 \quad (4.27)$$

δ_{0N} et δ_N (respectivement δ_{0T} et δ_T) représentent les ouvertures normales (respectivement tangentielles) à contrainte maximale et à rupture de l'interface. Le paramètre η impose une égalité

entre les ratios d'ouverture des modes normal et tangent :

$$\eta = 1 - \frac{\delta_{0N}}{\delta_N} = 1 - \frac{\delta_{0T}}{\delta_T} \quad (4.28)$$

La force cohésive normale est alors :

$$\begin{cases} T_N = \frac{u_N}{\delta_{0N}} \cdot F(\lambda_{max}) & \text{avec } F(\lambda) = \sigma_{max}(1 - \lambda) \text{ si } u_N > 0 \\ T_N = \frac{u_N}{\delta_{0N}} \cdot \sigma_{max} & \text{si } u_N \leq 0 \end{cases} \quad (4.29)$$

où σ_{max} représente la contrainte maximale avant endommagement. Les taux d'énergie critique restituée, G_{Ic} , G_{IIc} et G_{IIIc} , sont reliés à ces paramètres par les relations suivantes :

$$G_{Ic} = \frac{1}{2} \cdot \sigma_{max} \cdot \delta_N \quad \text{et} \quad G_{IIc} = G_{IIIc} = \frac{1}{2} \cdot \alpha \cdot \sigma_{max} \cdot \delta_T \quad (4.30)$$

Un coefficient α peut être inséré pour imposer un ratio entre les contraintes maximales en ouverture normale et transverse.

$$T_T = \alpha \cdot \frac{u_T}{\delta_{0T}} \cdot F(\lambda_{max}) \quad (4.31)$$

Dans le cas d'une traction suivie d'une compression, il a été vérifié que les éléments de part et d'autre de l'interface ne se pénétraient pas si cette dernière était rompue.

4.2.3 Modélisation par éléments finis d'une cellule élémentaire microscopique

4.2.3.1 Création d'une cellule élémentaire représentative du matériau composite

À cette échelle, les constituants (fibre et matrice) doivent être modélisés de façon distincte afin de leur attribuer un comportement différent. Pour cela, il est nécessaire de créer une Cellule Élémentaire Représentative (CER) (ou Volume Élémentaire Représentatif, VER) de l'échelle considérée. Cette CER doit être la plus simple possible et doit permettre de représenter tout le volume de la structure complète par répétition.

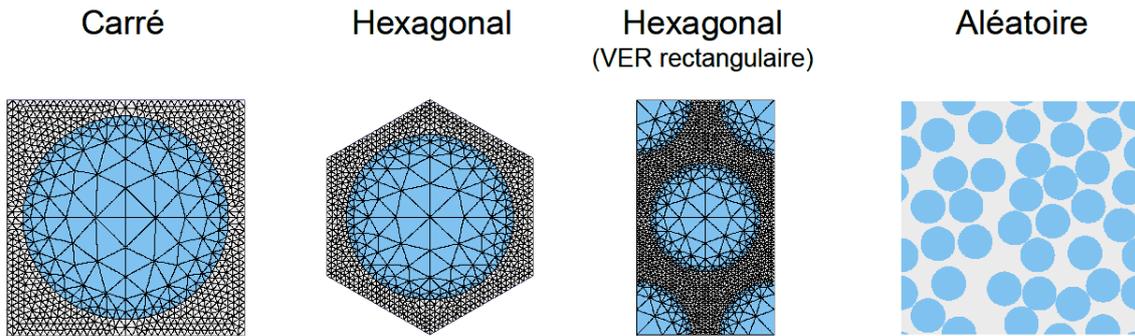


FIGURE 4.6 – Exemple de maillages de CERs courants pour des distributions carrées, hexagonales et aléatoires.

Les plus simples CERs sont composées d'une seule fibre et de matrice. Elle peuvent ainsi donner par périodicité des distributions carrée ou hexagonale comme montré par les deux premières images de la figure 4.6. Afin de simplifier l'application des conditions de périodicité, il est possible de représenter la distribution hexagonale dans une cellule rectangulaire en modélisant explicitement une seconde fibre comme montré sur la troisième image de la figure 4.6. Cependant, la distribution carrée ne permet pas d'obtenir des propriétés élastiques transverse isotropes et ne peut donc servir dans cette étude. La distribution hexagonale permet d'obtenir un comportement élastique transverse isotrope et peut servir si on ne s'intéresse qu'au comportement élastique. Toutefois, tous les phénomènes de localisation (plasticité, endommagement,...)

dépendent de la distance entre les fibres qui varie dans une distribution réelle. Afin de prendre en compte ces phénomènes, il est nécessaire d'utiliser une distribution dont la distance inter-fibre varie telle qu'une distribution aléatoire, montrée à droite de la figure 4.6. Dans le cas d'une telle distribution, il faut s'assurer que les fibres sur les bords se trouvent à des endroits équivalents afin d'assurer la continuité de la structure. Pour cela, une procédure itérative est utilisée pour placer les fibres dans la cellule en s'assurant à chaque pas que la périodicité est respectée jusqu'à obtention de la densité voulue [Segurado et al., 2003].

Pour cette même raison de continuité, les conditions limites qui seront appliquées à la cellule (cf. section 4.2.3.2) devront respecter cette périodicité et impliquent alors un maillage lui aussi périodique.

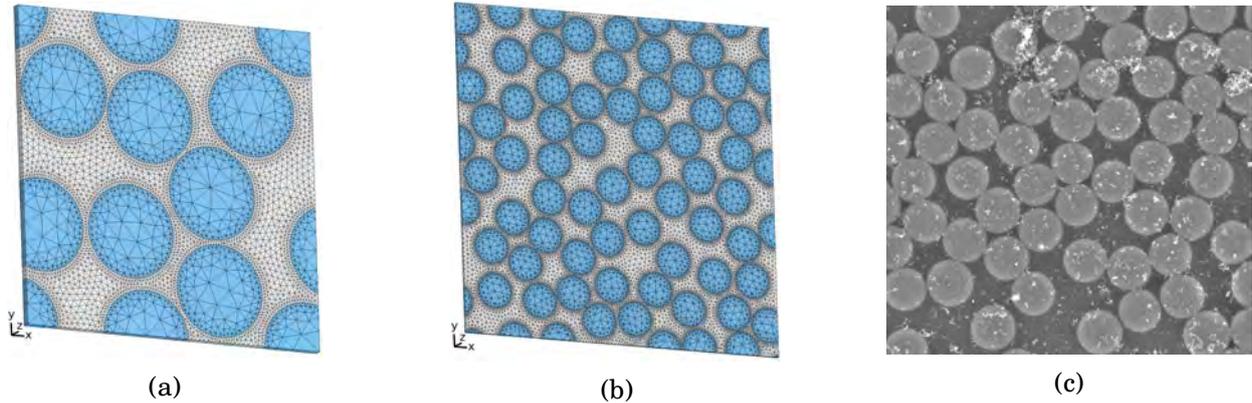


FIGURE 4.7 – Maillage périodique à distribution aléatoire de fibres pour (a) 9 fibres et (a) 64 fibres. (c) Imagerie MEB par BSE représentant la distribution réelle des fibres.

Comme indiqué dans le chapitre 1, la distribution périodique permet de bien représenter le comportement moyen ou d'étudier l'influence de la distribution des fibres sur l'évolution de l'endommagement. Cependant, l'utilisation de conditions de périodicité implique la périodicité du chemin de percolation ce qui peut aller à l'encontre de l'influence de la microstructure. De plus, lorsque que l'objectif est de comparer le comportement local (localisation de l'endommagement, déformation microscopique,...) avec les mesures expérimentales, un maillage issu de la structure réelle doit être utilisé (cf. section 3.3) avec des conditions limites issues des mesures expérimentales.

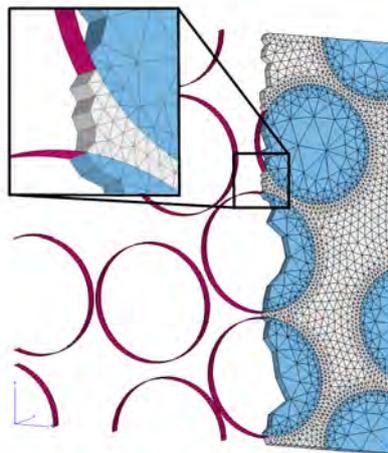


FIGURE 4.8 – Visualisation des éléments cohésifs (rose) insérés entre les fibres (bleu) et la matrice (gris).

Afin de pouvoir utiliser le comportement cohésif présenté plus haut pour modéliser la décohésion fibres/matrice, il est nécessaire d'avoir des éléments d'interface. Ces éléments possèdent

une épaisseur nulle et se trouvent entre les éléments volumiques des fibres et de la matrice. L'insertion de ces éléments se fait par le dédoublement des nœuds à l'interface (cf. Fig. 4.8).

4.2.3.2 Application des conditions de périodicité

Afin d'appliquer les conditions de périodicité au contours, le champ de déformation est décomposé en une composante globale $\bar{\varepsilon}$ et une composante locale $\hat{\varepsilon}$. La composante globale correspond à la moyenne sur la cellule et la composante locale à une fluctuation autour de cette moyenne. On a alors :

$$\underline{\varepsilon}(\vec{x}) = \bar{\varepsilon} + \hat{\varepsilon}(\vec{x}) \quad (4.32)$$

$$\langle \underline{\varepsilon} \rangle = \bar{\varepsilon} \quad \text{et} \quad \langle \hat{\varepsilon} \rangle = \underline{\mathbf{0}} \quad (4.33)$$

Cette même décomposition est effectuée sur le champ de déplacement.

$$\vec{u}(\vec{x}) = \vec{\bar{u}} + \hat{u}(\vec{x}) \quad \text{avec} \quad \vec{\bar{u}} = \bar{\varepsilon} \cdot \vec{x} \quad (4.34)$$

Par conséquent, dans le cas de deux points périodiques :

$$\mathbf{u}(\vec{x} + \vec{p}) - \vec{u}(\vec{x}) = \bar{\varepsilon} \cdot \vec{p} \quad (4.35)$$

avec \vec{p} le vecteur de périodicité. Le nœud positionné à l'origine du repère est fixe afin d'éviter les mouvements de corps rigide. Le déplacement du nœud périodique de l'origine dans la direction de périodicité 1, i.e. $\vec{u}_{p1} = \vec{u}(\vec{0} + \vec{p}_1)$, dévient alors

$$\vec{u}_{p1} = \bar{\varepsilon} \cdot \vec{p}_1 = \bar{\varepsilon} \cdot \begin{bmatrix} p_1 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{\varepsilon}_{11} \cdot p_1 \\ \bar{\varepsilon}_{21} \cdot p_1 \\ \bar{\varepsilon}_{31} \cdot p_1 \end{bmatrix} \quad (4.36)$$

Cette décomposition peut aussi être effectuée pour les nœuds dans les deux autres directions de périodicité. Il est ainsi possible d'imposer la déformation moyenne de la cellule en imposant les déplacements aux nœuds périodiques de l'origine. Ces nœuds sont appelés les *nœuds maîtres*.

4.2.3.3 Gestion du temps de calcul

La résolution du problème mécanique par la méthodes des éléments finis se fait grâce à un algorithme de Newton-Raphson. Le pas de temps de chaque incrément est géré automatiquement. Afin qu'un élément ne puisse pas passer en un incrément de temps d'un état sain à un état quasi-rompu, une sécurité est ajoutée sur la variable d'endommagement des éléments cohésifs, λ_{max} (4.26). Pour cela, à la fin de chaque incrément, une vérification est effectuée en comparant la variation maximale de la variable concernée, $\Delta\lambda_{max,i}$, sur l'incrément par rapport à un seuil fixé par l'utilisateur, $\Delta\lambda_{max}$, ici fixée à 0.4. Si la variation de la variable est inférieure à la valeur seuil, le pas de temps est multiplié par 80% du ratio entre la valeur seuil et le maximum de variation de la variable. Ce facteur multiplicatif ne peut toutefois pas excéder une valeur de sécurité fixé à 1.2. Dans le cas où la variation est supérieure au seuil, l'incrément est considéré comme non convergé et le pas de temps est divisé par 2. Lorsque le pas de temps a été réduit d'un facteur 2 plus de 30 fois, le calcul est arrêté.

$$\Delta t_{i+1} = \begin{cases} \text{Min} \left(0.8 \cdot \Delta t_i \cdot \frac{\Delta v}{\Delta v_i} ; 1.2 \cdot \Delta t_i \right) & \text{si convergence} \\ \frac{\Delta t_i}{2} & \text{si divergence} \end{cases} \quad (4.37)$$

Le temps de simulation, Δt , est choisi de façon à ce que la vitesse de déformation, $\dot{\varepsilon}$, reste dans l'hypothèse quasi-statique et soit proche de celle appliquée expérimentalement, environ 10^{-4} s^{-1} , soit :

$$\Delta t = \frac{\Delta u}{\underline{\underline{\varepsilon}} \cdot u_0} \quad (4.38)$$

avec Δu le déplacement imposé aux nœuds maîtres en fin de calcul et u_0 la taille initiale de la cellule.

4.2.3.4 Modélisation de contraintes résiduelles

À la déformation élastique et plastique calculée par les lois de comportement matériaux présentées auparavant s'ajoute une déformation thermique, $\underline{\underline{\varepsilon}}^{th}$, telle que la déformation totale, $\underline{\underline{\varepsilon}}^{tot}$, s'écrit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{tot} = \underline{\underline{\varepsilon}}^{el} + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} + \underline{\underline{\varepsilon}}^{th} \quad (4.39)$$

Cette déformation thermique est linéairement proportionnelle (4.40) à la différence de température subit par le matériau multipliée par un Coefficient de Dilatation Thermique (CTE : Coefficient of Thermal Expansion), $\underline{\underline{\alpha}}_\theta$.

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{th} = \underline{\underline{\alpha}}_\theta \cdot T \quad (4.40)$$

Lors du procédé de fabrication d'une pièce, le matériau subit des changements de température importants entraînant des déformations thermiques importantes. La différence importante entre les CTE des constituants, celui de la matrice étant 7 fois supérieur à celui de la fibre dans le sens transverse (cf. Table 4.2), provoque l'apparition de contraintes résiduelles. Les valeurs présentées dans le tableau ne sont pas les propriétés exactes des matériaux de l'étude faute de les avoir à disposition, mais des valeurs pour des matériaux très proches à savoir la matrice M21 et la fibre IM7 (valeurs internes Safran).

Ces contraintes résiduelles peuvent être responsables des décohésions présentes à l'état initial observées dans la section 3.4 et doivent être modélisées. Pour cela, une déformation thermique est appliquée à chaque point de Gauss par modification de la température qui est un paramètre externe au calcul. Les nœuds maîtres sont laissés libres afin de permettre la contraction de la cellule. Cet état de contrainte sert de base pour appliquer les sollicitations mécaniques.

TABLE 4.2 – Coefficients de dilatation thermique (Coefficient of thermal expansion CTE) des constituants. [1] : valeur Safran

	Matrice	Fibre sens longitudinal [1]	Fibre sens transverse [1]
CTE (K^{-1})	44.97×10^{-6}	-0.67×10^{-6}	6.1×10^{-6}

Cependant, certains phénomènes, difficilement identifiables expérimentalement, ne sont pas pris en compte dans cette modélisation. Premièrement, les CTE sont considérés constants dans cette étude alors qu'ils varient avec la température. Deuxièmement, la réticulation de la matrice à haute température s'accompagne d'une réduction du volume de la matrice. Cette réduction de volume implique une contribution supplémentaire à la déformation totale qui n'est pas pris en compte.

4.3 Optimisation du modèle de comportement du CMO à l'échelle microscopique

4.3.1 Influence de la distribution de fibres sur la rupture de l'interface fibres/matrice.

Afin d'analyser l'influence de la distribution des fibres sur le comportement de la cellule, le même calcul a été effectué sur 5 cellules différentes avec une distribution aléatoire de 9 fibres

afin de conserver des temps de calcul raisonnables. La sollicitation appliquée est une traction unidirectionnelle se rapprochant de la sollicitation au cœur des torons lors des essais du chapitre 1. La comparaison des courbes de comportement moyen contrainte/déformation (cf. Fig. 4.9) montre que quelque soit la distribution utilisée, la courbe moyenne atteint une contrainte maximale similaire. Ce maximum de contrainte, correspondant à la première rupture d’une interface fibre/matrice, est équivalente à la contrainte maximale utilisée pour les éléments cohésifs (dans le cas de la figure 4.9, 30 MPa). De plus, on peut remarquer que la diminution de la contrainte après ce maximum se fait pour toutes les courbes pour une déformation similaire. Cette chute aboutit sur un plateau correspondant à l’étirement des bandes de matrices une fois que toutes les interfaces cohésives du chemin de percolation ont rompu. L’allure de la courbe entre la contrainte maximale et le plateau est dépendante de la distribution des fibres. Cependant le plateau se stabilise sur une contrainte similaire pour toutes les distributions. Ces observations montrent que le comportement moyen d’une cellule à 9 fibres est relativement indépendant de la distribution des fibres dans la cellule en ce qui concerne la contrainte maximale de la courbe de comportement moyen et le plateau correspondant à l’étirement des bandes de matrice.

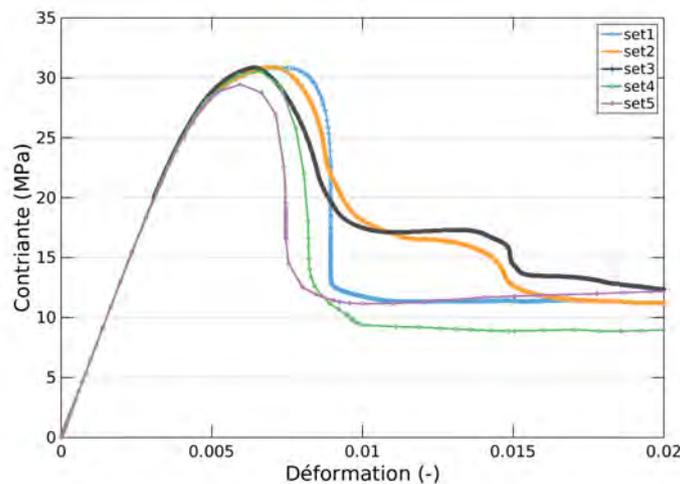


FIGURE 4.9 – Comparaison de la courbe moyenne contrainte/déformation pour différentes distributions de fibres d’une cellule aléatoire de 9 fibres.

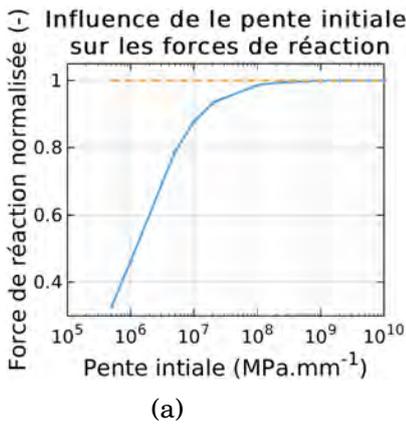
4.3.2 Influence des paramètres des zones cohésifs

4.3.2.1 Influence de la pente initiale

Le premier paramètre étudié est la pente initiale de la loi d’interface, σ_{max}/δ_{0N} (eq. 4.29), qui peut avoir un effet assouplissant sur le comportement global de la cellule. Afin de juger de son influence, plusieurs calculs ont été exécutés avec la même contrainte maximale et le même taux d’énergie critique restituée mais pour différentes pentes initiales. Les forces de réaction en bord de cellule sont récupérées pour chaque calcul et normalisées par les forces de réaction obtenues pour un calcul sans éléments cohésifs. Les résultats obtenus (cf Fig. 4.10a) montrent qu’en dessous d’une raideur de 10^9 MPa.mm^{-1} , les forces de réaction sont diminuées de plus de 1%. La même constatation peut être faite pour les propriétés élastiques homogénéisées de la cellule. Cette restriction permet de fixer le paramètre δ_0 tel que $\sigma_{max}/\delta_0 \geq 10^9 \text{ MPa.mm}^{-1}$.

4.3.2.2 Influence de la contrainte maximale et de l’énergie libérée

Le chapitre 1 a mis en avant qu’il existait de nombreuses valeurs dans la littérature issues de caractérisations expérimentales. Ces valeurs peuvent être utilisées pour paramétrer la loi de comportement de l’interface fibres/matrice en termes de contrainte à l’ouverture, σ_{max} et de taux



	référence	1E+07	1E+08	1E+09	1E+10
E11 (MPa)	1,46E+05	1,46E+05	1,46E+05	1,46E+05	1,46E+05
E22 (MPa)	6,61E+03	6,65E+03	6,62E+03	6,61E+03	6,61E+03
E33 (MPa)	6,61E+03	6,65E+03	6,62E+03	6,61E+03	6,61E+03
nu12 (-)	3,06E-01	3,08E-01	3,06E-01	3,06E-01	3,06E-01
nu23 (-)	4,50E-01	4,14E-01	4,46E-01	4,50E-01	4,50E-01
nu31 (-)	1,39E-02	1,23E-02	1,37E-02	1,38E-02	1,39E-02
G12 (MPa)	4,76E+03	4,44E+03	4,72E+03	4,75E+03	4,76E+03
G23 (MPa)	2,26E+03	2,21E+03	2,25E+03	2,26E+03	2,26E+03
G31 (MPa)	4,56E+03	4,33E+03	4,53E+03	4,56E+03	4,56E+03

(b)

FIGURE 4.10 – (a) Influence de la pente initiale sur la force de réaction au bords. (b) Influence de la valeur de la pente initiale (colonnes) sur les propriétés élastiques homogénéisées (lignes) de la cellule (en vert : différence inférieur à 1% par rapport à la référence).

critique d'énergie libérée, G_c . Le tableau 4.3 rappelle les différentes valeurs trouvées dans la littérature.

TABLE 4.3 – Propriétés mécaniques de l'interface fibre de carbone et matrice polymère dans la littérature.

Résistance en mode 1 de l'interface (MPa)	10 - 13 [1]	10.5 [2]	25.4 [3]	300 [4]	91.2 [5]
Résistance en mode 2 de l'interface (MPa)	132.4 [3]				
Taux d'énergie critique libérée en mode 1 ($J.m^{-2}$)	5.06 [4]	5.5 [6]	2 - 10 [7]		
Taux d'énergie critique libérée en mode 2 ($J.m^{-2}$)	6 - 25 [7]	11 [8]	12.12 [9]	130 - 200 [10]	614 [11]

Références : [1] : [Ageorges et al., 1999]; [2] : [Schüller et al., 2000]; [3] : [Zhandarov and Mäder, 2005]; [4] : [García et al., 2014b]; [5] : [Zhandarov and Pisanova, 1997]; [6] : [Koyanagi et al., 2009]; [7] : [Varna et al., 1997]; [8] : [Koyanagi et al., 2009, Zhandarov and Mäder, 2005]; [9] : [Graciani et al., 2011]; [10] : [Chua and Piggott, 1985]; [11] : [Zhou et al., 1999].

Cependant, certains couples de paramètres ne sont pas physiquement admissibles. En effet, le taux critique d'énergie libérée en mode I pour une loi bilinéaire est relié à la contrainte par la relation :

$$G_{cI} = \frac{1}{2} \cdot \sigma_{max} \cdot \delta_N \quad (4.41)$$

avec δ_N la distance d'ouverture une fois l'interface rompue (cf. Fig. 4.5). Or il est possible de mesurer expérimentalement, par l'observation des micrographies MEB, la distance d'ouverture de la décohésion après rupture dans la direction normale à l'interface. Cette distance mesurée ne peut être utilisée en tant que paramètre car il n'est pas possible de savoir si l'interface vient de rompre ou si la décohésion a continué à s'ouvrir après rupture. Cependant, cette valeur permet de majorer les valeurs admissibles pour la distance d'ouverture. Le chapitre 3 a montré que cette

ouverture ne dépassait pas la centaine de nanomètres. Donc, pour un G_c de 100 J.m^{-2} , on obtient une contrainte maximale de 2.10^6 MPa ce qui est physiquement irréaliste. Il est alors nécessaire de restreindre les jeux de paramètres à des intervalles réalistes en fonction des valeurs trouvées dans la littérature (cf. Tab ; 4.4).

TABLE 4.4 – Longueur d’ouverture de l’interface cohésive à rupture complète, δ_N ($\times 10^{-4} \text{ mm}$), en fonction des valeurs de G_c et σ . Les valeurs en rouge représentent les couples de paramètres ne respectant pas les observations expérimentales ($\delta_N > 100 \text{ nm}$).

G_c (J.m^{-2})						
-	2	3	4	5	6	7
σ_{max} (MPa)						
30	1.33	2.00	-	-	-	-
40	1.00	1.50	2.00	-	-	-
50	0.80	1.20	1.60	-	-	-
60	0.67	1.00	1.33	1.67	-	-
70	0.57	0.85	1.14	1.42	-	-
80	0.50	0.75	1.00	1.25	1.50	-
90	0.44	0.67	0.89	1.11	1.33	-
100	0.40	0.60	0.80	1.00	1.20	1.40

Plusieurs combinaisons de ces paramètres ont été testées. Cependant, pour certains jeux de paramètres, le calcul diverge même avec des pas de temps très petits (de l’ordre de 10^{-11} s). On peut remarquer que les calculs pour lesquels l’algorithme de Newton-Raphson ne converge pas (cf. Fig. 4.11) sont ceux pour lesquels la loi cohésive montre un changement de pente marqué qui peut provoquer une instabilité dans le calcul. Dans tous ces cas, on peut observer un endommagement de l’interface mais le calcul s’interrompt avant la rupture du premier élément cohésif.

G_c (J.m^{-2})				
-	10	30	60	90
σ_{max} (MPa)				
2	✓	✓	✗	✗
4	-	-	≈	-
6	-	-	-	✗
10	-	-	✓	≈

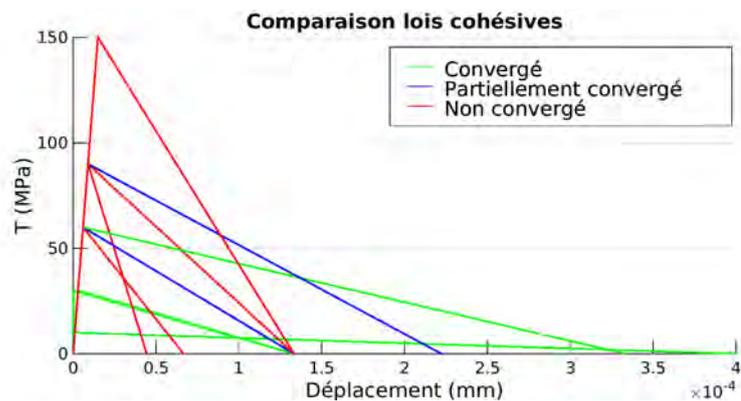


FIGURE 4.11 – Convergence du calcul en fonction des paramètres. En rouge le calcul n’a pas atteint la création d’un chemin de percolation (décohésions faiblement ouvertes), en bleu un chemin de percolation a été créé mais les éléments cohésifs n’ont pas rompu complètement et en vert les éléments cohésifs ont rompu complètement après création d’un chemin de percolation

Le calcul sur la cellule à 9 fibres nécessite presque une journée de calcul. Afin de faciliter l’analyse du problème, une cellule à distribution hexagonale avec une CER rectangulaire (cf. Fig. 4.6) a été utilisée. Les paramètres des zones cohésives utilisés pour analyser le problème sont une contrainte maximale de 90 MPa et un G_c de 2 J.m^{-2} . La figure 4.12 montre le der-

nier pas de temps convergé pour la cellule à 9 fibres et la cellule à distribution hexagonale de fibres. On peut remarquer que pour les deux cellules, le même phénomène de non-convergence de l'algorithme de Newton-Raphson apparaît après le début de l'endommagement de l'interface.

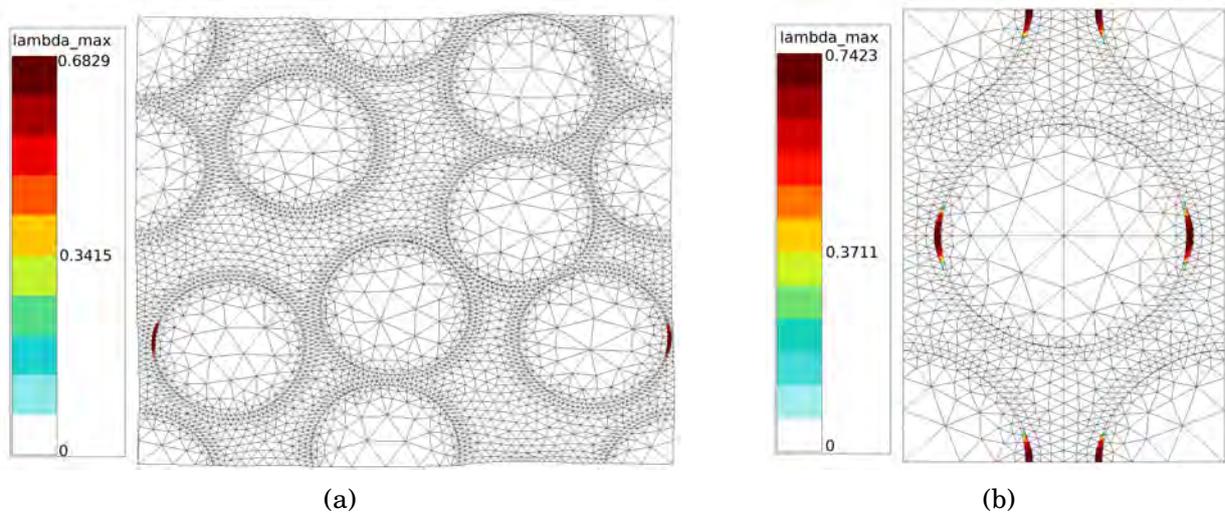


FIGURE 4.12 – Visualisation de la variable d'endommagement, λ_{max} , pour le dernier pas de temps convergé pour (a) la cellule aléatoire à 9 fibres et (b) la distribution hexagonale. Les déplacements des noeuds sont amplifiés par 10 afin de permettre la visualisation de l'interface.

A partir de cette cellule, de nombreuses modifications du calcul ont été testées. La première est la gestion de la *process zone*, *i.e.*, la zone comprenant les éléments endommagés entre le dernier élément rompu et le premier élément non endommagé, par l'optimisation de la taille des éléments à l'interface. On peut voir sur la figure 4.12b que la *process zone* s'étend sur plusieurs éléments (5 dans la cas présent). Elle est donc supérieure à la recommandation empirique de 3 éléments minimum. Pour s'en assurer, le même calcul est effectué avec des éléments plus petits au niveau de l'interface. La figure 4.13 montre la taille de la *process zone* pour plusieurs tailles d'éléments. On peut voir que l'utilisation de plus d'éléments au niveau de l'interface ne change pas la taille de la *process zone*. La taille initiale des éléments du maillage est suffisamment fine pour simuler le comportement de l'interface.

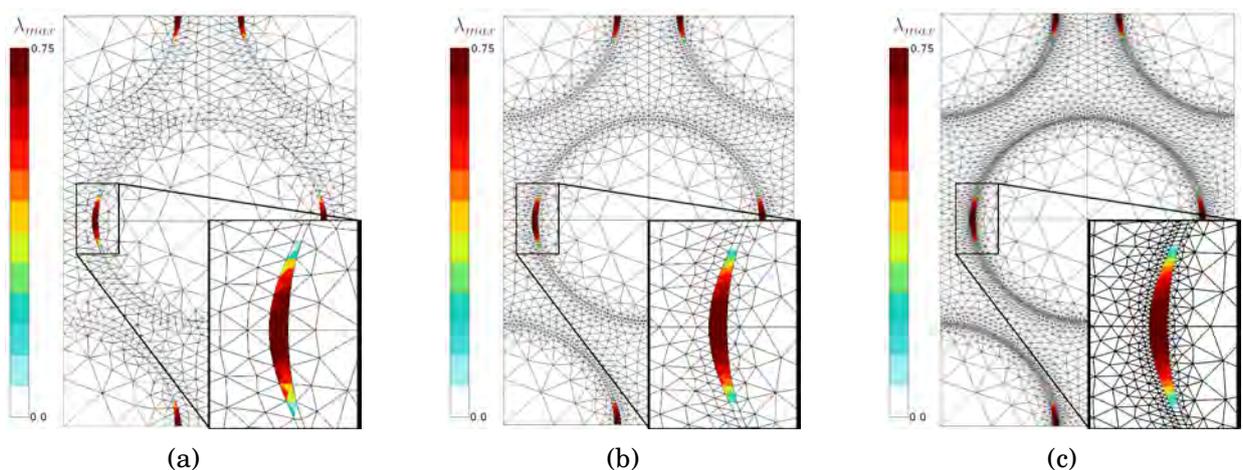


FIGURE 4.13 – Taille de la *process zone* pour le dernier pas de temps convergé pour (de gauche à droite) 64, 128 et 256 éléments au bord de la fibre.

La deuxième modification a été la vérification de la matrice tangente de la zone cohésive. Pour cela, un cas simple, *i.e.*, deux cubes séparés par un seul élément cohésif, a été sollicité de façon à faire intervenir tous les modes d'endommagement de l'interface. Pour chaque simulation, la matrice tangente du calcul a été comparée à la matrice tangente analytique et à la matrice

tangente obtenue par perturbation à partir des équations de la section 4.2.2. À ce titre, le cas simple a été soumis à des sollicitations de traction ou cisaillement pures ou couplées suivie ou non de compression en monotone et en cyclique. De plus, les simulations couplant traction et cisaillement ont été ré-effectuées avec un changement de la mixité de mode au cours du chargement, *i.e.*, un changement du rapport entre la sollicitation en traction et la sollicitation en cisaillement. La figure 4.14 montre un exemple d'une sollicitation avec changement de la mixité au cours du temps 4.14a et la comparaison des termes des matrices tangentes 4.14b. On peut remarquer pour cette sollicitation que les matrices tangentes sont identiques. L'analyse des 24 cas de chargements effectués montre que la différence relative maximale sur toute la durée de la sollicitation ne dépasse pas les 1×10^{-15} quelque soit le cas testé et quelque soit la composante pour une perturbation de 1×10^{-9} . La matrice tangente des éléments cohésifs est donc correctement implémentée.

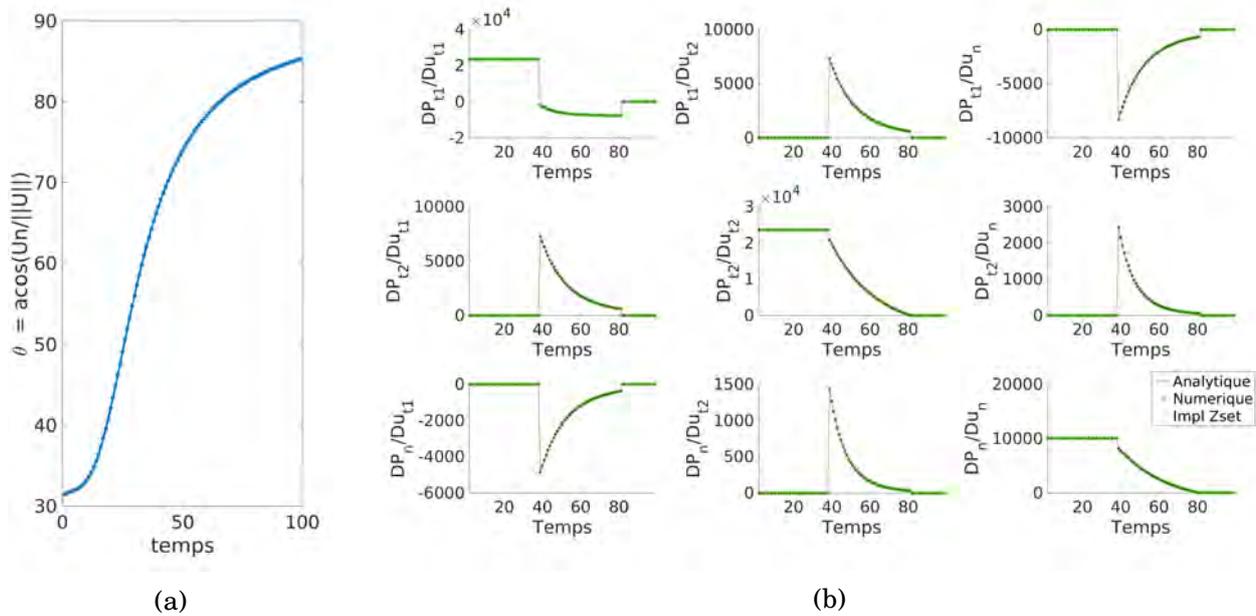


FIGURE 4.14 – Analyse de la matrice tangente des éléments cohésifs durant une simulation avec changement de mixité de mode. (a) Évolution de l'angle de la traction par rapport à la direction normale de l'interface en fonction du temps ; (b) Évolution des termes de la matrice tangente en fonction du temps pour les matrices calculées analytiquement (rouge), par perturbation (noire) et implémenté dans Z-set (vert).

D'autres modifications ont été testées en quasi-statique telles que l'augmentation du nombre d'itérations, la diminution manuelle des pas de temps ou l'utilisation d'une autre loi de comportement bilinéaire similaire. Aucune de ces modifications n'a eu d'effet concernant la convergence du calcul. La divergence étant due à une instabilité, le calcul a été testé en dynamique sans obtenir de convergence même pour des incréments inférieurs à 10^{-11} s.

Si ce problème est dû à une instabilité, l'utilisation d'une régularisation visqueuse [Chaboche et al., 2001] (ou effet retard) lors de l'endommagement des éléments, peut permettre de faire converger l'algorithme de Newton-Raphson. Cette option, indisponible dans la loi précédemment utilisée, est disponible dans un autre loi bilinéaire de Z-set [Vandellos et al., 2013]. Dans cette dernière, qui sera utilisée par la suite, la régularisation visqueuse imposée sur la variable d'endommagement, λ^{rg} , est définie telle que :

$$\frac{d\lambda^{rg}}{dt} = \frac{1}{\tau}(\lambda - \lambda^{rg}) \quad (4.42)$$

avec τ le paramètre de l'effet retard. Cette autre loi cohésive est, par ailleurs, équivalente à la première loi cohésive si le même ratio α (eq. 4.31) est utilisé pour les deux lois entre la contrainte

maximale dans le sens normal et dans le sens tangentiel, et si un ratio de α^2 est imposé entre G_{Ic} et G_{IIc} . L'utilisation de cette régularisation permet de faire converger la simulation aussi bien pour le cas simple (cf. Fig. 4.15a) que pour la cellule de 9 fibres (cf. Fig. 4.15b).

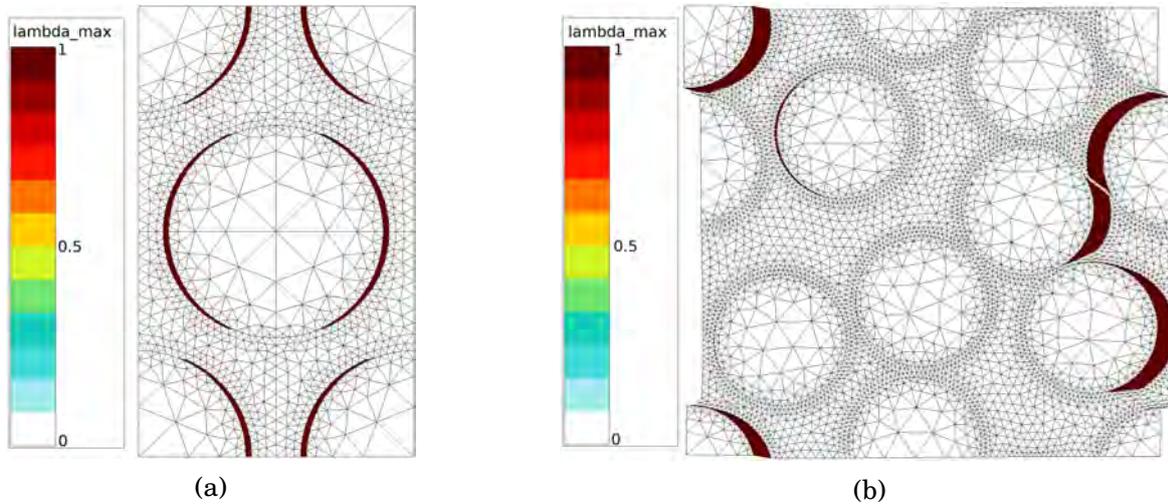


FIGURE 4.15 – Visualisation de la variable d'endommagement, λ_{max}^{rg} , à la fin du chargement imposé avec l'utilisation d'une viscosité dans la loi d'endommagement pour (a) la cellule aléatoire à 9 fibres et (b) la distribution hexagonale.

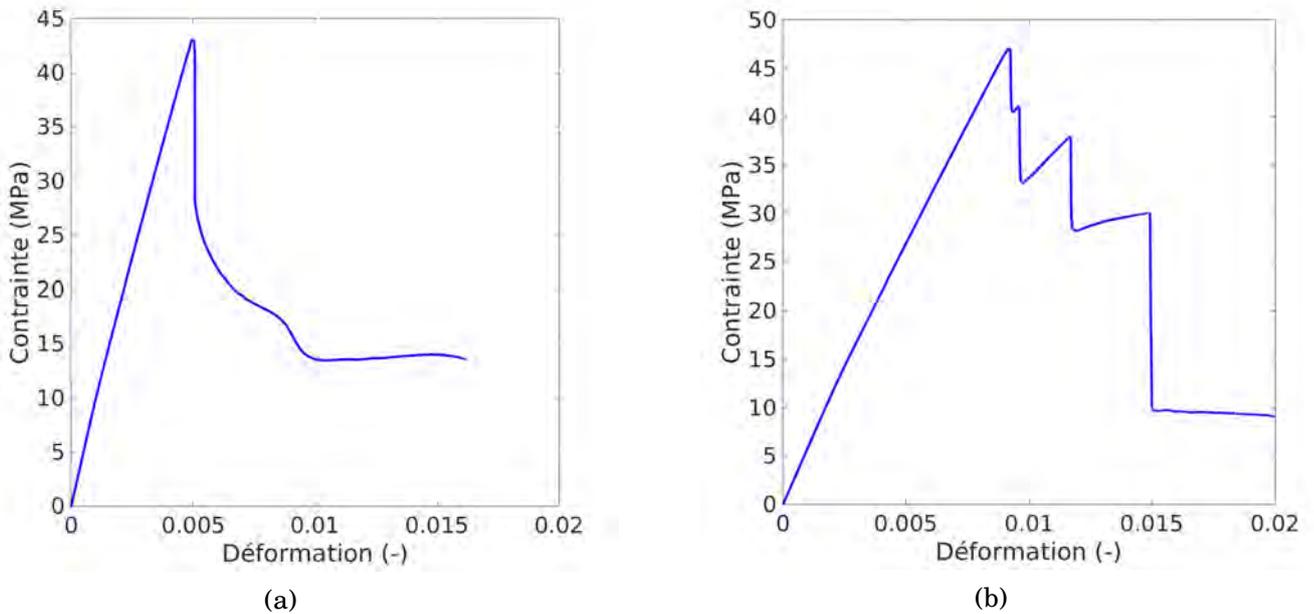


FIGURE 4.16 – Courbe de comportement moyen force/déplacement pour (a) la cellule aléatoire à 9 fibres et (b) la distribution hexagonale avec utilisation d'une régularisation visqueuse.

La figure 4.16 montre le comportement moyen force/déplacement des deux cellules avec l'utilisation de la régularisation visqueuse. On peut remarquer que les courbes présentent des instabilités qui sont responsables de la divergence du calcul lorsqu'il n'y a pas de régularisation. Cependant, l'utilisation de la régularisation visqueuse vient retarder l'endommagement et par conséquent, elle entraîne une dissipation d'énergie plus importante. Il est alors nécessaire de s'assurer que cette dissipation n'influence pas trop la modélisation en fonction de la valeur du paramètre d'effet retard, τ .

Afin d'étudier l'influence de l'effet retard sur le comportement moyen, plusieurs valeurs de τ (les puissances de 10 de 1×10^{-2} à 1×10^{-7} pour un temps de sollicitation total d'une centaine

de secondes) ont été utilisées pour le calcul sur la cellule avec la distribution hexagonale. Les courbes moyennes sont présentées sur la figure 4.17. On peut remarquer que les courbes sont très similaires et que l'énergie dissipée varie très peu d'une valeur de τ à l'autre. En effet, la courbe avec la plus forte régularisation dissipe 0.5% d'énergie en plus que la courbe avec la plus faible régularisation. Il faut zoomer fortement sur la figure pour voir une différence entre les différentes courbes (cf. Fig. 4.17b). Plus le τ est petit, moins l'effet retard entraîne une dissipation d'énergie supplémentaire et plus la chute de contrainte (qui est censé être instantanée) se passe vite. En revanche, un τ plus petit engendre un coût de calcul plus important. Par conséquent, la valeur de τ a été choisie à 1×10^{-5} pour permettre une régularisation du calcul sans trop d'augmentation de l'énergie dissipée et pour un temps de calcul limité. Cependant, cette comparaison vis-à-vis de l'énergie dissipée a été effectuée sans référence car le calcul ne converge pas sans régularisation. Par conséquent, rien ne permet d'affirmer qu'il n'y a pas existence de *snap-back* dans le comportement, *i.e.*, une chute de la contrainte associée à une diminution de la déformation moyenne malgré une sollicitation continue [Alfano and Crisfield, 2001]. L'utilisation de cette régularisation pourrait donc augmenter significativement l'énergie dissipée dans la cellule.

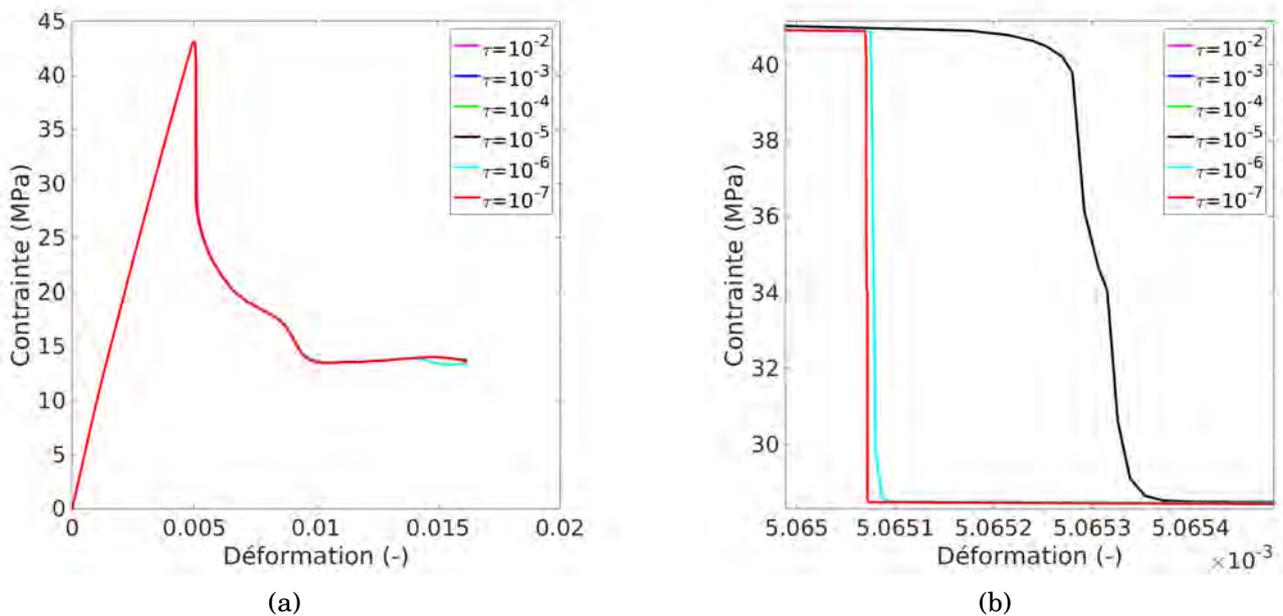


FIGURE 4.17 – Évolution de la courbe de comportement moyen contrainte/déformation pour différentes valeurs du paramètre τ .

Maintenant que l'ensemble des jeux de paramètres peuvent être testés, il est possible de venir restreindre les valeurs issues de la littérature et physiquement admissibles réunies dans le tableau 4.4. Pour cela, des simulations de traction avec les différents paramètres admissibles ont été effectuées. La figure 4.18a montre l'endommagement des interfaces pour $G_c = 2 J.m^{-2}$ et $\sigma_{max} = 40 MPa$. On peut remarquer sur cette figure que les interfaces ne sont pas encore rompues alors que le chemin de percolation est déjà créé. Cette simulation n'est pas en accord avec les observations expérimentales de la section 3.4 et oriente le choix des paramètres vers un σ_{max} supérieur à 60 MPa. Concernant le paramètre G_c , sa valeur n'influence pas la séquence d'ouverture des décohésions mais l'ouverture normale de la décohésion avant rupture. Comme le montre la figure 4.18b, l'utilisation d'un G_c important provoque l'ouverture de l'interface sans rupture de cette dernière. Les observations expérimentales montrent que le phénomène de rupture est fragile. Afin, de mieux représenter la réalité, il semble plus pertinent de prendre une faible valeur pour le paramètre G_c et ainsi limiter l'ouverture de l'interface avant rupture comme cela est montré sur la figure 4.18c avec un G_c de $2 J.m^{-2}$ et un σ_{max} de 100 MPa.

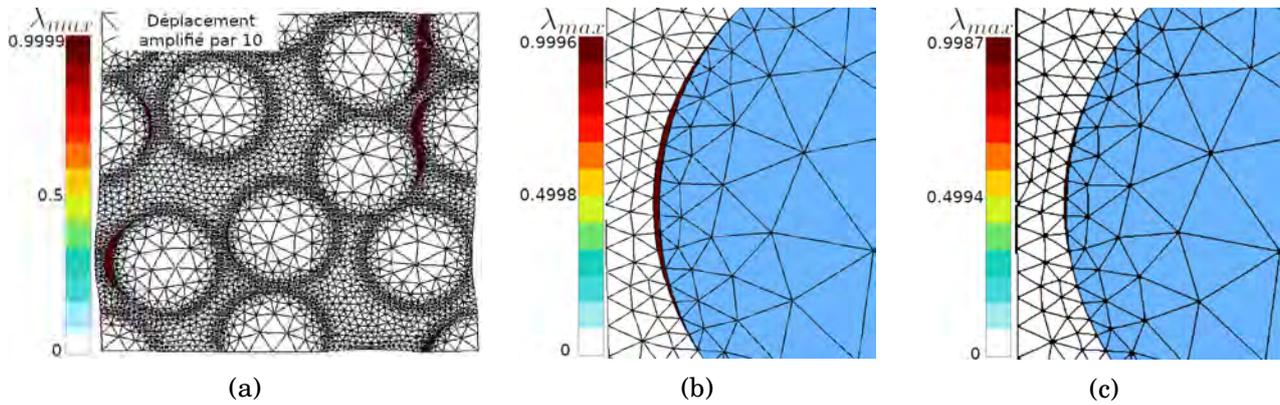


FIGURE 4.18 – (a) Visualisation de l’endommagement des interfaces cohésives juste avant la rupture du premier élément cohésif pour un G_c de 2 J.m^{-2} et un σ_{max} de 40 MPa . Le déplacement des noeuds est amplifié d’un facteur 10 pour permettre la visualisation. (b) Visualisation de l’endommagement des interfaces cohésives juste avant la rupture du premier élément cohésif pour un G_c de 4 J.m^{-2} et un σ_{max} de 100 MPa et sans amplification du déplacement des noeuds. (c) Visualisation de l’endommagement des interfaces cohésives juste avant la rupture du premier élément cohésif pour un G_c de 2 J.m^{-2} et un σ_{max} de 100 MPa et sans amplification du déplacement des noeuds.

4.3.3 Influence du critère de rupture matricielle

Une fois le chemin de percolation créé au sein de la cellule, les interfaces fibres/matrice sont toutes rompues le long du chemin et la tenue résiduelle du toron est uniquement due aux bandes de matrice qui plastifient. En l’absence d’endommagement de la matrice, cela se traduit sur la courbe de comportement par un plateau d’écoulement plastique (cf. Fig. 4.16a et 4.16b). L’observation des champs de déformation plastique lors de la création de ce plateau (cf. étape 3 sur la figure 4.19) montre que le maximum de la déformation plastique ne dépasse pas les 50%. Or Hobbiebrunken *et al.* obtiennent une valeur moyenne pour la contrainte de rupture de 135 MPa lors d’un essai de traction sur fibre de résine et montrent un accroissement de la contrainte avec la réduction du volume sollicité [Hobbiebrunken *et al.*, 2007]. Cette contrainte de rupture correspond à une déformation plastique d’environ 50% pour notre loi de comportement. Les volumes de résines sollicités au sein de la cellule étant inférieur à ceux testés par Hobbiebrunken *et al.*, on peut considérer que la rupture de la matrice intervient uniquement lorsque le chemin de percolation est créé.

L’utilisation du critère présenté dans la section 4.2.1.7 permet de modéliser la rupture progressive des bandes de matrice jusqu’à la rupture complète de la cellule. La figure 4.19 montre les différentes étapes de l’endommagement et les relie au comportement moyen de la cellule. La vignette 1 correspond au maximum de la courbe. Sur cette vignette, les interfaces ont commencé à s’endommager mais aucune n’a encore rompu. La chute de contrainte entre la vignette 1 et la vignette 2 correspond à la rupture de la première interface cohésive. À la vignette 3, la rupture de plusieurs interfaces crée un chemin de percolation à partir de la première interface rompue. Entre la vignette 3 et la vignette 5, on observe une élongation des bandes de matrice avec rupture bande après bande visible par les chutes de contrainte sur la courbe moyenne jusqu’à rupture de la cellule. Il est à noter que lors de l’utilisation de cette modélisation, les éléments de matrice considérés comme rompus restent visuellement présents dans le maillage. Par conséquent, la visualisation de la cellule rompue montre des bandes de matrice très étirées mais qui, mécaniquement, ne transfèrent plus d’effort et sont considérées comme rompues (cf. vignette 6 Fig 4.19).

La figure 4.20 montre une comparaison entre les courbes de comportement en contrainte/déformation pour plusieurs valeurs du critère d’endommagement de la matrice. Les paramètres pour l’interface cohésives sont $G_c = 2 \text{ J.m}^{-2}$ et $\sigma_{max} = 90 \text{ MPa}$ (valeur arbitraire proche de celle de [Zhandarov and Mäder, 2005]). Les valeurs pour le critère vont de 50% à 55%. Le minimum

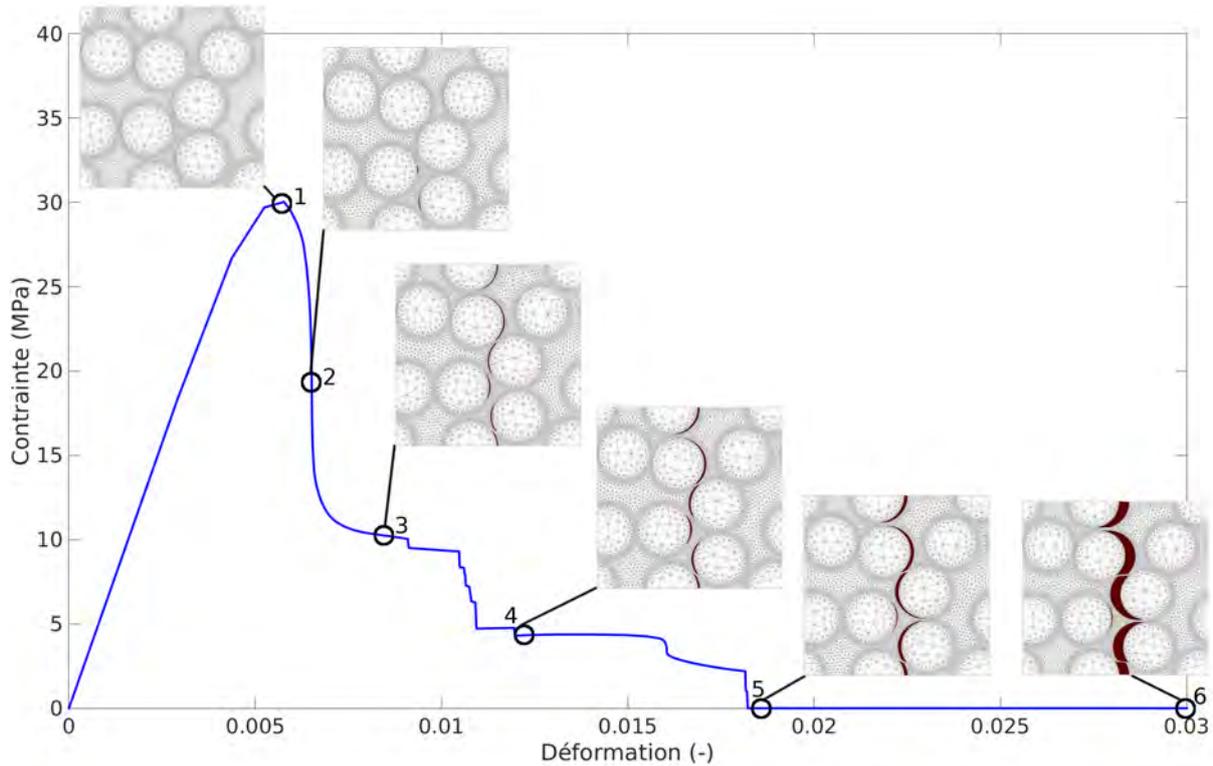
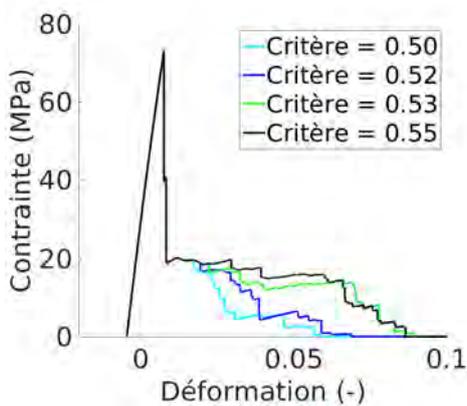


FIGURE 4.19 – Courbe moyenne contrainte/déformation représentant l'endommagement de la cellule jusqu'à rupture transverse. Les éléments en rouge correspondent aux éléments cohésifs rompus.



	Densité d'énergie dissipée ($\times 10^6 J.m^{-3}$)	Taux critique d'énergie libérée ($J.m^{-2}$)
Crit = 0.50	0.95	22.8
Crit = 0.52	1.10	26.5
Crit = 0.53	1.53	36.6
Crit = 0.55	1.61	38.7

FIGURE 4.20 – (gauche) Comparaison des courbes de comportement moyen contrainte/déformation pour plusieurs valeurs du critère de rupture matricielle. (droite) Densité d'énergie dissipée dans la cellule et taux critique d'énergie libérée pour une fissuration droite de la cellule.

correspond à la valeur moyenne déduite des travaux de Hobbiebrunken *et al.* et il a pu être observé qu'en dessous de cette valeur, les bandes de matrice rompaient avant de s'étirer. Pour le maximum, il a été observé que l'utilisation de valeurs supérieures provoquait un étirement des bandes de matrice supérieur à celui observé sous MEB sans rupture des éléments. Malgré ce faible intervalle de valeurs, on peut observer une variation de l'énergie dissipée de plus de 60%.

A partir de ces courbes, il est possible de calculer la densité d'énergie dissipée dans la cellule. Les valeurs sont reportées dans le tableau de la figure 4.20. Cette densité comprend l'ensemble des énergies dissipées dans la cellule (rupture des interfaces cohésives, plastification de la ma-

trice et rupture des bandes de matrice). En multipliant par la largeur de la cellule, il est possible de déterminer une densité d'énergie surfacique pour la création d'une fissure droite dans la cellule. Cependant, ces valeurs sont difficilement fiables à un taux d'énergie critique libérée car, premièrement, la propagation de la fissure est instable et, deuxièmement, le modèle microscopique considéré ne prend pas en compte les phénomènes de *fibres bridging*² qui contribuent à la dissipation de l'énergie. Pour faire une comparaison correcte, il serait intéressant de simuler un essai de propagation stable comme ont pu le faire Canal *et al.* [Canal *et al.*, 2012b]. Par ailleurs, ces résultats sont obtenus uniquement avec une cellule à 9 fibres. Afin d'analyser complètement l'influence de la valeur du critère, ces résultats devront être comparés avec d'autres CERs à 9 fibres et des distributions avec plus de fibres. Cependant, ces calculs prenant beaucoup de temps et de mémoire disque, ils n'ont pas pu être effectués dans cette étude.

4.3.4 Influence des contraintes résiduelles

4.3.4.1 Influence du temps de refroidissement

Les contraintes résiduelles simulées dans la cellule vont dépendre de la vitesse à laquelle est appliquée le refroidissement et du temps de relaxation appliqué après coup. En effet, la loi de comportement de la matrice dépend de la vitesse de sollicitation et cette dernière est reliée à la vitesse de refroidissement. La figure 4.21 montre le champ de la contrainte principale maximale pour trois temps de refroidissement différents (2, 20 et 200 minutes) pour la même différence de température (160 degrés entre 183 et 23 degrés) et la différence entre ces champs. On peut observer que quelque soit le temps de refroidissement, les contraintes se distribuent de la même façon dans la cellule. Plus le temps de refroidissement est long, plus les contraintes résiduelles sont faibles. Cependant, l'influence est assez faible puisque la différence maximale entre le refroidissement en 2 minutes et celui en 200 minutes n'est que de 1.65 MPa (cf. Fig. 4.21e) et elle n'est que de 0.71 MPa (cf. Fig. 4.21f) entre le refroidissement en 20 minutes et celui en 200 minutes. Le choix arbitraire d'un temps de refroidissement de 20 minutes n'engendre que très peu d'erreur sur la modélisation des contraintes résiduelles.

Concernant le temps de repos, la figure 4.22 montre la différence entre les champs de contrainte principale maximale pour un même refroidissement de 160 degré en 20 minutes mais suivi de différents temps de repos. On peut remarquer que plus le temps de repos est long, plus la contrainte est faible car la matrice a le temps de se relaxer. Cependant, là encore le temps de repos a peu d'influence puisque la différence maximale entre un temps de repos de 1 mn et de 1 jour est de 1.98 MPa et elle n'est que de 0.73 MPa entre un temps de repos de 1 heure et de 1 jour. Par la suite, elle est fixée à

4.3.4.2 Influence du différentiel de température appliqué

La figure 4.23 montre le champ de contraintes résiduelles après un différentiel de température de 160 degré correspondant à un refroidissement de 183 degrés Celsius (température de cuisson de la RTM6³) à 23 degrés Celsius (température de la pièce) sur une durée de 20 minutes. Un temps de repos de 24h est ensuite simulé pour permettre une relaxation de la matrice dans le cas de la loi viscoplastique.

On peut remarquer sur la figure 4.23a que le refroidissement de la CER provoque l'apparition de contraintes de traction dans les zones riches en résine. Cependant, la réduction globale du volume de la CER met les zones entre les fibres en compression ne favorisant pas l'apparition de décohésions. De plus, la figure 4.23b montre que la contrainte principale maximale au sein de la CER ne dépasse pas les 32 MPa. Or cette valeur est proche du minimum trouvé dans la littérature pour la résistance de l'interface fibres/matrice (cf. Tab. 4.3). Cela montre que les

2. Le *fibres bridging* est un terme désignant les fibres qui traversent le plan de fissuration et augmente la tenacité du matériaux en retenant les deux côtés de la fissure [Spearing and Evans, 1992].

3. www.hexcel.com

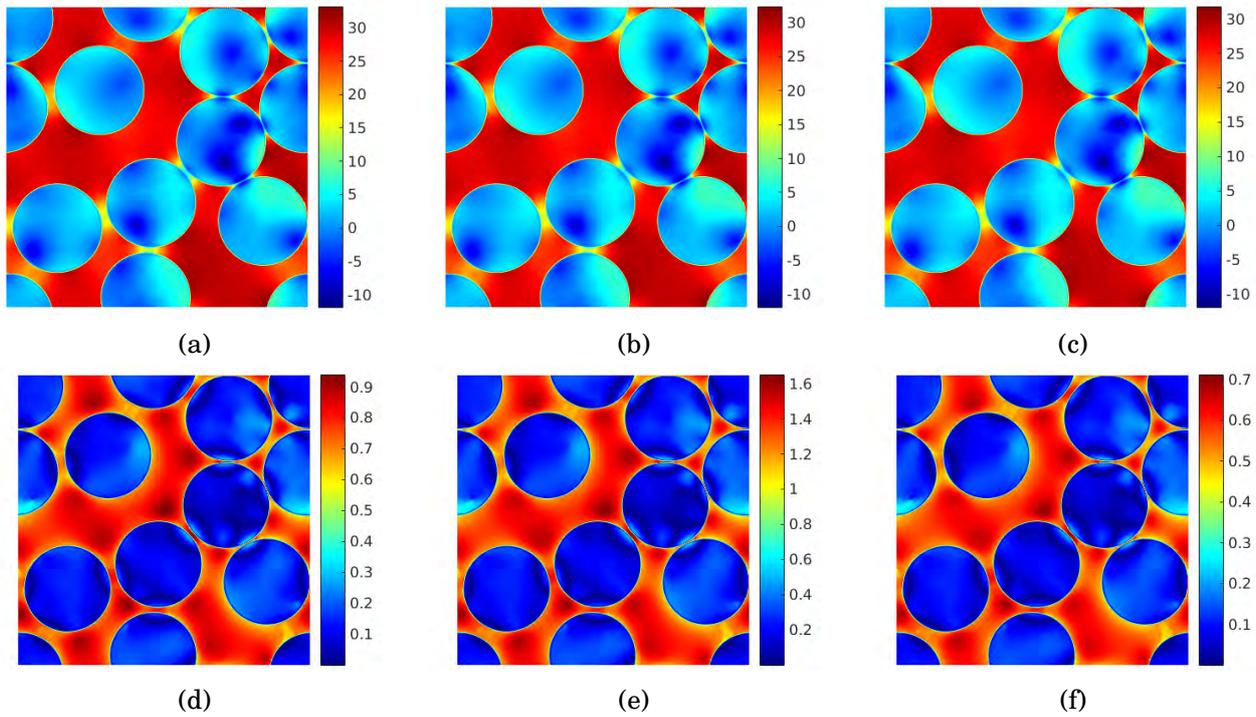


FIGURE 4.21 – Champs de la contrainte principale maximale après un refroidissement de 160 degrés entre 183 degrés et 23 degrés subi en (a) 2 minutes, (b) 20 minutes et (c) 200 minutes. Différence entre les champs de contraintes, (d) entre 2 et 20 minutes, (e) entre 2 et 200 minutes et (f) entre 20 et 200 minutes.

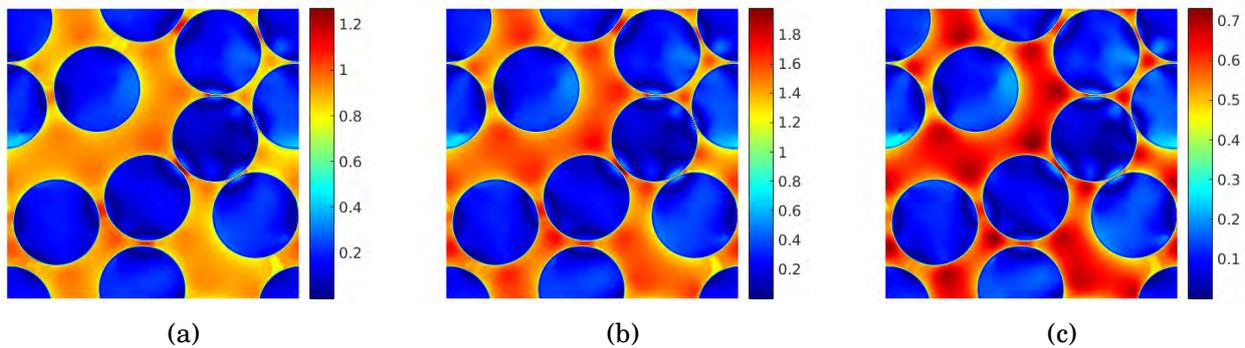


FIGURE 4.22 – Différence entre les champs de contrainte principale maximale pour un refroidissement de 160 degrés et pour plusieurs temps de repos. (a) différence entre un temps de repos de 1 minute et de 1 heure, (b) différence entre un temps de repos de 1 minute et de 1 jour et (c) différence entre un temps de repos de 1 heure et de 1 jour.

décohésions présentes à l'état initial ne peuvent pas être créées uniquement avec des contraintes résiduelles thermiques.

De manière générale dans l'industrie, une loi de comportement élastique est utilisée pour modéliser la matrice. Afin de simuler les contraintes résiduelles, les ingénieurs utilisent un différentiel de température plus faible que celui réellement subi par la pièce pour compenser la relaxation de contraintes non pris en compte dans un modèle élastique. Afin d'évaluer le différentiel à appliquer pour retrouver, avec une loi élastique, les contraintes résiduelles créées avec la loi viscoplastique, une étude sur la différence des champs de contrainte a été menée. La figure 4.24a montre l'évolution de la norme de la différence entre les champs de contrainte avec un comportement élastique et un comportement viscoplastique en fonction du différentiel thermique appliqué au calcul élastique. On peut remarquer sur cette figure que la courbe présente un minimum pour un différentiel thermique de 134.65 degrés. La figure 4.24b présente la dif-

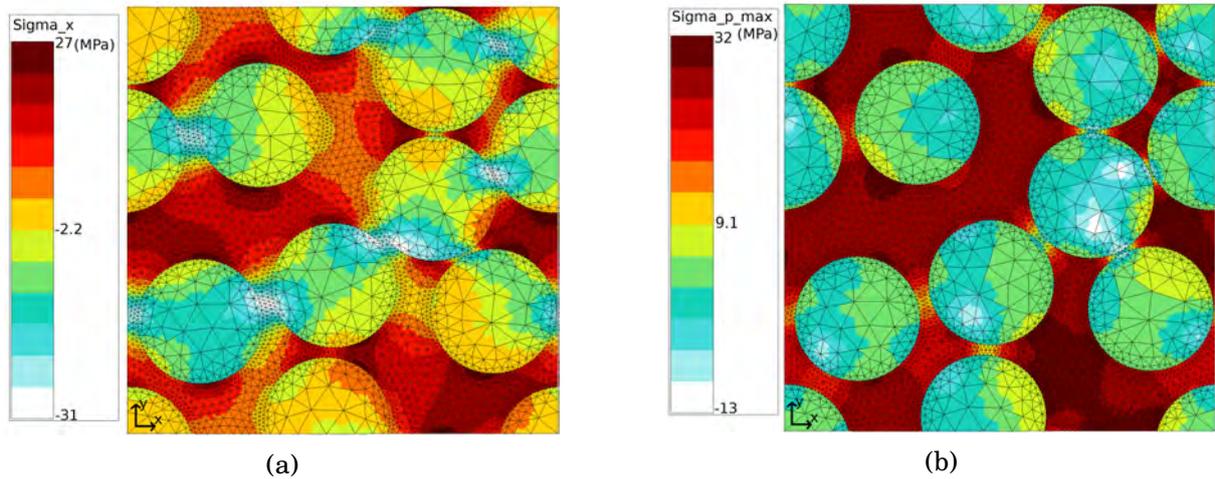


FIGURE 4.23 – (a) Champ de contrainte dans la direction x résultant d'un refroidissement de 160 degré avec le comportement viscoplastique pour la matrice. (b) Champ de contrainte principale maximale résultant d'un refroidissement de 160 degré avec le comportement viscoplastique pour la matrice.

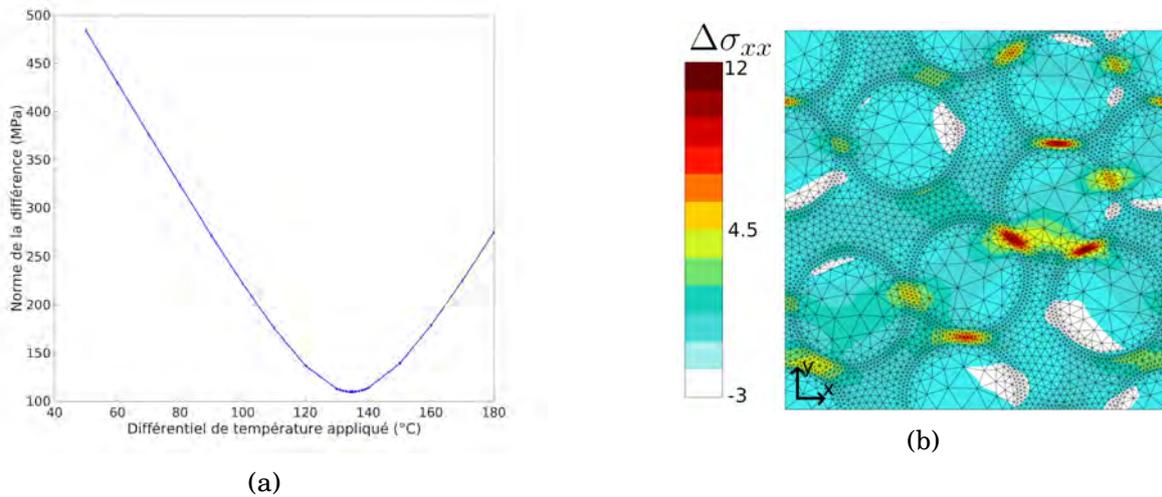


FIGURE 4.24 – (a) Évolution de la norme de la différence entre le champ de contrainte avec un comportement élastique et le champ de contrainte avec un comportement viscoplastique en fonction du différentiel thermique appliqué au calcul élastique. (b) Différence entre le champ de contrainte dans la direction x résultant d'un refroidissement de 134.65 degrés avec un comportement élastique pour la matrice et le champ de contrainte dans la direction x résultant d'un refroidissement de 160 degrés avec un comportement viscoplastique pour la matrice.

férence entre le champ de contrainte du calcul élastique avec un différentiel de 134.65 degrés et le champ de contrainte du calcul viscoplastique avec un différentiel de 160 degrés. On peut remarquer que même si en terme de distribution la contrainte est la même pour les deux comportements, il existe une différence pouvant aller jusqu'à 12 MPa, soit presque 30%, dans les zones avec peu de matrice. Cette différence s'explique par la relaxation de la matrice avec la loi viscoplastique qui vient diminuer les contraintes résiduelles. Ces différences se trouvent proche des interfaces fibres/matrice et justifient l'utilité de prendre en compte une loi viscoplastique pour la modélisation des contraintes résiduelles.

4.3.4.3 Influence sur l'évolution de l'endommagement

L'application d'un différentiel thermique avant le calcul mécanique vient créer des contraintes résiduelles pour modéliser les conséquences du processus de fabrication du matériau. L'influence de ces contraintes résiduelles sur l'initiation et l'évolution de l'endommagement est analysé dans cette section. Pour cela, deux calculs sont effectués pour plusieurs CERs. Le premier correspond au calcul avec le refroidissement thermique, le second correspond à un calcul de référence où rien n'est appliqué sur la cellule pendant un temps équivalent à celui du refroidissement. L'observation des courbes de comportement moyen contrainte/déformation montrées sur la figure 4.25a montre que l'application d'un refroidissement provoque une augmentation de la contrainte moyenne maximale et une réduction de la déformation moyenne correspondante. De plus, on peut remarquer sur la figure 4.25b que le chemin de percolation créé dans la cellule peut changer lors de la prise en compte des contraintes résiduelles. Ces deux observations montrent l'importance de la prise en compte de ces contraintes lors de la modélisation du comportement du composite aux premiers stades de l'endommagement.

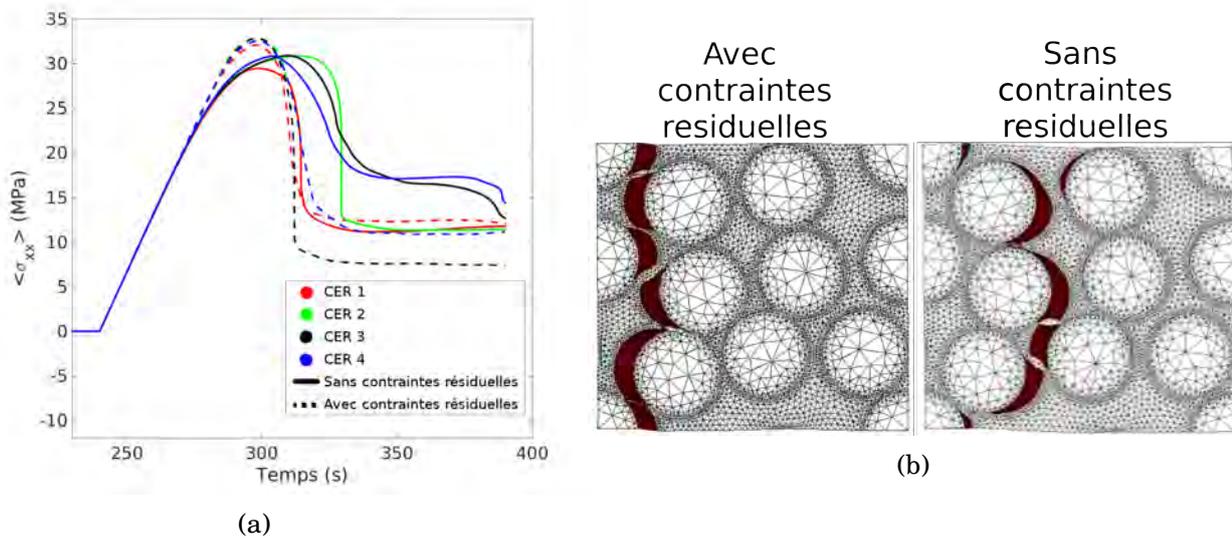


FIGURE 4.25 – (a) Comparaison des courbes moyennes contrainte/temps pour 4 distributions différentes avec et sans prise en compte des contraintes résiduelles. (b) Comparaison du chemin de percolation pour un même distribution (CER 3) avec et sans prise en compte des contraintes résiduelles (déplacement amplifié par un facteur 10 pour permettre la visualisation).

4.3.4.4 Simulation d'un essai de mesure des contraintes résiduelles

Un des problèmes majeurs lors de la modélisation des contraintes résiduelles est de pouvoir s'assurer de la validité de la modélisation. Cela est essentiellement dû à la difficulté de mesurer expérimentalement ces contraintes. Au niveau macroscopique, la mesure peut se déduire de la déformation résiduelle de la pièce après cuisson [Withers and Bhadeshia, 2001a]. Au niveau microscopique, en revanche, il est beaucoup plus difficile de mesurer les contraintes résiduelles telles que celles apparaissant dans la matrice entre les fibres.

Afin de résoudre ce problème, cette sous-section propose une méthode de mesure pour déterminer ces contraintes. Cette méthode s'inspire de la méthode de caractérisation des contraintes résiduelles à l'échelle macroscopique par le perçage d'un trou [Rendler and Vigness, 1966]. À l'échelle microscopique, ce trou, qui serait alors une entaille, serait effectué à l'aide d'une Sonde Ionique Focalisée (*Focused Ion Beam FIB*) et le champ de déplacement résultant dans la matrice serait mesuré par la méthode de corrélation d'images numériques (cf. section 3.3). Cette mesure permettrait de déterminer les contraintes résiduelles dans la matrice avant la création de la fissure.

Dans le but de vérifier la faisabilité de la méthode, une simulation numérique de l'essai est effectuée. Pour cela, une cellule à distribution aléatoire de fibres est utilisée. Une fissure de 50 micromètres de long est insérée entre les fibres au milieu de la cellule par dédoublement des nœuds et insertion d'éléments cohésifs. Deux comportements sont utilisés dans ces éléments cohésifs, un premier avec une pente élastique *infinie* (10^{10} MPa.mm⁻¹) pour simuler le matériau sain pendant le refroidissement thermique ; un second avec une pente élastique *nulle* (10^0 MPa.mm⁻¹) pour simuler le matériau fissuré. Dans les deux cas, la contrainte à rupture des éléments cohésifs est fixée suffisamment haute pour ne pas être atteinte. La paramétrisation de la pente des éléments cohésifs permet de passer d'un comportement à l'autre en relaxant le paramètre sur un temps très court.

La figure 4.26 montre les résultats de cette simulation. L'image de gauche montre le champ de déplacement dans la direction x après l'application du refroidissement et avant l'ouverture de la fissure. L'image de droite montre le champ de déplacement après ouverture de la fissure et relaxation des contraintes résiduelles. Ces résultats montrent que les contraintes résiduelles créées par refroidissement thermique permettent une ouverture de la fissure de 15.2 nanomètres. Cette taille d'ouverture est mesurable par l'acquisition d'images MEB. De plus, avec les méthodes de mouchetis et de CIN présentées dans la section 3.3, il serait possible de mesurer les champs de déplacement induits par l'ouverture de la fissure et ainsi remonter aux contraintes résiduelles. La réalisation de cet essai pourrait alors permettre de valider les champs de contraintes résiduelles appliqués avant la simulation mécanique.

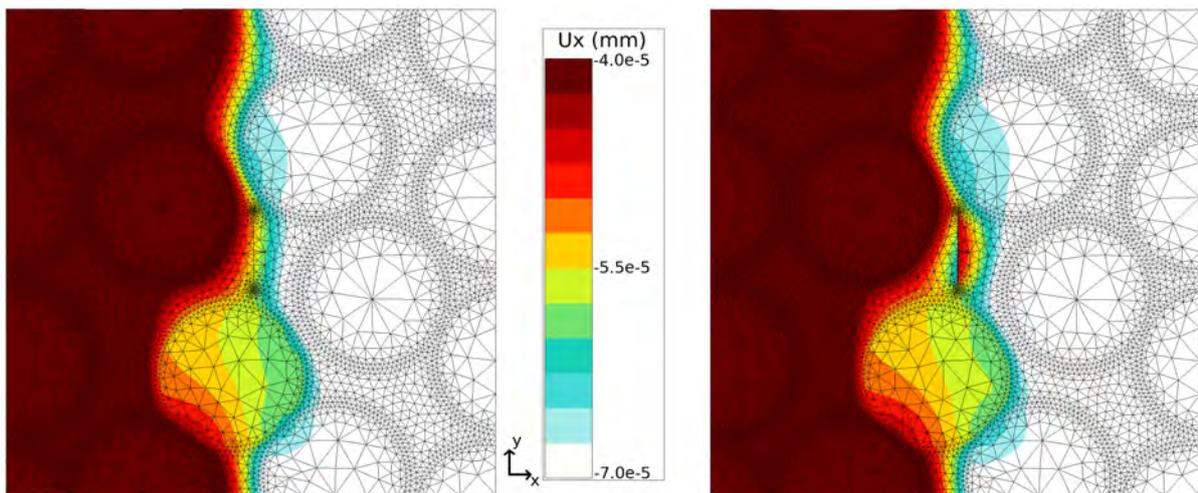


FIGURE 4.26 – Simulation des champs de déplacement obtenus après un refroidissement thermique (*gauche*) pour le matériau sain et (*droite*) après avoir entaillé le matériau.

4.4 Validation expérimentale de la modélisation du comportement du CMO à l'échelle microscopique

4.4.1 Mise en place de la comparaison essai/calcul

Afin de pouvoir comparer les champs simulés numériquement et ceux mesurés expérimentalement par rapport aux déplacements locaux des constituants et à la localisation des endommagements, il est nécessaire de comparer les champs sur la même micro-structure. Pour cela, le maillage créé lors de la procédure de corrélation décrit dans le chapitre 3.3 est utilisé pour la simulation numérique. Les conditions limites appliquées sur la cellule sont extraites des champs de déplacement mesurés par CIN. Afin de mettre en place la méthode, les propriétés des interfaces sont fixées à une contrainte maximale de 90 MPa et un G_c de 2 J.m⁻². Ces propriétés, choisies arbitrairement, font partie de l'intervalle des valeurs permettant de représenter correctement les observations expérimentales comme montré dans les sections précédentes.

4.4.1.1 Influence de la taille de la zone mesurée sur la mesure du champ de déplacement

Lors de la simulation numérique, les conditions limites définissent les sollicitations qui vont être appliquées à la CER. Dans le cas où elles proviennent non pas d'un choix de l'utilisateur mais d'un champ mesuré expérimentalement, il faut vérifier que leurs valeurs ne varient pas en fonction de la zone mesurée. Pour cela, la mesure du champ de déplacement est effectuée entre une image de référence et une image déformée par la méthode de CIN décrite dans la section 3.3 sur deux zones. L'une est incluse dans l'autre comme montré sur la figure 4.27a qui représente la superposition des deux maillages utilisés. La première (en rouge et noir sur la figure 4.27a à gauche) correspond à la totalité de l'image. La seconde (en bleu et noir sur la figure 4.27a à gauche) correspond au coin supérieur gauche de la première zone. On peut remarquer sur les images de droite de la figure 4.27a que le maillage dans les fibres est identique car la même géométrie et le même mailleur sont utilisés.

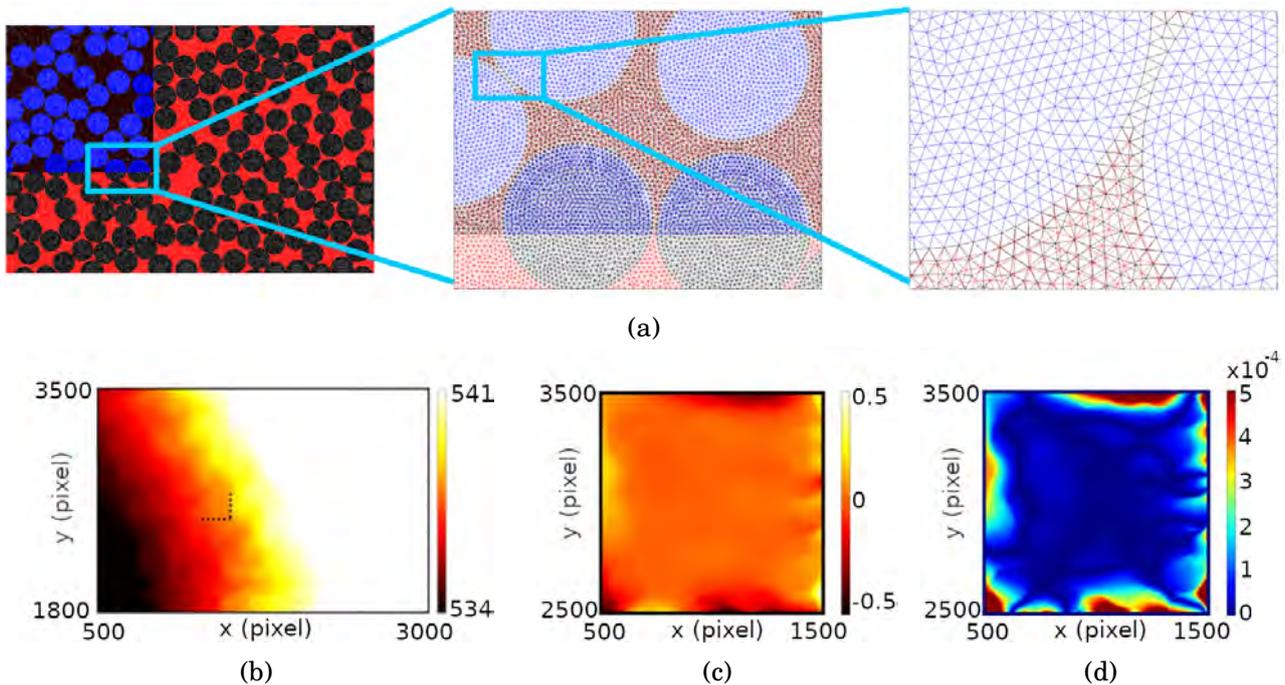


FIGURE 4.27 – (a) Superposition des deux maillages utilisés pour le comparaison de l'influence des bords de la CER. En noir et rouge : grand maillage, en bleu et noir : petit maillage. (b) Superposition des champs de déplacement dans la direction x mesurés sur les deux maillages. Les pointillés délimitent le bord du petit maillage. (c) Différence entre les deux champs de déplacement. (d) Erreur relative de la mesure du champ de déplacement par rapport au grand maillage.

La figure 4.27b représente la superposition de deux champs de déplacement et les pointillés représentent la limite de la seconde zone mesurée. Les deux champs sont affichés avec la même échelle de couleur et on peut observer une très bonne continuité des champs de déplacement entre les deux zones mesurées. Les figures 4.27c et 4.27d représentent la différence entre les deux champs et l'erreur relative. Elles montrent, premièrement, que la différence est très faible (de l'ordre d'un demi-pixel) mais quand même supérieure à l'erreur de mesure (0.22 pixel cf. section 3.3). Deuxièmement, on peut remarquer que cette erreur se situe dans une zone restreinte à une centaine de pixels du bord de la cellule. Afin d'utiliser les champs de déplacement mesurés expérimentalement comme conditions limites des calculs numériques, les valeurs utilisées doivent être récupérées à une distance minimum de 100 pixels du bords de la zone mesurée. Le maillage utilisé pour le calcul numérique doit donc être extrait du maillage utilisé pour la mesure du champ de déplacement.

Afin de pouvoir extraire facilement un maillage de celui utilisé lors de la mesure par CIN, une marge est prise lors de la création de la géométrie avant maillage à une distance de 100 pixel

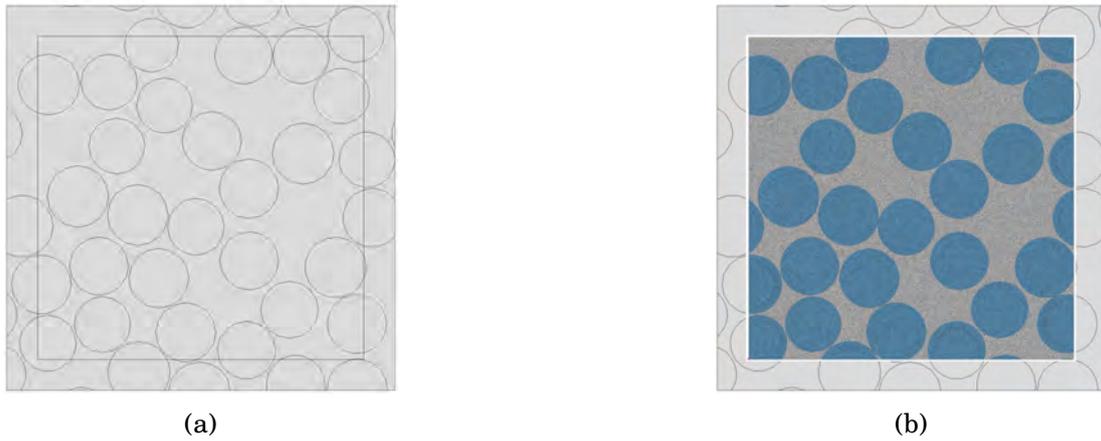


FIGURE 4.28 – (a) Géométrie issue de la micrographie pour créer le maillage servant à la corrélation d'images numériques. (b) Maillage extrait et utilisé pour la simulation numérique afin d'éviter les problèmes de bords.

du bord comme montré sur la figure 4.28a. Cette géométrie est ensuite maillée et utilisée dans la procédure de corrélation. La simulation numérique se fait ensuite sur le maillage réduit (cf. Fig. 4.28b) avec comme conditions limites les déplacements mesurés sur le polygone intérieur.

4.4.1.2 Comparaison de champs de déplacement

En utilisant la méthode présentée dans le paragraphe précédent, le champ de déplacement mesuré expérimentalement et le champ de déplacement simulé numériquement sont comparés dans la figure 4.29. On peut remarquer sur la figure 4.29b que la simulation numérique localise l'endommagement là où il est observé expérimentalement et qu'il existe un très bon accord entre les champs de déplacement. En revanche, la carte d'erreur montre une différence proche de 1% entre les deux champs au niveau de la décohésion fibre/matrice et autour de 0.2% dans les poches de matrice entre les fibres. Ces erreurs sont inhérentes à la méthode de corrélation. La première est due à la continuité du champ de déplacement imposée par le maillage alors que ce n'est pas le cas ni expérimentalement (décohésion fibres/matrice) ni numériquement (éléments cohésifs). La seconde est probablement due à l'hypothèse d'un déplacement élastique dans la zone mesure alors que le modèle suppose un comportement viscoplastique.

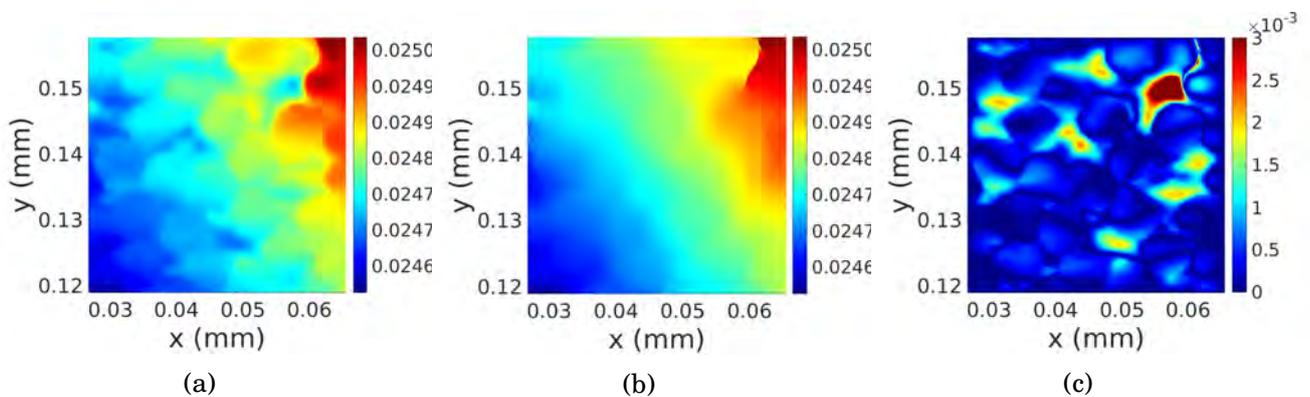


FIGURE 4.29 – (a) Champ de déplacement mesuré par CIN, (b) champ de déplacement simulé par éléments finis et (c) erreur relative entre les deux champs.

4.4.2 Prise en compte des endommagements dans la corrélation d'images numériques

Il existe plusieurs méthodes pour prendre en compte l'endommagement dans la procédure de corrélation telle que la réduction de la rigidité d'un élément pour augmenter la déformation de l'élément. Cependant, pour obtenir un champ mesuré discontinu, le maillage utilisé durant la procédure de corrélation doit présenter une discontinuité. La première solution est de dédoubler tous les nœuds des interfaces fibres/matrice. Cependant, cette solution vient complètement séparer les fibres de la matrice lors de la corrélation. La figure 4.30a montre le champ de déplacement mesuré lorsqu'une seule fibre possède une interface totalement dédoublée. On peut remarquer que dans ce cas là, le champ de déplacement mesuré dans la fibre n'est plus cohérent avec le reste du champ de déplacement. La solution du dédoublement total des nœuds des interfaces n'est donc pas à retenir.

La solution suivante consiste à ne dédoubler que partiellement les nœuds de l'interface fibre/matrice. Les zones à ouvrir sont alors déterminées par les résidus mécaniques obtenus lors de la corrélation d'images montrée sur la figure 4.30b. Pour cela, les résidus mécaniques sont traités par des opérations morphologiques similaires à celles mises en place lors de la détermination du rayon des fibres (seuillage, érosion, dilatation,... cf. section 3.3). Cela permet d'obtenir les zones dans lesquelles les nœuds des interfaces doivent être dédoublés. Un calcul élastique de traction est effectué sur le maillage obtenu afin de vérifier que les bonnes interfaces ont été ouvertes. Le champ de déplacement de ce calcul est présenté sur la figure 4.30c et on peut remarquer que les ouvertures sont bien présentes là où il y a un résidu mécanique important.

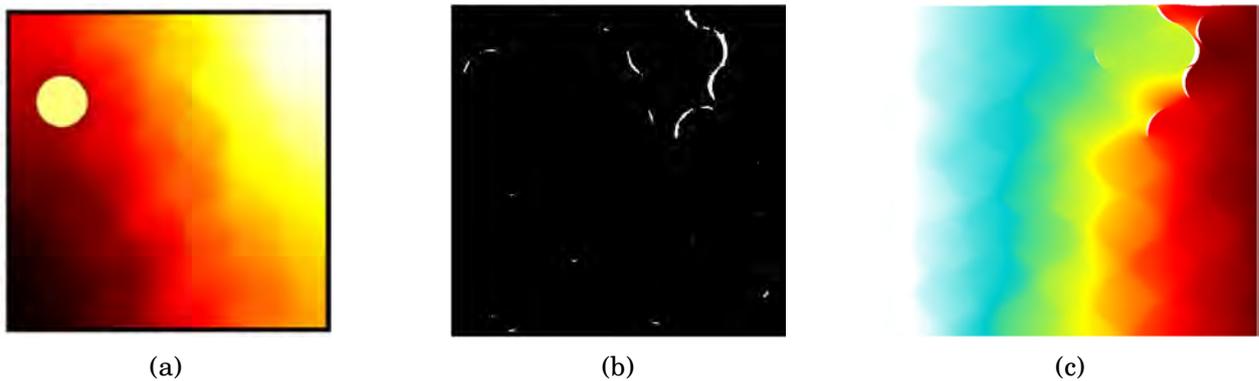


FIGURE 4.30 – (a) Champs de déplacement mesuré avec dédoublement totale d'une interface fibre/matrice. (b) Résidus mécaniques (unité arbitraire). (c) Champ de déplacement résultant d'une traction simple sur le maillage avec un dédoublement partiel des nœuds et un comportement élastique.

La CIN est ensuite relancée avec ce nouveau maillage pour prendre en compte les endommagements. L'observation des différences entre la mesure sans prise en compte de l'endommagement et la mesure avec prise en compte de l'endommagement montre une réduction sur les champs de résidus de corrélation (cf. Fig. 4.31a) et les champs de résidus mécaniques (cf. Fig. 4.31a). Cette réduction prouve l'amélioration de la mesure des champs de déplacement grâce à la prise en compte des endommagements. De plus, l'observation de l'erreur relative entre les champs de déplacement sans et avec la prise en compte de l'endommagement (cf. Fig. 4.31c) montre des niveaux qui restent localisés près de l'endommagement. La méthode n'influe donc pas sur le reste de la mesure.

Le nouveau champ de déplacement mesuré est alors utilisé comme condition limite à la simulation. La comparaison entre les champs est présentée sur la figure 4.32. La prise en compte de l'endommagement dans la mesure par CIN ne venant affecter que localement le champ de déplacement, on observe toujours un bon accord entre le champ mesuré expérimentalement (cf. Fig. 4.32a) et le champ simulé numériquement (cf. Fig. 4.32b). Cela se traduit par des champs d'erreur similaires comme en témoignent les figures 4.29c et 4.32c. En revanche, on peut remar-

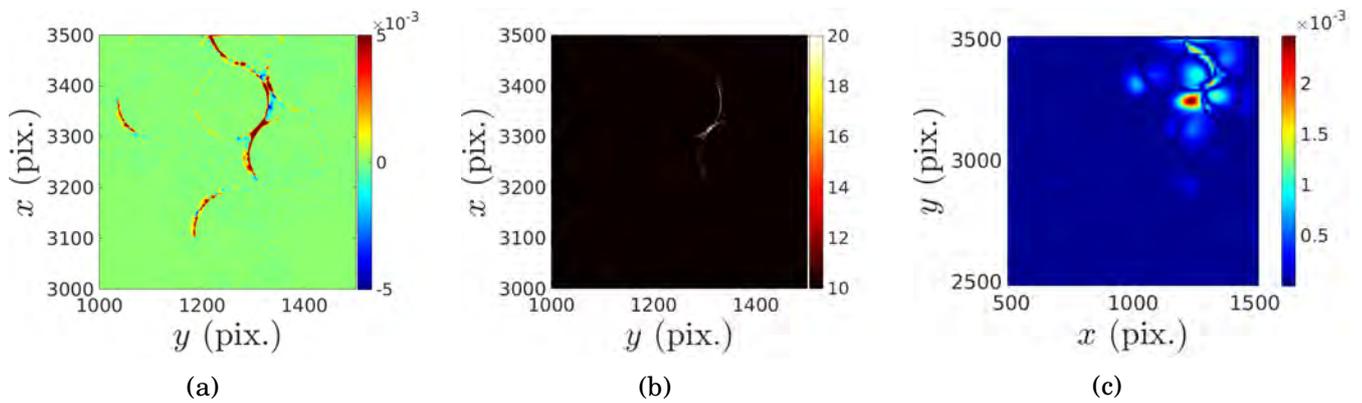


FIGURE 4.31 – Différence entre la mesure sans prise en compte de l'endommagement et celle avec pour (a) les résidus globaux et (b) les résidus mécaniques. (c) Erreur relative du champs de déplacement en pixels entre la mesure sans dédoublement des nœuds et la mesure avec dédoublement des nœuds .

quer sur le champ de déplacement mesurée par CIN, de faibles niveaux de déplacement dans la matrice à gauche de la zone endommagée. Cette zone, qui se traduisait par une erreur importante sur la figure 4.31c, n'est pas présent sur le champ de déplacement simulé numériquement. Cela provoque un écart encore plus important entre les deux champs dans la zone de matrice près de l'endommagement comme le montre la figure 4.32c.

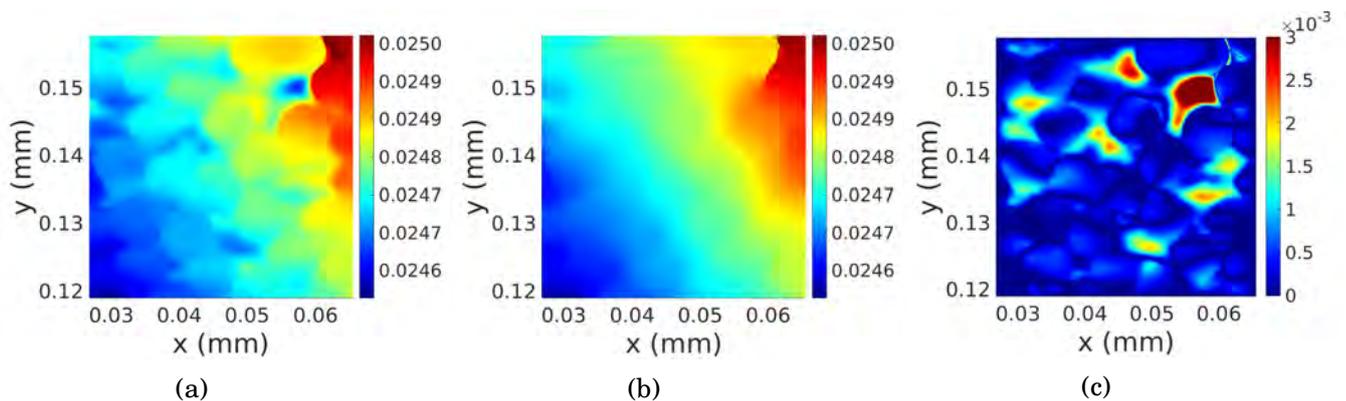


FIGURE 4.32 – (a) Champ de déplacement mesuré par CIN, (b) champ de déplacement simulé par éléments finis et (c) erreur relative entre les deux champs avec la prise en compte de l'endommagement dans la corrélation d'images numériques.

Cependant, si l'on regarde en détail la zone où apparaît l'endommagement sur les cartes d'erreur sans prise en compte de l'endommagement (cf. Fig. 4.33a) et avec prise en compte de l'endommagement (cf. Fig. 4.33b), on remarque une diminution de l'erreur au niveau de la décohésion. Cette diminution prouve l'intérêt de prendre en compte l'endommagement dans la mesure de déplacement lors de la corrélation d'images numériques. L'erreur présente dans la matrice pourrait alors s'expliquer par une déformation viscoplastique. En effet, lors de la mesure par CIN, la déformation est supposée élastique alors que si l'on observe le champ de déformation plastique cumulée (cf. Fig. 4.33c), on peut remarquer une forte plastification près de la zone endommagée. Cette hypothèse doit toutefois être vérifiée car un comportement fortement anélastique aurait dû faire apparaître des résidus mécaniques dans les autres zones plastifiées, ce qui n'était pas le cas.

La campagne expérimentale n'ayant pas permis d'observer la progression de l'endommagement car l'endommagement n'est pas apparue dans la zone observée avec la plus faible résolution (quelques dizaines de nanomètres), il n'est pas possible d'identifier les propriétés de l'interface cohésive. Cependant, on peut remarquer que pour les paramètres utilisés la différence entre les

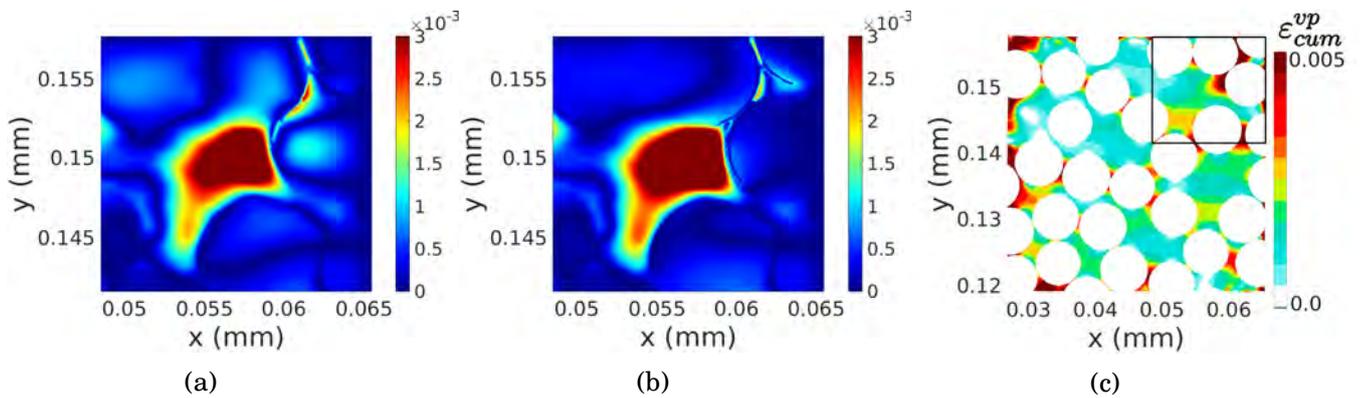


FIGURE 4.33 – (a) Zoom de la figure 4.29c au niveau de la décohésion, (b) Zoom de la figure 4.32c au niveau de la décohésion et (c) champ de la déformation plastique cumulée simulé numériquement pour le cas avec prise en compte de l'endommagement. La carré noir délimite la zone zoomée des images (a) et (b).

champs de déplacement n'excède pas les 1% d'écart localement et la prise en compte des endommagements permet de réduire cet écart sous les 0.3% au niveau de la décohésion.

4.5 Développement d'un critère d'apparition du premier endommagement à l'échelle mésoscopique

Les informations obtenues à l'échelle microscopique ne peuvent être utilisées directement pour étudier le dimensionnement des pièces complètes ou pour les optimiser. En effet, il est impossible de modéliser explicitement toutes les fibres dans une pièce complète. Il est alors nécessaire de faire remonter ces informations à l'échelle supérieure. L'observation des courbes contrainte/déformation moyennes de la partie précédente montre l'existence d'un maximum correspondant à la rupture de la première interface cohésive. L'idée est alors de récupérer ce maximum pour différentes sollicitations dans le but d'établir un critère du première endommagement à l'échelle microscopique.

4.5.1 Mise en place de l'étude

La localisation du premier endommagement est très dépendante de la distribution des fibres au sein de la cellule. Afin de prendre en compte cet aspect, les sollicitations sont appliquées sur trois distributions aléatoires de fibres. Ces trois maillages sont présentés dans la figure 4.34.

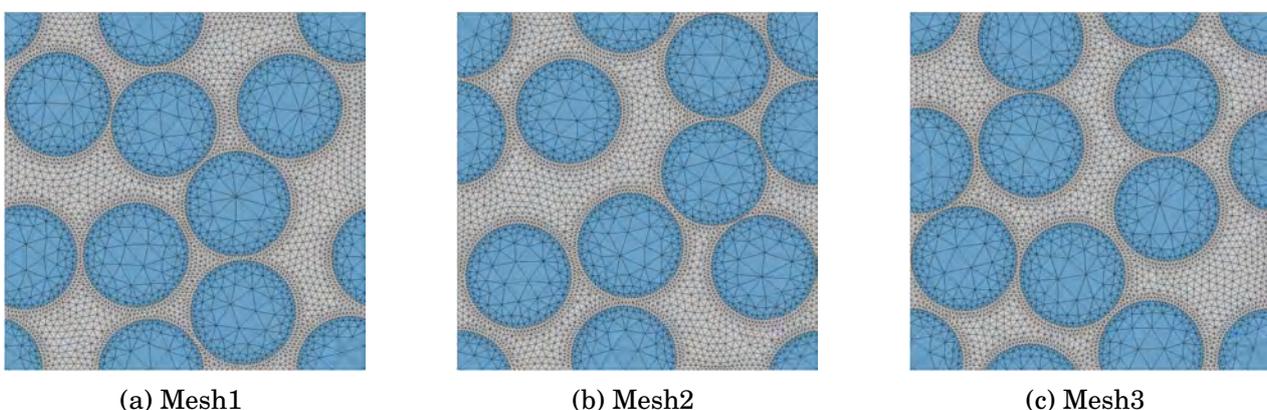


FIGURE 4.34 – Maillages utilisés pour la détermination du critère de première endommagement

Dans le but de simplifier la campagne de simulations, seulement deux sollicitations sont ap-

pliquées à la cellule pour chaque calcul telles qu'une traction selon une direction avec un cisaillement ou une traction dans un direction avec une compression dans un autre sens. La figure 4.35 illustre quelques unes de ces sollicitations dans différents plans de l'espace des contraintes. Dans la majorité des cas, le premier endommagement provoque une rupture de pente de la courbe de comportement moyen dans les deux directions de sollicitation au même moment (cf. Fig. 4.35a et Fig. 4.35b). Les contraintes récupérées sont alors les maximums des deux courbes. Cependant, comme c'est le cas pour une sollicitation de traction et compression (cf. Fig. 4.35c), certains cas ne présentent pas de rupture franche de la courbe moyenne. Les contraintes récupérées sont alors le maximum de la courbe présentant une rupture de pente et la contrainte dans la seconde direction au même temps. Les figures 4.35d, 4.35e et 4.35f représentent la déformation plastique cumulée aux instants symbolisés par une étoile verte sur les courbes des figures 4.35a, 4.35b et 4.35c. Sur ces images, les éléments cohésifs rompus sont représentés en rose. Le déplacement des nœuds est amplifié d'un facteur 10 afin de faciliter la visualisation. On peut remarquer qu'à ces instants, une seule interface cohésive est rompue et il a pu être observé que le chemin de percolation se développait à partir de cette rupture (cf. Fig. 4.20). Cette rupture de pente représente donc bien le premier endommagement menant à la rupture à l'échelle supérieure.

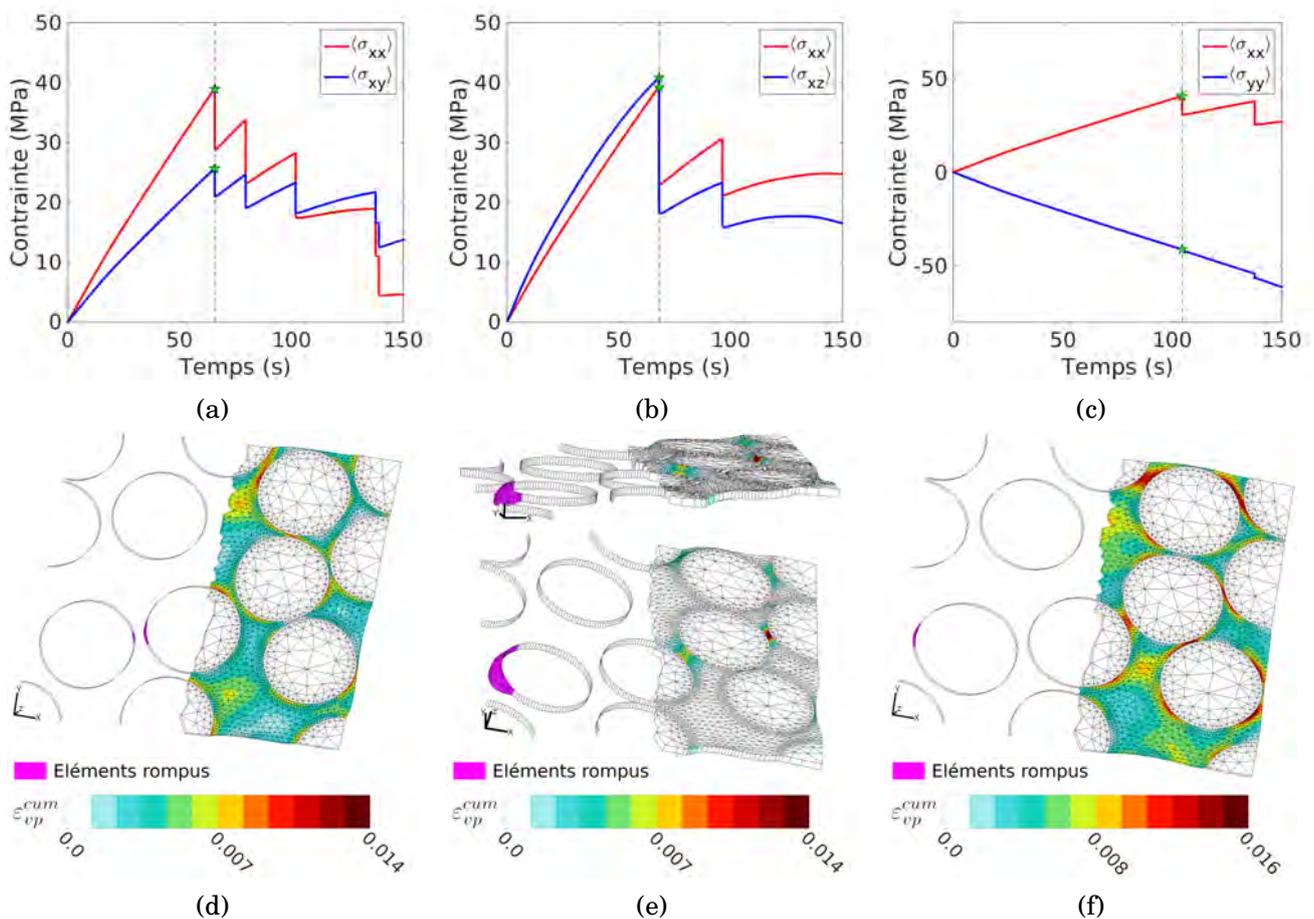


FIGURE 4.35 – Exemple de sollicitations bi-axiales. (a) et (d) : Traction selon x et cisaillement transverse (x,y); (b) et (e) : Traction selon x et cisaillement axial (x,z); (c) et (f) : Traction selon x et compression selon y. Les courbes (a), (b) et (c) représentent les courbes de comportement moyen. Les étoiles vertes sur ces courbes représentent les valeurs de contrainte récupérées. Les images (d), (e) et (f) représentent la déformation plastique cumulée au maximum de la contrainte (aux étoiles vertes) avec en rose les éléments cohésifs rompus. Sur les trois dernières images, le déplacement des nœuds est amplifié d'un facteur 10 afin de faciliter la visualisation.

Comme expliqué précédemment, les sollicitations sont appliquées par un pilotage des nœuds maîtres en déplacement. Afin de pouvoir se déplacer dans l'espace des contraintes, la vitesse de la sollicitation dans la seconde direction varie par rapport à la vitesse de sollicitation dans le di-

rection principale. La figure 4.36 montre l'influence de la loi de comportement de la matrice sur la courbe de comportement moyen pour deux sollicitations différentes : en bitraction transverse et en cisaillement pur. On peut remarquer que pour ces deux sollicitations la vitesse de déformation n'a que très peu d'impact sur le comportement moyen, inférieur à 0.1% en bitraction et inférieur à 5% en cisaillement transverse pur pour la contrainte maximale. De plus, l'utilisation d'une cellule aléatoire à 16 fibres ne changent pas beaucoup le comportement moyen, 2% pour le cas de la bitraction et 4.5% dans le cas du cisaillement transverse. En revanche, l'utilisation d'une loi élastique à la place d'une loi viscoplastique change la courbe de comportement moyen dans le cas du cisaillement aussi bien du point de vue de la tendance de la courbe que du maximum de contrainte avec une différence de 17%. Cela montre l'importance d'une loi viscoplastique lors de la détermination des premières stades de l'endommagement.

Ces résultats montrent que, à priori, l'utilisation d'une cellule à 9 fibres seulement et d'une variation de la vitesse de sollicitation pour évoluer dans l'espace des contraintes permet de déterminer une enveloppe d'apparition des premiers endommagements.

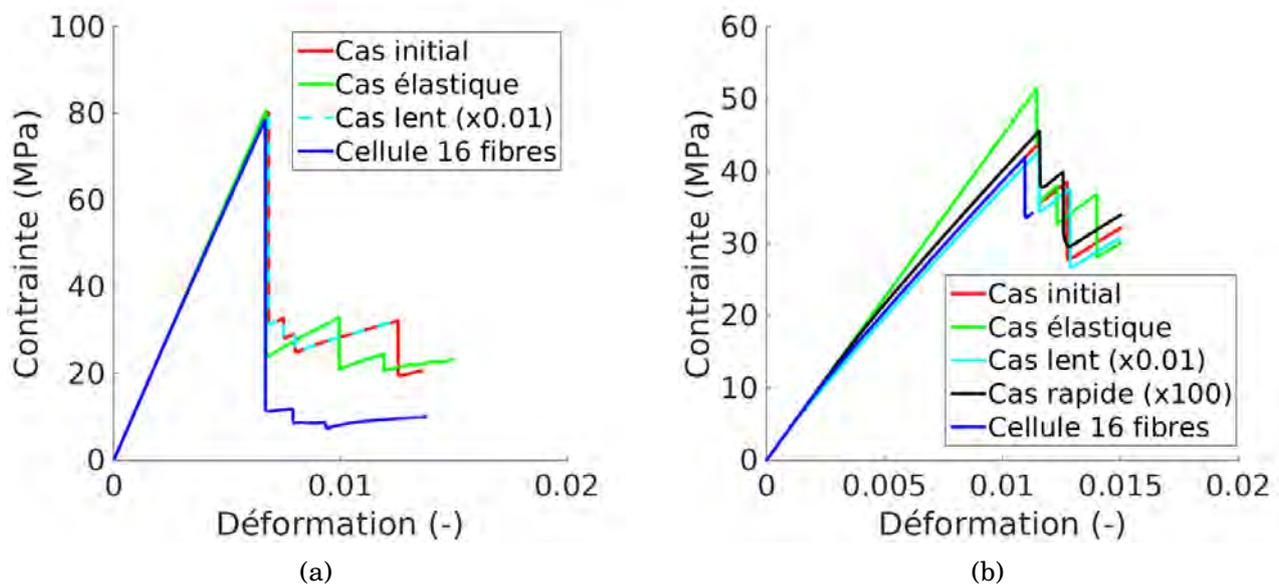


FIGURE 4.36 – Influence de la loi de comportement de la matrice, de la vitesse de déformation et du nombre de fibres pour deux sollicitations : (a) bitraction transverse et (b) cisaillement transverse pur.

4.5.2 Détermination d'une enveloppe d'apparition du premier endommagement

Sur le principe développé dans la section précédente, les cellules ont été soumises à des sollicitations dans différents plans de l'espace des contraintes avec et sans contraintes résiduelles d'origine thermique. Les résultats sont présentés sur la figure 4.37. On peut remarquer sur ces figures que lorsque l'interface rompt dans la direction normale, la prise en compte des contraintes résiduelles augmente la contrainte maximale des courbes de comportement moyen. En revanche, lorsque la rupture de l'interface cohésive se fait dans la direction tangente comme c'est le cas lors d'une sollicitation en cisaillement axial (cf Fig.4.37c), aucune différence n'est observée.

L'autre observation qui peut être faite à partir de la figure 4.37 est que même si la distribution des fibres a un impact sur la localisation du premier endommagement, elle en a très peu sur la contrainte maximale du comportement moyen. En effet, quelque soit la sollicitation, la contrainte relevée est similaire pour les 3 maillages utilisés. Cela renforce l'hypothèse qu'une cellule à 9 fibres est suffisante pour la détermination du premier endommagement.

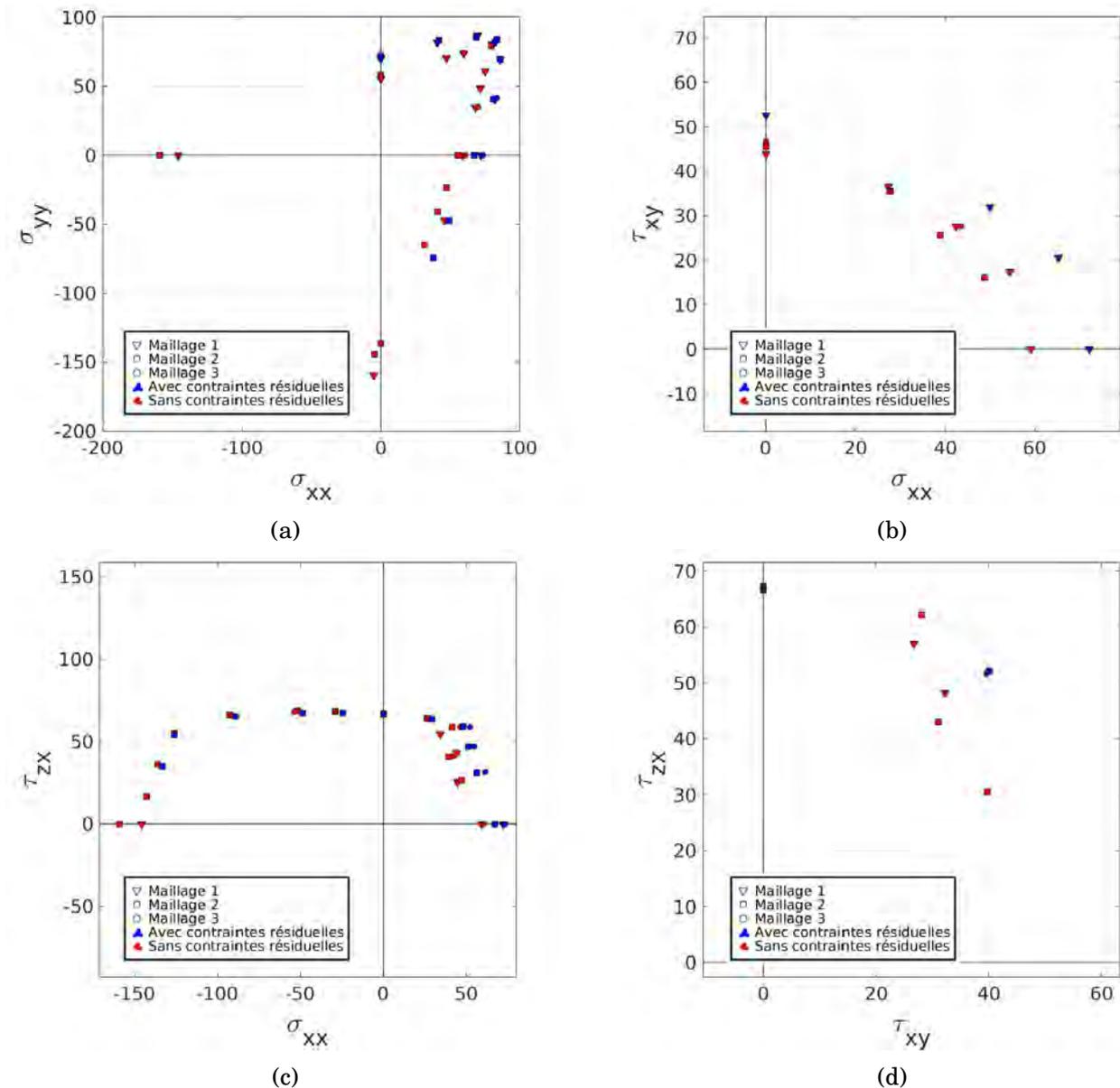


FIGURE 4.37 – Contraintes correspondant aux premiers endommagements au sein de la cellule microscopique extraites des simulations pour différentes sollicitations dans plusieurs plans de l'espace des contraintes.

4.5.3 Détermination d'un critère analytique

À partir des points récupérés dans la section précédente, il est possible de venir définir une enveloppe analytique. À cette échelle, la cellule peut être considérée comme un élément d'un pli unidirectionnel. Sous cette considération, il est possible de se baser sur des critères de rupture du pli. De nombreux critères existent pour cela dans la littérature et ont été mis en évidence par le WWFE (World Wild Failure Exercise) [Soden et al., 1998]. Les trois meilleures approches à l'échelle mesoscopique (l'échelle du pli dans le cas des stratifiés du WWFE), qui sont aussi les meilleurs approches du WWFE, sont Zinoviev [Zinoviev et al., 2002], Puck [Puck and Schürmann, 2002] et Tsai [Kuraishi et al., 2004]. Ces approches arrivent à prédire une rupture à moins de 50% d'erreur dans plus de 75% des 125 comparaisons essais/calculs en termes de contrainte à rupture d'un pli ou de contrainte et de déformation de la première rupture de pli dans un stratifié. Le choix fait dans cette thèse est d'utiliser le critère de rupture développé au sein de l'Onera. Celui-ci se base sur le critère de Puck [Puck and Schürmann, 2002] avec la prise en compte des couplages entre cisaillement et chargement transverse développés dans les travaux

TABLE 4.5 – Valeur du critère développé par F. Laurin pour un composite stratifié Eglass/LY556. [Laurin, 2005]

	Y_T (MPa)	Y_C (MPa)	S_{LT} (MPa)
Valeur critère F. Laurin	40 ± 8	-135 ± 27	61 ± 12.25

de Laurin [Laurin, 2005]. Il a ensuite été réécrit afin de prendre en compte l'isotropie transverse du matériau.

Ce critère étant basé sur le critère de Puck, les mêmes paramètres sont utilisés et ceux qui nous intéressent sont les suivants :

Y_T Résistance à la traction transverse

Y_{TT} Résistance à la traction équi-biaxiale transverse

S_{LT} Résistance au cisaillement axial

Y_C Résistance à la compression transverse

p_{TT}^+ Coefficients d'influence de la traction transverse sur les résistances en cisaillement

p_{TT}^- Coefficients d'influence de la compression transverse sur les résistances en cisaillement

Le tableau 4.5 présente les valeurs obtenues par Laurin pour un critère similaire lors de travaux effectués sur un matériau en verre/époxy (Eglass/LY556).

Dans le cadre de cette étude, les paramètres élastiques utilisés pour le critère sont les propriétés élastiques de la cellule homogénéisée par éléments finis. Les direction x et y représentent le plan transverse et la direction z la direction longitudinale. Dans la partie traction-traction du plan $\sigma_{xx}-\sigma_{yy}$, le critère est décrit par deux droites linéaires. Les coefficients Y_T et Y_{TT} peuvent être identifiés par régression linéaire en séparant les simulations sans les contraintes résiduelles et celles avec. Contrairement au critère de Puck, on a dans ce critère $Y_{TT} > Y_T$ permettant de prendre en compte l'influence du chargement biaxial. Le coefficient Y_C est calculé en prenant la moyenne des contraintes obtenues par les simulations de compression uni-axiale transverse.

Les paramètres p_{TT}^+ et p_{TT}^- correspondent aux pentes à $\sigma_{xx} = 0$ de l'enveloppe de rupture dans le plan $\sigma_{xx}-\tau_{xy}$ pour $\sigma_{xx} > 0$ et $\sigma_{xx} < 0$ respectivement [Puck and Schürmann, 1998]. Selon Puck *et al.*, ces deux paramètres doivent être égaux et les valeurs comprises entre 0.25 et 0.3. Ils peuvent être identifiés par minimisation de l'écart entre l'enveloppe de rupture de Puck et les valeurs de contraintes récupérées lors des simulations.

Enfin, en ce qui concerne le coefficient S_{LT} , il pourrait aussi être calculé en prenant la moyenne des contraintes obtenues par les simulations de cisaillement axial. Cependant, comme le montre la figure 4.37c, on peut remarquer que la contrainte à rupture en cisaillement axial n'est pas influencée par la compression transverse ce qui n'est pas prévu par le critère. En effet, ce dernier prévoit une augmentation de la contrainte due à un renforcement de l'interface en cisaillement axiale à cause de la compression transverse. Ce renforcement n'étant pas pris en compte dans la loi cohésive, il est normal de ne pas voir apparaître cette effet. L'observation de l'interface cohésive qui rompt lors de la simulation de cisaillement montre un état local en compression avant endommagement. Par conséquent, l'utilisation des contraintes récupérées lors des simulations de cisaillement axial pour la détermination du paramètre S_{LT} ne permettrait pas de représenter correctement les autres points de la courbe. Pour cette raison, le paramètre S_{LT} est déterminé en minimisant l'écart entre l'enveloppe de rupture dans le plan $\sigma_{xx}-\tau_{zx}$ et les points expérimentaux du quadrant positif-positif. Pour cela, chaque point objectif (les valeurs des contraintes récupérés des cellules microscopiques) est projeté orthogonalement sur le critère comme montrée sur la figure 4.39. La norme de la distance entre les points objectifs et le critère sert de fonction à minimiser.

Les paramètres ainsi déterminés sont présentés dans le tableau 4.6 pour le cas sans les contraintes résiduelles et le cas avec les contraintes résiduelles. Le critère ainsi défini peut être utilisé dans un toron de fibres ou dans un pli unidirectionnel pour déterminer la localisation du premier endommagement. On peut remarquer que les valeurs des paramètres pour le cas avec les contraintes résiduelles sont supérieures à celles du cas sans les contraintes résiduelles. Cela est dû à un état de compression au niveau des interfaces à cause des contraintes résiduelles. Dans le cas où les contraintes ne peuvent être modélisées ou identifiées correctement, l'utilisation d'une modélisation sans la prise en compte des contraintes résiduelles permet de rester conservatif dans la détection des premiers stades de l'endommagement. Par ailleurs, on peut remarquer que les valeurs obtenues sont du même ordre de grandeur que celles déterminées par Laurin (cf. Tab. 4.5). Les valeurs supérieures obtenues dans cette étude peuvent s'expliquer par l'utilisation de fibres de carbone qui possèdent une meilleure tenue à l'interface que les fibres de verre. Ces observations sont encourageantes pour la détermination de propriétés mésoscopique issues de l'échelle microscopique et ainsi obtenir des modèles plus physiques prenant en compte les premiers stades de l'endommagement.

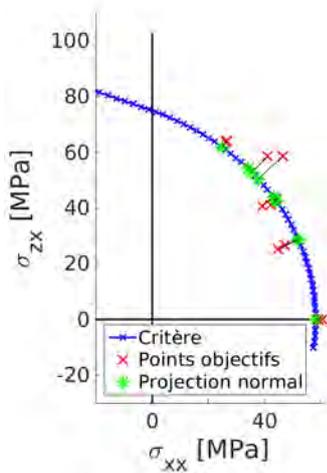


FIGURE 4.38 – Projection orthogonale des points objectifs (les valeurs des contraintes récupérées depuis les cellules microscopiques) sur la courbe du critère.

	Y_T (MPa)	Y_{TT} (MPa)	Y_C (MPa)	S_{LT} (MPa)	p_{TT}^+ (-)	p_{TT}^- (-)
Sans contraintes résiduelles	58.24	80.11	-146.97	86.80	0.3	0.3
Avec contraintes résiduelles	71.58	92.39	-156.53	84.23	0.3	0.3

TABLE 4.6 – Valeurs des paramètres du critère de Puck

La comparaison entre les valeurs numériques et le critère analytique est présentée sur la figure 4.39 pour le cas sans contraintes résiduelles et le cas avec. On peut remarquer une très bonne correspondance entre les points et le critère à l'exception de deux régions. La première correspond à la partie en bi-traction avec contrainte résiduelles. En effet, comme le montre la figure 4.37a, la prise en compte des contraintes résiduelles provoque un arrondissement de l'enveloppe. Cet arrondissement ne peut être modélisé avec le critère proposé qui suppose des frontières droites dans cette région. La deuxième région concerne le plan $\sigma_{xx} - \tau_{zx}$ lorsque $\sigma_{xx} < 0$. En effet, comme mentionné précédemment, la modélisation de l'interface par le modèle de zone cohésive utilisé ne prend pas en compte le renforcement de l'interface en cisaillement lorsqu'elle est mise en compression. Ce problème de modélisation se visualise bien sur les images 4.39b et 4.39d. Il pourrait être résolu en introduisant dans la loi de comportement de l'interface (eq. 4.31) une dépendance à la compression normale. Dans sa plus simple forme, cette dépendance pourrait s'écrire de cette façon :

$$T_T = \alpha \cdot \frac{\sigma_{max} (1 - \beta \cdot u_n)}{u_{0T}} \cdot u_T (1 - \lambda_{max}) \quad (4.43)$$

où β représente un facteur de proportionnalité et les symboles $\langle \cdot \rangle_-$ représentent la partie négative du déplacement normal.

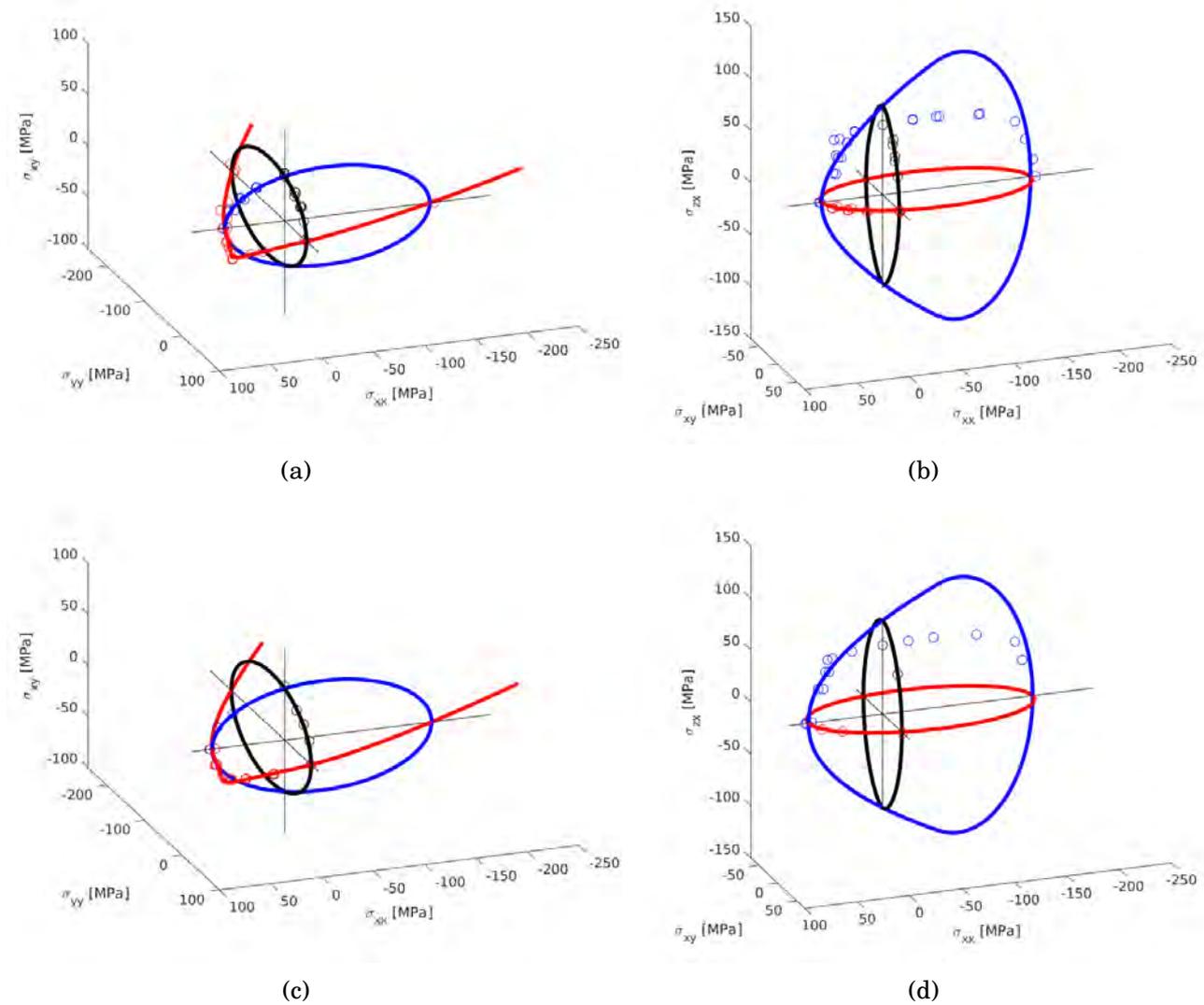


FIGURE 4.39 – Enveloppe de rupture par le critère de Puck. (a) et (b) sans contraintes résiduelles, (c) et (d) avec contraintes résiduelles.

4.6 Conclusion

Ce chapitre a présenté la mise en place de la modélisation des premiers stades de l'endommagement à l'échelle microscopique. La modélisation du comportement de la matrice a tout d'abord été effectuée. Il a été montré que l'utilisation du modèle de Ames et Anand [Ames et al., 2009] permettait de bien représenter le comportement viscoplastique de la matrice RTM-6. Cette modélisation a ensuite été identifiée sur des courbes expérimentales de compression sur plot. Un très bon accord a été trouvé entre le modèle et l'expérience avec la prise en compte de la dépendance à la vitesse de sollicitation et à la température dans le modèle.

Le comportement viscoplastique de la matrice a pu ensuite être inséré dans une Cellule Élémentaire Représentative (CER). Cette cellule a été générée de deux manières différentes. La

première méthode se base sur une répartition aléatoire et périodique des fibres pour un volume et une concentration volumique en fibres donnés. La seconde méthode se sert des images acquises par le Microscope Électronique à Balayage (MEB) pour déterminer les centres et les rayons des fibres et ainsi remonter à la distribution réelle du matériau.

Les décohésions fibres/matrice, observées comme étant les premiers endommagements au sein du composite à l'échelle microscopique (cf. chapitre 3), ont alors pu être prises en compte dans la CER. Pour cela, elles ont été modélisées par des éléments cohésifs à l'interface fibre/matrice avec une loi de comportement bi-linéaire. Il a ainsi pu être montré que de nombreuses valeurs trouvées dans la littérature concernant la contrainte maximale à ouverture ou le taux de restitution d'énergie, sont incompatibles avec les observations expérimentales en terme d'ouverture à rupture de l'interface. Par ailleurs, les propriétés compatibles avec les observations expérimentales provoquent des instabilités dans le calcul entraînant une divergence de l'algorithme de Newton-Raphson. Pour pallier cette difficulté, une régularisation visqueuse, ou effet retard, a été introduite dans la loi de comportement cohésive. Cette régularisation permet de limiter la vitesse de l'endommagement de l'interface et ainsi passer outre l'instabilité. Cette régularisation permet de faire converger l'ensemble des jeux de propriétés. Cependant, l'utilisation de cette régularisation a pour conséquence une augmentation de l'énergie dissipée dans la cellule. D'autres méthodes (variation de la taille des éléments, vérification de la matrice tangente, calcul en dynamique,...) ont été testées mais sans amélioration sur la convergence du calcul. Par ailleurs, ce chapitre a aussi mis en évidence que l'utilisation d'une pente supérieure à $10^9 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{-1}$ pour le modèle cohésif était nécessaire pour ne pas assouplir la cellule ou changer les valeurs des propriétés élastiques homogènes. Enfin, l'analyse des champs d'endommagement au sein des cellules a montré que les intervalles pertinents au niveau des paramètres des zones cohésives pour représenter les observations expérimentales étaient une contrainte maximale comprise entre 60 et 100 MPa et un taux d'énergie critique libérée compris entre 2 et 4 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$. Pour permettre l'analyse des autres paramètres, il a été choisi dans ces intervalles une contraintes maximale de 90 MPa proche de celle mesurée par [Zhandarov and Mäder, 2005] et un taux d'énergie critique libérée de 2 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ afin de limiter la taille de l'ouverture de l'interface avant rupture des éléments cohésifs. Cette modélisation a été appliquée à une cellule à 9 fibres et à distribution aléatoire. Cette étude a montré que la contrainte maximale moyenne était indépendante de la distribution des fibres au sein de la cellule et ne changeait que très peu avec un cellule à 16 fibres. Ce maximum correspond à la rupture de la première interface cohésive. Au vu des observations, la cellule à 9 fibres semble permettre de déterminer la création du premier endommagement. Cependant, l'analyse de la cellule au niveau du taux de restitution d'énergie n'a pas été effectuée par manque de temps. Il faudrait, pour valider complètement la représentativité de la cellule, évaluer l'énergie restituée pour différentes distributions de fibres et pour des cellules avec plus de fibres.

La rupture des bandes de matrice qui suit la création des décohésions a été modélisée par un critère en déformation plastique principale maximale qui vient stopper l'intégration des éléments considérés comme rompus. Cette modélisation permet la rupture complète de la cellule après la création d'un chemin de percolation. Plusieurs valeurs de rupture ont été testées à partir de 50% de déformation plastique, valeur correspondant aux tests effectués sur des fibres de résine par Hobbiebrunken [Hobbiebrunken et al., 2007]. Il a été montré que la valeur du critère avait une influence sur la densité d'énergie libérée dans la cellule. Cependant, aucun lien n'a pu être établi entre un taux critique d'énergie libérée dans la cellule pour sa rupture complète et le taux d'énergie critique libérée pour la création d'une fissure transverse à l'échelle mésoscopique. En effet, ce dernier est d'environ 200 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ alors que les valeurs trouvées dans cette étude sont autour des 30 $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$. Cette différence pourrait venir de la zone d'influence de la fissure qui serait supérieure à la taille de la cellule ou du *fibres-bridging*. De plus, un des problèmes inhérent à la modélisation est la périodicité imposée de la fissure. En effet, les conditions limites périodiques imposent que la fissure traverse la cellule avec le même point d'entrée et de sortie ce qui n'est pas représentatif de la réalité. Ce point pourrait être abordé en prenant une cellule suffisamment grande pour que les conditions aux bords n'influent que très peu le chemin de percolation.

Cependant, une telle cellule demanderait un temps de calcul trop important, la cellule à 9 fibre prenant déjà parfois plusieurs jours pour arriver jusqu'à rupture complète.

Une prise en compte des contraintes résiduelles dues à la création du matériau a été effectuée et ajoutée à cette modélisation. Seules les contraintes résiduelles thermiques sont prises en compte, *i.e.*, celles causées par la grande différence entre les coefficients de dilatation thermique des deux constituants durant le refroidissement du matériau. Pour cela, la cellule subit un différentiel de température et les contraintes créées servent ensuite d'état de départ aux sollicitations mécaniques. La comparaison des contraintes créées avec une loi élastique et la loi viscoplastique montre qu'il faut un différentiel de 134 degrés avec la loi élastique pour obtenir un état de contrainte similaire à un refroidissement de 160 degrés avec la loi viscoplastique. Cependant, on peut observer des différences importantes entre les deux champs dans les zones faibles en matrice là où se propagent les décohésions. L'utilisation d'une loi viscoplastique est donc nécessaire pour bien représenter les contraintes résiduelles. De plus, il a pu être montré que le temps de refroidissement et le temps de repos avaient peu d'influence sur les contraintes résiduelles créées. Enfin, la prise en compte des contraintes résiduelles dans le calcul mécanique vient augmenter la contrainte maximale du comportement moyen ce qui a une influence sur la création de l'endommagement au sein du toron et la percolation des décohésions. Cela est dû à un état de compression au niveau des interfaces et cela montre qu'il est nécessaire de prendre en compte les contraintes résiduelles dans la modélisation de l'endommagement. Pour autant, un modèle qui ne les prendrait pas en compte, parce qu'elles restent difficiles à évaluer, resterait conservatif pour des chargements dans le plan transverse du point de vue de la création de l'endommagement. Pour adresser cette difficulté de mesure *in situ* des contraintes résiduelles, un essai a été proposé dans cette étude. Il se base sur la mesure du champ de déplacement par CIN entre un état sain et un état entaillé. Les déplacements mesurés seraient dus aux contraintes résiduelles et permettraient de remonter à ces dernières. La simulation de cet essai a montré que les contraintes résiduelles simulées numériquement par refroidissement provoquent une ouverture de l'entaille de 15 nanomètres, distance qui peut être mesurée par corrélation lors d'une visualisation en MEB. Cet essai semble donc prometteur pour valider la modélisation des contraintes résiduelles à l'échelle microscopique.

La volonté a ensuite été de comparer cette modélisation numérique aux champs de déplacement mesurés expérimentalement. Pour cela, une étude de l'influence de la taille de zone servant à la mesure a été réalisée. Il a été mis en avant que les bords de la ZOI influençaient la mesure sur une zone d'environ 100 pixels à partir du bord. Afin de pallier ce problème, la simulation et la comparaison se font sur une zone réduite de 100 pixels depuis les bords de la ZOI mesurée expérimentalement. La comparaison a mis en avant une différence importante au niveau de la zone où se crée la décohésion fibres/matrice. Cette différence est due à la méthode de mesure par CIN qui impose une continuité du champ de déplacement alors que ce n'est pas le cas expérimentalement (décohésion) et numériquement (zone cohésive). L'introduction dans le maillage de corrélation d'un dédoublement partiel des noeuds aux interfaces présentant un résidu mécanique élevé a été proposé. Cette modification permet de réduire la différence au niveau des interfaces en dessous des 0.3% d'erreur. Par ailleurs, pour le jeu de paramètres choisi ($\sigma_{max} = 90MPa$ et $G_c = 2J.m^{-2}$), on observe un état d'endommagement similaire aux observations expérimentales ce qui conforte l'intervalle déterminé pour les paramètres des zones cohésives. Toutefois, l'attention doit être portée sur le fait que, dans le cas considéré, les décohésions interceptaient le bord de l'image et provoquait une initiation de l'endommagement au bord de la cellule numérique. L'observation expérimentale de l'évolution de l'endommagement permettrait de déterminer plus en détail les intervalles pertinents pour les paramètres des zones cohésives, voire de les identifier numériquement. Enfin, la comparaison des champs de déplacement montre une différence à côté des interfaces cohésives, dans la matrice autour de la zone endommagée, qui est probablement due à une différence de comportement choisi. La CIN suppose en effet un comportement élastique alors que la simulation montre un champ avec une forte plastification de la matrice à cet endroit.

À partir de cette modélisation, qui, aux vues des observations expérimentales disponibles,

permet de reproduire le comportement du matériau, le but a été de faire remonter des informations à l'échelle supérieure, *i.e.*, l'échelle mésoscopique. Pour cela, trois cellules à 9 fibres ont été soumises à différentes sollicitations afin de remonter à une enveloppe de création du premier endommagement microscopique à l'échelle mésoscopique. Il a été ainsi confirmé que la distribution de fibres n'avait pas d'influence sur la détermination du premier endommagement. À partir de ces données, un critère, développé au sein de l'Onera sur la base de celui de Puck, a pu être identifié sur l'enveloppe de rupture avec une bonne correspondance à l'exception de la région en cisaillement axial. En effet, la modélisation de l'interface par un modèle de zone cohésive ne prend pas en compte le renforcement de l'interface en cisaillement lorsqu'elle est mise en compression qui n'est pas pris en compte dans le modèle de zones cohésives. Toutefois, cette amélioration peut être aisément ajoutée pour prendre en compte ce couplage. Les paramètres du critère ainsi déterminés ont été comparés à ceux obtenus expérimentalement sur d'autres composites. Les valeurs similaires des paramètres obtenus dans cette étude et ceux de la littérature permettent de confirmer la pertinence de la méthode et la possibilité d'utiliser le critère pour une modélisation à l'échelle mésoscopique. Enfin, on observe une augmentation de la taille de l'enveloppe lors de la prise en compte des contraintes résiduelles lorsque les sollicitations sont dans le plan transverse. La non prise en compte des contraintes résiduelles permet donc de rester conservatif mais ne permet pas de modéliser correctement les premiers stades de l'endommagement.

Conclusions générales

Les objectifs de ce travail de thèse sont la caractérisation et la modélisation des mécanismes de dégradation intra-toron à l'échelle microscopique afin de remonter à une prise en compte des premiers stades de l'endommagement à l'échelle mésoscopique. Ce lien physique fort semble, en effet, nécessaire pour l'application des modèles à l'échelle mésoscopique, à terme, à la simulation du comportement en fatigue des composites tissés. Ce travail a donc consisté à développer une démarche de modélisation de l'endommagement à l'échelle microscopique permettant de faire le lien avec le comportement d'un toron de fibres en termes d'initiation et propagation de l'endommagement à l'échelle mésoscopique. La démarche proposée permet, à partir de l'observation de la dégradation du matériau à l'échelle microscopique (suivi de l'endommagement sous Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et mesure des champs de déplacement par corrélation d'images numériques), de modéliser l'évolution de l'endommagement à l'échelle microscopique et de déterminer son apparition à l'échelle mésoscopique.

Cette démarche peut être divisée en 5 étapes principales, dont les résultats principaux sont rappelés ci-dessous :

- La caractérisation de la dégradation à l'échelle microscopique

L'état de l'art concernant la caractérisation de l'endommagement des matériaux composites tissés à l'échelle microscopique présenté au chapitre 1 a mis en avant l'existence d'une séquence de dégradation spécifique aux composites à fibres longues. Cette séquence commence par la décohésion fibres/matrice à de nombreux endroits dans le toron. Ces décohésions percolent ensuite en un chemin préférentiel provoquant l'étirement des bandes de matrice entre les fibres. Enfin, la rupture de ces bandes de matrice provoque la rupture transverse du toron à l'échelle mésoscopique. Les essais de traction incrémentale effectués *in-situ* au MEB ont permis de caractériser ces différentes étapes. Cependant, la forte influence de l'architecture, des effets de bord (observation réalisées sur tranche) et des défauts sur la fissuration des torons n'a pas permis de visualiser la percolation des décohésions avec la résolution maximale que permettait les outils.

- La mesure de champ à partir des micrographies du MEB

La seconde étape de l'approche proposée a consisté à mesurer des champs de déplacement à la surface du matériau à partir des images acquises durant les essais *in-situ* au MEB. Il a été pour cela nécessaire d'adapter une méthode de Corrélation d'Images Numériques à approche globale (CIN globale) avec régularisation mécanique à l'étude des matériaux hétérogènes. Un aspect primordial a été la prise en compte de la microstructure réelle du composite. Cela a été assuré dans ce travail par (i) un maillage prenant en compte la microstructure et (ii) une séparation des propriétés élastiques des constituants dans le processus de régularisation mécanique. La création de ce maillage s'est révélée très importante dans l'optique de comparer les mesures expérimentales et les simulations numériques. Par ailleurs, afin d'aider le processus de corrélation, un procédé de création de mouchetis à l'échelle microscopique par dépôt de particules nanométriques a été mis en place et optimisé pour les essais expérimentaux. Ces adaptations ont permis d'améliorer la précision de la mesure, de détecter l'apparition des décohésions à l'interface fibres/matrice et de mesurer les champs de déplacement entre les fibres.

- La modélisation de l'endommagement microscopique

L'utilisation d'éléments cohésifs sur l'ensemble des interfaces fibres/matrice a permis une bonne modélisation des premiers endommagements. Des intervalles de valeurs physiquement admissibles pour les paramètres de la loi cohésive ont pu être déterminés à partir des observations expérimentales. De la même façon, un intervalle de valeur a pu être déterminé pour le critère de rupture des bandes de matrice et permettre ainsi la modélisation de la rupture totale de la cellule. Les simulations effectuées ont montré que la cellule à neuf fibres distribuées aléatoirement est suffisamment représentative de la microstructure pour modéliser les premiers stades de l'endommagement. Par ailleurs, il a été montré que la prise en compte des contraintes résiduelles influence sensiblement la contrainte maximale du comportement moyen de la cellule. Pour les conditions limites et chargement thermique appliqué, cela s'est traduit par une augmentation de ces contraintes. Leur prise en compte est donc nécessaire pour bien modéliser les premiers stades de l'endommagement à l'échelle microscopique en termes de localisation et chemin de percolation. Cependant, pour les conditions utilisées, il semble conservatif de ne pas les prendre en compte.

- La comparaison du modèle avec les observations expérimentales

La comparaison entre la modélisation numérique et les mesures expérimentales a pu être facilement effectuée grâce à l'utilisation de la même base cinématique. Cependant, la comparaison ne peut se faire que sur une zone réduite d'une centaine de pixels par rapport à la zone mesurée car les bords du maillage influencent la mesure. Les résultats ont montré que la prise en compte de l'endommagement dans la mesure du champ de déplacement par CIN était nécessaire pour comparer correctement les champs. Les essais n'ayant pas permis la visualisation de l'évolution de la dégradation des interfaces, la comparaison a été essentiellement qualitative. En revanche, les paramètres utilisés pour le modèle, pris parmi les intervalles de valeurs admissibles précédemment déterminés, ont montré un bon accord entre les simulations et les mesures. L'obtention d'une visualisation de la progression de l'endommagement permettrait très certainement d'identifier de manière inverse les propriétés des interfaces fibres/matrice.

- Le transfert d'information de l'échelle microscopique à l'échelle mésoscopique

L'étude du comportement moyen du modèle développé a montré l'existence d'un maximum correspondant à l'apparition du premier endommagement au sein de la cellule. La récupération de ce maximum en fonction de la sollicitation permet de faire remonter des informations à l'échelle supérieure. L'application de diverses sollicitations sur la cellule a permis de définir une enveloppe d'apparition des premiers endommagements. Un critère analytique a ensuite pu être identifié sur les points de l'enveloppe. Un bon accord a été trouvé entre les deux à l'exception de la zone couplant compression transverse et cisaillement axial. En effet, le critère analytique considère un durcissement de l'interface en cisaillement axial lorsque cette dernière est en compression. Or ce phénomène n'est pas pris en compte dans la loi de comportement des éléments cohésifs. La proximité entre les valeurs identifiées pour les paramètres du critère et les valeurs obtenues expérimentalement dans d'autres études confirme la pertinence de l'étude et la possibilité d'identifier numériquement des propriétés des matériaux.

Le modèle développé permet de prédire l'apparition des premiers stade de l'endommagement à l'échelle mésoscopique. L'approche proposée pourrait alors être utilisée afin d'alimenter un modèle de comportement mésoscopique. Une seconde application de l'approche proposée concerne la conception de structures en matériaux composites. La prévision des premiers stades de l'endommagement pourrait être menée pour un ensemble donné d'architectures et de constituants afin d'optimiser les structures sous des sollicitations cyclique en fatigue. La principale limite actuelle de l'approche reste l'observation de la propagation de l'endommagement et les temps de calcul relativement long.

Perspectives

L'approche proposée dans ce travail de thèse permet de modéliser les premiers stades de l'endommagement observés expérimentalement à l'échelle microscopique dans un composite à fibre longue. À partir de la caractérisation expérimentale de l'endommagement à l'échelle microscopique jusqu'à la définition d'un critère d'apparition du premier endommagement à l'échelle mésoscopique, certains aspects n'ont pas été pris en compte et des hypothèses ont été formulées afin de faciliter l'analyse. Des pistes d'amélioration de l'approche actuelle sont donc envisageables.

- A court terme :

Les essais n'ayant pas permis d'observer la percolation des décohésions, une première perspective est l'amélioration de l'essai lui-même. Les observations faites au chapitre 3 ont montré que la résolution des images acquises et les paliers choisis permettaient de bien cibler la dégradation du matériau. L'amélioration de l'observation à l'échelle microscopique doit se faire sur la zone d'intérêt à visualiser. Pour cela, une première solution serait d'augmenter la taille de la zone observée. Cependant, cela augmenterait le temps d'acquisition des images d'un palier. Pour pallier ce problème, un projet est actuellement en cours pour essayer d'automatiser et de piloter par la même interface la platine et l'acquisition des images. Il serait ainsi possible de poursuivre l'essai durant la nuit et de multiplier par deux ou trois la taille de la surface observée. Une deuxième solution consisterait à investir dans une nouvelle machine de traction avec une capacité de traction supérieure. La surface observée resterait la même mais la charge plus importante permettrait de créer des fissures dans tous les torons comme observé lors des tests de traction à l'échelle macroscopique. Cette solution permettrait, de plus, de ne plus avoir à réduire l'épaisseur de l'éprouvette et d'être plus représentatif du matériau.

L'amélioration de l'essai de caractérisation permettrait alors d'identifier par méthode inverse les propriétés de l'interface fibres/matrice. Pour cela, la prise en compte de l'influence de la compression sur la résistance en cisaillement de l'interface devra être ajoutée dans la loi cohésive. Une solution simple a d'ailleurs été proposée à cet effet. Cela permettrait par la même occasion d'obtenir un meilleur accord entre l'enveloppe d'apparition du premier endommagement et le critère analytique. Le critère de rupture des bandes de matrices devra aussi être validé et amélioré si nécessaire bien qu'il joue peu sur l'identification du critère de rupture. Un autre point important dans la modélisation actuelle concerne la validation des contraintes résiduelles utilisées pour initialiser le calcul mécanique. Pour cela, la réalisation de l'essai proposé et simulé dans le chapitre 4 sur l'insertion d'une entaille par FIB permettrait la mesure inverse des contraintes résiduelles à la surface du matériau. Les FIB étant majoritairement couplés avec un MEB au sein d'une même chambre, tout l'essai pourrait se réaliser sans avoir à manipuler l'éprouvette. Il sera toutefois nécessaire de pouvoir estimer le temps à attendre pour prendre en compte la relaxation de la matrice après la création de l'entaille de la surface.

Ensuite, afin de valider complètement le modèle avec les propriétés identifiées, il serait dans un premier temps intéressant d'observer d'autres zones, telles que les zones de contacts entre torons, dans le but de prendre en compte l'influence de l'architecture sur le comportement du toron à l'échelle microscopique. Cela permettrait de modéliser la progression de la fissuration transverse en un délaminage inter-toron qui se propage, là aussi, par une percolation des décohésions

fibres/matrice, comme observé au chapitre 3. Dans un deuxième temps, il serait intéressant de soumettre les éprouvettes à d'autres types de sollicitations qui peuvent être appliquées avec la platine actuelle telles que de la compression ou de la flexion 3 points afin de valider le modèle pour différents scénarios d'endommagement.

Enfin, dans une perspective d'industrialisation, les temps de calcul devront être réduits. Pour cela, de nombreux travaux concernant la décomposition de domaine en prenant en compte à la fois les comportements non-linéaires des matériaux et des interfaces cohésives sont actuellement en cours de développement. Ces travaux permettraient, en outre, de pouvoir effectuer les modélisations sur des cellules plus grandes et ainsi diminuer l'influence des bords sur l'endommagement. En effet, les conditions périodiques appliquées sur la cellule imposent que le chemin de percolation entre et sorte au même endroit, ce qui n'est pas représentatif de la réalité.

- A long terme :

Une fois toute la modélisation à l'échelle microscopique validée et un critère d'apparition du premier endommagement déterminé, il sera intéressant d'introduire le critère dans une modélisation mésoscopique de l'architecture du matériau. La localisation des premiers endommagements, se poursuivant normalement par la rupture transverse des torons, pourra être comparée dans un premier temps à d'autres approches de la prévision de l'endommagement mésoscopique telle qu'un critère d'initiation de la rupture couplé en contrainte et énergie [Doitrand, 2016]. Dans un deuxième temps, il serait intéressant de comparer la prédiction de l'apparition des premiers endommagements avec des essais expérimentaux sous tomographe. Pour cela, il sera nécessaire de pouvoir modéliser correctement l'architecture du matériau en s'appuyant sur des images tomographiques ou directement à partir des images tomographiques.

L'obtention de volumes élémentaires représentatifs de l'échelle mésoscopique [Lomov et al., 2011] permettrait ensuite l'étude de structures sous des sollicitations en fatigue en prenant en compte les premiers endommagements microscopiques apparaissant au sein du matériau. Les résultats obtenus serviraient à prendre en compte l'influence des constituants et de l'architecture dans la conception de pièces aéronautiques.

Bibliographie

- [Ageorges et al., 1999] Ageorges, C., Friedrich, K., Schüller, T., and Lauke, B. (1999). Single-fibre broutman test : fibre–matrix interface transverse debonding. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 30(12) :1423–1434.
- [Aldridge et al., 2014] Aldridge, M., Waas, A., and Kieffer, J. (2014). Spatially resolved, in situ elastic modulus of thermoset polymer amidst carbon fibers in a polymer matrix composite. *Composites Science and Technology*, 98 :22–27.
- [Alfano and Crisfield, 2001] Alfano, G. and Crisfield, M. (2001). Finite element interface models for the delamination analysis of laminated composites : mechanical and computational issues. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 50(7) :1701–1736.
- [Ames et al., 2009] Ames, N. M., Srivastava, V., Chester, S. A., and Anand, L. (2009). A thermo-mechanically coupled theory for large deformations of amorphous polymers. Part II : Applications. *International Journal of Plasticity*, 25(8) :1495–1539.
- [Amin et al., 2002] Amin, A., Alam, M., and Okui, Y. (2002). An improved hyperelasticity relation in modeling viscoelasticity response of natural and high damping rubbers in compression : experiments, parameter identification and numerical verification. *Mechanics of Materials*, 34(2) :75–95.
- [Anand and Ames, 2006] Anand, L. and Ames, N. (2006). On modeling the micro-indentation response of an amorphous polymer. *International Journal of Plasticity*, 22(6) :1123–1170.
- [Anand et al., 2009] Anand, L., Ames, N. M., Srivastava, V., and Chester, S. A. (2009). A thermo-mechanically coupled theory for large deformations of amorphous polymers. Part I : Formulation. *International Journal of Plasticity*, 25(8) :1474–1494.
- [Anand and Gurtin, 2003] Anand, L. and Gurtin, M. E. (2003). A theory of amorphous solids undergoing large deformations, with application to polymeric glasses. *International Journal of Solids and Structures*, 40(6) :1465–1487.
- [Andrews and Reed, 1978] Andrews, E. H. and Reed, P. E. (1978). Molecular fracture in polymers. In *Failure in Polymers*, pages 1–66. Springer.
- [Ansar et al., 2011] Ansar, M., Xinwei, W., and Chouwei, Z. (2011). Modeling strategies of 3D woven composites : a review. *Composite Structures*, 93(8) :1947–1963.
- [Argon, 1973] Argon, A. (1973). A theory for the low-temperature plastic deformation of glassy polymers. *Philosophical Magazine*, 28(4) :839–865.
- [Argon and Bessonov, 1977] Argon, A. S. and Bessonov, M. (1977). Plastic flow in glassy polymers. *Polymer Engineering & Science*, 17(3) :174–182.
- [Arruda and Boyce, 1993] Arruda, E. M. and Boyce, M. C. (1993). A three-dimensional constitutive model for the large stretch behaviour of rubber elastic materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41 :389–412.
- [Ashby, 1989] Ashby, M. F. (1989). Overview no. 80 : On the engineering properties of materials. *Acta Metallurgica*, 37(5) :1273–1293.

- [Asp, 1998] Asp, L. (1998). The effects of moisture and temperature on the interlaminar delamination toughness of a carbon/epoxy composite. *Composites Science and Technology*, 58(6) :967–977.
- [Assarar et al., 2011] Assarar, M., Scida, D., El Mahi, A., Poilâne, C., and Ayad, R. (2011). Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials : Flax–fibres and glass–fibres. *Materials & Design*, 32(2) :788–795.
- [Barbero et al., 2005] Barbero, E., Lonetti, P., and Sikkil, K. (2005). Finite element continuum damage modeling of plain weave reinforced composites. *Composites Part B : Engineering*, 37(2-3) :137–147.
- [Barthet et al., 2014] Barthet, B., Delhomme, R., and Duvant, M. (2014). Le secteur aéronautique commercial : Les perspectives et les clés d’un marché de plus en plus concurrencé. EXEIS conseil. exeisconseil.com/optimisation-des-operations-industrielles/le-secteur-aeronautique-commercial-les-perspectives-et-les.
- [Bauwens-Crowet, 1973] Bauwens-Crowet, C. (1973). The compression yield behaviour of polymethyl methacrylate over a wide range of temperatures and strain-rates. *Journal of Materials Science*, 8 :968–979.
- [Bauwens-Crowet et al., 1969] Bauwens-Crowet, C., Bauwens, J., and Homes, G. (1969). Tensile yield-stress behavior of glassy polymers. *Journal of Polymer Science Part A-2 : Polymer Physics*, 7(4) :735–742.
- [Bauwens-Crowet and Bauwens, 1975] Bauwens-Crowet, C. and Bauwens, J. C. (1975). The mechanism of creep behaviour in glassy polymers. *Journal of Materials Science*, 10(10) :1779–1787.
- [Bauwens-Crowet et al., 1972] Bauwens-Crowet, C., Bauwens, J.-C., and Homes, G. (1972). The temperature dependence of yield of polycarbonate in uniaxial compression and tensile tests. *Journal of Materials Science*, 7(2) :176–183.
- [Begis et al., 1981] Begis, D., Duvaut, G., and Hassim, A. (1981). *Homogénéisation par éléments finis des modules de comportements élastiques de matériaux composites*. PhD thesis, INRIA.
- [Belec et al., 2015] Belec, L., Nguyen, T., Nguyen, D., and Chailan, J. (2015). Comparative effects of humid tropical weathering and artificial ageing on a model composite properties from nano to macro-scale. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 68 :235–241.
- [Berfield et al., 2007] Berfield, T., Patel, J., Shimmin, R., Braun, P., Lambros, J., and Sottos, N. (2007). Micro-and nanoscale deformation measurement of surface and internal planes via digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 47(1) :51–62.
- [Bergström and Boyce, 1998] Bergström, J. and Boyce, M. (1998). Constitutive modeling of the large strain time-dependent behavior of elastomers. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46(5) :931–954.
- [Besnard et al., 2006] Besnard, G., Hild, F., and Roux, S. (2006). “Finite-element” displacement fields analysis from digital images : application to portevin–le châtelier bands. *Experimental Mechanics*, 46(6) :789–803.
- [Bonnet and Constantinescu, 2005] Bonnet, M. and Constantinescu, A. (2005). Inverse problems in elasticity. *Inverse problems*, 21(2) :R1.
- [Bornert et al., 2009] Bornert, M., Brémand, F., Doumalin, P., Dupré, J.-C., Fazzini, M., Grédiac, M., Hild, F., Mistou, S., Molimard, J., Orteu, J.-J., et al. (2009). Assessment of digital image correlation measurement errors : methodology and results. *Experimental Mechanics*, 49(3) :353–370.
- [Bowden and Jukes, 1968] Bowden, P. and Jukes, J. (1968). The plastic yield behaviour of polymethylmethacrylate. *Journal of Materials Science*, 3(2) :183–190.
- [Bowden and Jukes, 1972] Bowden, P. and Jukes, J. (1972). The plastic flow of isotropic polymers. *Journal of Materials Science*, 7(1) :52–63.

- [Bowden and Raha, 1974] Bowden, P. and Raha, S. (1974). A molecular model for yield and flow in amorphous glassy polymers making use of a dislocation analogue. *Philosophical Magazine*, 29(1) :149–166.
- [Boyce et al., 1988] Boyce, M. C., Parks, D. M., and Argon, A. S. (1988). Large inelastic deformation of glassy polymers. Part I : numerical simulation of hydrostatic extrusion. *Mechanics of Materials*, 7 :35–47.
- [Broutman, 1969] Broutman, L. (1969). Measurement of the fiber-polymer matrix interfacial strength. In *Interfaces in Composites*. ASTM International.
- [Byakova et al., 2012] Byakova, A., Gnyloskurenko, S., and Nakamura, T. (2012). The role of foaming agent and processing route in the mechanical performance of fabricated aluminum foams. *Metals*, 2(2) :95–112.
- [Canal et al., 2012a] Canal, L. P., González, C., Molina-Aldareguía, J. M., Segurado, J., and Llorca, J. (2012a). Application of digital image correlation at the microscale in fiber-reinforced composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43(10) :1630–1638.
- [Canal et al., 2012b] Canal, L. P., González, C., Segurado, J., and Llorca, J. (2012b). Intraply fracture of fiber-reinforced composites : Microscopic mechanisms and modeling. *Composites Science and Technology*, 72(11) :1223–1232.
- [Canal et al., 2009] Canal, L. P., Segurado, J., and Llorca, J. (2009). Failure surface of epoxy-modified fiber-reinforced composites under transverse tension and out-of-plane shear. *International Journal of Solids and Structures*, 46(11) :2265–2274.
- [Carraro and Quaresimin, 2014] Carraro, P. and Quaresimin, M. (2014). Modelling fibre–matrix debonding under biaxial loading. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 61 :33–42.
- [Carraro et al., 2015] Carraro, P. A., Zappalorto, M., and Quaresimin, M. (2015). A comprehensive description of interfibre failure in fibre reinforced composites. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 79 :91–97.
- [Chaboche et al., 2001] Chaboche, J., Feyel, F., and Monerie, Y. (2001). Interface debonding models : a viscous regularization with a limited rate dependency. *International Journal of Solids and Structures*, 38(18) :3127–3160.
- [Chaboche, 2008] Chaboche, J. L. (2008). A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theory. *International Journal of Plasticity*, 24 :1642–1693.
- [Chen and Liu, 2001] Chen, H. and Liu, D. (2001). Advances in scanning electron microscope moiré. *Experimental mechanics*, 41(2) :165–173.
- [Chevalier et al., 2001] Chevalier, L., Calloch, S., Hild, F., and Marco, Y. (2001). Digital image correlation used to analyze the multiaxial behavior of rubber-like materials. *European Journal of Mechanics*, 20 :169–187.
- [Christensen, 2006] Christensen, R. C. (2006). A comparative evaluation of the three isotropic, two property failure theories. *Journal of Applied Mechanics*, 73 :852–859.
- [Christensen, 2004] Christensen, R. M. (2004). A two-property yield, failure (fracture) criterion for homogeneous, isotropic materials. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 126 :45–52.
- [Chua and Piggott, 1985] Chua, P. and Piggott, M. (1985). The glass fibre-polymer interface : Ii—work of fracture and shear stresses. *Composites Science and Technology*, 22(2) :107–119.
- [Claire et al., 2004] Claire, D., Hild, F., and Roux, S. (2004). A finite element formulation to identify damage fields : the equilibrium gap method. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 61(2) :189–208.
- [CleanSky2, 2017] CleanSky2 (2017). The european aviation partnership. www.cleansky.eu/sites/default/files/2017-08/CleanSky2

- [Correa et al., 2008] Correa, E., Mantič, V., and París, F. (2008). A micromechanical view of inter-fibre failure of composite materials under compression transverse to the fibres. *Composites Science and Technology*, 68(9) :2010–2021.
- [Correlated Solutions, 2009] Correlated Solutions (2009). Vic-2d. *Reference Manual*.
- [Courteau, 2013] Courteau, R. (2013). Rapport sur les perspectives d'évolution de l'aviation civile à l'horizon 2040 : préserver l'avance de la France et de l'Europe. Sénat Français. www.senat.fr/rap/r12-658/r12-6581.pdf.
- [Csanádi et al., 2017] Csanádi, T., Németh, D., Zhang, C., and Dusza, J. (2017). Nanoindentation derived elastic constants of carbon fibres and their nanostructural based predictions. *Carbon*, 119 :314–325.
- [Daggumati et al., 2010] Daggumati, S., De Baere, I., Van Paepegem, W., Degrieck, J., Xu, J., Lomov, S. V., and Verpoest, I. (2010). Local damage in a 5-harness satin weave composite under static tension : Part I—experimental analysis. *Composites Science and Technology*, 70(13) :1926–1933.
- [Devries et al., 1989] Devries, F., Dumontet, H., Duvaut, G., and Léné, F. (1989). Homogenization and damage for composite structures. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 27(2) :285–298.
- [Doghri, 2013] Doghri, I. (2013). Mechanics of deformable solids : linear, nonlinear, analytical and computational aspects. chapter 20. Springer Science & Business Media.
- [Doitrand, 2016] Doitrand, A. (2016). *Endommagement à l'échelle mésoscopique et son influence sur la tenue mécanique des matériaux composites tissés*. PhD thesis, Université de Bretagne Occidentale.
- [Doitrand et al., 2015] Doitrand, A., Fagiano, C., Chiaruttini, V., Leroy, F.-H., Mavel, A., and Hirsekorn, M. (2015). Experimental characterization and numerical modeling of damage at the mesoscopic scale of woven polymer matrix composites under quasi-static tensile loading. *Composites Science and Technology*, 119 :1–11.
- [Doitrand et al., 2017] Doitrand, A., Fagiano, C., Hild, F., Chiaruttini, V., Mavel, A., and Hirsekorn, M. (2017). Mesoscale analysis of damage growth in woven composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 96 :77–88.
- [Donnet and Bansal, 1998] Donnet, J.-B. and Bansal, R. C. (1998). *Carbon Fibers*. CRC Press.
- [Drucker and Prager, 1952] Drucker, D. C. and Prager, W. (1952). Soil mechanics and plastic analysis for limit design. *Quarterly of Applied Mathematics*, 10 :157–165.
- [Dumont et al., 1987] Dumont, J., Ladeveze, P., Poss, M., and Rémond, Y. (1987). Damage mechanics for 3-D composites. *Composite Structures*, 8(2) :119–141.
- [Dvorak, 1992] Dvorak, G. (1992). Transformation field analysis of inelastic composite materials. *Proceedings of the Royal Society London*, 437 :311–327.
- [Elias, 2015] Elias, A. (2015). *Nocivité des défauts induits par impact pour les structures composites tissées 3D à matrice organique*. PhD thesis, Ecole Centrale de Nantes.
- [Endo, 1988] Endo, M. (1988). Structure of mesophase pitch-based carbon fibres. *Journal of Materials Science*, 23(2) :598–605.
- [Eyring, 1936] Eyring, H. (1936). Viscosity, plasticity, and diffusion as example of absolute reaction rate. *Journal of Chemical Physics*, 4.
- [Feyel, 1999] Feyel, F. (1999). Multiscale FE2 elastoviscoplastic analysis of composite structures. *Computational Materials Science*, 16(1-4) :344–354.
- [Fiedler et al., 2001] Fiedler, B., Hojo, M., Ochiai, S., Schulte, K., and Ando, M. (2001). Failure behavior of an epoxy matrix under different kinds of static loading. *Composites Science and Technology*, 61(11) :1615–1624.

- [Fleischhauer et al., 2012] Fleischhauer, R., Dal, H., Kaliske, M., and Schneider, K. (2012). A constitutive model for finite deformation of amorphous polymers. *International Journal of Mechanical Sciences*, 65(1) :48–63.
- [Fotheringham and Cherry, 1978] Fotheringham, D. G. and Cherry, B. W. (1978). The role of recovery forces in the deformation of linear polyethylene. *Journal of Materials Science*, 13 :951–964.
- [Frederick and Armstrong, 2007] Frederick, C. O. and Armstrong, P. J. (2007). A mathematical representation of the multiaxial baushinger effect. *Materials at High Temperatures*, 24 :1–26.
- [Gao et al., 1999] Gao, F., Boniface, L., Ogin, S., Smith, P., and Greaves, R. (1999). Damage accumulation in woven-fabric CFRP laminates under tensile loading : Part 1. observations of damage accumulation. *Composites Science and Technology*, 59(1) :123–136.
- [García et al., 2014a] García, I., Mantič, V., and Graciani, E. (2014a). Crack onset at the spherical-inclusion matrix interface. application of a coupled stress and energy criterion. *Procedia Materials Science*, 3 :1336–1341.
- [García et al., 2015a] García, I., Mantič, V., and Graciani, E. (2015a). Debonding at the fibre–matrix interface under remote transverse tension. one debond or two symmetric debonds? *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 53 :75–88.
- [García et al., 2015b] García, I., Mantič, V., and Graciani, E. (2015b). A model for the prediction of debond onset in spherical-particle-reinforced composites under tension. Application of a coupled stress and energy criterion. *Composites Science and Technology*, 106 :60–67.
- [García et al., 2014b] García, I., Paggi, M., and Mantič, V. (2014b). Fiber-size effects on the onset of fiber–matrix debonding under transverse tension : A comparison between cohesive zone and finite fracture mechanics models. *Engineering Fracture Mechanics*, 115 :96–110.
- [Gent, 1996] Gent, A. N. (1996). A new constitutive relation for rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 69 :59–61.
- [Gerlach et al., 2008] Gerlach, R., Siviour, C. R., Petrinic, N., and Wiegand, J. (2008). Experimental characterisation and constitutive modelling of rtm-6 resin under impact loading. *Polymer*, 49 :2728–2737.
- [Ghosh et al., 2008] Ghosh, S., Mashayekhi, H., Pan, B., Bhowmik, P., and Xing, B. (2008). Colloidal behavior of aluminum oxide nanoparticles as affected by ph and natural organic matter. *Langmuir*, 24(21) :12385–12391.
- [González and Llorca, 2007] González, C. and Llorca, J. (2007). Mechanical behavior of unidirectional fiber-reinforced polymers under transverse compression : microscopic mechanisms and modeling. *Composites Science and Technology*, 67(13) :2795–2806.
- [González et al., 2017] González, C., Vilatela, J., Molina-Aldareguía, J., Lopes, C., and Llorca, J. (2017). Structural composites for multifunctional applications : current challenges and future trends. *Progress in Materials Science*, 89 :194–251.
- [Govaert et al., 2008] Govaert, L. E., Engels, T. A., Wendlandt, M., Tervoort, T. A., and Suter, U. W. (2008). Does the strain hardening modulus of glassy polymers scale with the flow stress? *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 46(22) :2475–2481.
- [Graciani et al., 2011] Graciani, E., Varna, J., Mantič, V., Blázquez, A., and París, F. (2011). Evaluation of interfacial fracture toughness and friction coefficient in the single fiber fragmentation test. *Procedia Engineering*, 10 :2478–2483.
- [Griffith and Eng,] Griffith, A. A. and Eng, M. Vi. the phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*.
- [Gross and Seelig, 2018] Gross, D. and Seelig, T. (2018). Micromechanics and homogenization. In *Fracture Mechanics*, chapter 8, pages 243–319. Springer.

- [G'ssell et al., 1983] G'ssell, C., Aly-Helal, N., and Jonas, J. (1983). Effect of stress triaxiality on neck propagation during the tensile stretching of solid polymers. *Journal of Materials Science*, 18(6) :1731–1742.
- [G'ssell and Gopez, 1985] G'ssell, C. and Gopez, A. (1985). Plastic banding in glassy polycarbonate under plane simple shear. *Journal of Materials Science*, 20(10) :3462–3478.
- [G'ssell et al., 1990] G'ssell, C., Jacques, D., and Favre, J. (1990). Plastic behaviour under simple shear of thermosetting resins for fibre composite matrices. *Journal of Materials Science*, 25(4) :2004–2010.
- [G'ssell and Jonas, 1979] G'ssell, C. and Jonas, J. (1979). Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate. *Journal of materials science*, 14(3) :583–591.
- [G'ssell and Jonas, 1981] G'ssell, C. and Jonas, J. (1981). Yield and transient effects during the plastic deformation of solid polymers. *Journal of Materials Science*, 16(7) :1956–1974.
- [Guigon et al., 1984] Guigon, M., Oberlin, A., and Desarmot, G. (1984). Microtexture and structure of some high tensile strength, pan-base carbon fibres. *Fibre Science and Technology*, 20(1) :55–72.
- [Guruprasad et al., 2016] Guruprasad, T. S., Bhattacharya, S., and Basu, S. (2016). Size effect in microcompression of polystyrene micropillars. *Polymer*, 98 :118–128.
- [Halary and Lauprêtre, 2015a] Halary, J.-L. and Lauprêtre, F. (2015a). De la macromolécule au matériau polymère. la théorie néodarwinienne de l'évolution : La théorie néodarwinienne de l'évolution. chapter 8. Humensis.
- [Halary and Lauprêtre, 2015b] Halary, J.-L. and Lauprêtre, F. (2015b). *Mécanique des matériaux polymères*. Humensis.
- [Halary et al., 2011] Halary, J. L., Lauprêtre, F., and Monnerie, L. (2011). *Polymer materials : macroscopic properties and molecular interpretations*. John Wiley & Sons.
- [Hasan and Boyce, 1995] Hasan, O. and Boyce, M. (1995). A constitutive model for the nonlinear viscoelastic viscoplastic behavior of glassy polymers. *Polymer Engineering & Science*, 35(4) :331–344.
- [Haward and Bowden, 1973] Haward, R. and Bowden, P. (1973). The physics of glassy polymers. *Chapitre 5*.
- [Haward and Thackray, 1968] Haward, R. and Thackray, G. . (1968). The use of a mathematical model to describe isothermal stress-strain curves in glassy thermoplastics. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 302(1471) :453–472.
- [Haye, 2016] Haye, E. (2016). *Substitutions anioniques et cationiques de films minces d'orthoferrite de lanthane LaFeO₃ élaborés par pulvérisation cathodique magnétron*. PhD thesis, Université de Lorraine (Nancy).
- [Herráez et al., 2016] Herráez, M., Fernández, A., Lopes, C., and González, C. (2016). Strength and toughness of structural fibres for composite material reinforcement. *Phil. Trans. R. Soc. A*, 374(2071) :1–11.
- [Herráez et al., 2015] Herráez, M., Mora, D., Naya, F., Lopes, C. S., González, C., and Llorca, J. (2015). Transverse cracking of cross-ply laminates : A computational micromechanics perspective. *Composites Science and Technology*, 110 :196–204.
- [Herráez et al., 2017] Herráez, M., Naya, F., González, C., Monclús, M., Molina, J., Lopes, C., and Llorca, J. (2017). Microscale characterization techniques of fibre-reinforced polymers. In *The Structural Integrity of Carbon Fiber Composites*, pages 283–299. Springer.
- [Herrera-Franco and Drzal, 1992] Herrera-Franco, P. J. and Drzal, L. T. (1992). Comparison of methods for the measurement of fibre/matrix adhesion in composites. *Composites*, 23(1) :2–27.
- [Herwig, 2014] Herwig, P. (2014). *Carbon Fibers*, chapter 2, pages 27–39. Wiley-Blackwell.
- [HexcelCorporation, 1998a] HexcelCorporation (1998a). HexFlow® RTM 6 Product Data. www.hexcel.com/Resources/DataSheets/RTM-Data-Sheets/RTM6_global.pdf.

- [HexcelCorporation, 1998b] HexcelCorporation (1998b). HexTow® AS7 Product Data. www.hexcel.com/user_area/content_media/raw/AS7_Industrial_HexTow_DataSheet.pdf.
- [Hild and Roux, 2008] Hild, F. and Roux, S. (2008). CorreliQ4: A software for finite element displacement field measurements by digital image correlation. *Rapport interne LMT Cachan*, 269.
- [Hild and Roux, 2012] Hild, F. and Roux, S. (2012). Comparison of local and global approaches to digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 52(9) :1503–1519.
- [Hobbiebrunken et al., 2005] Hobbiebrunken, T., Fiedler, B., Hojo, M., Ochiai, S., and Schulte, K. (2005). Microscopic yielding of cf/epoxy composites and the effect on the formation of thermal residual stresses. *Composites Science and Technology*, 65(10) :1626–1635.
- [Hobbiebrunken et al., 2007] Hobbiebrunken, T., Fielder, B., Hojo, M., and Tanaka, M. (2007). Experimental determination of the true epoxy resin strength using micro-scaled specimens. *Composite Part A : Applied Science and Manufacturing*, 38 :814–818.
- [Hochard et al., 2001] Hochard, C., Aubourg, P.-A., and Charles, J.-P. (2001). Modelling of the mechanical behaviour of woven-fabric cfrp laminates up to failure. *Composites Science and Technology*, 61(2) :221–230.
- [Hoy, 2011] Hoy, R. S. (2011). Why is understanding glassy polymer mechanics so difficult? *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 49(14) :979–984.
- [Hoy and Robbins, 2006] Hoy, R. S. and Robbins, M. O. (2006). Strain hardening of polymer glasses : effect of entanglement density, temperature, and rate. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 44(24) :3487–3500.
- [Hoy and Robbins, 2008] Hoy, R. S. and Robbins, M. O. (2008). Strain hardening of polymer glasses : Entanglements, energetics, and plasticity. *Physical Review E*, 77(3) :031801.
- [Huber and Tsakmakis, 2000] Huber, N. and Tsakmakis, C. (2000). Finite deformation viscoelasticity laws. *Mechanics of Materials*, 32(1) :1–18.
- [Hurmane, 2015] Hurmane, A. (2015). *Analyse par un dialogue essais/calculs de la tenue en compression de structures composites tissés 3D*. PhD thesis, Université de Technologie de Compiègne.
- [Huson et al., 2014] Huson, M. G., Church, J. S., Kafi, A. A., Woodhead, A. L., Khoo, J., Kiran, M., Bradby, J. E., and Fox, B. L. (2014). Heterogeneity of carbon fibre. *Carbon*, 68 :240–249.
- [Irwin, 1957] Irwin, G. R. (1957). Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*.
- [Ivanov et al., 2009] Ivanov, D. S., Baudry, F., Van Den Broucke, B., Lomov, S. V., Xie, H., and Verpoest, I. (2009). Failure analysis of triaxial braided composite. *Composites Science and Technology*, 69(9) :1372–1380.
- [Ji et al., 2010] Ji, W., Waas, A. M., and Bažant, Z. P. (2010). Errors caused by non-work-conjugate stress and strain measures and necessary corrections in finite element programs. *Journal of Applied Mechanics*, 77(4) :044504.
- [Kant and Penumadu, 2013] Kant, M. and Penumadu, D. (2013). Fracture behavior of individual carbon fibers in tension using nano-fabricated notches. *Composites Science and Technology*, 89 :83–88.
- [Kawabata, 1990] Kawabata, S. (1990). Measurement of the transverse mechanical properties of high-performance fibres. *Journal of the Textile Institute*, 81(4) :432–447.
- [Khan and Zhang, 2001] Khan, A. and Zhang, H. (2001). Finite deformation of a polymer : experiments and modeling. *International Journal of Plasticity*, 17(9) :1167–1188.
- [Kinloch, 2013] Kinloch, A. J. (2013). *Fracture behaviour of polymers*. Springer Science & Business Media.
- [Kishimoto, 2012] Kishimoto, S. (2012). Electron moiré method. *Theoretical and Applied Mechanics Letters*, 2(1).

- [Koyanagi et al., 2009] Koyanagi, J., Shah, P. D., Kimura, S., Ha, S. K., and Kawada, H. (2009). Mixed-mode interfacial debonding simulation in single-fiber composite under a transverse load. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 3(5) :796–806.
- [Kruch and Chaboche, 2011] Kruch, S. and Chaboche, J.-L. (2011). Multi-scale analysis in elasto-viscoplasticity coupled with damage. *International Journal of Plasticity*, 27(12) :2026–2039.
- [Kuraishi et al., 2004] Kuraishi, A., Tsai, S. W., and Liu, K. K. (2004). A progressive quadratic failure criterion, part b. In *Failure Criteria in Fibre-Reinforced-Polymer Composites*, pages 903–921. Elsevier.
- [Ladevèze et al., 1994] Ladevèze, P., Gasser, A., and Allix, O. (1994). Damage mechanisms modeling for ceramic composites. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 116(3) :331–336.
- [Ladeveze and Lubineau, 2003] Ladeveze, P. and Lubineau, G. (2003). On a damage mesomodel for laminates : micromechanics basis and improvement. *Mechanics of Materials*, 35(8) :763–775.
- [Laurin, 2005] Laurin, F. (2005). *Approche multiéchelle des mécanismes de ruine progressive des matériaux stratifiés et analyse de la tenue de structures composites*. PhD thesis, Besançon.
- [Le Page et al., 2004] Le Page, B., Guild, F., Ogin, S., and Smith, P. (2004). Finite element simulation of woven fabric composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 35(7) :861–872.
- [Lecompte et al., 2006] Lecompte, D., Smits, A., Bossuyt, S., Sol, H., Vantomme, J., Van Hemelrijck, D., and Habraken, A. (2006). Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation. *Optics and Lasers in Engineering*, 44(11) :1132–1145.
- [Leguillon, 2002] Leguillon, D. (2002). Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 21(1) :61–72.
- [Lene and Leguillon, 1982] Lene, F. and Leguillon, D. (1982). Homogenized constitutive law for a partially cohesive composite material. *International Journal of Solids and Structures*, 18(5) :443–458.
- [Liang and Liechti, 1996] Liang, Y.-M. and Liechti, K. (1996). On the large deformation and localization behavior of an epoxy resin under multiaxial stress states. *International Journal of Solids and Structures*, 33(10) :1479–1500.
- [Lionello and Cristofolini, 2014] Lionello, G. and Cristofolini, L. (2014). A practical approach to optimizing the preparation of speckle patterns for digital-image correlation. *Measurement Science and Technology*, 25(10) :107001.
- [Lisle et al., 2015] Lisle, T., Bouvet, C., Pastor, M.-L., Rouault, T., and Margueres, P. (2015). Damage of woven composite under tensile and shear stress using infrared thermography and micrographic cuts. *Journal of Materials Science*, 50(18) :6154–6170.
- [Littell et al., 2008] Littell, J. D., Ruggeri, C. R., Goldberg, R. K., Roberts, G. D., Arnold, W. A., and Binienda, W. K. (2008). Measurement of epoxy resin tension, compression, and shear stress–strain curves over a wide range of strain rates using small test specimens. *Journal of Aerospace Engineering*, 21(3) :162–173.
- [Lomov et al., 2011] Lomov, S. V., Perie, G., Ivanov, D., Verpoest, I., and Marsal, D. (2011). Modeling three-dimensional fabrics and three-dimensional reinforced composites : challenges and solutions. *Textile Research Journal*, 81(1) :28–41.
- [Lubineau and Ladeveze, 2008] Lubineau, G. and Ladeveze, P. (2008). Construction of a micromechanics-based intralaminar mesomodel, and illustrations in abaqus/standard. *Computational Materials Science*, 43(1) :137–145.
- [Mai et al., 1998] Mai, K., Mäder, E., and Mühle, M. (1998). Interphase characterization in composites with new non-destructive methods. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 29(9-10) :1111–1119.

- [Maire and Chaboche, 1997] Maire, J. and Chaboche, J. (1997). A new formulation of continuum damage mechanics (cdm) for composite materials. *Aerospace Science and Technology*, 1(4) :247–257.
- [Maire and Pacou, 1996] Maire, J. and Pacou, D. (1996). *Essais de traction-compression-torsion sur tubes composites céramique-céramique*. Onera.
- [Mantič, 2009] Mantič, V. (2009). Interface crack onset at a circular cylindrical inclusion under a remote transverse tension. Application of a coupled stress and energy criterion. *International Journal of Solids and Structures*, 46(6) :1287–1304.
- [Mantič et al., 2005] Mantič, V., Blázquez, A., Correa, E., París, F., et al. (2005). Analysis of interface cracks with contact in composites by 2d BEM. *WIT Transactions on State-of-the-art in Science and Engineering*, 21.
- [Mantič and García, 2012] Mantič, V. and García, I. (2012). Crack onset and growth at the fibre-matrix interface under a remote biaxial transverse load. application of a coupled stress and energy criterion. *International Journal of Solids and Structures*, 49(17) :2273–2290.
- [Marano and Rink, 2001] Marano, C. and Rink, M. (2001). Shear yielding threshold and viscoelasticity in an amorphous glassy polymer : a study on a styrene-acrylonitrile copolymer. *Polymer*, 42(5) :2113–2119.
- [Marano and Rink, 2005] Marano, C. and Rink, M. (2005). Strain-recovery kinetics in rubber toughened polymethylmethacrylate. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 9(1) :1–13.
- [Marano and Rink, 2009] Marano, C. and Rink, M. (2009). Effect of loading history and material's structural state on the yield onset of a polymethylmethacrylate. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 13(1) :37–48.
- [Marcin, 2010] Marcin, L. (2010). *Modélisation du comportement, de l'endommagement et de la rupture de composites à renforts tissés pour le dimensionnement robuste de structures*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1.
- [Maurin et al., 2008] Maurin, R., Davies, P., Baral, N., and Baley, C. (2008). Transverse properties of carbon fibres by nano-indentation and micro-mechanics. *Applied Composite Materials*, 15(2) :61–73.
- [Meddah, 2018] Meddah, H. (2018). 10 chiffres pour tout comprendre aux tendances des marchés aéronautique et défense. L'usine nouvelle - numérique. www.usinenouvelle.com/article/10-chiffres-pour-tout-comprendre-aux-tendances-des-marches-aeronautique-et-defense.N395942.
- [Mehdikhani et al., 2016] Mehdikhani, M., Aravand, M., Sabuncuoglu, B., Callens, M. G., Lomov, S. V., and Gorbatiikh, L. (2016). Full-field strain measurements at the micro-scale in fiber-reinforced composites using digital image correlation. *Composite Structures*, 140 :192–201.
- [Melro et al., 2008] Melro, A., Camanho, P., and Pinho, S. (2008). Generation of random distribution of fibres in long-fibre reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 68(9) :2092–2102.
- [Michel and Suquet, 2003] Michel, J. and Suquet, P. (2003). Nonuniform transformation field analysis. *International Journal of Solids and Structures*, 40 :6937–6955.
- [Miehe et al., 2002] Miehe, C., Apel, N., and Lambrecht, M. (2002). Anisotropic additive plasticity in the logarithmic strain space : modular kinematic formulation and implementation based on incremental minimization principles for standard materials. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 191(47) :5383–5425.
- [Miehe et al., 2009] Miehe, C., Göktepe, S., and Mendez Diez, J. (2009). Finite viscoplasticity of amorphous glassy polymers in the logarithmic strain space. *International Journal of Solids and Structures*, 46(1) :181–202.

- [Miller et al., 1987] Miller, B., Muri, P., and Rebenfeld, L. (1987). A microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface. *Composites Science and Technology*, 28(1) :17–32.
- [Minervino et al., 2014] Minervino, M., Gigliotti, M., Lafarie-Frenot, M., and Grandidier, J. (2014). A coupled experimental/numerical approach for the modelling of the local mechanical behaviour of epoxy polymer materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 67 :129–151.
- [Monclus et al., 2010] Monclus, M., Young, T., and Di Maio, D. (2010). Afm indentation method used for elastic modulus characterization of interfaces and thin layers. *Journal of Materials Science*, 45(12) :3190–3197.
- [Morelle, 2015] Morelle, X. (2015). *Mechanical characterization and physics-based modeling of highly-crosslinked epoxy resin*. PhD thesis, UCL-Université Catholique de Louvain.
- [Morelle et al., 2017] Morelle, X., Chevalier, J., Bailly, C., Pardoën, T., and Lani, F. (2017). Mechanical characterization and modeling of the deformation and failure of the highly crosslinked rtm6 epoxy resin. *Mechanics of Time-Dependent Materials*, 21 :419–454.
- [Morelle et al., 2012] Morelle, X. P., Lani, F., Melchior, M. A., Andre, S., Bailly, C., and Pardoën, T. (2012). The elasto-viscoplasticity and fracture behaviour of the RTM6 structural epoxy and impact on the response of woven composite. In *15th european conference on composite materials*.
- [Mori and Tanaka, 1973] Mori, T. and Tanaka, K. (1973). Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgica*, 21(5) :571–574.
- [Mortell et al., 2014] Mortell, D., Tanner, D., and McCarthy, C. (2014). In-situ sem study of transverse cracking and delamination in laminated composite materials. *Composites Science and Technology*, 105 :118–126.
- [Mounien et al., 2017] Mounien, R., Fagiano, C., Paulmier, P., Tranquart, B., and Irisarri, F.-X. (2017). Experimental characterization of the bearing behavior of 3D woven composites. *Composites Part B : Engineering*, 116 :369–376.
- [Msallem et al., 2010] Msallem, Y. A., Jacquemin, F., Boyard, N., Poitou, A., Delaunay, D., and Chatel, S. (2010). Material characterization and residual stresses simulation during the manufacturing process of epoxy matrix composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 41(1) :108–115.
- [Mulliken and Boyce, 2006] Mulliken, A. and Boyce, M. (2006). Mechanics of the rate-dependent elastic–plastic deformation of glassy polymers from low to high strain rates. *International Journal of Solids and Structures*, 43(5) :1331–1356.
- [Naito, 2018] Naito, K. (2018). Stress analysis and fracture toughness of notched polyacrylonitrile (pan)-based and pitch-based single carbon fibers. *Carbon*, 126 :346–359.
- [Naito et al., 2017] Naito, K., Tanaka, Y., and Yang, J.-M. (2017). Transverse compressive properties of polyacrylonitrile (pan)-based and pitch-based single carbon fibers. *Carbon*, 118 :168–183.
- [Naito et al., 2009] Naito, K., Tanaka, Y., Yang, J.-M., and Kagawa, Y. (2009). Flexural properties of pan-and pitch-based carbon fibers. *Journal of the American Ceramic Society*, 92(1) :186–192.
- [Naylor, 2016] Naylor, R. (2016). Rt 01/25132 dmas. *Rapport interne Onera*, 1 :1–97.
- [Needleman, 1987] Needleman, A. (1987). A continuum model for void nucleation by inclusion debonding. *Journal of Applied Mechanics*, 54(3) :525–531.
- [Nziakou, 2015] Nziakou, Y. (2015). *Analyse multi-échelle des mécanismes d'endommagement des matériaux composites à morphologie complexe destinés à l'aéronautique*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI.
- [OACI, 2017] OACI (2017). Convention relative à l'aviation civile internationale, annexe 16 — protection de l'environnement.

- [Obert et al., 2014] Obert, E., Daghia, F., Ladevèze, P., and Ballere, L. (2014). Micro and meso modeling of woven composites : Transverse cracking kinetics and homogenization. *Composite Structures*, 117 :212–221.
- [O'Dwyer et al., 2014] O'Dwyer, D., O'Dowd, N., and McCarthy, C. (2014). In-situ sem mechanical testing of miniature bonded joints. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 50 :57–64.
- [Ogihara et al., 2009] Ogihara, S., Sakamoto, Y., and Koyanagi, J. (2009). Evaluation of interfacial tensile strength in glass fiber/epoxy resin interface using the cruciform specimen method. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 3(9) :1071–1080.
- [Osada et al., 2003] Osada, T., Nakai, A., and Hamada, H. (2003). Initial fracture behavior of satin woven fabric composites. *Composite structures*, 61(4) :333–339.
- [Pan et al., 2009] Pan, B., Qian, K., Xie, H., and Asundi, A. (2009). Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement : a review. *Measurement Science and Technology*, 20(6) :062001.
- [Paris et al., 2003] Paris, F., Correa, E., and Cañas, J. (2003). Micromechanical view of failure of the matrix in fibrous composite materials. *Composites Science and Technology*, 63(7) :1041–1052.
- [Paris and Peterlik, 2009] Paris, O. and Peterlik, H. (2009). The structure of carbon fibres. In *Handbook of Textile Fibre Structure : Natural, Regenerated, Inorganic and Specialist Fibres*, pages 353–377. Elsevier.
- [Passieux and Périé, 2012] Passieux, J.-C. and Périé, J.-N. (2012). High resolution digital image correlation using proper generalized decomposition : Pgd-dic. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 92(6) :531–550.
- [Pathan et al., 2017] Pathan, M., Tagarielli, V., Patsias, S., and Baiz-Villafranca, P. (2017). A new algorithm to generate representative volume elements of composites with cylindrical or spherical fillers. *Composites Part B : Engineering*, 110 :267–278.
- [Peebles et al., 1998] Peebles, L., Yanovsky, Y. G., Sirota, A. G., Bogdanov, V. V., and Levit, P. (1998). 5.1 tensile properties and test methods. In Fagerberg, J., Mowery, D. C., and Nelson, R. R., editors, *Carbon Fibers*, chapter 5, pages 311–370. CRC Press.
- [Piggott, 1997] Piggott, M. (1997). Why interface testing by single-fibre methods can be misleading. *Composites Science and Technology*, 57(8) :965–974.
- [Pineau et al., 2011] Pineau, P., Couégnat, G., and Lamon, J. (2011). Virtual testing applied to transverse multiple cracking of tows in woven ceramic composites. *Mechanics Research Communications*, 38(8) :579–585.
- [Puck and Schürmann, 2002] Puck, A. and Schürmann, H. (2002). Failure analysis of frp laminates by means of physically based phenomenological models. *Composites Science and Technology*, 62(12-13) :1633–1662.
- [Puck and Schürmann, 1998] Puck, A. and Schürmann, H. (1998). Failure analysis of frp laminates by means of physically based phenomenological models. *Composites Science and Technology*, 58(7) :1045–1067.
- [Pulungan et al., 2017] Pulungan, D., Lubineau, G., Yudhanto, A., Yaldiz, R., and Schijve, W. (2017). Identifying design parameters controlling damage behaviors of continuous fiber-reinforced thermoplastic composites using micromechanics as a virtual testing tool. *International Journal of Solids and Structures*, 117 :177–190.
- [Rabinowitz and Beardmore, 1974] Rabinowitz, S. and Beardmore, P. (1974). Cyclic deformation and fracture of polymers. *Journal of Materials Science*, 9(1) :81–99.
- [Raghava and Caddell, 1973] Raghava, R. S. and Caddell, R. M. (1973). A macroscopic yield criterion for crystalline polymers. *International Journal of Mechanical Science*, 15 :967–974.
- [Rakotoarisoa, 2013] Rakotoarisoa, C. (2013). *Prévision de la durée de vie en fatigue des composites à matrice organique tissés interlock*. PhD thesis, Université de Technologie de Compiègne.

- [Rendler and Vigness, 1966] Rendler, N. and Vigness, I. (1966). Hole-drilling strain-gage method of measuring residual stresses. *Experimental Mechanics*, 6(12) :577–586.
- [Réthoré et al., 2008] Réthoré, J., Hild, F., and Roux, S. (2008). Extended digital image correlation with crack shape optimization. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 73(2) :248–272.
- [Réthoré et al., 2009] Réthoré, J., Roux, S., and Hild, F. (2009). An extended and integrated digital image correlation technique applied to the analysis of fractured samples : The equilibrium gap method as a mechanical filter. *European Journal of Computational Mechanics / Revue Européenne de Mécanique Numérique*, 18(3-4) :285–306.
- [Reux, 2017] Reux, F. (2017). Will the horizon stay clear? *JEC Composite Magazine*, 112 :1.
- [Richeton et al., 2003] Richeton, J., Ahzi, S., Daridon, L., and Rémond, Y. (2003). Modeling of strain rates and temperature effects on the yield behavior of amorphous polymers. In *Journal de Physique IV (Proceedings)*, volume 110, pages 39–44. EDP sciences.
- [Richeton et al., 2005a] Richeton, J., Ahzi, S., Daridon, L., and Rémond, Y. (2005a). A formulation of the cooperative model for the yield stress of amorphous polymers for a wide range of strain rates and temperatures. *Polymer*, 46(16) :6035–6043.
- [Richeton et al., 2007] Richeton, J., Ahzi, S., Vecchio, K. S., Jiang, F. C., and Makradi, A. (2007). Modeling and validation of the large deformation inelastic response of amorphous polymers over a wide range of temperatures and strain rates. *Polymer*, 46 :6035–6043.
- [Richeton et al., 2005b] Richeton, J., Schlatter, G., Vecchio, K., Rémond, Y., and Ahzi, S. (2005b). A unified model for stiffness modulus of amorphous polymers across transition temperatures and strain rates. *Polymer*, 46(19) :8194–8201.
- [Río and Rodríguez, 2010] Río, T. G. and Rodríguez, J. (2010). Compression yielding of polypropylenes above glass transition temperature. *European Polymer Journal*, 46 :1244–1250.
- [Robertson, 1966] Robertson, R. E. (1966). Theory for the plasticity of glassy polymers. *The Journal of Chemical Physics*, 44(10) :3950–3956.
- [Rodríguez et al., 2012] Rodríguez, M., Molina-Aldareguía, J. M., González, C., and Llorca, J. (2012). Determination of the mechanical properties of amorphous materials through instrumented nanoindentation. *Acta Materialia*, 60(9) :3953–3964.
- [Roussette et al., 2009] Roussette, S., Michel, J.-C., and Suquet, P. (2009). Nonuniform transformation field analysis of elastic–viscoplastic composites. *Composites Science and Technology*, 69(1) :22–27.
- [Schüller et al., 2000] Schüller, T., Beckert, W., Lauke, B., Ageorges, C., and Friedrich, K. (2000). Single fibre transverse debonding : stress analysis of the broutman test. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 31(7) :661–670.
- [Segurado et al., 2003] Segurado, J., Gonzalez, C., and Llorca, J. (2003). A numerical investigation of the effect of particle clustering on the mechanical properties of composites. *Acta Materialia*, 51(8) :2355–2369.
- [Segurado and Llorca, 2002] Segurado, J. and Llorca, J. (2002). A numerical approximation to the elastic properties of sphere-reinforced composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(10) :2107–2121.
- [Senden et al., 2010] Senden, D., Van Dommelen, J., and Govaert, L. (2010). Strain hardening and its relation to baushinger effects in oriented polymers. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 48(13) :1483–1494.
- [Sezgin et al., 2004] Sezgin, M. et al. (2004). Survey over image thresholding techniques and quantitative performance evaluation. *Journal of Electronic imaging*, 13(1) :146–168.
- [Sharma et al., 2014] Sharma, M., Gao, S., Mäder, E., Sharma, H., Wei, L. Y., and Bijwe, J. (2014). Carbon fiber surfaces and composite interphases. *Composites Science and Technology*, 102 :35–50.

- [Shen et al., 2004] Shen, X., Xia, Z., and Ellyin, F. (2004). Cyclic deformation behavior of an epoxy polymer. part i : experimental investigation. *Polymer Engineering & Science*, 44(12) :2240–2246.
- [Shinohara et al., 1993] Shinohara, A., Sato, T., Saito, F., Tomioka, T., and Arai, Y. (1993). A novel method for measuring direct compressive properties of carbon fibres using a micro-mechanical compression tester. *Journal of Materials Science*, 28(24) :6611–6616.
- [Sindt et al., 1996] Sindt, O., Perez, J., and Gerard, J. (1996). Molecular architecture-mechanical behaviour relationships in epoxy networks. *Polymer*, 37(14) :2989 – 2997.
- [Soden et al., 1998] Soden, P., Hinton, M., and Kaddour, A. (1998). A comparison of the predictive capabilities of current failure theories for composite laminates. *Composites Science and Technology*, 58(7) :1225–1254.
- [Spearing and Evans, 1992] Spearing, S. and Evans, A. G. (1992). The role of fiber bridging in the delamination resistance of fiber-reinforced composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(9) :2191–2199.
- [Srivastava et al., 2010] Srivastava, V., Chester, S. A., Ames, N. M., and Anand, L. (2010). A thermo-mechanically-coupled large-deformation theory for amorphous polymers in a temperature range which spans their glass transition. *International Journal of Plasticity*, 26 :1138–1182.
- [Sutton et al., 1986] Sutton, M., Mingqi, C., Peters, W., Chao, Y., and McNeill, S. (1986). Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. *Image and Vision Computing*, 4(3) :143–150.
- [Sutton et al., 1983] Sutton, M., Wolters, W., Peters, W., Ranson, W., and McNeill, S. (1983). Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and vision computing*, 1(3) :133–139.
- [Sutton et al., 2009] Sutton, M. A., Orteu, J. J., and Schreier, H. (2009). *Image correlation for shape, motion and deformation measurements : basic concepts, theory and applications*. Springer Science & Business Media.
- [Thollon and Hochard, 2009] Thollon, Y. and Hochard, C. (2009). A general damage model for woven fabric composite laminates up to first failure. *Mechanics of Materials*, 41(7) :820–827.
- [Tombácz et al., 1995] Tombácz, E., Szekeres, M., Kertész, I., and Turi, L. (1995). pH-dependent aggregation state of highly dispersed alumina, titania and silica particles in aqueous medium. In *Trends in Colloid and Interface Science IX*, pages 160–168. Springer.
- [Tomičević et al., 2013] Tomičević, Z., Hild, F., and Roux, S. (2013). Mechanics-aided digital image correlation. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 48 :330–343.
- [Totry et al., 2008a] Totry, E., González, C., and Llorca, J. (2008a). Failure locus of fiber-reinforced composites under transverse compression and out-of-plane shear. *Composites Science and Technology*, 68(3) :829–839.
- [Totry et al., 2008b] Totry, E., González, C., and Llorca, J. (2008b). Influence of the loading path on the strength of fiber-reinforced composites subjected to transverse compression and shear. *International Journal of Solids and Structures*, 45(6) :1663–1675.
- [Totry et al., 2010] Totry, E., Molina-Aldareguía, J. M., González, C., and Llorca, J. (2010). Effect of fiber, matrix and interface properties on the in-plane shear deformation of carbon-fiber reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 70(6) :970–980.
- [Treguer, 2014] Treguer, J.-P. (2014). *La révolution du Low cost, les ressorts d'un succès*. Stratégies et management. Dunod.
- [Trias et al., 2006] Trias, D., Costa, J., Turon, A., and Hurtado, J. (2006). Determination of the critical size of a statistical representative volume element (srve) for carbon reinforced polymers. *Acta Materialia*, 54(13) :3471–3484.
- [Tripathi and Jones, 1998] Tripathi, D. and Jones, F. (1998). Single fibre fragmentation test for assessing adhesion in fibre reinforced composites. *Journal of materials science*, 33(1) :1–16.

- [Tsai and Wu, 1971] Tsai, S. W. and Wu, E. M. (1971). A general theory of strength for anisotropic materials. *Journal of Composite Materials*, 5(1) :58–80.
- [Van Melick et al., 2003] Van Melick, H., Govaert, L., and Meijer, H. (2003). On the origin of strain hardening in glassy polymers. *Polymer*, 44(8) :2493–2502.
- [Vandellos et al., 2013] Vandellos, T., Huchette, C., and Carrère, N. (2013). Proposition of a framework for the development of a cohesive zone model adapted to carbon-fiber reinforced plastic laminated composites. *Composite Structures*, 105 :199–206.
- [Varna et al., 1997] Varna, J., Berglund, L., and Ericson, M. (1997). Transverse single-fibre test for interfacial debonding in composites : 2. modelling. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 28(4) :317–326.
- [Vaughan and McCarthy, 2010] Vaughan, T. and McCarthy, C. (2010). A combined experimental–numerical approach for generating statistically equivalent fibre distributions for high strength laminated composite materials. *Composites Science and Technology*, 70(2) :291–297.
- [Vaughan and McCarthy, 2011a] Vaughan, T. and McCarthy, C. (2011a). Micromechanical modelling of the transverse damage behaviour in fibre reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 71(3) :388–396.
- [Vaughan and McCarthy, 2011b] Vaughan, T. and McCarthy, C. (2011b). A micromechanical study on the effect of intra-ply properties on transverse shear fracture in fibre reinforced composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 42(9) :1217–1228.
- [Wang et al., 2012] Wang, H., Xie, H., Li, Y., and Zhu, J. (2012). Fabrication of micro-scale speckle pattern and its applications for deformation measurement. *Measurement Science and Technology*, 23(3) :035402.
- [Wang and Guth, 1952] Wang, M. C. and Guth, E. (1952). Statistical theory of networks of non-gaussian flexible chains. *The Journal of Chemical Physics*, 20(7) :1144–1157.
- [Wang and Hahn, 2007] Wang, Y. and Hahn, T. H. (2007). Afm characterization of the interfacial properties of carbon fiber reinforced polymer composites subjected to hygrothermal treatments. *Composites Science and Technology*, 67(1) :92–101.
- [Withers and Bhadeshia, 2001a] Withers, P. J. and Bhadeshia, H. (2001a). Residual stress. part 1–measurement techniques. *Materials Science and Technology*, 17(4) :355–365.
- [Withers and Bhadeshia, 2001b] Withers, P. J. and Bhadeshia, H. (2001b). Residual stress. part 2–nature and origins. *Materials Science and Technology*, 17(4) :366–375.
- [Wu and Van der Giessen, 1993] Wu, P. and Van der Giessen, E. (1993). On improved network models for rubber elasticity and their applications to orientation hardening in glassy polymers. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(3) :427–456.
- [Wu and Van der Giessen, 1994] Wu, P. and Van der Giessen, E. (1994). Analysis of shear band propagation in amorphous glassy polymers. *International Journal of Solids and Structures*, 31(11) :1493–1517.
- [Yamini and Young, 1980a] Yamini, S. and Young, R. J. (1980a). The mechanical properties of epoxy resins- part 1 mechanisms of plastic deformation. *Journal of Materials Science*, 15(7) :1814–1822.
- [Yamini and Young, 1980b] Yamini, S. and Young, R. J. (1980b). The mechanical properties of epoxy resins- part 2 effect of plastic deformation upon crack propagation. *Journal of materials science*, 15(7) :1823–1831.
- [Zhandarov and Mäder, 2005] Zhandarov, S. and Mäder, E. (2005). Characterization of fiber/matrix interface strength : applicability of different tests, approaches and parameters. *Composites Science and Technology*, 65(1) :149–160.
- [Zhandarov and Pisanova, 1997] Zhandarov, S. F. and Pisanova, E. V. (1997). The local bond strength and its determination by fragmentation and pull-out tests. *Composites Science and Technology*, 57(8) :957–964.

- [Zhou and Goodson, 2001] Zhou, P. and Goodson, K. E. (2001). Subpixel displacement and deformation gradient measurement using digital image/speckle correlation (disc). *Optical Engineering*, 40(8) :1613–1620.
- [Zhou et al., 1999] Zhou, X.-F., Nairn, J., and Wagner, H. (1999). Fiber–matrix adhesion from the single-fiber composite test : nucleation of interfacial debonding. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 30(12) :1387–1400.
- [Zinoviev et al., 2002] Zinoviev, P. A., Lebedeva, O. V., and Tairova, L. P. (2002). A coupled analysis of experimental and theoretical results on the deformation and failure of composite laminates under a state of plane stress. *Composites Science and Technology*, 62(12-13) :1711–1723.

Titre : Prédiction des premiers endommagements des composites tissés par modélisation à l'échelle microscopique et validation multi-échelle

Mots clefs : Composite, Endommagement, Modélisation microscopique, Corrélation d'images numériques, Multi-échelle, Microscope Électronique à Balayage

Résumé :

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre de la modélisation multi-échelle des matériaux composites à renfort tissé dans le but de prévoir leur comportement mécanique. Les objectifs de cette étude sont de caractériser et de modéliser les premiers stades de l'endommagement à l'échelle microscopique (échelle de la fibre et de la matrice) afin de prendre en compte leur influence lors de la modélisation du toron de fibres à l'échelle mésoscopique. La démarche adoptée consiste tout d'abord à caractériser expérimentalement les mécanismes d'endommagement d'un matériau composite tissé carbone/époxy lors d'essais de traction *in-situ* au Microscope Électronique à Balayage. Les mécanismes observés sont tout d'abord des décohésions aux interfaces fibres/matrice suivies d'une percolation avec la création de bandes de matrice qui s'étirent ensuite jusqu'à rupture provoquant la fissuration transverse du toron. À cette observation a été couplée une mesure de champ de déplacement par corrélation d'images numériques par approche globale avec régularisation mécanique. Une prise en compte de l'hétérogénéité du composite a été introduite dans cette méthode grâce à l'utilisation d'un maillage issu de la géométrie réelle du matériau. Afin de modéliser ces mécanismes d'endommagement, une géométrie représentative du composite à l'échelle microscopique ainsi que des lois de comportement pour les fibres (élastique linéaire), la matrice (viscoplastique, identifiée sur essai) et les interfaces fibres/matrice (loi cohésive bi-linéaire) ont été déterminées. Les observations expérimentales ont permis de déterminer des intervalles admissibles pour les paramètres de la loi cohésive parmi les valeurs disponibles dans la littérature. De plus, une comparaison des champs de déplacement mesurés expérimentalement et simulés numériquement ont permis de retrouver le même scénario d'endommagement. Enfin, cette modélisation a permis la création d'une enveloppe d'apparition des premiers stades de l'endommagement à l'échelle mésoscopique. L'approche proposée permet de prévoir l'apparition des premiers stades de l'endommagement au sein d'un toron de fibre en se basant sur des considérations physiques issues de l'échelle microscopique.

Title: Prediction of the first damages in woven composites structure by the establishment of a model at the microscopic scale and a multiscale validation

Keywords: Composite, Damage, Microscopic modelling, Digitale Image Correlation, Multi-scale, Scanning Electron Microscopy

Abstract:

The topic of this PhD thesis is multi-scale modeling of woven composites with the aim of predicting their mechanical behavior. The objectives of the presented work are the experimental characterization and numerical modeling of the first stages of damage at the microscopic scale (scale of the fibres and matrix) in order to take into account their influence in the modelling of a yarn at the mesoscopic scale. First, the characteristic damage mechanisms of a carbon fiber reinforced epoxy matrix woven composite are determined experimentally through *in-situ* tensile test in a Scanning Electron Microscope. The mechanisms observed are fibres/matrix decohesions followed by a percolation in a preferred path with the creation of matrix strips. These strips stretch until their rupture causing the transverse failure of the yarn. This observation is coupled with a full-field displacement measurement by global approach digitale image correlation with mechanical regularisation. The heterogenous nature of the composite is accounted for in the method by means of a microstructure-based mesh from the the real material geometry. In order to model these damage mechanisms, a representative geometry of the composite at the microscale, and the mechanical behaviour of the fibres (linear elastic), the matrix (viscoplastic, experimentally identified) and the fibres/matrix interfaces (bi-linear cohesive zone model (CZM)) have been determined. The experimental observations allow restricting the possible range of the parameters of the cohesive zone model among published values for similar materials. Moreover, the experimentally observed and the numerically simulated displacement fields evidence the same damage scenario. Finally, the failure envelope of a yarn in the composite under combined tensile, compressive, and shear loading is determined based on microscale simulations. The proposed approach allows predicting the first stages of damage in a yarn based on the mechanics of the composite's constituents at the microscopic scale.

