

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA – BOUMERDES



**UNIVERSITE
DE BOUMERDES**

FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIEUR

Thèse de Doctorat

Présentée par : Rafik HALIMI

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat

Filière : Sciences et Génie des Matériaux

Option : Physique et Mécanique des Matériaux

Etude du comportement à l'endommagement des matériaux composites stratifiés.

Thèse soutenue le : 23/06/2018

Devant le jury composé de :

ZERIZER Abdellatif	Professeur	U.M.B. Boumerdes	Président de jury
BEZZAZI Boudjema	Professeur	U.M.B. Boumerdes	Directeur de thèse
BADIDI BOUDA Ali	Directeur de Recherche	C.R.T.I	Co-directeur de thèse
AIT TAHAR Kamal	Professeur	U.A.M.O. Bouira	Examineur
BENKHEDDA Younes	Professeur	U.S.D. Blida	Examineur
DILMI Hamid	MCA	U.M.B. Boumerdes	Examineur

Boumerdes, 2017/2018

À la mémoire de ma mère et de ma sœur,

À mon père, frères et sœur,

À ma femme et mes enfants,

À mes amis,

Remerciements

Ce travail a été effectué au sein d'Unité de Recherche Matériaux, Procédés et Environnement (URMPE) de l'Université de Boumerdes, à l'Unité de Recherche et Développement de Matériels Aéronautiques (URDMA) et au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

Je tiens à remercier en premier lieu, le Bon Dieu, le Tout Puissant, de m'avoir donné autant de courage, de patience et de volonté pour finaliser ce travail.

Je commencerai par adresser mes remerciements à Monsieur **Bezzazi Boudjema**, Professeur à l'Université de Boumerdes, pour m'avoir accueilli au sein de son équipe de recherche et accepté de m'encadrer dans ce travail de doctorat.

Je remercie également Monsieur **Badidibouda Ali**, Directeur de recherche au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI), pour avoir accepté de co-encadrer cette thèse.

J'exprime mes remerciements à Monsieur **Zerizer Abdellatif**, Professeur à l'Université de Boumerdes d'avoir accepté de présider le jury de ma soutenance de thèse.

Je remercie Monsieur **Benkhedda Younes**, Professeur à l'Université de Blida, Monsieur **Ait Tahar Kamal**, Professeur à l'Université de Bouira, et Monsieur **Dilmi Hamid**, Maître de Conférences (A) à l'Université de Boumerdes, pour avoir accepté d'être membres de jury de la soutenance de thèse.

J'adresse mes remerciements à Monsieur **Mdjahed Rabah**, Directeur du l'Unité de Recherche (URDMA) et à toute l'équipe du laboratoire et en particulier Mr **Abdoune Faïçal**, **Mimouni Oussama** et **Abbou M'hamed Djelloul** pour leur accueil chaleureux et pour l'aide qu'ils m'ont apportée à la réalisation des essais de vibration est DMA.

Je n'oublierai pas de remercier l'ensemble des chercheurs du CRTI, et en particulier les membres de la DCI. Mes remerciements vont également aux membres de l'Atelier d'Etalonnage : **Barkat Hamza**, **Rouabha Abdeslem** et **Herbadji Abderrahim**.

Je remercie tout particulièrement M^{elle} **Boukazouha Faiza**, Maître de recherche B au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI), pour son aide précieuse et pour le temps qu'elle a accordé à rapporter cette thèse.

Je tiens à remercier également toute l'équipe de l'unité URMPE et en particulier Mr **Aribi Choaib** et Mr **Ait Hacène Said** pour l'aide qu'ils m'ont apportée à l'élaboration des plaques composites et à la réalisation des essais mécaniques.

Enfin, un grand merci est adresser à tous mes amis ainsi qu'à toute personne ayant contribué de près ou de loin à ce travail.

Résumé

Dans ce travail, plusieurs composites stratifiés à matrice époxyde ont fait l'objet d'une étude expérimentale dans le but de déterminer l'influence de certains paramètres tels que, le type de renforts, la séquence d'empilement et l'hybridation sur le comportement mécanique et dynamique amortissant. Une étude détaillée est d'abord menée pour déterminer les propriétés mécaniques des différents composites stratifiés, en traction statique et en flexion 3-points. Les résultats obtenus ont été analysés et comparés à ceux trouvés par la méthode ultrasonore. Des observations microscopiques au microscope optique et au microscope électronique à balayage (MEB) des faciès de rupture des différentes éprouvettes ont été présentées et les modes d'endommagement ont été analysés.

Ensuite, une analyse du comportement dynamique, en utilisant la méthode d'analyse dynamique mécanique (DMA) et la méthode d'analyse modale expérimentale (EMA), est mise en place pour identifier les propriétés viscoélastique et dissipatives des différents matériaux.

Enfin, l'utilisation de la méthode d'analyse modale et la méthode ultrasonore (propagation des ondes de Lamb) pour la détection de la présence d'endommagement a permis d'éclairer le lecteur sur la sensibilité de ces deux méthodes d'analyse, et de mettre en évidence l'évolution des propriétés mécaniques de la structure composite en fonction du niveau de dégradation.

Mots clés : Composites stratifiés, Comportement viscoélastique, Interface, Vibrations, Analyse modale, Amortissement, Cohésion, Endommagement

Abstract

In this work, several polymer matrix laminated composites have been the subject of an experimental study in order to determine the effect of some parameters such as, the type of reinforcements, the stacking sequence and the hybridization on the mechanical and dynamical behavior. First, an extensive study is carried out to determine the mechanical properties of the various laminated composites, in static tension and in 3-point bending. The results obtained were analyzed and compared to those found by the ultrasonic contact method. Microscopic observations under the optical microscope and scanning electron microscope (SEM) of the fracture of the various specimens were presented and the damage modes were analyzed.

Then, an analysis of the dynamic behavior, using the mechanical dynamic analysis method (DMA) and the experimental modal analysis method (EMA), allowed to identify the viscoelastic and dissipative properties of the different materials.

Finally, the use of the modal analysis and the ultrasonic (propagation of Lamb waves) methods for the detection of the presence of damage made it possible to enlighten the reader on the sensitivity of these two analysis methods, and to highlight the evolution of the mechanical properties of the composite structure as a function of the level of degradation.

Key words: Composites laminates, Viscoelastic behavior, Interface, Vibrations, Modal analysis, Damping, Adhesion, Damage.

ملخص:

في هذه الأطروحة، العديد من المركبات المصنوعة البوليميرية كانت موضوع دراسة تجريبية من أجل تحديد تأثير بعض العوامل مثل، نوع الألياف، تسلسل التراص وطيات التهجين على السلوكيات الميكانيكية والديناميكية. أولاً، تم إجراء دراسة واسعة النطاق لتحديد الخواص الميكانيكية لمختلف المركبات من خلال اختبارات ميكانيكية ثابتة بما في ذلك اختبارات الشد واختبارات الانحناء من 3 نقاط. تم تحليل النتائج المحصل عليها ومقارنتها مع تلك التي وجدت بطريقة الاتصال بالموجات فوق الصوتية. تم عرض الملاحظات المجهرية تحت المجهر الضوئي والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) من العينات المختلفة وتم تحليل أوضاع الضرر.

لدراسة السلوك الديناميكي للمواد المركبة، تم استخدام طريقتين للتحليل الاهتزازي، وهما طريقة التحليل الديناميكي الميكانيكي (DMA) وطريقة التحليل الشكلي التجريبي (EMA). وقد تبين أن الأداء الميكانيكي والتخميد تتأثر بنوع الألياف، و تسلسل التراص، وظروف الحدود، كما ان وجود الضرر ك انفصال الطبقات ينتج انخفاضاً في الترددات الطبيعية، مما يدل على انخفاض في صلابة اللوحات المركبة. وللتأكد من صحة النتائج المحصل عليها بطريقة التحليل الشكلي التجريبي، تم استعمال التحاكي الرقمي بطريقة العناصر المنتهية بواسطة — اباكيس —

وأخيراً، فإن استخدام طريقة التحليل الشكلي وطريقة الموجات فوق الصوتية (انتقال موجات لامب) للكشف عن وجود العيوب جعلت من الممكن تنوير القارئ على حساسية هاتين الطريقتين للتحليل، وتسلط الضوء على تطور الخصائص الميكانيكية للهياكل المركبة كدلالة لمستوى الضرر.

الكلمات الرئيسية: اللصاق المركبة، السلوك اللزج، الاهتزازات، التحليل الشكلي، التخميد، الأضرار

Table des matières

Introduction générale.....	17
Chapitre 1 : Etat de l'art sur le comportement à l'endommagement des matériaux composites stratifiés	
1.1 Les matériaux composites	21
1.1.1 Introduction	21
1.1.2. Les constituants	22
1.1.2.1. Renforts	22
1.1.2.2. Matrice	23
1.1.2.3. L'interphase	23
1.1.3. Les stratifiés	24
1.2. Comportement des composites stratifiés sous sollicitations mécaniques.....	24
1.2.1. Comportement des composites unidirectionnels	24
1.2.2. Comportement des composites tissés	25
1.2.3. Comportement des composites hybrides	27
1.2.3.1. Propriétés de traction	27
1.2.3.2. Propriétés de flexion	28
1.3. Endommagement des composites stratifiés.....	28
1.3.1. Mécanismes d'endommagement	28
1.3.1.1. Fissuration matricielle	29
1.3.1.2. Décohésion fibre-matrice	30
1.3.1.3. Délaminage	30
1.3.1.4. Rupture de fibres.....	30
1.3.2. Paramètres influençant l'endommagement	31
1.3.2.1. Influence du mode du chargement appliqué.....	31
1.3.2.2. Influence des conditions environnementales	32
1.3.2.3. Influence de la séquence d'empilement	33
1.3.2.4. Influence de la fraction volumique	33
1.3.2.5. Influence de la nature et la forme des constituants.....	34
1.3.2.6. Influence de l'orientation des fibres	35
1.3.3. Techniques de caractérisation de l'endommagement.....	35
1.3.3.1. Les ultrasons	36
1.3.3.2. L'émission acoustique	37
1.3.3.3. L'analyse modale	37
1.4. Conclusion	38

Chapitre 2 : Analyse de propriétés viscoélastiques des matériaux polymères et composites

2.1. Généralités sur les polymères.....	40
2.1.1. Etat des polymères.....	40
2.1.1.1. Les polymères thermoplastiques	41
2.1.1.2. Les polymères thermodurcissables.....	41
2.1.2. Propriétés des polymères	42
2.1.2.1. Propriétés mécaniques	42
2.1.2.2. Propriétés amortissantes des polymères	43
2.1.2.3. Propriétés thermiques	44
2.1.2.4. Propriétés physico-chimiques.....	46
2.2. Amortissement des matériaux composites	47
2.2.1. Techniques d'amortissement	47
2.2.2. Types d'amortissement.....	48
2.2.3. Méthodes de mesure de l'amortissement	48
2.3. Techniques d'analyse dynamique des composites	51
2.3.1. Analyse Mécanique Dynamique.....	51
2.3.2. Analyse Modale expérimentale	52
2.4. Conclusion.....	54

Chapitre 3 : Etude du comportement mécanique en statique des composites stratifiés en traction et flexion 3-points

3.1. Matériaux d'étude	57
3.1.1. Renforts	57
3.1.2. Matrices	58
3.1.2.1. Propriétés mécaniques des matrices	58
3.1.2.2. Propriétés thermiques (analyse enthalpique différentielle)	60
3.2. Mise en œuvre des plaques composites.....	61
3.3. Caractérisation des composites stratifiés fabriqués.....	62
3.3.1. Composition et dénomination.....	62
3.3.2. Densité et fraction volumique	63
3.3.3. Observations microscopiques.....	65
3.3.4. Caractérisation mécanique.....	65
3.3.4.1. Essais de Traction	65
3.3.4.2. Essais de flexion trois points.....	66
3.3.5. Caractérisation par mesures ultrasonores	67
3.3.5.1. Dispositif expérimental.....	67
3.3.5.2. Calcul des propriétés élastiques.....	68

3.4. Résultats et discussions des essais mécaniques.....	70
3.4.1. Analyses microscopiques préliminaires	70
3.4.2. Effet du type de la matrice	70
3.4.3. Effet du type de renfort.....	73
3.4.4. Effet de l'architecture du renfort	74
3.4.5. Effet de la séquence d'empilement.....	76
3.4.6. Effet de l'hybridation	78
3.4.7. Résultats des essais ultrasonores	81
3.5. Observations des faciès de rupture	84
3.5.1. Mode de rupture en traction	84
3.5.2. Mode de rupture en flexion	87
3.5.3. Analyse des faciès de rupture au MEB.....	90
3.6. Conclusion	92

Chapitre 4 : Analyse expérimentale du comportement thermomécanique et vibratoire des composites stratifiés

4.1. Analyse Mécanique Dynamique (DMA)	96
4.1.1. Dispositif expérimental	96
4.1.2. Effet de la température	97
4.1.3. Effet de la fréquence.....	98
4.1.4. Effet de type du renfort.....	101
4.1.5. Effet de la séquence d'empilement	105
4.1.6. Effet de l'hybridation	107
4.1.7. Comparaison entre les essais mécaniques et dynamiques	111
4.2. Analyse modale expérimentale (EMA).....	111
4.2.1. Equipement de test de vibration	112
4.2.1.1. Marteau de choc.....	112
4.2.1.2. Accéléromètre.....	112
4.2.1.3. Amplificateur	113
4.2.1.4. Acquisition et traitement des données	113
4.2.2. Dispositif expérimental	113
4.2.3. Paramètres d'acquisition	115
4.2.4. Détermination des paramètres viscoélastiques	116
4.2.4.1. Extraction des paramètres modaux	116
4.2.4.2. Détermination du module élastique	119
4.2.5. Analyse du comportement vibratoire	120
4.2.5.1. Effet des conditions aux limites.....	120
4.2.5.2. Effet de la géométrie des plaques	122
4.2.5.3. Effet de la position de l'accéléromètre	123
4.2.5.4. Répétabilité des résultats d'essai	124
4.2.5.5. Effet du type de renfort.....	125

4.2.5.6. Effet de l'hybridation.....	127
4.2.5.7. Effet de la séquence d'empilement.....	128
4.2.6. Outils de simulation numérique	130
4.3. Conclusion.....	133

Chapitre 5 : Etude du comportement dynamique des composites stratifiés en présence d'endommagement

5.1. Mise en œuvre des plaques endommagées.....	136
5.2. Détection du délaminage par la méthode ultrasonore	137
5.2.1. Imagerie C-scan.....	137
5.2.2. Détection de délaminages à l'aide d'onde de Lamb.....	138
5.2.2.1. Équations de Rayleigh-Lamb.	138
5.2.2.2. Configuration expérimentale	140
5.2.2.3. Courbes de dispersion.....	140
5.2.2.4. Atténuation du mode S_0	141
5.2.3.5. Effet de la taille du délaminage	142
5.2.3.6. Effet de la position de délaminage en épaisseur	143
5.3. Analyse modale d'une plaque endommagée	145
5.3.1. Effet de la taille du délaminage	145
5.3.2. Effet de la position du délaminage	147
5.3.2.1. Position du délaminage en épaisseur de la plaque.....	147
5.3.2.2. Position du délaminage en longueur de la plaque	148
5.4. Conclusion.....	149
Conclusion générale	152
Références bibliographiques	156
Annexes	170

Liste des figures

Chapitre 1 : Etat de l'art sur le comportement à l'endommagement des matériaux composites stratifiés

Figure 1.1 : Matériau composite	21
Figure 1.2 : Différentes architectures de renforts continus	23
Figure 1.3 : Effet de l'arrangement des fibres sur la symétrie	24
Figure 1.4 : Essai de traction d'un composite unidirectionnel avec différentes orientations des fibres	25
Figure 1.5 : Essais de traction (a), et cisaillement plan (b) pour des stratifiés carbone/époxy à plis UD et tissés	26
Figure 1.6 : Principaux mécanismes d'endommagement dans un stratifié	29
Figure 1.7 : Exemples de différents modes d'endommagement	31

Chapitre 2 : Analyse de propriétés viscoélastiques des matériaux polymères et composites

Figure 2.1 : Schéma de la structure d'un polymère amorphe (a), polymère semi-cristallin (b), et polymère réticulé (c)	40
Figure 2.2 : Comportements mécanique de matériaux : a) élastique, b) visqueux, c) viscoélastique	42
Figure 2.3 : Cycle de contrainte-déformation traduisant l'hystérésis pour un matériau viscoélastique	43
Figure 2.4 : Comportement d'un polymère en fonction de la température	45
Figure 2.5 : Diagramme Température - Temps -Transformation TTT	46
Figure 2.6 : Principaux mécanismes d'amortissement	48
Figure 2.7 : Domaines de fréquences pour différents méthodes d'analyse	49
Figure 2.8 : Réponse temporelle d'un système en vibration libre	49
Figure 2.9 : Méthode de largeur de bande à -3 dB	50

Chapitre 3 : Etude du comportement mécanique en statique des composites stratifiés en traction et flexion 3-points

Figure 3.1 : Renforts utilisés : (a) Carbone UD, (b) Carbone taffetas, (c) Kevlar sergé, (d) Verre taffetas, (e) Verre satin et (f) Verre sergé	57
Figure 3.2 : Géométrie des éprouvettes haltères de traction pour les matrices époxydes	58
Figure 3.3 : Comportement en traction de la matrice STR et EPO50-A	59
Figure 3.4 : Comportement en flexion 3-points des deux matrices étudiées	59
Figure 3.5 : Courbes DSC pour les deux matrices époxydes	60
Figure 3.6 : Principe du procédé d'infusion de résine liquide à sac à vide	61
Figure 3.7 : Infusion d'une plaque stratifiée par le procédé LRI	63
Figure 3.8 : Géométrie et dimensions des éprouvettes testées exprimées en mm	65
Figure 3.9 : Banc d'essai de traction	66
Figure 3.10 : Banc d'essai de flexion 3-points	67
Figure 3.11 : Dispositif expérimental pour les mesures ultrasonores par contact	68

Figure 3.12 : Observations microscopiques d'un stratifié PCLS	70
Figure 3.13 : Effet de la matrice sur le comportement en traction des stratifiés a) PCLS et PCLE, b) SGLS et SGLE	71
Figure 3.14 : Effet de la matrice sur le comportement en flexion des stratifiés a) PCLS et PCLE, b) SGLS et SGLE	72
Figure 3.15 : Histogramme comparatif des essais mécaniques	72
Figure 3.16 : Effet de du type de renfort sur le comportement en traction des stratifiés	73
Figure 3.17 : Effet de du type de renfort sur le comportement en flexion des stratifiés	73
Figure 3.18 : Histogramme comparatif des essais mécaniques	74
Figure 3.19 : Effet de l'architecture de renfort sur le comportement en traction des stratifiés	75
Figure 3.20 : Effet de l'architecture de renfort sur le comportement en flexion des stratifiés	75
Figure 3.21 : Histogramme comparatif des essais mécaniques	76
Figure 3.22 : Effet de la séquence d'empilement sur le comportement en traction des stratifiés	77
Figure 3.23 : Effet de la séquence d'empilement sur le comportement en flexion des stratifiés	77
Figure 3.24 : Histogramme comparatif des essais mécaniques	78
Figure 3.25 : Effet de l'hybridation sur le comportement en traction des stratifiés	80
Figure 3.26 : Effet de l'hybridation sur le comportement en flexion des stratifiés	80
Figure 3.27 : Histogramme comparatif des essais mécaniques	81
Figure 3.28 : Signaux ultrasonores obtenus pour un stratifié PCLS	82
Figure 3.29. Histogrammes comparatifs des propriétés mécaniques, a) E1, b) E2, et c) ν_{12}	83
Figure 3.30 : Macrographies des modes de rupture en traction des stratifiés	85
Figure 3.31 : Mode de rupture par fissuration transverse des stratifiés tissés	87
Figure 3.32 : Influence du motif de tissage sur la rupture des stratifiés sollicités en traction	87
Figure 3.33 : Macrographies des modes de rupture en flexion des stratifiés	89
Figure 3.34 : Images MEB des modes de rupture des stratifiés	92

Chapitre 4 : Analyse expérimentale du comportement thermomécanique et vibratoire des composites stratifiés

Figure 4.1 : L'analyseur mécanique dynamique (DMA) 242C.....	96
Figure 4.2 : Evolution du module de stockage et du facteur de perte en fonction de la température à une fréquence de de 1.0 Hz	97
Figure 4.3 : Effet de la fréquence de sollicitations sur l'évolution : (a) module de stockage, (b) facteur de perte pour le stratifié UDLS1	99
Figure 4.4 : Effet de type de renfort sur l'évolution de : (a) module de stockage, (b) facteur de perte des stratifiés avec une fréquence de 1.0 Hz	102
Figure 4.5 : Variation de $\ln f$ en fonction de de $1/T_g$ du pic $\tan \delta$	104
Figure 4.6 : Influence de la configuration des fibres sur : (a) module de stockage, (b) facteur de perte à une fréquence de 1Hz	105
Figure 4.7 : Variation de $\ln f$ en fonction de de $1/T_g$ du pic $\tan \delta$	107
Figure 4.8 : Effet de l'hybridation des plis sur : (a) module de stockage, (b) facteur de perte à une fréquence de 1Hz	108
Figure 4.9 : Variation de $\ln f$ en fonction de de $1/T_g$ du pic $\tan \delta$	110
Figure 4.10 : Dispositif expérimental d'un essai au marteau :a) Système d'acquisition,	

b) Marteau de choc, c) Amplificateur, d) Accéléromètre	114
Figure 4.11 : Repérage des points d'impact et de mesure sur une plaque encasté-encasté (E-E) et encasté-libre (E-L).....	115
Figure 4.12 : Principe d'identification des paramètres mécaniques	116
Figure 4.13 : Réponse temporel de l'accéléromètre après l'excitation du marteau de choc	117
Figure 4.13 : FRF d'une plaque encasté-libre d'un stratifié SGLE	117
Figure 4.14 : Interface graphique utilisateur du logiciel d'analyse CATS Moda	118
Figure 4.15 : Déformées modales expérimentale d'une plaque stratifiée E-E	119
Figure 4.16 : Spectres FRF pour le stratifié PCLE pour les deux conditions aux limites	121
Figure 4.17 : Variation de la fréquence naturelle avec différent conditions aux limite	121
Figure 4.18 : Variation des fréquences propres avec le rapport R d'une plaque encasté-libre	123
Figure 4.19 : Position de l'accéléromètre sur une plaque stratifié encasté-libre	123
Figure 4.20 : Variation des :a) fréquences propres, b) amortissement avec la position de l'accéléromètre d'une plaque stratifié SGLS encasté-libre	124
Figure 4.21 : Spectres FRF pour les différents stratifiés avec les deux conditions aux limites	125
Figure 4.22 : Influence du type de renfort sur les fréquences propres : a) E-E, b) E-L	126
Figure 4.23 : Influence du type de renfort sur les taux d'amortissement : a) E-E, b) E-L	126
Figure 4.24 : Comparaison des spectres FRF des différents stratifiés hybrides	127
Figure 4.25 : Influence de l'hybridation sur les fréquences propres : a) E-E, b) E-L	127
Figure 4.26 : Influence de l'hybridation sur les taux d'amortissement : a) E-E, b) E-L	128
Figure 4.27 : Influence de la séquence d'empilement sur les fréquences propres : a) E-E, b) E-L	129
Figure 4.28 : Effet de la séquence d'empilement sur les taux d'amortissement : a) E-E, b) E-L	129
Figure 4.29 : Déformées modales pour une plaque SGLE encastée-encastée	130
Figure 4.30 : Déformées modales pour une plaque SGLE encastée-libre	131
Figure 4.26 : Comparaison entre les fréquences propres expérimentales et numériques	132

Chapitre 5 : Etude du comportement dynamique de composites stratifiés en présence d'endommagement

Figure 5.1 : Taille et position des délaminages introduits dans les plaques stratifiés	136
Figure 5.2 : Dispositif expérimental (imagerie C-scan en transmission)	137
Figure 5.3 : Images C-scan de défaut délaminage (téflon)	137
Figure 5.4 : Modes de Lamb : a) symétrique, b) antisymétrique	139
Figure 5.5 : Dispositif expérimental en transmission (Génération du mode de Lamb S_0).....	140
Figure 5.6 : Courbe de dispersion expérimentale du mode S_0 pour le stratifié SGLE	141
Figure 5.7 : Atténuation du mode S_0 , a) Signaux du mode S_0 obtenus pour différentes distance, b) courbe d'atténuation pour le stratifié SGLE	142
Figure 5.8 : Mode de Lamb S_0 obtenu pour différentes tailles du délaminage	143
Figure 5.9 : Mode de Lamb S_0 obtenu pour différentes positions du délaminage en épaisseur	144
Figure 5.10 : Spectres FRF avec différentes tailles du délaminage (plaques E-E)	145
Figure 5.11 : Évolution des fréquences propres en fonction de la taille du délaminage	146
Figure 5.12 : Décalage des fréquences propres en fonction de la taille du délaminage,	146
Figure 5.13 : Évolution des fréquences propres en fonction de la position du délaminage en épaisseur, a) plaques E-E, b) plaques E-L	148

Figure 5.13 : Évolution des fréquences propres en fonction de la position du délaminage en épaisseur, a) plaques E-E, b) plaques E-L 149

Liste des tableaux

Chapitre 3 : Etude du comportement en statique de composites stratifiés en traction et flexion 3-points

Tableau 3.1 : Désignation et propriétés de renforts étudiées.....	57
Tableau 3.2. Propriétés physiques et mécaniques des deux matrices.....	61
Tableau 3.3. Propriétés de différentes composites stratifiées élaborées.....	64
Tableau 3.4. Caractéristiques des transducteurs utilisés.....	68
Tableau 3.5. Mesure des constantes élastiques à partir des vitesses ultrasonores	69
Tableau 3.5. Caractéristiques mécaniques en traction et en flexion des stratifiés.....	72
Tableau 3.6. Caractéristiques mécaniques en traction et en flexion des stratifiés.....	74
Tableau 3.7. Caractéristiques mécaniques en traction et en flexion des stratifiés.....	76
Tableau 3.8. Caractéristiques mécaniques en traction et en flexion des stratifiés.....	78
Tableau 3.9. Fraction volumique des fibres et matrice des différents stratifiés hybrides.....	79
Tableau 3.10. Caractéristiques mécaniques en traction et en flexion des stratifiés.....	83
Tableau 3.11. Résultats de mesure de vitesses ultrasonores pour les différents stratifiés.....	86

Chapitre 4 : Analyse expérimentale du comportement thermomécanique et vibratoire des composites stratifiés

Tableau 4.1 : Détermination de l'énergie d'activation pour différents stratifiés	101
Tableau 4.2 : Résultats de l'essai DMA pour la matrice STR et différents stratifiés.....	102
Tableau 4.3 : Résultat de l'essai DMA pour la matrice STR et différents stratifiés.....	106
Tableau 4.4 : Résultat de l'essai DMA pour la matrice EPO50 et différents stratifiés.....	108
Tableau 4.5: Comparaison entre les résultats de flexions 3-points et les résultats DMA.....	111
Tableau 4.6. Fréquences naturelles et taux d'amortissement pour le stratifié PCLE avec différent conditions aux limites E-E et E-L.....	121
Tableau 4.7 : Paramètres modaux avec différent longueur de la plaque.....	122
Tableau 4.8. Paramètres modaux avec différent position de l'accéléromètre.....	123
Tableau 4.9. Test de répétabilité du protocole d'essais de vibration.....	125
Tableau 4.10 : Fréquences propres et taux d'amortissement pour les différents stratifiés.....	126
Tableau 4.11. Fréquences propres et taux d'amortissement pour les stratifiés hybrides.....	127
Tableau 4.12. Fréquences propres et taux d'amortissement pour les différentes configurations.....	129

Chapitre 5 : Etude du comportement dynamique de composites stratifiés en présence d'endommagement

Tableau 5.1 : Protocole d'essai de vibration des plaques stratifiées en présence des délaminages.....	136
Tableau 5.2 : Résultats de mesure d'amplitude et du temps d'arrivée du mode S_0	143
Tableau 5.3 : Résultats de mesure d'amplitude et du temps d'arrivée du mode S_0	144
Tableau 5.4. Effet de la taille du délaminage sur les fréquences propres et taux d'amortissement	146
Tableau 5.5 : Effet de la position du délaminage en épaisseur sur les paramètres modaux	148
Tableau 5.6 : Effet de la position du délaminage en longueur sur les paramètres modaux	148

Introduction générale

Introduction générale

De nombreux secteurs industriels tels que l'aéronautique, le transport automobile et les constructions navales font de plus en plus appel aux matériaux composites à matrice organique du fait de nombreux avantages qu'offrent ces matériaux par rapport aux matériaux métalliques conventionnels. Parmi ces avantages, la combinaison de leurs propriétés mécaniques élevées et leur faible densité qui permet un allègement conséquent des structures [1]. Cependant, l'usage intensif de ces matériaux en tant qu'éléments de structure, en particulier dans le domaine de l'aviation civile, reste limité par la nécessité de prouver leur durabilité et leur fiabilité, pour garantir la sécurité des transports. Au cours de leur utilisation en service, ces matériaux sont généralement soumis à des conditions environnementales sévères (mécaniques, thermiques, chimiques, etc.), pouvant entraîner des pertes importantes des propriétés mécaniques et mener ainsi à la rupture [2].

L'identification du comportement mécanique global de matériaux composites par la connaissance des propriétés mécaniques en statique n'est pas suffisante. En effet, des informations complémentaires sur les propriétés dynamiques et plus spécifiquement les paramètres d'amortissement sont alors nécessaires. Le comportement amortissant des matériaux composites traduit les dissipations d'énergies internes se produisant à différentes échelles qui dépendent des propriétés viscoélastiques des différents constituants et des phénomènes de friction aux interfaces fibres/matrice. Les performances mécaniques d'un matériau composite dépendent non seulement des propriétés du renfort et de celles de la matrice, mais également de la qualité (cohésion et durabilité) de la zone inter-faciale, qui garantit la compatibilité renforts/matrice en assurant la répartition des contraintes des uns à l'autre. C'est essentiellement dans cette zone que se développent les phénomènes de concentration de contraintes. De plus, la dégradation de la zone inter-faciale entraîne des endommagements structurels, tels que la décohésion fibres/matrice ou le délaminage, qui vont influencer les propriétés du composite final [3].

L'utilisation des méthodes d'analyse vibratoire telle que l'analyse dynamique mécanique (DMA) ou la méthode hors résonance et l'analyse modale expérimentale (EMA) ou la méthode en résonance, est devenue primordiale pour étudier le comportement viscoélastique des matériaux composites. Ces méthodes expérimentales rendent compte à la fois de la rigidité de la structure et du comportement amortissant du matériau. La DMA est basée sur la réponse du matériau à une sollicitation mécanique sinusoïdale en fonction de la température, de la

fréquence de sollicitation et du temps, ce qui permet de déterminer les différentes transitions que subit un polymère et d'étudier les phénomènes de relaxation [4]. Alors que l'EMA permet de décrire un matériau en termes de caractéristiques dynamiques propres d'une structure sollicitée en vibration, à savoir les fréquences de résonance et les taux d'amortissement [5].

Ce travail s'intéresse à l'étude théorique et expérimentale des matériaux composites stratifiés dans le but de déterminer l'influence de certains paramètres tels que : le type de renforts, la séquence d'empilement et l'hybridation des plis sur le comportement mécanique statique et viscoélastique amortissant. L'analyse modale est utilisée comme un moyen rapide pour contrôler et caractériser des endommagements dans les matériaux composites.

Ce mémoire comprend quatre chapitres.

Dans le premier chapitre, une étude bibliographique sur le comportement mécanique en statique des composites stratifiés ainsi que leurs mécanismes d'endommagement est présentée. Cette première partie comporte une présentation générale des matériaux composites, et en particulier les composites à matrices organiques (CMO). Le deuxième volet est consacré à l'état de l'art du comportement mécanique des composites stratifiés tissés, unidirectionnels et hybrides ainsi que les principaux modes de rupture pouvant se développer dans ces différentes structures. Quelques travaux de recherche sur l'influence de certains paramètres tels que : le type de chargement, les conditions environnementales, le type et la fraction volumique des fibres et la séquence d'empilement sur l'initiation et développement de l'endommagement dans les structures en composite stratifié sont présentés. Enfin, les différentes techniques de contrôle non destructives utilisées pour la caractérisation d'endommagement notamment la technique des ultrasons, d'émission acoustique et d'analyse modale, sont abordées.

Le deuxième chapitre concerne une étude bibliographique sur le comportement viscoélastique, et plus spécifiquement le comportement amortissant de matériaux polymères et composites. Tout d'abord, un aperçu sur les polymères et les différentes phases de transition et de transformation au cours de la polymérisation permet de comprendre les phénomènes microstructuraux qui sont à la base de l'amortissement. Ensuite, une présentation du comportement thermomécanique des polymères à l'échelle macroscopique est faite. Enfin, un état de l'art est réalisé présentant des méthodes d'analyses actuellement utilisées pour l'étude du comportement viscoélastique de matériaux composites, à savoir la méthode d'analyse mécanique dynamique et d'analyse modale. Ces analyses offrent des indicateurs potentiels sur l'état réel du matériau à une température et à une fréquence données et permettent la détection et la caractérisation de son endommagement.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude des caractéristiques mécaniques des différents composites stratifiés élaborés. Ces caractéristiques sont obtenues par des essais destructifs en traction et en flexion trois points et par des essais non destructifs en utilisant la technique ultrasonore. Les résultats obtenus permettent de déterminer l'influence des paramètres tels que : le type de renforts et de la matrice, l'architecture du renfort, la séquence d'empilement, et l'hybridation sur le comportement mécanique des composites stratifiés. Tout d'abord, les matériaux d'étude, le processus de mise en œuvre et les caractéristiques physiques et mécaniques des constituants de base sont présentés. Ensuite, des essais mécaniques de traction et de flexion 3-points sont réalisés sur des éprouvettes normalisées jusqu'à la rupture. Les résultats expérimentaux sont analysés et comparés à ceux trouvés par la méthode ultrasonore. La dernière partie de ce chapitre est consacré à l'étude des mécanismes d'endommagement par des observations microscopiques des faciès de rupture des éprouvettes de traction et de flexion. Ces observations ont été effectuées en utilisant le microscope optique et le microscope électronique à balayage (MEB).

Dans le quatrième chapitre, le comportement viscoélastique des composites stratifiés a été étudié en utilisant deux méthodes d'analyse vibratoire en flexion à savoir, la méthode d'analyse dynamique mécanique DMA et la méthode d'analyse modale. L'objectif est d'étudier l'influence des paramètres tels que le type de renforts et de la matrice, la séquence d'empilement et l'hybridation sur le comportement viscoélastique des composites stratifiés. Les propriétés élastiques et dissipatives des différents composites ont été donc identifiées pour chaque méthode d'analyse et les résultats sont comparés. Enfin, une simulation par élément fini via ABAQUS a été réalisée pour valider les résultats trouvés expérimentalement par analyse modale.

Le dernier chapitre est consacré à l'étude de la faisabilité de la détection et de la caractérisation de l'endommagement du type délaminage, en utilisant la méthode d'analyse modale et la méthode ultrasonore (propagation des ondes de Lamb). L'influence des paramètres tels que : la taille des délaminages, leurs positions en longueur et en profondeur selon l'épaisseur de la plaque, sur la propagation des ultrasons et sur les propriétés dynamiques a été étudiée. La détection et la caractérisation des délaminages a permis d'éclairer le lecteur sur la sensibilité de ces deux méthodes d'analyses et de mettre en évidence l'évolution des propriétés mécaniques de la structure composite en fonction du niveau de dégradation (taille et position du délaminage).

Chapitre 1

Etat de l'art sur le comportement à l'endommagement des matériaux composites stratifiés

Ce premier chapitre a pour objectif de présenter une étude bibliographique sur le comportement mécanique en statique des composites stratifiés ainsi que leurs mécanismes d'endommagement. Une présentation générale des matériaux composites, et en particulier les composites à matrices organiques (CMO), est faite en premier temps, pour mettre en évidence la nature et le rôle de chaque constituant. Le deuxième volet est consacré à l'état de l'art du comportement mécanique des composites stratifiés tissés, unidirectionnels et hybrides ainsi que les principaux modes de rupture pouvant se développer dans ces différentes structures. Les travaux de recherche présentés dans ce chapitre montrent l'influence de certains paramètres tels que : le type chargement, les conditions environnementales, le type et la fraction volumique des fibres et la séquence d'empilement, sur le développement des endommagements dans les composites stratifiés. Enfin, différentes techniques de contrôles non destructifs utilisés pour la caractérisation d'endommagement notamment la technique des ultrasons, d'émission acoustique et d'analyse modale, sont abordées.

1.1 Les matériaux composites

1.1.1 Introduction

Les matériaux composites sont largement utilisés comme matériaux de structure dans de nombreux secteurs industriels tels que l'aéronautique, le transport automobile et les constructions navales, du fait de leurs nombreux avantages par rapport aux matériaux métalliques conventionnels. Parmi ces avantages, on cite leur grand rapport rigidité/légèreté qui permet un allègement conséquent des structures ainsi que leur résistance à la fatigue et à la corrosion [6]. Un matériau composite est défini comme étant un matériau solide, hétérogène et anisotrope, constitué d'au moins deux constituants (phases) non miscibles de nature différente. Cet assemblage permet d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances mécaniques, thermiques et physico-chimiques est supérieur à celui d'un matériau à un seul constituant [7]. La phase discontinue est constituée d'une ossature rigide appelée renfort, alors que la phase continue, caractérisée par une résistance mécanique plus faible, est appelée matrice, comme représenté sur la figure 1.1. Le renfort a pour fonction principale d'assurer la tenue mécanique du composite grâce à ses caractéristiques mécaniques élevées. La matrice joue le rôle de transfert des efforts entre les fibres, assure la cohésion de la structure et garantit la tenue à l'environnement (température, vieillissement humide, etc).

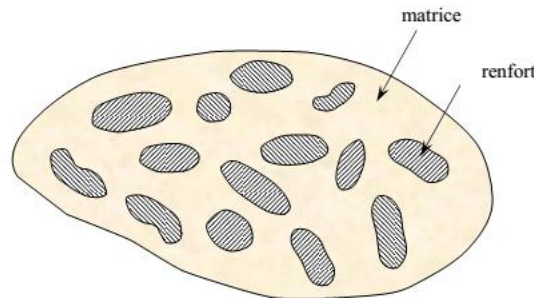


Fig.1.1 : Matériau composite [8]

Les matériaux composites sont classés en fonction de la nature de leurs éléments constituants (renfort et matrice), en trois grandes familles :

- Les composites à matrice polymère (organique), qui constituent le volume le plus important à l'échelle industrielle. Ils sont utilisés avec des fibres minérales (carbone, verre), fibres organiques (Kevlar, polyamides) et des fibres métalliques (bore, aluminium). La température d'utilisation se situe entre 200 et 300°C.
- Les composites à matrice métalliques (alliage d'aluminium, de titane), utilisés dans le domaine automobile et électronique avec des fibres minérales (carbone), métalliques (bore). La température d'utilisation peut atteindre 600°C.

- Les composites à matrice céramique réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température (1000°C). Ils sont utilisés avec des fibres métalliques (bore), des particules métalliques (cermets) et des particules minérales (carbures).

Une deuxième classification des composites est basée sur la forme du renfort qui peut être granulée ou fibreuse (fibres continues, fibres courtes, tissées, etc.) [9]. D'autres paramètres qui peuvent aussi influencer les propriétés mécaniques des matériaux composites sont l'arrangement des fibres ainsi que leurs orientations par rapport à l'axe principal. Par conséquent, le choix des constituants (natures et proportions), ainsi que le choix de la forme et de la disposition des renforts, permettent d'optimiser les performances mécaniques ou thermiques du composite.

Dans cette étude, on s'intéresse aux matériaux composites stratifiés à matrice organique (CMO). Les Plaques stratifiées, composées de huit (08) plis superposés, sont élaborées par la méthode de moulage sous vide, décrite par la suite.

1.1.2. Les constituants

1.1.2.1. Renforts

Les performances mécaniques d'un matériau composite sont directement liées aux propriétés des constituants élémentaires (fibres, matrice) ainsi qu'à la qualité de l'interface fibre-matrice. Le renfort a pour rôle d'assurer la rigidité du matériau grâce à ses caractéristiques mécaniques élevées. Il peut se présenter sous forme particulière (poudres, fibres broyées) ou fibreuse (longues et courtes) selon l'utilisation. Les fibres longues sont les plus utilisées pour la fabrication de composites du fait de leur résistance à la rupture et leur module d'élasticité plus élevé [10]. Ce sont des laminés (empilement de tissus) ayant des longueurs beaucoup plus grandes que leurs dimensions transversales. Les fibres les plus rencontrées dans les composites sont d'origine minérale (verre, carbone, etc.) ou organique (Kevlar ou aramide, etc.), du fait de leurs hautes performances mécaniques et de leur facilité d'emploi.

Selon l'application et les propriétés recherchées, les fibres longues existent sous plusieurs architectures de renforcement ou de texture. Elles peuvent être unidirectionnelles (plis unidirectionnels), bidimensionnelles (plis tissés, mats) ou multidimensionnelles (tissus complexes, tissus tridimensionnels ou plus). Dans un tissu unidirectionnel, les fibres sont alignées et assemblées parallèlement à la direction chaîne à l'aide d'un fil très léger dans la direction trame. Ils présentent des performances élevées dans la direction chaîne. Les tissus bidimensionnels sont des ensembles surfaciques de fils, de mèches, etc., réalisés sur un métier à tisser. Ils sont obtenus par l'entrecroisement de fils selon les deux directions, chaîne et trame.

Un tissu est équilibré si le poids de chaîne est égal au poids de trame [7]. La figure 1.2 illustre les différentes armures utilisées : la toile ou le taffetas, le sergé et le satin.

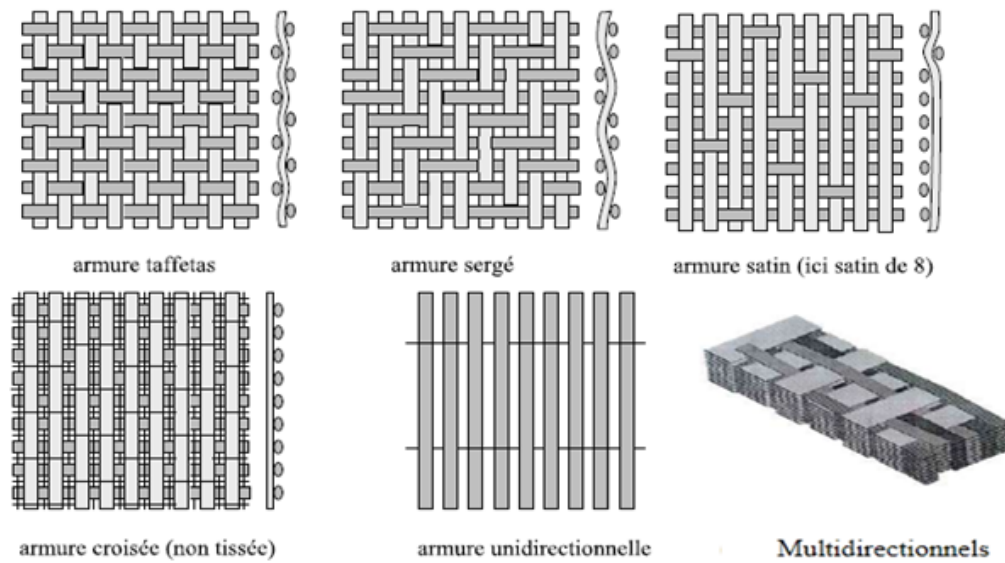


Fig.1.2 : Différentes architectures de renforts continus [7]

1.1.2.2. Matrice

Dans un matériau composite, la matrice a pour principal objectif de transmettre les sollicitations mécaniques aux renforts et de les protéger vis-à-vis des attaques environnementales (corrosion, oxydation, etc.). Les résines sont obtenues par réticulation d'une macromolécule prépolymérisée (développement des liaisons entre les chaînes du monomère), sous l'action de la chaleur. Pour améliorer les propriétés de la matrice, certains adjuvants et additifs sont utilisés. Il s'agit de colorants, de stabilisants, d'agents de réticulation, etc. La matrice peut être métallique (alliage d'aluminium, de titane, etc.), minérale (carbure de silicium, carbone, etc.), céramique ou organique (polymère). Les résines polymères les plus utilisées dans les matériaux composites sont les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques [11].

1.1.2.3. Interphase

Les performances d'un matériau composite dépendent non seulement des caractéristiques du renfort et de la matrice, mais aussi de celles de l'interphase. L'interphase est composée d'une surface de contact entre les fibres et la matrice qui s'appelle interface, et d'une région, de volume fini, prolongée dans la matrice [12]. Elle peut être considérée comme un constituant du composite car elle possède des propriétés chimiques, physiques, et mécaniques différentes de celles de la fibre et de la matrice. L'interphase assure la compatibilité renfort/matrice et permet le transfert des efforts de l'un à l'autre.

1.1.3. Les stratifiés

Le stratifié est un matériau constitué de la superposition de plusieurs plis ou monocouches liés entre eux par l'intermédiaire de la matrice et possédant chacun une orientation par rapport à un référentiel donné. Le choix de certains paramètres tels que le type du renfort, la séquence d'empilement et plus particulièrement les orientations des plis permet d'obtenir un nouveau matériau avec des propriétés mécaniques spécifiques [7]. Un stratifié possède la symétrie miroir lorsque les couches sont disposées symétriquement par rapport à son plan moyen. Si les tissus utilisés sont de natures différentes, le stratifié est dit hybride.

Dans cette étude, tous les stratifiés élaborés comportent huit (08) plis avec des empilements symétriques par rapport au plan moyen (miroir). L'épaisseur moyenne est d'environ 2 mm.

1.2. Comportement des composites stratifiés sous sollicitations mécaniques

1.2.1. Comportement des composites unidirectionnels

D'un point de vue macroscopique, les matériaux composites stratifiés présentent un comportement qui n'est pas forcément linéaire du fait de leur anisotropie. Leur comportement varie donc en fonction de l'arrangement géométrique de leurs constituants [13, 14]. De plus, la fraction volumique et l'orientation des fibres influent sur le caractère viscoélastique de la matrice ainsi que sur l'apparition de divers endommagements. Dans le cas des composites à renforts unidirectionnels, l'origine de l'anisotropie provient de la présence de fibres non parallèles entre elles. Selon l'arrangement de ces fibres, orientées dans ce cas selon l'axe 1, les composites unidirectionnels présentent différents degrés de symétrie (figure 1.3).

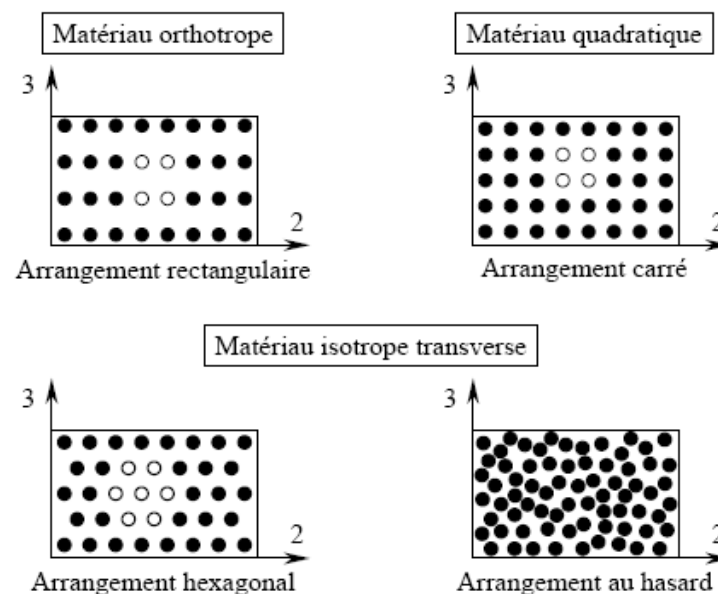


Fig.1.3 : Effet de l'arrangement des fibres sur la symétrie [15]

Brunbauer et al. [14] ont étudié le comportement en traction quasi-statique des composites, constitués de fibres de carbone unidirectionnelles et une matrice époxyde, avec différentes orientations de fibres. Ils ont rapporté que le composite sollicité suivant l'axe des fibres possède une excellente résistance à la traction avec un comportement linéaire élastique et une rupture considérée comme fragile. Ce résultat est expliqué par le fait que la charge est principalement supportée par les fibres qui possèdent d'excellentes propriétés longitudinales. Dans le sens transverse, le comportement est moins linéaire du fait de la viscoélasticité de la matrice et du glissement de fibres. Bezazi et al. [16] ont étudié le comportement mécanique de différents stratifiés croisés de type verre/époxyde en flexion 3-points. Ils ont constaté que les stratifiés possédant le plus grand nombre de plis à 0° parallèle à l'axe de chargement et qui se situe du côté extérieur, ont la plus grande rigidité et contrainte à la rupture comparé aux stratifiés possédant des plis à 90° à l'extérieur. Alors, du point de vue elongation maximale à la rupture, c'est la deuxième catégorie qui possède une meilleure résistance.

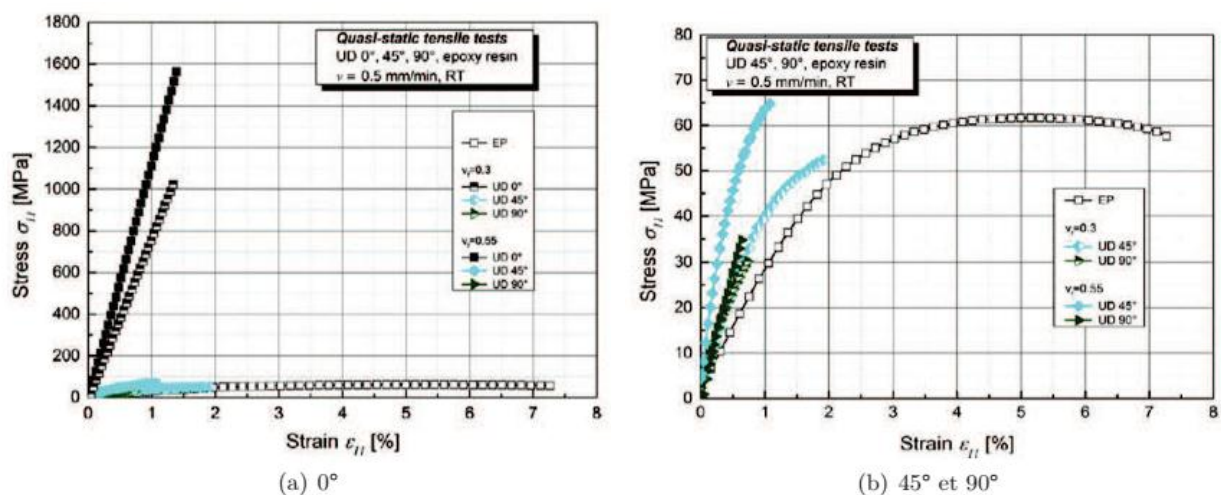


Fig.1.4 : Essai de traction d'un composite unidirectionnel avec différentes orientations des fibres [14]

1.2.2. Comportement des composites tissés

A une échelle macroscopique, un composite à plis tissés est considéré comme un matériau orthotrope constitué généralement de fils unidirectionnels croisés à 90° (direction chaîne ou trame). Ces matériaux sont caractérisés par 9 constantes élastiques et possèdent trois plans de symétrie, orthogonaux deux à deux.

Les composites stratifiés à renfort tissé équilibré, présentent un comportement linéaire fragile lors d'un chargement dans le plan du stratifié et selon l'axe des fibres (direction chaîne ou trame). Dans ce cas, le premier mode précédant la rupture est la fissuration de la matrice. Pour une sollicitation en traction hors axes et normale au plan du stratifié (cisaillement pur), le

comportement est fortement non-linéaire. Cette non-linéarité est due à l'apparition des endommagements et au comportement viscoélastique de la matrice organique [17].

L'étude du comportement mécanique sous chargement statique des composites stratifiés à renfort tissé a été réalisée par de nombreux auteurs. Par exemple, Daniel et al. [18] ont étudié le comportement mécanique en traction, compression et cisaillement des composites stratifiés tissés présentant la même résine époxyde mais des différents renforts (carbone de type satin 5 équilibré et carbone unidirectionnel). Ils ont rapporté que la rigidité et la résistance à la rupture des stratifiés à plis tissés satin sont inférieures de moitié à celles des stratifiés à plis unidirectionnels. En effet, les résultats montrent que les stratifiés tissés présentent un comportement ductile plus marqué que ceux des stratifiés unidirectionnels, ce qui se traduit par une déformation à la rupture deux fois plus importante. Karayaka et al. [19] ont rapporté que lors des essais monotones (traction, compression et flexion), l'accumulation des endommagements et la perte de rigidité associée justifient le comportement non-linéaire des stratifiés carbone/époxy à plis tissés.

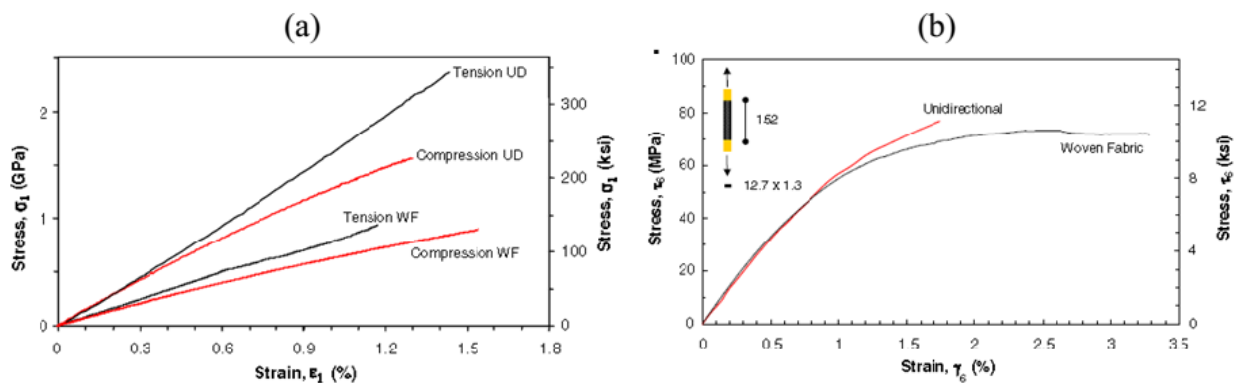


Fig.1.5 : Essais de traction (a), et cisaillement plan (b) pour des stratifiés carbone/époxy à plis UD et tissés [17]

Du point de vue structural, les composites unidirectionnels sont caractérisés par une rigidité ainsi qu'une résistance à la rupture spécifique élevées. Mais ces composites sont très sensibles aux dommages d'impact en raison de leur faible résistance à la traction transversale. L'avantage d'utiliser les composites stratifiés à plis tissés par rapport aux stratifiés à plis unidirectionnels est que les stratifiés à plis tissés présentent une meilleure tenue au chargement hors-plan et aux impacts. En effet, leur tissage qui est composé de torons entrecroisés équilibrés offre une bonne stabilité dimensionnelle dans les directions trame et chaîne. C'est pour cette raison que la résistance transversale à la traction des composites tissés est beaucoup plus élevée que celle des composites unidirectionnels [20].

1.2.3. Comportement des composites hybrides

Le terme «composite hybride» est généralement utilisé pour décrire un matériau qui contient deux ou plusieurs types de fibres dans une matrice commune. Ces matériaux hybrides offrent une large gamme de propriétés mécaniques qui ne peuvent être obtenues avec un seul type de renforcement. C'est un moyen efficace d'accroître les propriétés de déformation et d'impact ultimes tout en réduisant le coût d'un matériau composite avancé [21]. En effet, le concept d'hybridation donne la flexibilité au concepteur pour adapter les propriétés du matériau selon des exigences particulières. Le comportement des composites hybrides est en général une somme pondérée des apports des composants individuels dans lesquels il existe un équilibre entre leurs avantages et inconvénients [22]. Lorsqu'on considère les propriétés mécaniques des composites hybrides, on peut utiliser une règle générale des mélanges qui quantifie une propriété matérielle par rapport à la concentration volumique de ses constituants. De nombreux chercheurs ont toutefois noté l'existence d'un effet hybride, dans lequel les propriétés du matériau telles que prédites par la règle des mélanges, qui diffère de celui observé dans la réalité.

1.2.3.1. Propriétés de traction

Les performances mécaniques de flexion des composites hybrides dépendent fortement de l'orientation des plis, du type de renfort de chaque pli (carbone et verre) et de sa position par rapport à l'axe longitudinal du stratifié [23]. En effet, cela rend également les propriétés de flexion des composites hybrides plus difficiles à interpréter par rapport aux propriétés de traction. Pandya et al. [24] ont présenté une étude expérimentale sur les propriétés de traction et de compression pour deux types de composites hybrides réalisés à l'aide de tissus en carbone T300 de type satin 8H et de tissus E-glass de type taffetas avec une résine époxyde. Ils ont rapporté un effet hybride de + 36 % et + 90 % pour un composite hybride carbone/verre alors que la teneur en fibres de carbone était de 47 %. Ils ont montré que pour les composites hybrides, l'emplacement des plis de tissu de verre à l'extérieur et les plis de tissu de carbone à l'intérieur donne une plus grande résistance à la traction et de déformation à la rupture ultime par rapport à l'emplacement des plis de tissu de carbone dans l'extérieur et les plis de tissu de verre à l'intérieur. Un travail similaire a été réalisé par Zhang et al. [25]. Ils ont rapporté qu'avec des composites hybrides de la même composition, la séquence d'empilement n'a pas montré d'influence notable sur les propriétés de traction mais a affecté les propriétés de flexion et de compression de manière significative. Les résultats montrent que les composites hybrides avec 50% de volume de fibre de carbone fournissent les meilleures propriétés lorsque les couches de

carbone sont du côté extérieur des stratifiés. Des améliorations de la déformation à la rupture entre 10 % et 31 % ont été observées.

1.2.3.2. Propriétés de flexion

Wonderly et al. [26] ont rapporté que le rapport de la résistance à la compression sur la résistance à la traction est de 0,73 pour les composites de fibres de verre, alors qu'il n'était que de 0,34 pour les composites de fibres de carbone en raison de la nature anisotrope de ces derniers. Néanmoins, il est possible d'augmenter la résistance à la flexion d'un composite en remplaçant les fibres de carbone dans les plis supérieurs du côté compression par des fibres de verre. Cela peut conduire à de grands effets hybrides. Dong et al. [27] ont obtenu des contraintes à la flexion expérimentales pour les composites hybrides composés des mélanges de tissus de carbone et de verre, qui sont 40% et 9% plus élevés que les composites de référence constitués de tissus de carbone et de verre seul. Ces contraintes étaient plus élevées que les valeurs prédites par l'analyse des éléments finis et la théorie du stratifié classique. Dans un travail similaire, Giancaspro et al. [28] ont remarqué que l'ajout de fibres de carbone aux stratifiés constitués de fibres de verre a augmenté la résistance à la flexion. Selon Giancaspro, il existe une quantité de fibre de verre optimale pour obtenir une résistance maximale à la flexion. Dong et al. [29] ont déclaré que la résistance à la flexion la plus élevée dans les composites hybrides carbone/verre a été obtenue à une teneur relative de 12,5% de fibres de verre, qui sont toutes placées du côté supérieur en compression. Une autre optimisation a montré que la résistance à la flexion peut encore être améliorée si la fraction de volume de fibres dans les plis de fibres de verre est plus élevée que dans les plis de fibres de carbone.

1.3. Endommagement des composites stratifiés

1.3.1. Mécanismes d'endommagement

L'hétérogénéité et l'anisotropie des matériaux composites rendent leurs mécanismes d'endommagement nombreux et complexes. Lorsqu'un matériau stratifié à matrice polymère est soumis à des sollicitations statiques ou cycliques, plusieurs mécanismes d'endommagement peuvent intervenir à l'échelle microscopique : microfissuration au niveau de la matrice et décohésion de l'interface fibre/matrice due à une concentration des contraintes [30]. Sous l'effet des contraintes inter-laminaires, ces mécanismes se développent et s'accumulent pour la création de nouvelles surfaces de rupture à l'échelle macroscopique ou des plis (macro fissures, délaminage), réduisant les performances mécaniques du matériau et conduisant ainsi à la ruine de la structure [31].

Les principaux mécanismes d'endommagement pouvant se produire dans les composites stratifiés sont : la fissuration matricielle, la rupture de l'interface fibres/matrice ou décohésion, le déchaussement de fibres, la rupture des fibres et le délaminage inter-plis (décohésion entendue entre deux plis) (Figure 1.6).

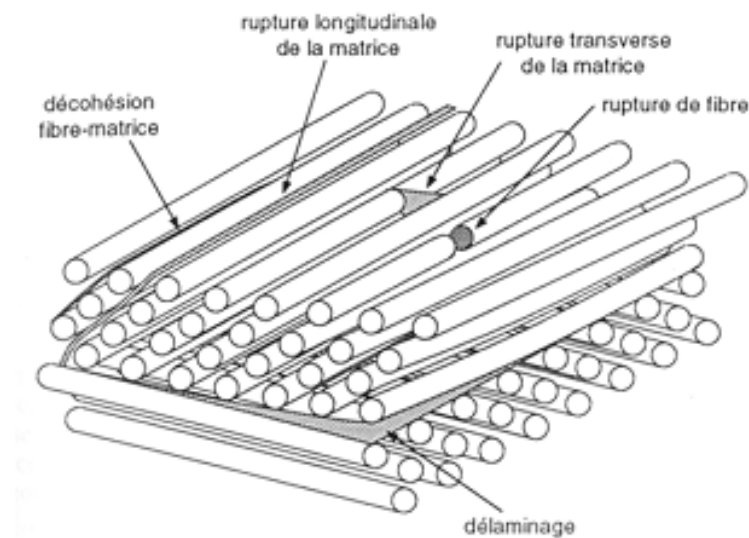


Fig.1.6 : Principaux mécanismes d'endommagement dans un stratifié [7]

1.3.1.1. Fissuration matricielle

A l'échelle microscopique, l'endommagement des composites à matrice organique (CMO) se produit au départ au niveau de la matrice par l'apparition des microfissures. Ces microfissures apparaissent au niveau des porosités et des inclusions lors d'une forte concentration de contraintes locales. De nombreuses études ont été faites sur le développement de ces fissures matricielles qui peuvent être transverses ou longitudinales, suivant la direction de la sollicitation [32-34]. Les fissurations de la matrice sont transverses lorsque la contrainte en traction dans la matrice atteint la contrainte à la rupture de la matrice. Elles se propagent selon la direction perpendiculaire à la sollicitation et elles peuvent provoquer la rupture de l'interface fibres/matrice et des glissements des fibres. Les fissurations transverses se produisent principalement dans les stratifiés dont les fibres sont fortement désorientées par rapport à l'axe de sollicitation (plis à 90°) [35]. Les fissurations longitudinales se manifestent lorsque la contrainte de cisaillement dans la matrice atteint la contrainte en cisaillement à la rupture, généralement au voisinage d'une fibre. Elles sont perpendiculaires aux interfaces des plis, mais traversent toute l'épaisseur des plis orientés à 0° par rapport à l'axe de sollicitation (cas du cisaillement) [36].

1.3.1.2. Décohésion fibre-matrice

Le phénomène de décohésion fibres/matrice se produit dans la zone intermédiaire entre les renforts et la matrice et dépend des propriétés mécaniques de chaque constituant. Plusieurs auteurs ont rapporté que la nature et les propriétés mécaniques de l'interface fibres/matrice influent sur le comportement à l'endommagement des matériaux composites soumis à une sollicitation statique ou cyclique [37]. Dans le cas particulier d'un composite à fibres unidirectionnelles (UD) sollicité par rapport à l'axe des fibres, la zone inter-faciale fibres/matrice est le siège d'initiation de fissures transverses, et par suite du développement d'autres modes d'endommagements liés à une perte d'énergie [38]. Suivant la nature de l'adhésion fibres/matrice, on peut distinguer les cas suivants : Pour un stratifié possédant une interface très cohésive, la propagation de fissures s'initie perpendiculairement soit par rupture de fibres, soit par rupture de la matrice et conduisant à la rupture de l'échantillon. La rupture observée sera de type fragile. Une interphase moins résistante, permettra de dévier la fissure vers l'interphase et de limiter son impact à quelques fibres uniquement. Dans le cas d'une interface très faible : la fissuration matricielle qui se propage entre les fibres (sans qu'il y ait rupture de fibres) provoque la rupture des interfaces fibres/matrice [39].

1.3.1.3. Délaminage

A l'échelle macroscopique, le délaminage est considéré comme le phénomène d'endommagement le plus critique dans les structures composites et qui affecte le plus leur intégrité structurale et leur durée de vie. Le délaminage est un endommagement inter-laminaire qui conduit à un décollement local à l'interface entre deux plis successifs. Il se produit dans les composites stratifiés à plis croisés et se développe soit par une concentration de contraintes locale aux bords libres, soit par une accumulation de fissures transverses très importantes [40, 41].

1.3.1.4. Rupture de fibres

La rupture de fibres est généralement le dernier mécanisme qui conduit à la rupture finale d'un composite stratifié. En effet, ce type d'endommagement intervient lorsque la contrainte appliquée atteint la contrainte à la rupture des fibres [7]. La rupture de fibres se produit souvent dans les plis orientés selon l'axe de sollicitation et résulte de la généralisation des fissurations (transverses et longitudinales) dans la matrice et de la décohésion fibres/matrice.

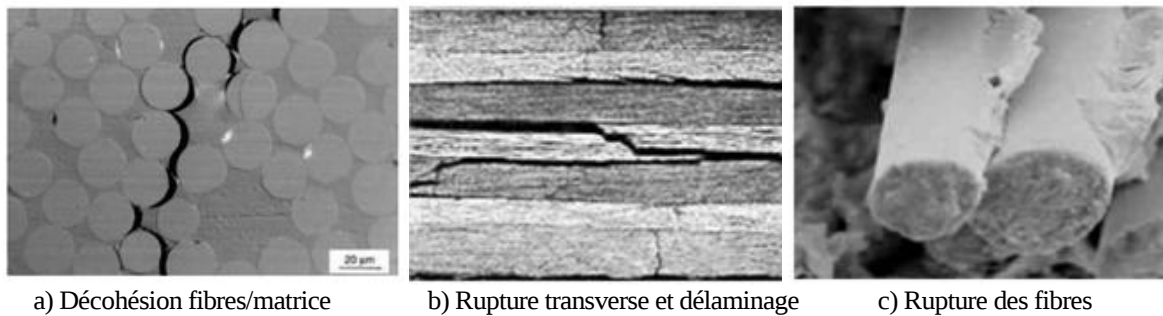


Fig.1.7 : Exemples de différents modes d'endommagement [33]

1.3.2. Paramètres influençant l'endommagement

La compréhension du phénomène de la rupture est essentielle pour assurer l'intégrité des structures en service et pour le développement de nouveaux matériaux plus tolérants aux dommages. L'évolution des modes de rupture des composites ainsi que leur chronologie d'apparition, dépendent essentiellement du procédé de fabrication, du mode et des conditions de sollicitation imposées. D'autres paramètres, telles que la nature et la forme des constituants du composite (fibres et matrice), leurs fractions volumiques, la séquence d'empilement et l'orientation des fibres, jouent un rôle très important dans le développement de l'endommagement et dans la perte de rigidité [42].

1.3.2.1. Influence du mode du chargement appliqué

Lorsqu'un composite stratifié est soumis à une sollicitation en traction longitudinale (parallèle à l'axe de fibres), l'amorçage de l'endommagement se produit d'abord par fissuration de la matrice, ensuite par décohésion fibres/matrice lorsque la charge augmente. Dans le cas d'empilements croisés, un troisième mode d'endommagement qui est le délaminage, se met en place quand les ruptures traversent le pli et atteignent les interfaces. Ensuite, la rupture des fibres intervient lorsque la contrainte de traction atteint la contrainte à la rupture de fibres, conduisant à rupture finale du matériau.

L'influence du chargement appliqué sur le développement d'endommagements dans les stratifiés a été abordée dans de nombreux travaux. Karayaka et al. [19] ont étudié les mécanismes d'endommagement de stratifiés carbone/époxy à plis tissés en réalisant des essais monotones de traction, de compression et de flexion (3 et 4 points). Dans les travaux de Touchard et al. [43], une étude du comportement mécanique de deux types de stratifiés en carbone/époxy et carbone/PEEK sollicités en traction a été rapporté. Les mécanismes de déformation plastique et d'endommagement ont été comparés pour les deux stratifiés. Une

étude similaire a été réalisée par Daniel et al. [18], pour les stratifiés à plis tissés et à plis unidirectionnels sollicités en traction, compression et cisaillement.

La fatigue est définie comme une dégradation de l'intégrité d'une pièce sous l'effet de sollicitations extérieures variables (mécanique et thermique) au cours du temps. Dans un matériau composite stratifié, l'endommagement dû à une sollicitation en fatigue est très complexe, compte tenu du nombre élevé de mécanismes d'endommagement. Par exemple, Takeda et al. [44] ont effectué des essais de fatigue par traction sur des composites stratifiés carbone/époxy à plis croisés [0/90] et ont mesuré quantitativement la densité des fissures transversales et le taux de délaminage en fonction du nombre de cycles. Plusieurs niveaux de contrainte maximale, variant de 40 % à 95 % de la contrainte à la rupture statique, ont été utilisés. Gamstedt et Sjögren [45] ont étudié expérimentalement des micro-mécanismes d'endommagement des stratifiés à plis croisés, dans le cas où l'amplitude du chargement de fatigue n'est pas constante. El Mahi et al. [46] ont analysé le comportement de fatigue de stratifiés croisés verre/époxy soumis à des essais de flexion trois points. L'endommagement est décrit globalement par un paramètre de fatigue lié à la variation de la force appliquée. Un article de synthèse sur l'évolution des fissures transverses et du délaminage sous chargements statiques et de fatigue a été écrit par J.M. Berthelot [32]. Il a présenté plusieurs modèles pour décrire la répartition des contraintes dans les stratifié fissurés et les a comparés avec la méthode des éléments finis. D'autres auteurs ont étudiés l'influence de quelques paramètres de l'essai de fatigue tel que le nombre de cycles, la fréquence et le niveau de chargement sur le développement d'endommagement [35, 47].

1.3.2.2. Influence des conditions environnementales

Lorsqu'un matériau composite stratifié à matrice polymère est soumis à des conditions environnementales sévères (haute température ou humidité), cela peut contribuer à une dégradation du matériau bien avant qu'il ne soit soumis à des sollicitations mécaniques statiques ou cycliques. Cette dégradation touche la matrice et plus particulièrement son interface avec les fibres. De nombreux chercheurs ont étudié l'influence de la température et de l'humidité sur la durabilité des composites stratifiés ainsi que leurs modes d'endommagement [48-50]

Lopez-Puente et al. [57] ont analysé l'influence de la température sur l'initiation de l'endommagement dans un composite causé par un test d'impact à haute vitesse. Les résultats expérimentaux ont montré une nette dépendance de l'endommagement avec la température, la vitesse d'impact et le type de stratifié. Hamadi et al. [51] ont rapporté que, lors de l'observation au MEB des stratifiés en verre/polyester soumis à différentes températures, pour des températures de chauffe inférieures à 100 °C, aucun endommagement n'est présent.

Par contre, les stratifiés chauffés à 200 °C connaissent une dégradation de l'interface fibres/matrice ainsi que la fissuration de la matrice. Ces fissurations se développent à une température de 280 °C pour engendrer des délaminages entre plis. La dégradation de l'interface est expliquée par la fragilité des liaisons fibres/matrice et par les contraintes thermiques dues aux coefficients de dilatation [52].

1.3.2.3. Influence de la séquence d'empilement

De nombreux auteurs ont mis en évidence l'influence de la séquence d'empilement sur le développement de l'endommagement dans les composites stratifiés et en particulier la fissuration matricielle. En effet, la présence des plis fortement désorientés par rapport à l'axe de chargement (généralement des plis à 90°) favorise l'amorçage des fissures au niveau de la matrice. Hénaff-Gardin et al. [53] ont réalisé des essais de fatigue sur des stratifiés carbone/époxy avec deux différents types d'empilements et à deux niveaux de contrainte maximale (60 % et 80 % de la contrainte à la rupture). Ils ont analysé l'influence de la séquence d'empilement et le nombre de cycles sur l'évolution de la densité de fissures pour chaque stratifié. Il est rapporté que l'augmentation du nombre de plis transverses ainsi qu'un chargement plus élevé donnent une accélération de la multiplication des fissures transverses. Un travail similaire sur l'influence de la séquence d'empilement sur la variation de la rigidité et du taux de restitution d'énergie des stratifiés, en fonction de la densité des fissures, a été étudié numériquement par J. Brillaud et A. El Mahi [54]. Ils ont rapporté qu'à l'état de saturation, l'espacement des fissures semble être proportionnel à l'épaisseur des plis, tandis que la perte de rigidité n'en dépend pas.

Bezazi et al. [16], ont étudié l'influence de la séquence d'empilement et le type de renforts sur le comportement mécanique en flexion 3-points en statique et en fatigue de différents stratifiés croisés constitués de fibres de verre, de Kevlar et de résine époxyde. Ils ont rapporté que la présence des plis à 90° par rapport à l'axe de sollicitation du stratifié situés du côté extérieur entraîne un endommagement par fissurations transverses conduisant à la rupture des fibres de la face comprimée. Alors que ce n'est pas le cas pour les stratifiés dont les plis à 90° qui sont confinés à l'intérieur. En effet, l'endommagement se fait principalement par rupture de fibres dans la face comprimée précédée du délaminage.

1.3.2.4. Influence de la fraction volumique

L'effet de la fraction volumique des fibres sur les propriétés mécaniques des composites stratifiés et les modes d'endommagement a été analysé dans de nombreuses études. Rejab et al. [55] ont étudié les effets de la fraction volumique des fibres sur les plaques du GFRP sollicitées

en traction. Les fractions volumiques des fibres et matrice utilisées pour l'expérimentation sont respectivement 20-80 %, 30-70 % et 40-60 %. Il est rapporté que lorsque le volume des fibres augmente, les forces augmentent également. En effet, au-delà d'une certaine limite, la quantité de la matrice diminue et commence à affaiblir la résistance de la liaison inter-faciale entre les fibres et la matrice. Un travail similaire a été réalisé par He et al [56], mais sur des stratifiés en carbone/époxy sollicités en flexion. Lee et Jang [57] ont rapporté que les processus de dégradation tels que le décollement des fibres et la déformation plastique locale augmentent avec l'augmentation du pourcentage de fibres. De plus, le module élastique des composites augmente linéairement avec l'incrément de fraction de volume de fibres de verre. Dans le travail réalisé par Karahan [58], le comportement mécanique ainsi que l'initiation et le développement d'endommagement d'un composite stratifié renforcé de fibres de carbone avec différentes fractions volumique des fibres a été étudié en traction ni-axiale. La caractérisation des endommagements a été réalisée par les techniques d'émission acoustique, de rayons x et de microscopie électronique.

1.3.2.5. Influence de la nature et de la forme des constituants

L'influence de la nature des constituants et de l'architecture du renfort sur la rigidité et sur le comportement à l'endommagement des composites stratifiés a été étudié également. Morais et al. [59] ont analysé l'effet du type de renforcement sur le comportement à l'impact basse énergie des stratifiés. Les différents renforts utilisés sont les fibres d'aramide, de verre et de carbone. Les aspects macroscopiques des endommagements générés ont été identifiés et corrélés aux caractéristiques microstructurales des composites. Les résultats obtenus ont montré que les composites à fibres de carbone ont de meilleures performances par rapport aux composites à fibres de verre ou d'aramide. Ce comportement a été attribué à l'absorption d'énergie élastique plus élevée des fibres de carbone qui retarde la propagation du délaminage et la rupture des fibres. Bezazi [60] a constaté que la présence des fibres de Kevlar dans le stratifié change l'apparition des modes d'endommagement. Dans un premier temps, il a observé un délaminage entre les plis 0/90° ensuite des fissurations transverses.

L'influence de la matrice sur le comportement de délaminage en fatigue des composites stratifiés a été décrite par Argüelles et al. [61]. Ils ont étudié l'énergie de délaminage et le comportement à la rupture en statique et en dynamique de deux composites stratifiés, réalisés avec le même renfort de carbone unidirectionnel incorporé dans deux matrices différentes, l'une dure et l'autre fragile. Les résultats expérimentaux confirment l'amélioration des performances des stratifiés élaborés avec la résine dure en termes d'initiation et de développement de fissures.

Bibo et al. [62] ont étudié la relation entre les propriétés et les architectures des fibres avec les processus de développement de dommages dans les composites stratifiés fabriqués à partir de pré imprégnés unidirectionnels sous test d'impact. Une variété de formes textiles telles que les tissés, les multiaxiaux, et les tricots a été utilisée.

1.3.2.6. Influence de l'orientation des fibres

L'orientation des fibres par rapport au sens de chargement est un autre facteur influençant les performances mécaniques et le comportement à l'endommagement des composites stratifiés. En effet, l'orientation des fibres par rapport à l'axe de sollicitation fait réduire les performances mécaniques du stratifié généralement causée par une accumulation de défauts dans la matrice [63]. Kawai et al. [64] ont étudié le comportement en traction uni axiale et modes de rupture de stratifiés tissés carbone/époxy pour des sollicitations hors axes ($\theta=15^\circ, 30^\circ, 45^\circ$). Ils ont rapporté que pour un chargement selon l'axe des fibres ($\theta=0, 90^\circ$), la surface de rupture est quasi perpendiculaire à la direction de sollicitation alors que pour les orientations $\theta=30, 45^\circ$, la rupture se produit le long des fibres sens trame. Pour le cas particulier des stratifiés orientés à 15° , la rupture est mixte (rupture à la fois le long des fibres trame et rupture transverse de la matrice).

1.3.3. Techniques de caractérisation de l'endommagement

L'usage intensif des matériaux composites en tant qu'élément de structure primaire, en particulier dans le domaine de l'aéronautique, reste limité par la nécessité de prouver leur durabilité et fiabilité pour garantir la sécurité des transports. En effet, en raison de leur structure interne complexe, ces matériaux sont soumis aux différents types d'endommagements à différents stades de leur vie opérationnelle, pouvant conduire à une diminution de leurs propriétés mécaniques [65]. Il est donc indispensable de faire appel aux méthodes de contrôle non destructif (CND) efficaces, afin de répondre à des règles de qualité et de sécurité exigées. Ces méthodes permettent de caractériser l'état d'intégrité de matériaux ou de structures, sans les dégrader, depuis l'élaboration des matériaux jusqu'à la fin de leur service. Plusieurs techniques de contrôle non destructif ont été développées ces récentes années pour le diagnostic des structures composites [66]. L'inspection visuelle continue d'être la méthode de contrôle la plus répandue. Elle permet de caractériser l'endommagement à partir d'une simple observation effectuée à l'aide d'un microscope optique. D'autres méthodes de CND sont basées sur des phénomènes physiques divers telles que, la radiographie [67], la thermographie [68], les courants de Foucault [69], l'émission acoustique [70], les ultrasons [71], la méthode vibratoire [72], etc.

1.3.3.1. Les ultrasons

Les ultrasons constituent une des méthodes de CND les plus utilisées dans l'industrie. Ils se distinguent par leur fiabilité, leur possibilité de détecter les différents types d'endommagements ainsi que d'évaluer les propriétés mécaniques des matériaux [73]. De nombreuses études sont réalisées sur l'application de cette technique dans le domaine aéronautique pour la détection d'endommagements. Aymerich et al [71] ont utilisé deux différentes techniques ultrasonores par échographie : temps de vol conventionnel et imagerie C-scans. L'objectif est d'étudier les délaminages et la fissuration matricielle causés par l'essai d'impact à basse vitesse sur les plaques stratifiées quasi-isotropes carbone/PEEK.

D'autres chercheurs se sont intéressés à la propagation des ondes de Lamb ultrasonores dans les structures composites minces largement utilisées dans le domaine aéronautique. Ces ondes ont l'avantage de se propager sur de longues distances sans être fortement atténuées. Elles sont décrites par des courbes de dispersion (variation de la vitesse de phase avec la fréquence) qui peuvent changer significativement suivant la structure étudiée [74]. Dans la littérature, on trouve de nombreux travaux traitant de l'interaction des ondes de Lamb avec différents types d'endommagement et en particulier la détection des délaminages dans les composites stratifiés.

N.Guo et P. Cawley [75] ont reporté l'interaction du mode de Lamb S_0 avec le délaminage dans des composites stratifiés. Une partie analytique a été consacrée à la détermination des courbes de dispersion, des déplacements et des contraintes correspondants aux premiers modes. Expérimentalement, il a été montré que l'amplitude du mode S_0 réfléchi par le délaminage dépendait fortement de la position du délaminage à travers l'épaisseur. Des résultats similaires ont été obtenus par Birt [76], mais une autre étape a été franchie pour étudier l'effet de la forme et de la taille de la délamination (largeur). La réfraction et la réflexion du mode S_0 par des délamination dans des stratifiés 0/90 et quasi isotropes (+45/-45/0/90) ont été étudiées. Une nouvelle technique utilisant des ondes de Lamb S_0 pour détecter le délaminage induit par impact dans les composites stratifiés a été proposée par N.Toyama et J.Takatsubo [77]. Cette technique, qui consiste à effectuer un balayage selon deux directions, a permis de détecter, de localiser et d'évaluer la taille du délaminage.

1.3.3.2. L'émission acoustique

Une autre technique d'inspection intensive des structures composites est basée sur des mesures acoustiques (EA). Cette technique présente deux avantages essentiels : le premier est de surveiller en temps réel l'évolution d'endommagement des structures composites soumises à des sollicitations externes en statique [78], en fatigue [79] ou en dynamique [70]. Le second est que la technique d'émission acoustique présente un moyen passif, c'est à dire que la structure sous contrôle n'est excitée que extérieurement.

Huguet et al [78] ont utilisé des paramètres du signal d'émission acoustique pour la reconnaissance des différents mécanismes d'endommagement en temps réel d'un composite stratifié à base de fibres de verre et d'une matrice polyester, sollicité en traction à 45° et 90°. La fissuration matricielle a été attribuée aux signaux d'amplitudes les plus faibles et les décohésions aux signaux d'amplitudes plus fortes. Prosser et al. [80] ont étudié la fissuration matricielle dans un composite carbone/époxy et ont conclu que la dispersion et l'atténuation influent sur l'amplitude détectée, en fonction de la distance de propagation. Un schéma quantitatif de prédiction de la durée de vie a été proposé par Bhat et al. [79]. Les données d'émission acoustique ont été enregistrées pendant toute la charge de fatigue par traction, effectuée à des niveaux de charge bien déterminés. Nechad et al. [70] ont étudié l'évolution des différents mécanismes d'endommagement et de la rupture des matériaux composites verre/polyester unidirectionnels, à plis croisés et des composites stratifiés soumis à des essais de fluage en traction. Ils ont utilisé les techniques d'émission acoustique et les ultrasons pour mettre en évidence de manière qualitative, les processus d'endommagement qui mènent à la rupture globale.

1.3.3.3. L'analyse modale

L'utilisation de l'analyse modale pour la détection et la caractérisation des endommagements dans les structures composites est l'une des techniques CND les plus répandues au cours des dernières décennies. De nombreux travaux expérimentaux sur l'analyse de l'influence d'endommagements sur les paramètres vibratoires sont réalisés par Kessler et al. [81], Pérez et al. [82] et Hwang et al. [83]. Kessler et al. [81] ont étudié la variation des fonctions de réponse fréquentielle en présence d'un endommagement (fissure ou délamination) dans un matériau composite stratifié. Des changements de fréquences propres ainsi qu'une variation de l'amplitude de la fonction de transfert ont été remarqués. Le travail réalisé par Pérez et al. [82] avait pour but d'étudier la faisabilité de l'utilisation des méthodes dynamiques vibratoires pour identifier les endommagements dans des composites stratifiés causés par un test d'impact à faible vitesse. Hwang et al. [83] ont présenté des méthodes pour identifier les emplacements et

la gravité des endommagements dans les structures en minimisant la différence entre les données de la fonction de réponse en fréquence (FRF) analytique et mesurée.

L'amortissement des composites est un autre paramètre pour identifier l'endommagement dans les matériaux composites. Panteliou et al [84] ont rapporté que le facteur d'amortissement ou facteur de perte est un bon indicateur de la sévérité des fissures. En effet, la présence de fissures peut conduire à des phénomènes de friction (dissipation d'une certaine partie de l'énergie par frottements) qui tendent à augmenter le niveau d'amortissement.

1.4. Conclusion

Dans ce premier chapitre, une présentation générale des matériaux composites à matrice organique a été faite. Une étude de l'état de l'art a permis de faire le point sur le comportement des matériaux composites unidirectionnels, tissés et hybrides soumis à des sollicitations mécaniques. Les différents mécanismes d'endommagement ainsi que les techniques de contrôle non destructif ont été présentés. Il a été montré que les paramètres comme : type de fibres, architecture, séquence d'empilement, température et mode de chargement influent sur le développement des endommagements dans les structures composites.

L'étude bibliographique a montré également que les matériaux composites stratifiés présentent un comportement non-linéaire qui est lié à leur hétérogénéité et à leur anisotropie et qui rendent leurs mécanismes d'endommagements et leur comportement mécanique relativement complexes. La non-linéarité s'explique par l'apparition de différents modes d'endommagements et par le comportement viscoélastique de la matrice organique. Nous avons vu aussi que les composites unidirectionnels sont caractérisés par une grande rigidité ainsi que par une résistance à la rupture par rapport aux composites tissés sollicités selon l'axe des fibres. Mais ces composites sont très sensibles aux dommages d'impact en raison de leur faible résistance aux sollicitations hors axes (traction transversale). L'avantage d'utiliser les composites stratifiés à plis tissés par rapport aux stratifiés à plis unidirectionnels est que les stratifiés à plis tissés présentent une meilleure tenue au chargement hors-plan et aux impacts.

Chapitre 2

Analyse de propriétés viscoélastiques des matériaux polymères et composites

Dans ce deuxième chapitre, une étude bibliographique sur le comportement viscoélastique, et plus spécifiquement le comportement amortissant des matériaux polymères et composites a été présentée. Tout d'abord, un aperçu sur les polymères et les différentes phases de transition et de transformation, au cours de la polymérisation, permet de comprendre les phénomènes microstructuraux qui sont à la base de l'amortissement. Suit une présentation du comportement thermomécanique des polymères à l'échelle macroscopique. Enfin, un état de l'art est réalisé présentant des méthodes d'analyses actuellement utilisées pour l'étude du comportement dynamique des matériaux composites, à savoir la méthode d'analyse mécanique dynamique et l'analyse modale. Ces méthodes d'analyses offrent des indicateurs potentiels sur l'état réel du matériau à une température et à une fréquence données et permettent la détection et la caractérisation des endommagements.

2.1. Généralités sur les polymères

2.1.1. Etat des polymères

Un polymère est une substance organique, appelé couramment « matière plastique », constitué de longues chaînes moléculaires appelées macromolécules [85]. Cette macromolécule résulte des motifs répétitifs liés entre eux (groupe d'atome) avec des liaisons chimiques covalentes appelées monomères. Les réactions chimiques, fonction du temps et de la température, qui permettent de passer d'un monomère à la macromolécule et conduisant à la solidification du polymère, s'appellent polymérisation. Les propriétés des polymères dépendent de nombreuses caractéristiques telles que la masse moléculaire, le degré de polymérisation (nombre de molécules de monomère formant la macromolécule) et la rigidité moléculaire qui traduit le mouvement de certaines liaisons ou groupements d'atomes.

Les polymères sont souvent décrits comme étant amorphes ou semi-cristallins. Les structures amorphes n'ont aucune organisation régulière dans leurs structures macromoléculaires (l'arrangement des chaînes est totalement désordonné), et peuvent être comparées à un plat de spaghettis (figure 2.1a). Dans une structure semi-cristalline par contre, les chaînes macromoléculaires sont partiellement ordonnées en domaines cristallins, et la phase amorphe persiste donc toujours (figure 2.1b).

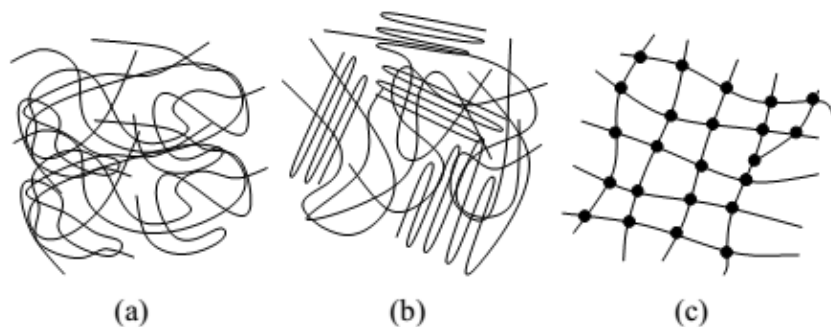


Fig.2.1 : Schéma de la structure d'un polymère amorphe (a), polymère semi-cristallin (b), polymère réticulé (c) [86]

Le degré de cristallinité dépend également du temps et de la température à laquelle le polymère est soumis. A basses températures, une structure amorphe présente un état vitreux et aux températures plus élevées un état caoutchoutique. La transition entre ces deux états se fait à la température de transition vitreuse T_g . L'augmentation de la température est accompagnée par une perte d'une partie des liaisons cristallines faibles, elle est due à l'agitation thermique des molécules. La vitesse de refroidissement est un autre paramètre important dont il faut tenir compte pour obtenir une cristallisation élevée. Lorsqu'une structure polymère se solidifie à

partir de l'état fondu, un phénomène de germination des cristallites se produit. Plus la vitesse de refroidissement est faible, plus la germination ou la cristallisation est importante. Les polymères se divisent en deux grandes classes : les polymères thermoplastiques et les polymères thermodurcissables [87].

2.1.1.1. Les polymères thermoplastiques

Les polymères thermoplastiques sont des polymères à chaîne macromoléculaire linéaire non réticulée. Ils développent des liaisons faibles (type Van der Waals) qui permettent leur mise en forme plusieurs fois par chauffage et refroidissement successifs, dans un intervalle de température spécifique au polymère étudié. Cette transformation est réversible, elle permet de récupérer et de recycler la résine. Les polymères thermoplastiques peuvent donc être amorphes ou semi-cristallins selon le degré de cristallinité qui dépend des monomères initiaux et des conditions de mise en œuvre. Les principaux polymères thermoplastiques sont à base de polyamide, polyéthylène, polycarbonate et polychlorure de vinyle (PVC).

2.1.1.2. Les polymères thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables sont les plus utilisés comme matrice pour les matériaux composites "structuraux" de hautes performances. Contrairement aux polymères thermoplastiques, ces structures amorphes, possèdent des propriétés mécaniques et thermomécaniques plus élevées. La polymérisation est irréversible, ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois [88]. Lorsqu'un polymère thermodurcissable est soumis à une élévation de température, les liaisons covalentes sont formées entre les chaînes de molécules résultant en un réseau tridimensionnel. Par conséquent, la résine se dégrade et le matériau perd ses propriétés mécaniques. En effet, après polymérisation par un apport d'énergie thermique, ces résines conduisent à des liaisons rigides qui ne peuvent être détruites que par un apport plus important d'énergie thermique [7]. Les principales résines thermodurcissables utilisées sont les résines polyesters, les résines de condensation et les résines époxydes.

Du fait de leurs bonnes caractéristiques mécaniques, les résines époxydes, qui font l'objet de notre étude, sont les plus utilisées pour la fabrication de structures en composite à hautes performances (constructions aéronautiques). Elles résultent d'une réaction entre une résine (pré- polymère qui contient des monomères époxydiques) et un durcisseur (agent de réticulation de type anhydride d'acide ou amine). Les résines époxydes possèdent aussi une bonne tenue aux températures élevées allant jusqu'à 150 °C avec une excellente résistance chimique.

2.1.2. Propriétés des polymères

2.1.2.1. Propriétés mécaniques

La connaissance de la microstructure et du comportement mécanique des polymères est fondamentale. En effet, la rigidité et le comportement amortissant du matériau polymère permettent d'accéder à la connaissance des propriétés viscoélastiques. Dans le cas des petites déformations, la relation entre la contrainte (σ) et la déformation (ε) est considérée comme linéaire. La viscoélasticité caractérise le comportement d'un solide élastique et d'un liquide visqueux du matériau.

Le comportement d'un matériau parfaitement élastique est décrit par la loi de Hooke, où la contrainte appliquée est proportionnelle à la déformation résultante (figure 2.2a). Un tel matériau restitue toute l'énergie emmagasinée lors du chargement dès que la contrainte est retirée. Pour un matériau purement visqueux (figure 2.2b), toute l'énergie stockée durant le chargement n'est pas restituée car elle est totalement dissipée sous forme de chaleur. La contrainte mesurée et la vitesse de déformation appliquée sont liées par une viscosité constante. Ce comportement est schématisé par un piston plongé dans un fluide visqueux (loi de Newton), communément appelé amortisseur.

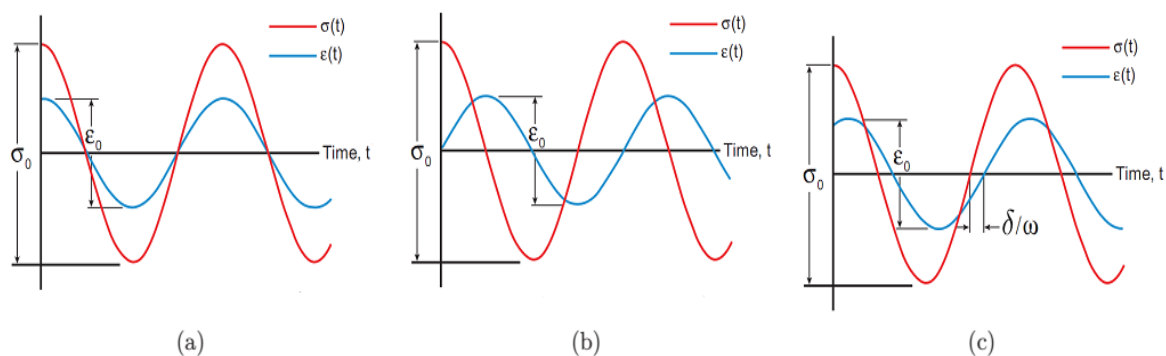


Fig. 2.2 : Comportements mécanique de matériaux : a) élastique, b) visqueux, c) viscoélastique

Les polymères sont caractérisés par leur comportement viscoélastique illustré dans la figure 2.2c. Sous chargement, leur comportement se situe entre celui d'un matériau solide élastique dit "Hookéen" (domine aux basses températures), et celui d'un matériau liquide visqueux dit "Newtonien" (prépondérant aux températures élevées). Le comportement élastique traduit leur capacité à stocker et à restituer de l'énergie après déformation, alors que le comportement visqueux traduit leur capacité à dissiper de l'énergie sous forme de chaleur. Le déphasage entre la sollicitation exercée et la réponse (contrainte mesurée) est d'un angle δ , variable de 0 à $\pi/2$. Cet angle, caractérise le niveau d'amortissement de la structure. La viscoélasticité est modélisée

mathématiquement par un système ressort-amortisseur (modèle de Maxwell). Le ressort traduit la partie linéaire élastique du comportement alors que l'amortisseur traduit la partie visqueuse.

D'un point de vue moléculaire, lorsqu'un matériau viscoélastique est sollicité, deux mécanismes atomiques interviennent [89]. Les liaisons atomiques changent de longueur et d'angle. Les atomes se déplacent très rapidement à de nouvelles positions, avec une augmentation rapide de l'énergie interne du matériau.

Les matériaux viscoélastiques sont influencés par des facteurs dits d'environnement. Ils dépendent de la température, de la fréquence de sollicitation (essais dynamiques) ainsi que du temps d'observation lors des essais quasi-statiques tels que le fluage (la déformation augmente dans le temps à une charge constante) et la relaxation (la contrainte diminue dans le temps à une déformation constante).

2.1.2.2. Propriétés amortissantes des polymères

Dans le cas général, l'amortissement est le mécanisme de dégradation d'énergie mécanique d'un matériau ou d'une structure soumise à des sollicitations (vibrations), par un ensemble de phénomènes dissipatifs. Dans le cas particulier des matériaux viscoélastiques, l'amortissement traduit leur capacité à dissiper de l'énergie sous forme de chaleur au cours d'un cycle d'hystérésis. L'énergie dissipée correspond à l'aire de l'ellipse représentée en figure 2.3.

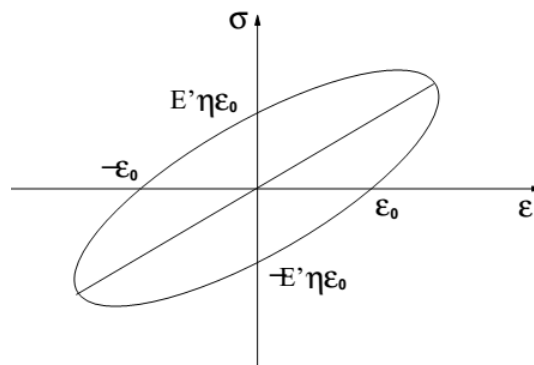


Fig.2.3 : Cycle de contrainte-déformation traduisant l'hystérésis pour un matériau viscoélastique

Afin de caractériser le comportement dynamique (module et amortissement) d'un matériau, on définit les notions fondamentales du module complexe et de l'angle de perte. Considérons respectivement la loi de Hooke dans le domaine élastique linéaire et la réponse d'une structure soumise à des déformations sinusoïdales en régime stationnaire :

$$\sigma = E\varepsilon \quad (2.1)$$

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (2.2)$$

Où ε_0 est l'amplitude du cycle de déformation, ω est la pulsation et t est le temps.

La contrainte appliquée est en déphasage avec la déformation résultante d'un l'angle δ .

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (2.3)$$

Avec σ_0 : l'amplitude du cycle de déformation.

L'utilisation d'une notation complexe pour un matériau viscoélastique nous donne la contrainte et la déformation complexes sous forme [90] :

$$\varepsilon^* = \varepsilon_0 e^{i\omega t} \quad (2.4)$$

$$\sigma^* = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)} \quad (2.5)$$

Le module de Young complexe s'écrit alors :

$$E^* = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (\cos(\delta) + i \sin(\delta))$$

$$E^* = E' + iE'' = E'(1 + i \tan \delta) \quad (2.6)$$

A partir de l'équation (2.6), E' est défini comme la partie réelle du module dynamique qui caractérise le comportement élastique du matériau (rigidité). Cette grandeur, appelée également le module de stockage, est une mesure caractéristique de l'énergie emmagasinée et restituée au cours de chargement. La grandeur E'' est la partie imaginaire qui représente le module visqueux ou module de perte. Il caractérise l'énergie dissipée sous forme de chaleur. Le rapport du module de perte sur le module de stockage est nommé facteur de perte η . Ce rapport qui représente l'amortissement intrinsèque du matériau, est donné par :

$$\eta = \frac{E''}{E'} = \tan(\delta) \quad (2.7)$$

Les grandeurs caractéristiques de l'amortissement sont donc le module de perte E'' , l'angle de déphasage δ ou le facteur de perte η . Ces grandeurs sont directement proportionnelles à la température et à la fréquence de sollicitation.

2.1.2.3. Propriétés thermiques

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent fortement de la température. La figure 2.4 montre la variation des grandeurs : module de conservation et du facteur de perte en fonction de la température ainsi que les différents états de transition d'un polymère amorphe [86].

A basses températures (inferieures à la température de transition vitreuse T_g), les polymères thermodurcissables se trouvent à l'état solide vitreux et présentent une bonne rigidité et une faible capacité de déformation (facteur de perte η faible). Les phases amorphes du polymère sont figées et la mobilité des macromolécules est faible [85]. Cependant, il existe des

relaxations secondaires γ et β , correspondant à des mouvements atomiques moléculaires rapides localisés se produisant à des températures T_γ et T_β . La relaxation γ est associée à des mouvements de groupements atomiques latéraux portés par le squelette de la chaîne et a lieu à de très basses températures. Alors que la relaxation β , se situe à une température proche de la T_g , correspond à des mouvements locaux de quelques unités constitutives des chaînes principales qui basculent localement entre des positions voisines mais n'entraînant pas de déplacements des molécules.

Lorsqu'on augmente la température (supérieure à T_g et inférieure à la température de décomposition T_d), le polymère passe par une zone caoutchoutique et son comportement est viscoélastique : l'énergie thermique fournie aux molécules fait augmenter leur mobilité. Les chaînes macromoléculaires glissent les unes par rapport aux autres, provoquant la rupture d'une partie des liaisons faibles entre les molécules. Le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique représente l'état de transition vitreuse T_g du polymère. Cette transition est accompagnée par une diminution brusque de la rigidité (module de stockage E') et une augmentation importante du volume du polymère (facteur de perte η maximum) [91]. Les polymères présentent une relaxation secondaire à la température de transition T_α au voisinage de la T_g correspondant à des mouvements atomiques moléculaires localisés.

A une température plus élevée (supérieure à T_d), un nombre important de liaisons covalentes de Van der Waals se rompent et la structure se décompose (réaction irréversible).

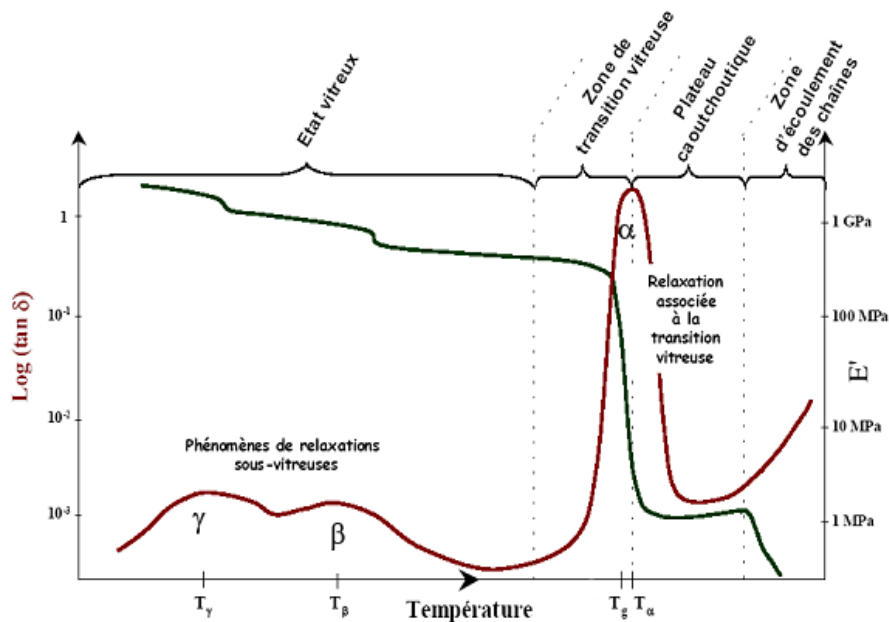


Fig.2.4 : Comportement d'un polymère en fonction de la température [86]

2.1.2.4. Propriétés physico-chimiques

La mise en œuvre des polymères thermodurcissables implique une bonne connaissance des différentes transitions subies par un polymère au cours de sa transformation. Enns et Gillham [92] ont étudié les phénomènes de réticulation d'un polymère époxy/amine. Ils ont établi un diagramme Temps-Température-Transformation (TTT), qui permet de suivre les différentes transitions du système en fonction du temps et de la température telles que la gélification, la vitrification, la réticulation complète et la dégradation (Figure 2.5).

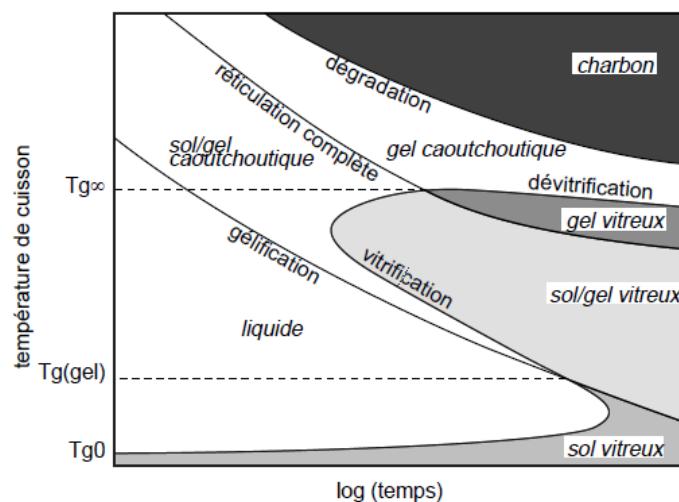


Fig.2.5 : Diagramme Température - Temps -Transformation TTT [92].

- **La gélification** : est une étape caractéristique de la polymérisation, correspond à la transition de l'état de solution à l'état de gel. A ce stade, un réseau tridimensionnel commence à se former pour donner lieu à des molécules de masses faibles mais dont la fonctionnalité progresse au fur et à mesure que la réaction avance. L'approche du gel se caractérise par une augmentation très importante de la viscosité et apparaissent alors des molécules de grandes dimensions. La température T_{g0} représente la température de transition vitreuse qui correspond à une réticulation nulle du système où le polymère reste à l'état vitreux et ne subit aucune transformation.
- **La vitrification** : la température de transition vitreuse T_g caractérise le début de la vitrification, qui résulte d'une transformation d'un état liquide ou caoutchoutique vers un état vitreux lors d'un refroidissement. Ce passage est accompagné par une chute importante de la masse moléculaire et du volume libre. La vitrification est une transformation réversible, qui caractérise la présence d'une phase amorphe dans le polymère. La température T_g , représente l'intersection entre la courbe de gel et celle de vitrification (la réticulation et la vitrification se produisent simultanément).

- **La réticulation** : La réticulation ou le processus de durcissement est une polyaddition, liée à une réaction entre un durcisseur amine avec une résine époxy formant un réseau tridimensionnel [92]. Si le rapport du mélange n'est pas respecté, il y a des éléments de base de l'un des composants qui n'ont pas réagi lors de la réticulation, ce qui provoque une diminution de la résistance mécanique. La température Tg_{∞} est la température de transition vitreuse maximale du système correspondant à une réticulation complète. A une température supérieure Tg_{∞} , le polymère se dégrade thermiquement sous deux formes : la dévitrification et la revitrification. La première entraîne la formation d'un gel caoutchoutique du fait de la diminution de la densité de réticulation, alors que la deuxième entraîne la formation de charbon en dégradant totalement le système et la ré-augmentation de la Tg jusqu'à la température de cuisson.

2.2. Amortissement des matériaux composites

2.2.1. Techniques d'amortissement

Les matériaux composites présentent généralement une capacité d'amortissement élevée par rapport aux métaux due à la viscoélasticité de la matrice polymère. La maîtrise de l'amortissement des structures composites est un critère important pour de nombreuses applications lors de la conception des structures.

Deux techniques d'amortissement ont été développées : amortissement actif et passif [93]. L'amortissement actif a pour principe de bloquer ou d'éliminer les bruits engendrés par les vibrations en générant des vibrations secondaires en opposition en utilisant une source extérieure (actionneurs). Il consiste à créer une onde artificielle interférant avec celle de l'onde vibratoire à amortir. Cependant, ce type d'amortissement, bien qu'il soit efficace, est difficile à mettre en œuvre puisqu'il nécessite un apport d'énergie extérieure pour générer les vibrations artificielles. Ces systèmes actifs sont donc réservés à des applications spécifiques dans quelques domaines comme le spatial (stabilisation de certains instruments dans les satellites). L'amortissement passif est un moyen classique de réduire l'amplitude des vibrations en intégrant des matériaux viscoélastiques (possédant des propriétés amortissantes) dans la structure, qui déforment celle-ci [94]. Ces systèmes d'amortissements sont simples, économiques et peu encombrants, ne nécessitant pas d'énergie extérieure. C'est pourquoi ce contrôle passif est très répandu dans l'industrie du transport automobile et aéronautique permettant d'amortir les vibrations et d'améliorer le confort acoustique.

2.2.2. Types d'amortissement

Le processus d'amortissement dans un matériau peut avoir diverses origines, telles que le frottement interne du comportement viscoélastique, le frottement sec entre les surfaces et le frottement entre les surfaces lubrifiées.

L'amortissement interne est le résultat des mouvements microscopiques entre les molécules d'un matériau lorsqu'une contrainte lui est appliquée (cycle d'hystérésis). En effet, pour les matériaux composites polymères, l'amortissement se traduit par une dissipation interne d'énergie sous forme de chaleur qui trouve son origine dans les frottements intervenant aux interfaces fibres/matrice. A haute température, l'amortissement de la structure est assuré par le polymère viscoélastique grâce à sa propriété de passer d'un état vitreux (rigide) à un état caoutchoutique. L'amortissement interne dépend des paramètres tels que la fréquence de sollicitation, le temps d'observation et la température.

L'amortissement structural, dit par friction, traduit l'énergie dissipée par frottement des interfaces ou des éléments de la structure bougeant les uns par rapport aux autres (glissement). Ce type d'amortissement dépend principalement de l'amplitude de la déformation mais pas de sa vitesse ou de la fréquence de sollicitation. Ces dernières n'ont aucune influence sur la quantité d'énergie dissipée. L'amortissement fluide, dit hydrodynamique ou aérodynamique, traduit l'énergie dissipée par frottement d'une structure avec l'air ou un fluide. La figure 2.6 présente les trois principaux mécanismes d'amortissement [95] :

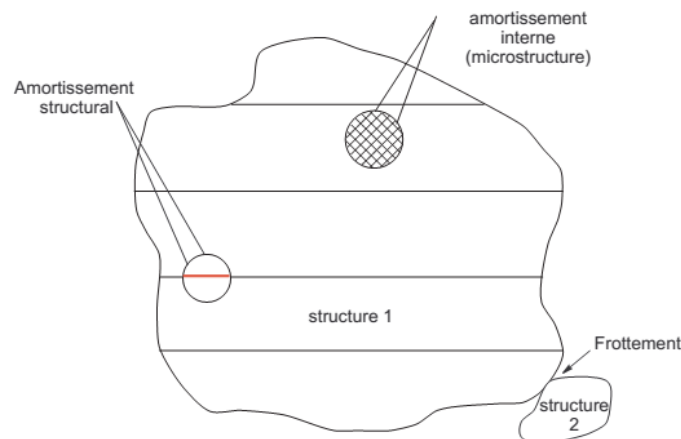


Fig.2.6 : principaux mécanismes d'amortissement [95]

2.2.3. Méthodes de mesure de l'amortissement

Afin de mesurer l'amortissement d'un matériau ou d'une structure en composite, deux méthodes d'analyse sont distinguées : la méthode hors résonance ou la méthode d'analyse dynamique mécanique DMA « Dynamic Mechanical Analyzer », basée sur la réponse d'un

système à une sollicitation mécanique sinusoïdale en fonction du temps, de la température et de la fréquence, ce qui permet de déterminer le facteur d'amortissement en mesurant le déphasage entre la contrainte appliquée et la réponse obtenue [96]. La figure 2.7 représente les différentes méthodes d'analyse pour chaque domaine de fréquence.

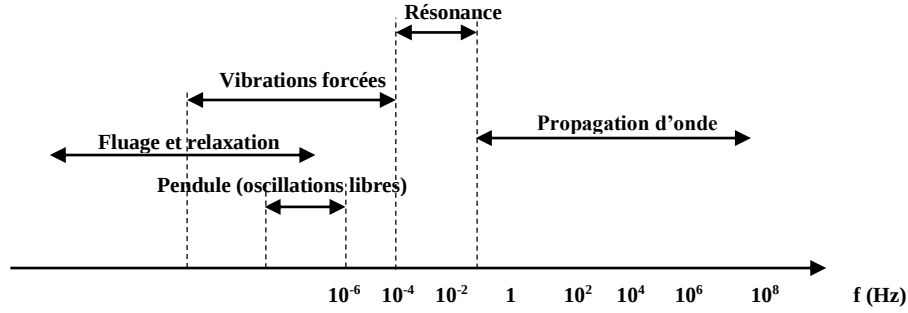


Fig.2.7 : Domaines de fréquences pour différentes méthodes d'analyse [90]

Dans la méthode en résonances ou la méthode d'analyse modale, le système à un degré de liberté est mis en résonance avec différentes conditions aux limites. Dans le cas d'une vibration libre, l'amortissement est obtenu en mesurant le rapport des amplitudes de deux pics successifs de la réponse temporelle à une excitation impulsionnelle ou à un déplacement initial $x(t=0)$ (figure 2.8). C'est un décrétement logarithmique δ qui est défini en fonction de l'amortissement par la relation suivante [97] :

$$\delta = \frac{1}{m} \ln \left(\frac{x_n}{x_{n+m}} \right) \approx 2\pi\xi \quad (2.8)$$

$$\xi = \frac{1}{2\pi m} \ln \left(\frac{x_n}{x_{n+m}} \right) = \frac{\delta}{2\pi} \quad \text{pour } \xi < 0.1 \quad (2.9)$$

δ représente le décrétement logarithmique, n et m sont respectivement le temps de départ et le temps d'arrivée et ξ est le taux d'amortissement.

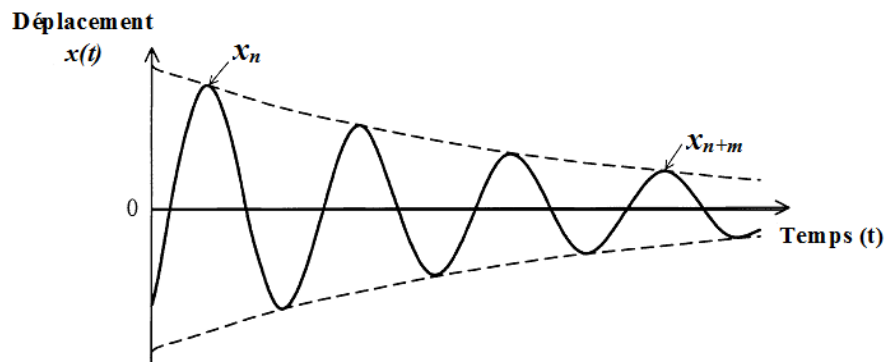


Fig. 2.8 : Réponse temporelle d'un système en vibration libre

Dans le cas d'une réponse fréquentielle, l'amortissement d'un système peut être déterminé par deux méthodes. La méthode dite demi-puissance ou la méthode du “-3dB” ou par la méthode de lissage. Ces deux méthodes s'appliquent directement sur la fonction de réponse en fréquence (FRF) lorsqu'elle est composée de plusieurs pics de résonance suffisamment séparés. Pour la méthode demi-puissance, l'amortissement dépend de la largeur de la bande passante prise à -3dB autour du pic de résonance (figure 2.9). Cependant, cette méthode, et malgré sa simplicité, ne permet pas d'obtenir des résultats fiables en faible résolution fréquentielle (basse fréquence). Elle n'est donc applicable que pour des fréquences de résonance suffisamment éloignées les unes des autres. L'amortissement se calcule à l'aide de la relation :

$$\eta \approx \frac{f_2 - f_1}{f_r} = 2\xi \quad (2.10)$$

Avec η représente le facteur d'amortissement, f_r est la fréquence de résonance et f_1 - f_2 la bande passante autour du pic de résonance à -3dB.

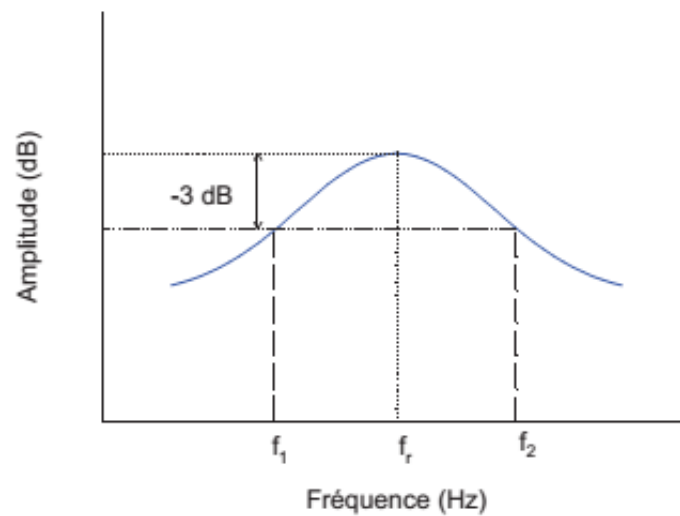


Fig.2.9 : Méthode de largeur de bande à -3 dB

La seconde méthode dite “de lissage”, elle consiste à mesurer le facteur d'amortissement par l'ajustement des paramètres de l'équation d'un pic fréquentiel de réponse théorique avec des données expérimentales. En effet, l'ajustement des paramètres de la courbe est réalisé sous Matlab par la méthode des moindres carrés au voisinage du pic de résonance [98]. La méthode de lissage apporte une solution au problème de résolution fréquentielle à basse fréquence mais elle présente l'inconvénient d'être limitée par l'efficacité des techniques d'ajustement des courbes ou le couplage entre les pics intervenant en haute fréquence.

2.3. Techniques d'analyse dynamique des composites

2.3.1. Analyse Mécanique Dynamique

L'Analyse Mécanique et Dynamique DMA (Dynamic Mechanical Analysis) est une technique de mesure dynamique qui permet d'étudier le comportement viscoélastique des matériaux [4]. Elle consiste à appliquer une force périodique (souvent sinusoïdale) de faible amplitude à un matériau et à mesurer la déformation générée à l'aide d'un Analyseur Mécanique Dynamique. Cette technique de mesure vise donc à identifier le module d'élasticité (module de stockage E'), le module de perte E'' et le facteur de perte (facteur d'amortissement $\tan \delta$) en fonction du temps, de la température et de la fréquence. De nombreuses informations peuvent être obtenues à partir de ce type d'essai. Outre la détermination des différentes températures de transition que subit un polymère et en particulier la température de transition vitreuse T_g , la DMA permet, à partir d'essais isothermes, d'étudier des phénomènes de relaxations moléculaires au sein du matériau (énergie d'activation, temps, caractéristiques de relaxation) [99-101]. En effet, l'évolution des relaxations en termes de température et d'amplitude permet d'apporter des informations sur l'adhésion inter-faciale fibres/matrice. Gerard et al. [101] ont conclu qu'en raison de l'augmentation de la mobilité des chaînes du polymère dans les composites à faible adhérence, la T_g et le module de stockage de ces matériaux étaient inférieurs à ceux qui possèdent une forte liaison inter-faciale. Thomason [100] a utilisé la DMA pour caractériser la zone inter-faciale d'un composite, en mesurant la température de transition vitreuse T_g de la matrice et en observant son évolution en fonction de la nature de l'interface. En effet, une augmentation de la transition vitreuse peut indiquer une rigidification des zones inter-faciales due à une meilleure interaction entre les fibres et la matrice. Akbar et al. [99] ont montré qu'il existe une forte relation entre le pic de $\tan \delta$ et la force d'adhérence inter-faciale, et ce pic peut donner une véritable indication sur le mouvement moléculaire. Plus le mouvement moléculaire augmente, plus la surface sous le pic de $\tan \delta$ augmente et l'adhérence inter-faciale observée est faible.

En effet, l'ensemble des études montrent une forte dépendance des propriétés viscoélastiques et de la température de transition vitreuse T_g de certains paramètres, principalement la fréquence de sollicitation et la vitesse de chauffage. Goertzen et al. [102] et Karbhari et al. [103], ont rapporté que la T_g du composite carbone/époxy est fortement influencée par la vitesse de chauffe et la fréquence de sollicitation. Goertzen a remarqué que la variation de T_g avec la fréquence est plus significative qu'avec la vitesse de chauffe. L'augmentation de ces deux paramètres conduit au déplacement du maximum du pic du facteur de perte ($\tan \delta$), qui représente T_g , vers de hautes températures. Ce phénomène est lié

principalement à la variation de l'énergie d'activation de la relaxation de transition vitreuse (mobilité des segments de chaîne macromoléculaire par adhésion). De plus, si une grande vitesse de chauffe est utilisée, l'échantillon n'atteint pas l'équilibre thermique, et les données seront modifiées [104].

L'influence de l'hybridation, de la nature et de l'orientation des fibres sur le comportement viscoélastique des composites a été étudiée par de nombreux chercheurs [105-107]. Les résultats obtenus par Thomason [100] montrent que le module de stockage et le pic du module de perte sont plus élevés pour le composite à fibres de carbone que celui à fibres de verre. Il a montré aussi, en utilisant les fibres de verre unidirectionnelles, que le pic du module de perte est décalé vers de hautes températures par rapport à la matrice. Ces résultats sont dus, d'après l'auteur, à l'interaction de l'interface entre fibres et matrice. Motoc et al. [107] ont investigué l'effet l'hybridation sur le comportement dynamique des différents stratifiés constitué de fibres de carbone et de verre en utilisant la DMA. L'étude montre que les stratifiés possédant la plus grande teneur en fibres de carbone fournissent les meilleures propriétés dynamiques. Ainsi, le maximum du pic du module de perte des différents composites est décalé vers de hautes températures.

2.3.2. Analyse Modale expérimentale

L'analyse modale est une méthode dynamique qui permet de caractériser une structure en étudiant son comportement vibratoire à des excitations données. Les vibrations sont définies comme des réponses répétitives ou des oscillations mécaniques d'une particule, d'une plaque ou d'un corps qui se déplace par rapport à une position d'équilibre. Ces mouvements traduits par une conversion d'énergie cinétique en une autre forme d'énergie potentielle (énergie de déformation) [97]. En présence de dissipation d'énergie, les amplitudes des vibrations s'atténuent et convergent jusqu'à atteindre l'équilibre statique dans le cas d'un système libre et jusqu'à atteindre l'équilibre dynamique dans le cas d'un système forcé. Contrairement à l'analyse mécanique dynamique pour laquelle le matériau est soumis à une vibration forcée hors résonance, l'analyse modale expérimentale est un outil non destructif, efficace et rapide, qui exploite les vibrations libres en résonance [108].

L'analyse modale permet de déterminer les paramètres modaux d'une structure, à savoir les fréquences naturelles des modes de résonance, les déformées modales ainsi que les facteurs de perte (ou amortissements) associés à chaque mode de vibration. Le principe de la méthode consiste à imposer une sollicitation à une structure et à mesurer sa réponse (déplacement, vitesse

ou accélération). La détermination des paramètres modaux se fait en mesurant et en analysant la fonction de transfert, encore appelée fonction de réponse fréquentielle (FRF).

Les travaux de recherche portant sur l'utilisation de la méthode d'analyse modale pour identifier les paramètres modaux et estimer les propriétés mécaniques des structures en composites sont nombreux. Par exemple, Gibson et al [109] ont utilisé des mesures modales de pour caractériser les propriétés mécaniques des structures stratifiées. Ils ont montré que la vibration en premier mode ou en mode multiple peut être utilisée pour déterminer les propriétés élastiques et les rapports d'amortissement. Les tests modaux ont été effectués par des méthodes d'excitation impulsionnelle.

Chandra et al. [110] ont étudié l'amortissement des composites. Ils ont présenté les différents processus d'amortissement induits dans les composites renforcés par des fibres, résultant du comportement viscoélastique de la matrice, de l'amortissement de l'interphase fibres/matrice, de l'amortissement dû aux dommages et de l'amortissement thermoélastique. Ils ont suggéré que la nature viscoélastique de la matrice est une des raisons de la contribution de l'amortissement dans les composites.

L'essai modal est influencé par certains paramètres expérimentaux tels que les conditions aux limites [111], le type d'excitation [112], la nature des fibres et leur orientation [113]. Gao et al. [114] ont analysé l'influence de l'orientation des fibres sur les fréquences naturelles et les facteurs d'amortissement pour les quatre premiers modes pour des stratifiés constitués de fibres de carbone unidirectionnelles et une résine époxyde. Ils ont montré que les fréquences naturelles diminuent lorsque l'orientation des fibres augmente en raison de la diminution de la rigidité. Un travail similaire a été fait par Suarez et al [115] et Berthelot [116] en utilisant la méthode de Ritz pour analyser les vibrations de flexion des plaques rectangulaires. El Mahi et al. [112] ont étudié expérimentalement la réponse en fréquence, à une excitation avec marteau d'impact, des matériaux stratifiés à fibres unidirectionnelles et orthotropes à l'aide d'un vibromètre laser. Ils ont analysé l'amortissement des matériaux considérés et les résultats expérimentaux obtenus sont comparés à ceux obtenus numériquement par éléments finis. Willis et al. [113] ont utilisé un vibromètre laser pour mesurer la réponse dynamique d'un bloc rectangulaire excité par un pot vibrant. Duc et al. [117] ont comparé les propriétés d'amortissement des stratifiés constitués de fibres de carbone, de verre et de lin en utilisant les deux techniques : le DMA et l'analyse modale. Ils ont montré que les stratifiés renforcés par des fibres de lin présentent un comportement d'amortissement relativement plus élevé par rapport aux autres composites, ce qui traduit les différents mécanismes de frottements intrinsèques à l'interface fibres de

lin/matrice. De plus, des analyses approfondies de l'amortissement des composites renforcés de fibres de Kevlar et de verre ont été rapportées par Berthelot [118].

Assarar et al. [119] ont étudié les effets de la séquence d'empilement et de l'hybridation sur les propriétés d'amortissement des composites stratifiés constitués de fibres de lin et de carbone et une matrice époxyde. Les résultats montrent que les facteurs d'amortissement des stratifiés à fibres de lin sont plus élevés que ceux des composites à fibres de carbone. Il a été montré également que pour les stratifiés hybrides, l'ajout des plis de fibres de lin à l'extérieur du stratifié a amélioré l'amortissement et a diminué le module de flexion. Dans un autre travail de recherche, l'influence du nombre et de la position du pli du tissu de carbone sur les caractéristiques dynamiques du composite hybride, constitué de fibres de verre et de carbone et une résine en polyester non saturée, a été examiné par Utomo et al. [120]. Les résultats indiquaient que l'augmentation du nombre de plis de carbone dans un stratifié hybride augmenterait les fréquences naturelles du composite et diminuerait les rapports d'amortissement. De plus, lorsque la position des plis de carbone sont à l'extérieur, le composite hybride aurait les fréquences naturelles les plus élevées et les rapports d'amortissement les plus faibles.

L'analyse vibratoire est également utilisée comme un moyen de caractérisation rapide des endommagements au sein d'un matériau composite, étant donné que la présence de ces derniers entraîne une modification de ses fréquences propres et facteurs d'amortissement [121]. Shahdin et al. [122] ont rapporté qu'un matériau composite endommagé par un impact présente une diminution de ses fréquences propres et une augmentation de son facteur d'amortissement. En effet, le facteur d'amortissement représente un paramètre plus sensible que les fréquences propres [123]. Saravanos et al. [124] et Valdes et al. [125] ont étudié l'effet du délaminage sur les fréquences propres et l'amortissement des poutres en composite stratifié testées en vibration libre. La présence du délaminage produit un changement des fréquences naturelles et des facteurs de perte par rapport au matériau sain. Les résultats numériques et expérimentaux ont donné une bonne indication de la taille du délaminage.

2.4. Conclusion

Dans ce deuxième chapitre, des généralités sur le comportement viscoélastique des polymères et des composites ont été présentées. Le comportement viscoélastique des composites, et spécifiquement le caractère amortissant, s'explique par la présence de phénomènes microstructuraux (mouvements moléculaires) au niveau de la matrice polymère. Ces mouvements moléculaires sont à l'origine de dissipations d'énergie, ils se manifestent lors

de phases de transition lorsqu'une contrainte, mécanique ou thermique (élévation de température), lui est appliquée. La dissipation d'énergie est associée également aux frottements intervenant aux interfaces fibres/matrice.

L'ensemble des études réalisées montre que la dissipation d'énergie, traduite par le facteur d'amortissement au voisinage de la T_g , est associée également aux frottements intervenant aux interfaces fibres/matrice. En effet, l'amélioration de la cohésion à l'interface semble avoir un impact direct sur cette dissipation d'énergie, notamment lors d'études thermomécaniques. L'état de l'art a permis de faire le point sur les méthodes d'analyses dynamiques actuellement utilisées pour l'étude du comportement viscoélastique de matériaux composites et la caractérisation d'endommagement, à savoir la méthode d'analyse mécanique dynamique et l'analyse modale expérimentale. Nous avons montré que les paramètres comme la fréquence de sollicitation, le temps d'observation, la température, la vitesse de chauffe, la nature des constituants, les conditions aux limites et le type d'excitation, influent sur les propriétés viscoélastiques des matériaux composites.

Chapitre 3

Etude du comportement mécanique en statique des composites stratifiés en traction et en flexion 3-points

Ce chapitre est consacré à la caractérisation des propriétés mécaniques en statique des différents composites stratifiés élaborés. Les résultats obtenus permettent de déterminer l'influence de certains paramètres tels que : le type de renforts et de matrice, l'architecture du renfort, la séquence d'empilement, et l'hybridation, sur le comportement mécanique des composites stratifiés et sur l'évolution d'endommagements.

Ce chapitre décrit, dans un premier temps, les matériaux composites stratifiés utilisés au cours de cette étude et leur processus de mise en œuvre, ainsi que les caractéristiques physiques et mécaniques des constituants de base (matrices et renforts). Dans un deuxième temps, des essais mécaniques de traction statique et de flexion 3- points sont réalisés sur des éprouvettes normalisées jusqu'à la rupture. Les propriétés mécaniques sont analysées et comparées à celles trouvées par la méthode ultrasonore. La dernière partie de ce chapitre est consacré à l'étude des mécanismes d'endommagement par des observations microscopiques des faciès de rupture des éprouvettes de traction et de flexion. Ces observations ont été effectuées en utilisant le microscope optique et le microscope électronique à balayage (MEB).

3.1. Matériaux d'étude

3.1.1. Renforts

Six types de renfort ont été utilisés dans cette étude pour l'élaboration des composites stratifiés (figure 3.1). Le tissu de carbone unidirectionnel de type SikaWrap, avec une masse surfacique de 230 gr/m^2 . Le tissu de carbone équilibré de type taffetas HR3K 200, avec une masse surfacique de 200 gr/m^2 . Le tissu de Kevlar équilibré de type Sergé 2×2 KF, avec une masse surfacique de 197 gr/m^2 . Deux tissus de verre D équilibrés de type Satin 5H et Sergé 2×2 , avec une masse surfacique de 175 gr/m^2 et de 162 gr/m^2 respectivement. Le tissu de verre E équilibré de type taffetas GWR225, avec une masse surfacique de 225 gr/m^2 .

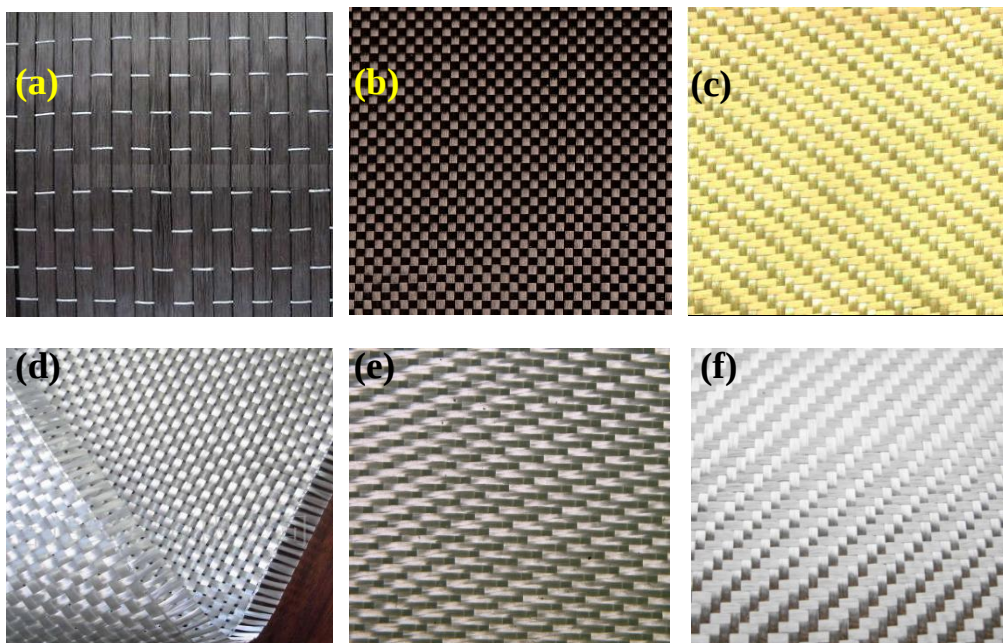


Fig.3.1 : Renforts utilisés : (a) Carbone UD, (b) Carbone taffetas, (c) Kevlar sergé, (d) Verre taffetas, (e) Verre satin et (f) Verre sergé.

3.1.2. Matrices

Deux matrices époxydes ont été utilisées pour l'élaboration des stratifiés. La matrice STR Médapoxy, commercialisée en Algérie par la société GRANITEX, est constituée d'un mélange d'élément A: résine tridimensionnel de type DGEBA (Diglycidyl Ether de Bisphénol) avec l'élément B : durcisseur amine aliphatique, portant le nom commercial Medapoxy primaire. Le rapport des masses entre ces deux constituants est de 0.67. La deuxième matrice est l'EPOCAST 50-A1/9816 (EPO50-A), commercialisée par la société Huntsman Advanced Materials. Cette matrice est constituée d'une résine Epocast 50-A1 de très grande qualité et un durcisseur 9816, avec un rapport des masses entre ces deux constituants de 0.15.

3.1.2.1. Propriétés mécaniques des matrices

Les essais de traction et de flexion 3-points ont été effectués sur des éprouvettes des deux matrices STR et EPO50-A, afin de caractériser leurs comportements mécaniques. Les essais de traction sont effectués, à température ambiante, sur une machine universelle de type Zwick/Rolle munie d'un capteur de force de 10 kN et d'un extensomètre. Cette machine est pilotée par ordinateur avec un logiciel testexpert 12.0, à une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min. Les éprouvettes sont réalisées en forme d'haltère conformément à la norme NF EN ISO 527-4 type B [126], avec une géométrie indiquée dans la figure 3.2.

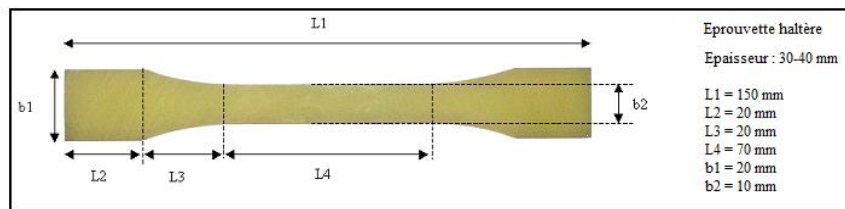


Fig.3.2 : Géométrie des éprouvettes haltères de traction pour les matrices époxydes

La figure 3.3 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour les deux matrices époxydes sollicitées en traction. Ces deux courbes moyennes montrent un comportement linéaire élastique jusqu'à 40 MPa, ensuite un comportement non linéaire jusqu'à la rupture à 59.5 MPa avec une déformation de 3.6 % pour la matrice STR et à 58 MPa avec une déformation de 1.9 % pour la matrice EPO50-A. Ces résultats montrent un comportement rigide de la matrice EPO50-A par rapport à la matrice STR qui présente une certaine ductilité. Le module de Young pour la matrice EPO50-A est de 4.1 GPa alors que sa valeur est de 2.5 GPa pour la matrice STR medapoxy.

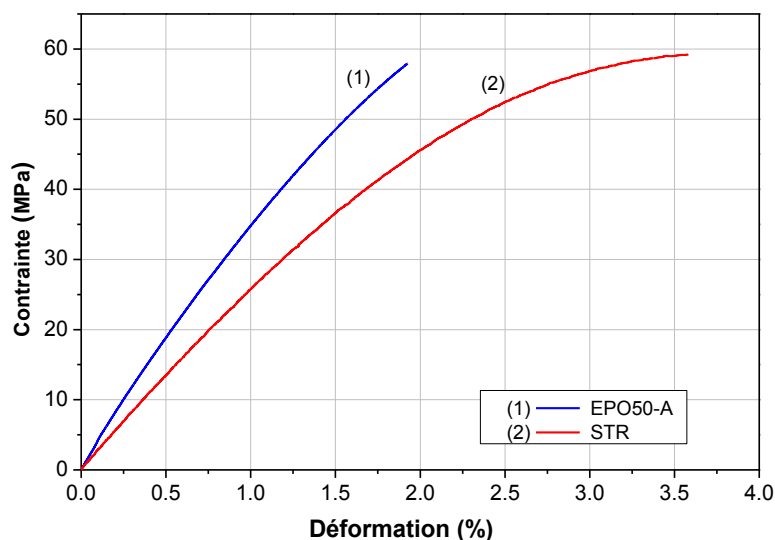


Fig.3.3 : Courbe des essais de traction des deux matrices STR et EPO50-A

Les essais de flexion 3- points sont effectués, à température ambiante, sur des échantillons élaborés suivant la norme ASTM 790 [127]. La machine utilisée est de type Zwick équipée d'un capteur de force de 10 kN et piloté par le logiciel testexpert 9.11. La figure 3.4 représente les courbes force/déplacement pour les deux matrices époxydes sollicitées en flexion 3-points. Ces deux courbes présentent un comportement linéaire élastique jusqu'à une charge de 150 N, ensuite un comportement non linéaire jusqu'à la rupture à 190 N pour la matrice STR et à 150 N pour la matrice EPO50-A. Le calcul du module de flexion montre que la matrice EPO50-A est plus rigide (2.6 GPa) que celui de la matrice STR (2.1 GPa), cela s'explique par la flèche Y qui est de 2,07 mm pour la matrice Epocast et de 7,3 mm pour la matrice STR.

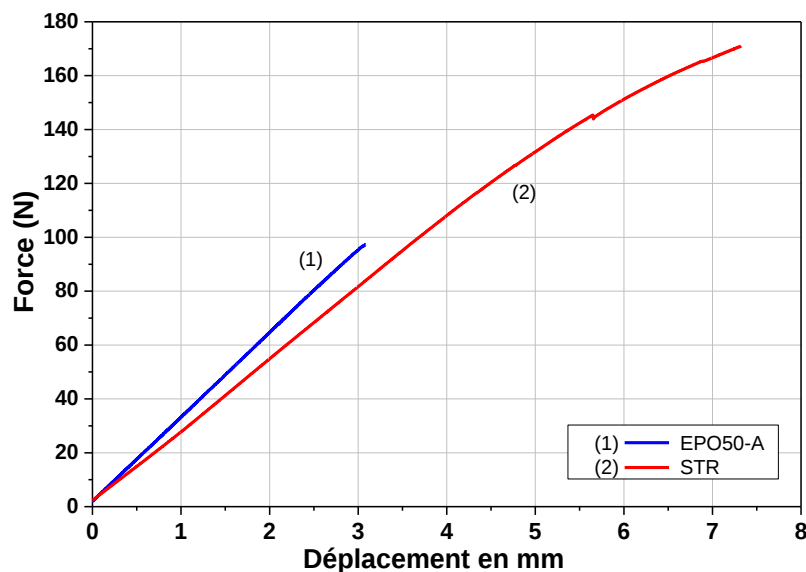


Fig.3.4 : Courbes des essais de flexion 3-points des deux matrices STR et EPO50-A

3.1.2.2. Propriétés thermiques (analyse enthalpique différentielle)

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) a été utilisée pour déterminer les différentes transitions de phase des deux matrices, et plus particulièrement la température de transition vitreuse (T_g) selon la norme ASTM E1356-03 [128]. Cette méthode d'analyse consiste à mesurer la différence d'échange de chaleur entre l'échantillon à analyser et celui de référence, soumis à la même loi d'échauffement ou de refroidissement. C'est surtout la variation de la capacité calorifique du matériau qui permet la mesure de la T_g . Cette capacité augmente avec la température et au passage de la T_g , une augmentation brusque de celle-ci est détectée.

L'analyse calorimétrique des matrices est réalisée à l'aide d'un appareil de type Netzsch DSC 204 en régime dynamique, avec une rampe de montée en température de 25 °C à 200 °C et à une vitesse de 10 °C/min. Les échantillons utilisés présentent une masse de 4 mg.

La figure 3.5 représente l'évolution du flux thermique en fonction de la température pour les deux matrices. Ces deux courbes sont caractérisées par une chute importante du flux thermique jusqu'à la température de 125 C° où elles se stabilisent. Le passage d'un état vitreux rigide et fragile à un état caoutchoutique souple et ductile est lié à un réarrangement des chaînes macromoléculaires leur permettant une grande mobilité. Ce changement d'état s'accompagne d'une absorption de chaleur contrairement à la réticulation qui est endothermique (formation d'un réseau tridimensionnel à partir d'un système liquide de macromolécules). La température de transition vitreuse des deux matrices époxydes est donc établie comme étant le point d'inflexion de ces courbes DSC, elle est égale à 90 °C pour la matrice STR et à 81°C pour la matrice EPO50-A.

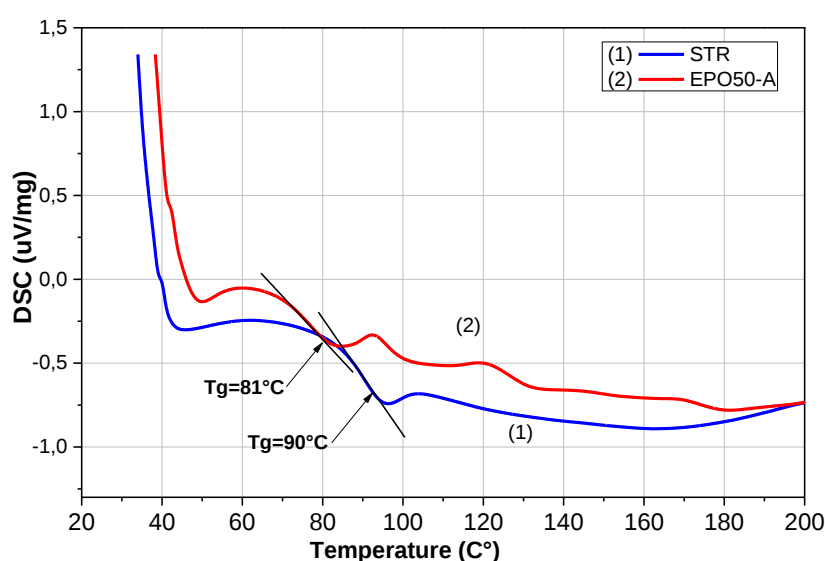


Fig. 3.5 : Courbes DSC pour les deux matrices époxydes

Les principales caractéristiques physiques et mécaniques des deux matrices sont regroupées dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Propriétés physiques et mécaniques des deux matrices utilisées

Propriétés		STR Midapoxy	Epocast 50-A1/9816
Viscosité à 25 °C (mPaS)		11 000	12 000
Densité ρ (g/cm ³)		1,20	1,18
Traction	Module de traction (GPa)	2,53	4.06
	Résistance traction (MPa)	59.5	58.1
	Déformation max (%)	3,6	1.9
	Coefficient de Poisson	0.39	0.40
Flexio	Module de flexion (GPa)	2.1	2.6
	Résistance flexion (MPa)	105	85
	Déplacement max (mm)	7.5	3.1
Temperature de transition Tg (°C)		90	81
Rapport résine/durcisseur (%)		0.66	0.15

3.2. Mise en œuvre des plaques composites

Les performances mécaniques des matériaux composites sont fortement liées aux procédés d'élaboration utilisés. En effet, la performance de ces procédés d'élaboration dépend de plusieurs facteurs tels que : le taux volumique de renforts de l'ordre de 60 % [129], le taux de porosité, limité à 2% en aéronautique [130], la qualité de l'imprégnation de renforts et l'uniformité du moulage.

Pour notre étude, les plaques en composites stratifiés ont été fabriquées au sein de l'Unité de Recherche Matériaux, Procédés et Environnement (URMPE) de l'Université de Boumerdes, par un procédé d'infusion de résine liquide à sac à vide LRI (Liquid Resin Infusion). Ce procédé de fabrication a été choisi car il permet de réaliser des pièces possédant un faible taux de porosité et un taux volumique en fibres important permettant d'avoir de bonnes propriétés mécaniques. La mise en œuvre des plaques composites nécessitent trois étapes indispensables : une étape d'association (imprégnation du renfort par la résine), une étape rhéologique (mise en forme de la pièce) et une étape thermique de solidification du matériau (réticulation pour les matrices thermodurcissables) [131]. Le procédé LRI consiste à imprégner un empilement de tissus de fibres secs par la résine à l'intérieur d'un moule, sous action d'un tirage de vide (figure 3.6). Le vide est progressivement remplacé par la résine jusqu'à l'imprégnation des fibres, puis la vitrification de la résine. Le système LRI est composé de :

- Un moule rigide (table),
- Un contre-moule flexible (bâche à vide),
- Un empilement de fibres placé sur le moule (préforme),
- Un tissu drainant qui permet d'accélérer le flux de résine au-dessus de la préforme,
- Un tissu d'arrachage qui permet d'améliorer la qualité de surface du stratifié final,
- Une vanne qui sert à stopper l'arrivée de la résine en fin d'infusion,
- Un joint d'étanchéité qui permet d'assurer le vide.

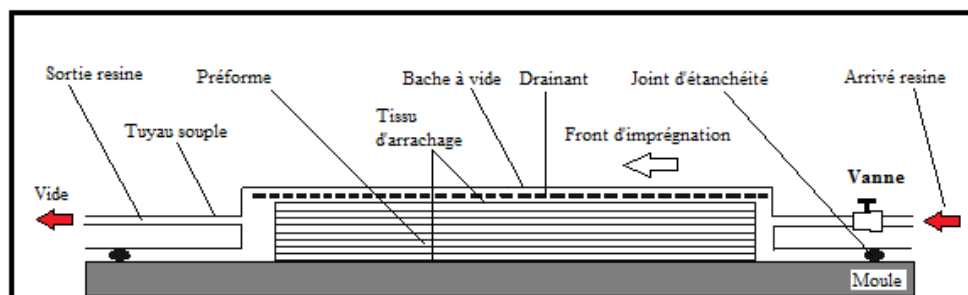


Fig.3.6 : Principe du procédé d'infusion de résine liquide LRI

La figure 3.7 représente un exemple d'élaboration d'une plaque stratifiée par le procédé d'infusion de résine. Une fois la réticulation de la résine finie, la pièce composite est démoulée.

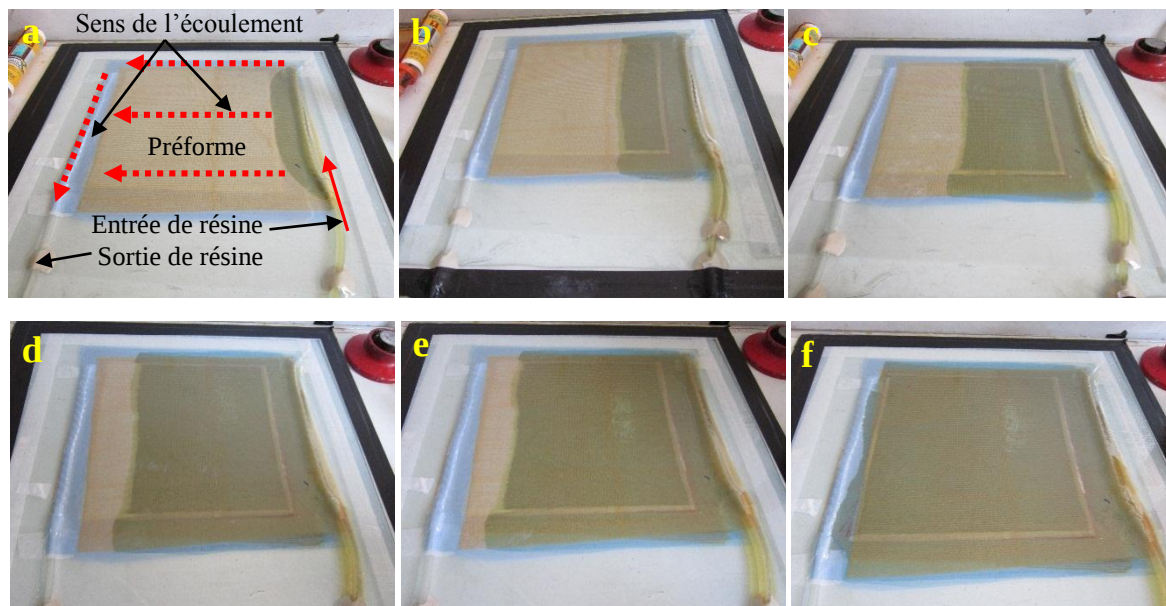


Fig.3.7 : Infusion d'une plaque stratifiée par le procédé LRI

3.3. Caractérisation des composites stratifiés fabriqués

3.3.1. Composition et dénomination

Les plaques stratifiées ainsi fabriquées sont mises dans une étuve à une température de 80 °C pendant 8 heures pour compléter la polymérisation de la résine époxyde. Tous les stratifiés étudiés dans ce travail comportent (08) plis, avec une épaisseur moyenne d'environ 2 mm.

- Les stratifiés constitués de fibres de carbone unidirectionnelles sont désignés par UDL,
- Les stratifiés constitués de fibres de carbone taffetas sont désignés par PCL,
- Les stratifiés constitués de fibres de Kevlar sergé sont désigné par TKL,
- Les stratifiés constitués de fibres de verre taffetas sont désignés par PGL,
- Les stratifiés constitués de fibres de verre satin sont désignés par SGL,
- Les stratifiés constitués de fibres de verre sergé sont désignés par TGL,
- Les stratifiés constitués de la matrice STR Medapoxy sont désigné par S,
- Les stratifiés constitués de la matrice EPO50-A sont désigné par E,
- Les stratifiés hybrides constitués de fibres de carbone taffetas et de fibres de verre satin, sont désignés par HL.

3.3.2. Densité et fraction volumique

La densité des différents stratifiés est déterminée par immersion à la balance hydrostatique, suivant la norme ASTM D792 [132]. La méthode consiste à mesurer la densité par double pesée de l'échantillon à 23°C, à l'air libre et immergé dans l'eau en utilisant l'équation suivante :

$$\rho_c = \frac{\rho_e \times m_c}{m_c - (m_t - m_e)} \quad (3.1)$$

Où ρ_c , ρ_e sont respectivement la densité du composite stratifié avec $\rho_c = m_c/V_c$ et la densité de l'eau ($\rho_e = 0,998 \text{ g/cm}^3$ à 23°C). m_c , m_t , m_e sont respectivement la masse de l'échantillon du stratifié à l'air libre, la masse totale de l'ensemble échantillon dans l'eau et la masse de l'eau.

Les performances mécaniques des composites stratifiés dépendent de la qualité et de la quantité des éléments constituant. Il est donc nécessaire de déterminer la fraction volumique des fibres et des matrices. Le principe de la méthode est donné par la norme NF EN ISO 1172 [133]. L'échantillon, de forme prismatique (25mm x 25mm x 2 mm), est pesé avant et après calcination à une température de 600°C pendant une heure. Les fractions massiques des fibres et de la matrice sont déterminées par les formules suivantes :

$$F_f = M_f/M_c$$

$$F_m = M_m/M_c \quad (3.2)$$

$$\text{Avec : } F_f + F_m = 1 \quad \text{et} \quad M_c = M_f + M_m \quad (3.3)$$

Où M_c , M_f et M_m sont respectivement la masse de l'échantillon à température ambiante, la masse de fibres restantes après calcination et la masse de la matrice. La fraction volumique des fibres est donc déterminée à partir de la fraction massique comme suite :

$$M_c = \rho_c v_c \quad ; \quad M_f = \rho_f v_f \quad ; \quad M_m = \rho_m v_m$$

$$\text{La relation } M_c = M_f + M_m \quad \text{devient} \quad \begin{cases} \rho_c v_c = \rho_f v_f + \rho_m v_m \\ \rho_c = \rho_f \frac{v_f}{v_c} + \rho_m \frac{v_m}{v_c} \end{cases} \quad (3.4)$$

$$\frac{v_f}{v_c} = V_f \quad \text{est la fraction volumique des fibres}$$

$$\frac{v_m}{v_c} = V_m \quad \text{est la fraction volumique de la matrice}$$

$$\text{Donc } \rho_c = \rho_f V_f + \rho_m V_m$$

$$\text{D'où} \quad V_f = \frac{\rho_c - \rho_m}{\rho_f - \rho_m} \quad (3.5)$$

$$\text{Avec : } V_m = 1 - V_f \quad \text{et} \quad v_c = v_f + v_m$$

Où ρ_c , ρ_f et ρ_m sont respectivement la densité du composite, de fibres et de la matrice époxy.

Pour le cas particulier d'un composite stratifié hybride, constitué de fibres de carbone, de fibres de verre et une matrice époxyde, la fraction volumique de chaque constituant est déterminée à partir de la relation suivante [134] :

$$\rho_c = \rho_{fc}V_{fc} + \rho_{fg}V_{fg} + \rho_m(1 - V_{fc} - V_{fg}) \quad (3.6)$$

$$V_f = V_{fc} + V_{fg} \quad (3.7)$$

Où ρ_c , ρ_{fc} , ρ_{fg} et ρ_m sont respectivement la densité du composite, de fibres de carbone, de fibres de verre et de la matrice époxy. V_f , V_{fc} et V_{fg} sont respectivement la fraction volumique de fibres totale, de fibres de carbone et de fibre de verre.

La densité et la fraction volumique des fibres des différents composites stratifiés élaborés sont présentées dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Propriétés des différents composites stratifiés élaborés.

Stratifié	Renfort	Matrice	Séquence	Epaisseur (mm)	Densité (g/cm ³)	V _f (%)
UDLS1	Carbone UD	STR	[0] ₈	2.1	1.497	49.8
UDLS2	Carbone UD	STR	[(0/90) ₂] _s	2.1	1.514	47.7
UDLS3	Carbone UD	STR	[±45] ₈	2.0	1.512	47.9
UDLS4	Carbone UD	STR	[90] ₈	2.0	1.496	50.3
PCLS	Carbone Taffetas	STR	(0/90) ₈	2.0	1.418	42.4
PGLS	Verre Taffetas	STR	(0/90) ₈	2.0	1.879	40.2
TKLS	Kevlar Sergé	STR	(0/90) ₈	1.7	1.281	47.2
PCLE	Carbone Taffetas	EPO50	(0/90) ₈	2.0	1.366	39.8
HLE1	Hybride	EPO50	[(C ₃ G)] _s	2.0	1.474	42.3
HLE2	Hybride	EPO50	[(CG) ₂] _s	2.0	1.579	45.6
HLE3	Hybride	EPO50	[(CG ₃)] _s	2.0	1.637	47.9
SGLE	Verre Satin	EPO50	(0/90) ₈	2.0	1.814	50.2
SGLS	Verre Satin	STR	(0/90) ₈	2.0	1.835	48.8
TGLS	Verre Sergé	STR	(0/90) ₈	1,6	1.744	47.7

3.3.3. Observations microscopiques

Des observations microscopiques au microscope optique et au microscope électronique à balayage (MEB) ont été effectuées au Centre de Recherche en Technologie Industrielles (CRTI), avant et après la rupture des échantillons. Le but de ces observations est de vérifier d'éventuelles anomalies (porosités) avant de réaliser les essais mécaniques et d'analyser également les faciès de rupture des différentes formulations de composites stratifiés afin de mettre en évidence les différents modes d'endommagements. Le microscope optique utilisé est de type Nikon, couplé à une caméra numérique qui permet d'acquérir des photos via le logiciel

NIS-Elements. La plage de grossissement disponible pour ce microscope est de (x50) jusqu'à (x1500). Le microscope électronique à balayage utilisé est de type ZEISS à chambre environnementale, modèle GeminiSEM300, couplé à une caméra rapide de type Canon à fort courant avec un grandissement de (x10) jusqu'à (x1 000 000)

3.3.4. Caractérisation mécanique

3.3.4.1. Essais de Traction

Afin de déterminer les propriétés mécaniques des composites stratifiés obtenus (modules d'Young, coefficients de Poisson et contraintes de rupture), des essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes de dimensions de 250 x 50 x 2,5 mm (figure 3.8), découpées à l'aide d'une scie à disque diamanté lubrifiée à l'eau selon la norme EN ISO 527-5 [135]. Cette dernière, répond aux exigences des conditions de l'essai de traction statique et cyclique et la géométrie des éprouvettes. Cinq éprouvettes ont été testées pour chaque série de stratifié, et les valeurs moyennes ont été déterminées et présentées pour cet essai. L'utilisation des talons en aluminium est nécessaire, ce qui permet d'éviter l'effet des glissements entre les mors de serrage et l'éprouvette.

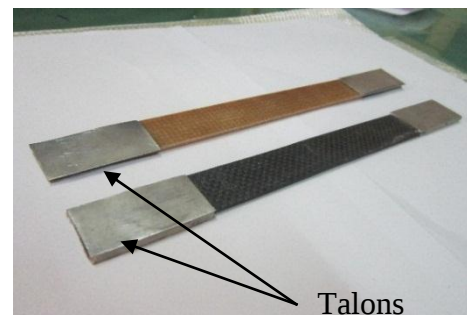
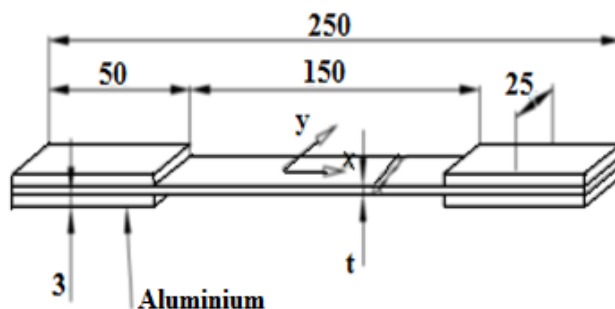


Fig. 3.8 : Géométrie et dimensions des éprouvettes testées exprimées en mm

Les essais de traction sont effectués à température ambiante sur une machine universelle de type Zwick, dotée d'un capteur de force de capacité 250 kN et pilotée par ordinateur à l'aide du logiciel TextXpert 9.0 (figure 3.9). La machine est équipée d'un système d'acquisition qui permet l'enregistrement simultané de la contrainte et de la déformation. Pour mesurer la déformation, un extensomètre est positionné au centre de l'éprouvette. La vitesse d'essai est de 2 mm/min jusqu'à la rupture finale des stratifiés.

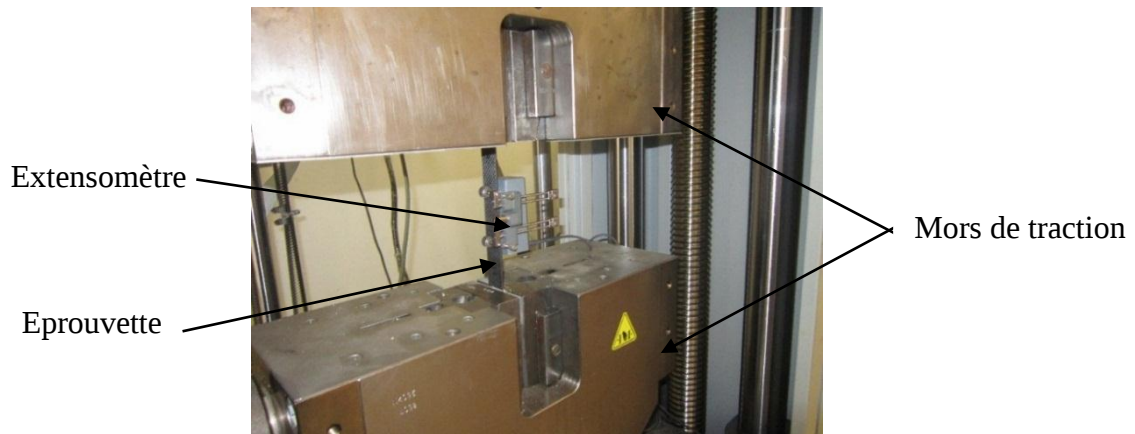


Fig. 3.9 : Banc d'essai de traction.

Le module de Young et le coefficient de Poisson sont déterminés à partir des relations suivantes :

$$E_L = \frac{\sigma_{11}}{\varepsilon_{11}}, \quad E_T = \frac{\sigma_{22}}{\varepsilon_{22}} \quad (3.8)$$

$$\nu_{LT} = -\frac{\varepsilon_{11}}{\varepsilon_{22}} \quad (3.9)$$

Le module de cisaillement est déterminé, en faisant l'essai de traction des échantillons orientés à 45° par rapport à l'axe des fibres, à partir de la relation suivante :

$$\frac{1}{G_{LT}} = \frac{4}{E_{45^\circ}} - \frac{1}{E_L} - \frac{1}{E_T} + 2\frac{\nu_{LT}}{E_L} \quad (3.10)$$

3.3.4.2. Essais de flexion trois points

Les essais de flexion statique trois points sont effectués sur des échantillons de dimensions $80 \times 12 \times 2.1 \text{ mm}^3$ selon la norme ASTM D790-07 [136], qui précise les dimensions de l'éprouvette, la distance L entre les appuis et la vitesse d'essai. Les essais sont effectués sur une machine de type Zwick équipée d'un capteur de force de 10 KN (figure 3.10). Le pilotage et l'acquisition des données se fait par ordinateur avec un logiciel testxpert 9.11

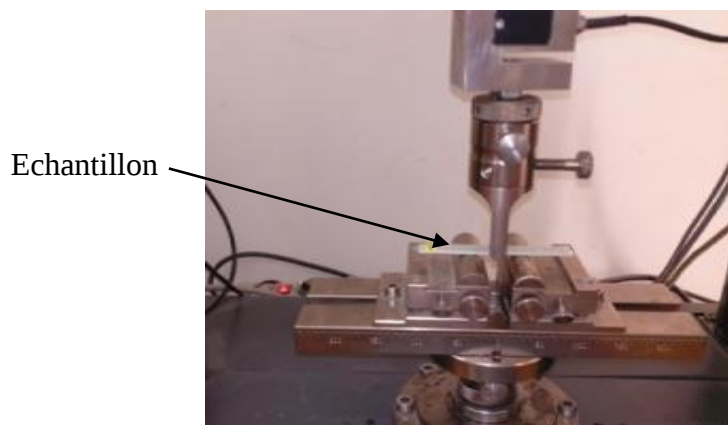


Fig.3.10 : Banc d'essai de flexion 3-points

3.3.5. Caractérisation par mesures ultrasonores

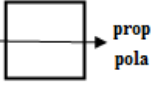
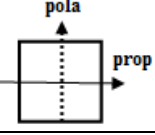
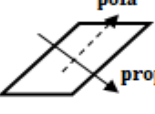
Les ultrasons sont des oscillations régulières qui se propagent sous formes d'ondes au sein d'un milieu. Ces ondes qui se caractérisent par un déplacement local de la matière sont par conséquent liées aux propriétés mécaniques du matériau. La caractérisation des milieux anisotropes, et en particulier les matériaux composites, par des méthodes ultrasonores a fait l'objet de nombreux travaux [137-139]. Deux techniques ultrasonores ont été utilisées : la technique par contact [140] et la technique en immersion [141]. La technique choisie dans cette étude, pour la mesure de vitesses de propagation est celle par contact. Cette technique est assez simple pour son mode opératoire, mais pose des problèmes de reproductibilité. De plus, la précision de mesure diminue lorsque la distance entre les deux transducteurs est faible.

Le calcul des propriétés mécaniques (module d'Young, coefficient de Poisson et module de cisaillement) pour un matériau composite nécessite la mesure de toutes les constantes élastiques dites de l'ingénieur dans tous les plans. La détermination des constantes d'élasticité est basée sur la mesure des vitesses de propagation des ondes longitudinales et transversales par le biais de l'équation de Christoffel [137]. Pour la mesure de la vitesse de propagation des ondes longitudinales et transversales, il suffit de relever le temps de parcours de l'onde entre l'émetteur et le récepteur. Les vitesses de propagation longitudinales et transversales, sont données par les deux expressions suivantes :

$$V_L = \frac{d}{t_L}, \quad V_T = \frac{d}{t_T} \quad (3.14)$$

Le tableau 3.5 présente les relations qui permettent de mesurer les constantes élastiques à partir des vitesses ultrasonores pour un matériau composite orthotropes, caractérisé par neuf constantes [142] : C_{11} , C_{22} , C_{33} , C_{12} , C_{13} , C_{23} , C_{44} , C_{55} , C_{66} .

Tableau 3.5 : Mesure des constantes élastiques à partir des vitesses ultrasonores

Direction propagat°	Direction polarisat°	Type d'onde	Type d'essai Géométrie	Relation Constante/Vitesse
1	1	OL		$C_{11} = \rho(V_{11})^2$
2	2	OL		$C_{22} = \rho(V_{22})^2$
3	3	OL		$C_{33} = \rho(V_{33})^2$
1	2	OT		$C_{66} = \rho(V_{12})^2$
1	3	OT		$C_{55} = \rho(V_{13})^2$
2	3	OT		$C_{44} = \rho(V_{23})^2$
45°	1-2	Quasi- OL		$C_{12} = \sqrt{(C_{11} + C_{66} - 2\rho V_{S3}^2)(C_{22} + C_{66} - 2\rho V_{S3}^2)} - C_{66}$
45°	1-3			$C_{13} = \sqrt{(C_{11} + C_{55} - 2\rho V_{S2}^2)(C_{33} + C_{44} - 2\rho V_{S2}^2)} - C_{55}$
45°	2-3			$C_{23} = \sqrt{(C_{22} + C_{44} - 2\rho V_{S1}^2)(C_{33} + C_{44} - 2\rho V_{S1}^2)} - C_{44}$

Avec V_{ii} sont les vitesses de propagation d'onde longitudinale (OL), V_{ij} sont les vitesses de propagation d'onde transversale (OT) et V_{Sj} sont les vitesses de propagation d'onde quasi-longitudinale et quasi-transversale. Le module d'Young, le coefficient de Poisson et le module de cisaillement sont déterminées à partir des relations suivantes [142] :

$$E_1 = \frac{D}{C_{22}C_{33} - C_{23}^2}, \quad E_2 = \frac{D}{(C_{33}C_{11} - C_{13}^2)}$$

$$\nu_{12} = \frac{-E_1(C_{12}C_{23} - C_{13}C_{22})}{D}, \quad G_{12} = C_{66} \quad (3.15)$$

$$\text{Avec le déterminant : } D = C_{11}C_{22}C_{33} - C_{11}C_{23}^2 - C_{33}C_{12}^2 - C_{22}C_{13}^2 + 2C_{12}C_{13}C_{23} \quad (3.16)$$

Dans le cas des composites tissés équilibrés, le comportement est similaire dans les plans 1-3 et 2-3, et le comportement dans les directions 1 et 2 sont égaux, le nombre de constantes élastiques est réduit à six, en considérant les égalités suivantes :

$$C_{11} = C_{22}, \quad C_{13} = C_{23}, \quad C_{44} = C_{55},$$

$$E_1 = E_2 = \frac{C_{33}(C_{11}^2 - C_{12}^2) - 2C_{13}^2(C_{11} - C_{12})}{C_{11}C_{33} - C_{13}^2}, \quad \nu_{12} = \frac{C_{12}C_{33} - C_{13}^2}{C_{11}C_{33} - C_{13}^2} \quad (3.17)$$

Le composite unidirectionnel est un cas particulier des composites orthotropes pour lequel le nombre de constantes élastiques est réduit à cinq : C_{11} , C_{22} , C_{12} , C_{23} , C_{66} avec :

$$C_{12} = C_{13}, \quad C_{22} = C_{33}, \quad C_{44} = \frac{1}{2}(C_{22} - C_{23}), \quad C_{55} = C_{66} \quad (3.18)$$

Le module d'Young, le coefficient de Poisson et le module de cisaillement sont alors déterminées à partir des relations suivantes :

$$E_1 = C_{11} - \frac{2C_{12}^2}{(C_{22} + C_{23})}, \quad \nu_{12} = \frac{C_{12}}{C_{22} + C_{23}}$$

$$E_2 = C_{22} - \frac{C_{12}^2(C_{22}-2C_{23})+C_{11}C_{23}^2}{C_{12}^2-C_{11}C_{22}}, \quad G_{12} = C_{66} \quad (3.19)$$

3.4. Résultat et discussions des essais mécaniques

3.4.1. Analyses microscopiques préliminaires

La figure 3.12 présente deux observations microscopiques avec un agrandissement de x10 et x100 au microscope optique d'une zone polie d'un stratifié PCLS, constitué de fibres de carbone tissé et de la résine STR. Ces observations ont permis de mettre en évidence l'alternance des plis ainsi que la distribution irrégulière des fibres dans la matrice, caractérisée par des zones riches en fibres et d'autres riches en résine. D'autre part, les observations microscopiques révèlent la présence de défauts consécutifs à l'élaboration des stratifiés. Ces défauts sont essentiellement des porosités qui se trouvent majoritairement dans les zones riches en résine. La présence de porosités dans les composites existe toujours. Elles sont plus ou moins importantes en fonction du procédé de fabrication (tailles inférieure à 0.5 mm).

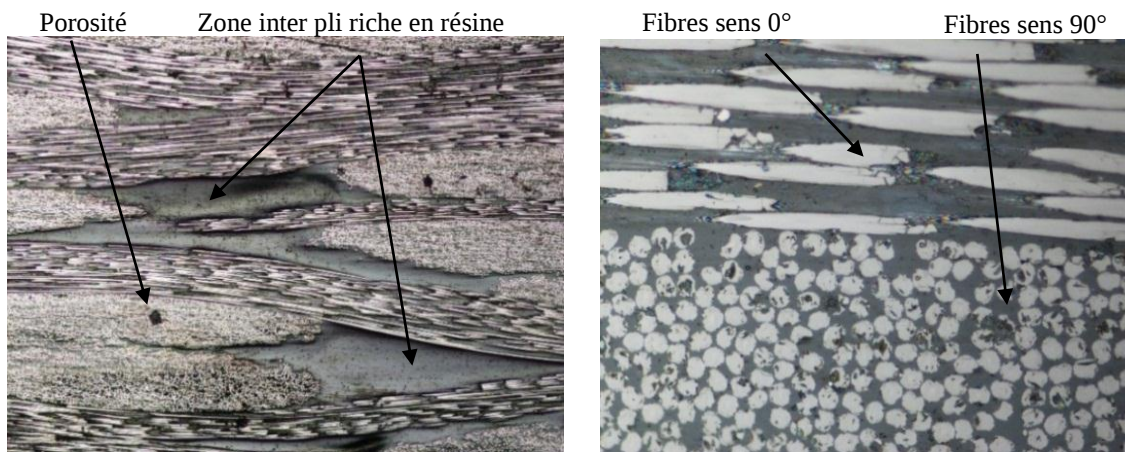


Fig.3.12 : Observations microscopiques d'un stratifié PCLS

3.4.2. Effet du type de la matrice

Afin d'étudier l'influence du type de la matrice époxyde sur le comportement mécanique en traction et en flexion des composites stratifiés, une comparaison a été faite entre les stratifiés PCLS et PCLE constitués de fibres de carbone et entre les stratifiés SGLS et SGLE constitués de fibres de verre. Les figures 3.13 et 3.14 représentent respectivement les courbes contrainte/déformation et charge/déplacement pour les stratifiés sollicités en traction et en flexion. Les caractéristiques mécaniques pour les quatre composites stratifiés sont regroupées dans le tableau 3.5 et représentés sur l'histogramme de la figure. 3.15.

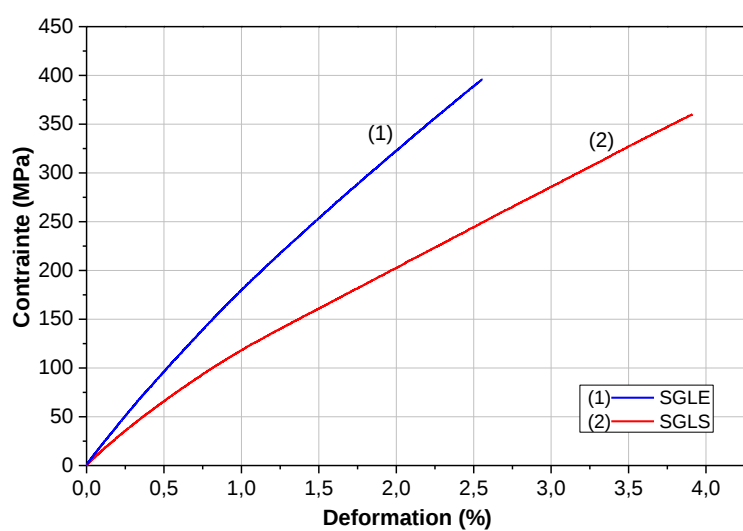
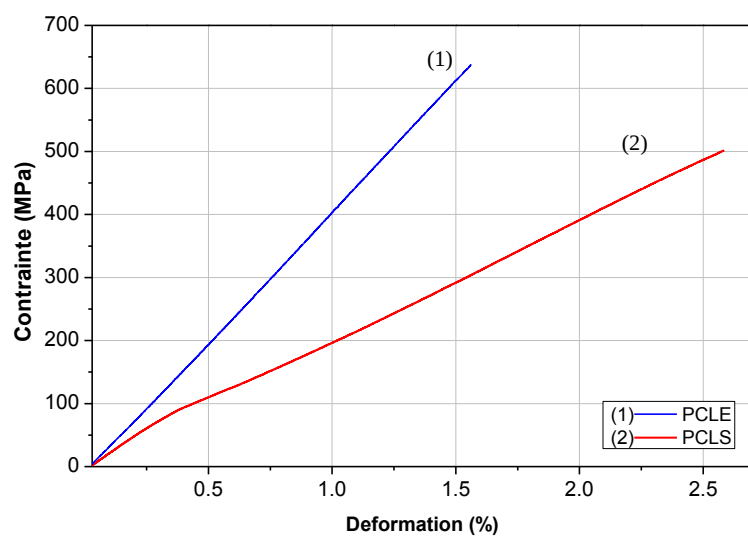
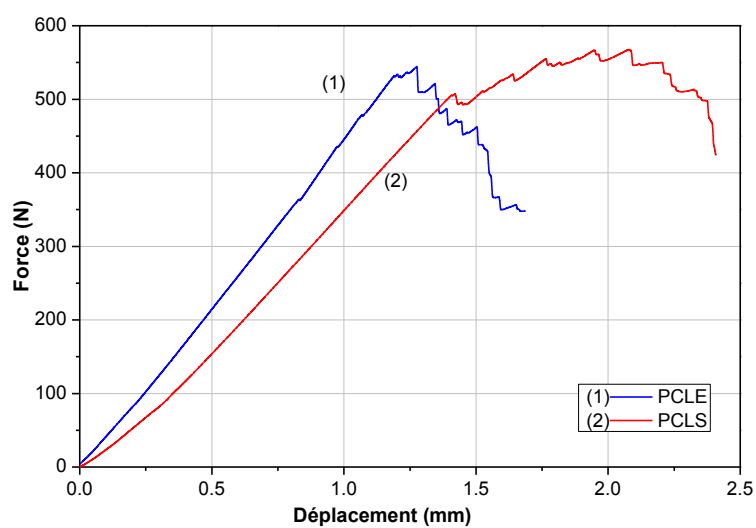


Fig.3.13 : Effet de la matrice sur le comportement en traction des stratifiés
a) PCLS et PCLE, b) SGLS et SGLE



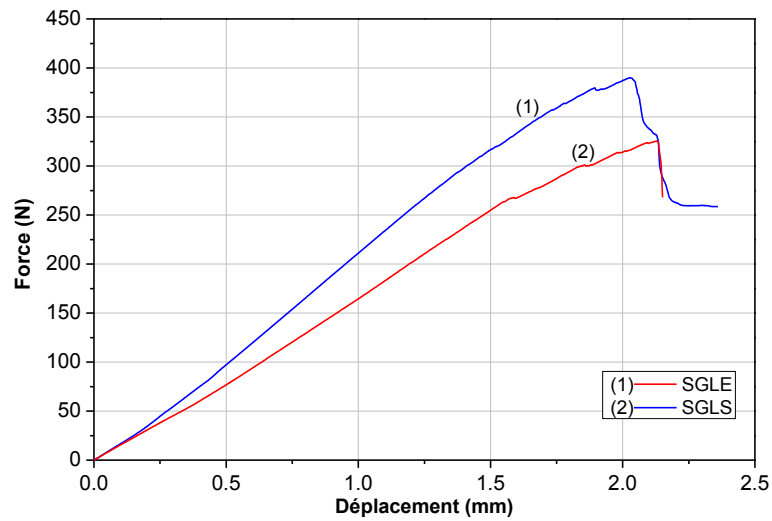


Fig.3.14 : Effet de la matrice sur le comportement en flexion des stratifiés
a) PCLS et PCLE, b) SGLS et SGLE

Tableau 3.5 : Caractéristiques mécaniques en traction et en flexion des stratifiés

Stratifié	Traction				Flexion 3-points			
	E (GPa)	ν	σ_t (MPa)	ϵ_t %	E_f (GPa)	σ_f (MPa)	d_f (mm)	τ (MPa)
PCLE	35.65	0.36	692.05	1.30	34.81	459.13	1.21	18.06
PCLS	26.36	0.27	501.71	2.57	29.15	503.23	1.45	16.31
SGLE	17.39	0.16	394.65	2.55	18.85	388.40	2.03	13.71
SGLS	13.56	0.17	359.41	3.91	17.85	378.62	2.13	12.92

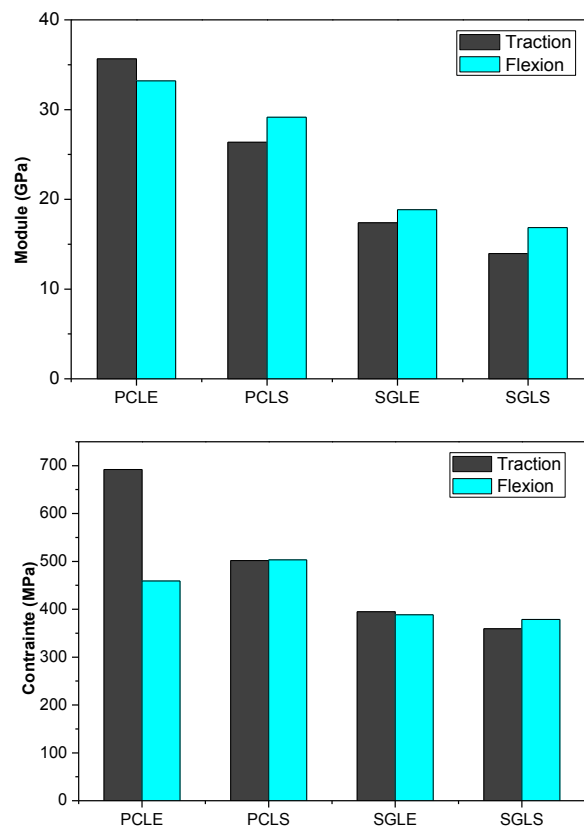


Fig. 3.15 : Histogrammes comparatifs des propriétés mécaniques

Les courbes de traction présentent un comportement linéaire jusqu'à la rupture alors que les courbes de flexion présentent d'abord un comportement linéaire, puis un comportement non linéaire jusqu'à une charge maximale. Les résultats obtenus montrent que le type de la matrice a un effet remarquable sur les propriétés mécaniques des stratifiés. Les stratifiés constitués de la matrice EPO50-A sont les plus rigides et présentent un comportement élastique fragile. Les valeurs moyennes des contraintes à la rupture ainsi que les valeurs des modules de Young sont plus élevées par rapport à celles obtenues avec les stratifiés constitués de la matrice STR, alors que les déformations sont les plus faibles. Ces résultats sont attribués aux propriétés mécaniques élevées de la matrice EPO50-A qui présente une meilleure rigidité et contrainte à la rupture par rapport à celle de la matrice STR avec une faible déformation (voir tableau 3.2). Cette matrice EPO50-A présente, en effet une meilleure compatibilité ou une meilleure adhésion inter-faciale avec le renfort, ce qui est confirmé par la mesure des contraintes de cisaillement inter-laminaire τ présentés dans le tableau 3.5 [143].

3.4.3. Effet du type de renfort

Pour mettre en évidence l'effet du type de renfort sur le comportement mécanique des composites, les stratifiés considérés sont : PCLS, PGLS et TKLS. Ces stratifiés ont le même empilement et sont constitués d'une même matrice STR mais différenciés par le type de renfort. Les courbes des essais de traction et de flexion sont reportées respectivement sur les figures 3.16 et 3.17. Les caractéristiques mécaniques en traction et en flexion 3-points des stratifiés sont regroupées dans le tableau 3.6 et représentées sur l'histogramme de la figure. 3.18.

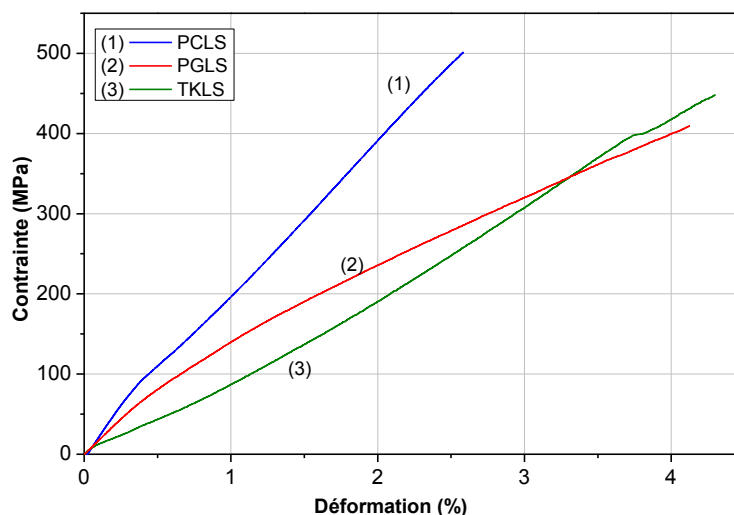


Fig.3.16 : Effet du type de renfort sur le comportement en traction des stratifiés

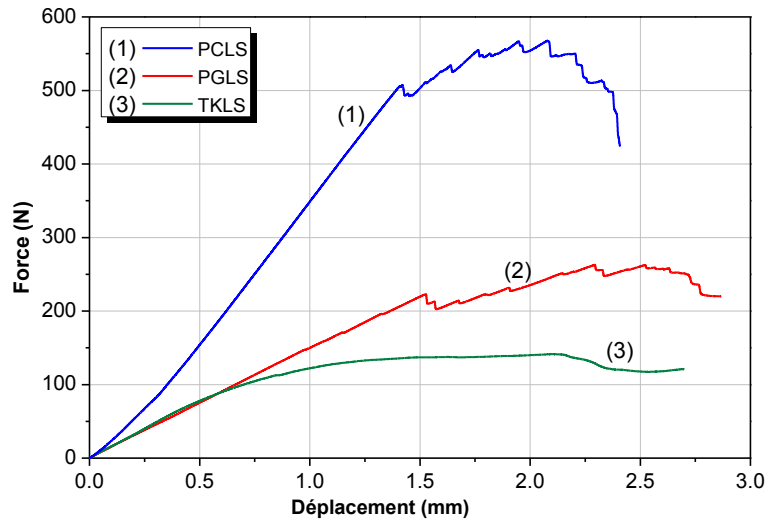


Fig.3.17 : Effet du type de renfort sur le comportement en flexion des stratifiés

D'après les résultats obtenus, le stratifié à fibres de carbone PCLS est le plus rigide avec un module de 26.3 GPa en traction et de 29.1 GPa en flexion. Suivi du stratifié à fibres verre PGLS et le stratifié à fibres de Kevlar TKLS, qui présentent respectivement un module de 15.7 GPa et de 10.6 GPa en traction et de 16.9 GPa et de 15.7 GPa en flexion. Ces résultats sont en accord avec les caractéristiques mécaniques de chaque type de renfort présentées dans le tableau 3.1 et les prédictions de la littérature pour les tissus équilibrés [144]. Les fibres de carbone possèdent un module de traction très élevé de 180 GPa avec une grande capacité d'absorption d'énergie par rapport aux fibres de verre et de Kevlar qui ont un module de 73 GPa et 60 GPa respectivement. Du point de vue déformation à la rupture, le stratifié TKLS présente une grande déformation par rapport aux autres stratifiés. Cela est dû au glissement des interfaces entre plis qui sont moins sollicités en contraintes de cisaillement inter-laminaire, ce qui explique leur comportement non linéaire pour l'essai de flexion [145].

Tableau 3.6 : Caractéristiques mécaniques en traction et en flexion des stratifiés

Stratifié	Traction				Flexion 3-points			
	E (GPa)	ν	σ_t (MPa)	ϵ_t %	E_f (GPa)	σ_f (MPa)	d_f (mm)	τ (MPa)
PCLS	26.36	0.27	501.71	2.57	29.15	505.23	1.45	16.31
PGLS	15.73	0.18	401.94	3.42	16.95	331.03	1.52	11.12
TKLS	10.66	0.31	411.86	4.11	15.75	141.41	2.10	06.56

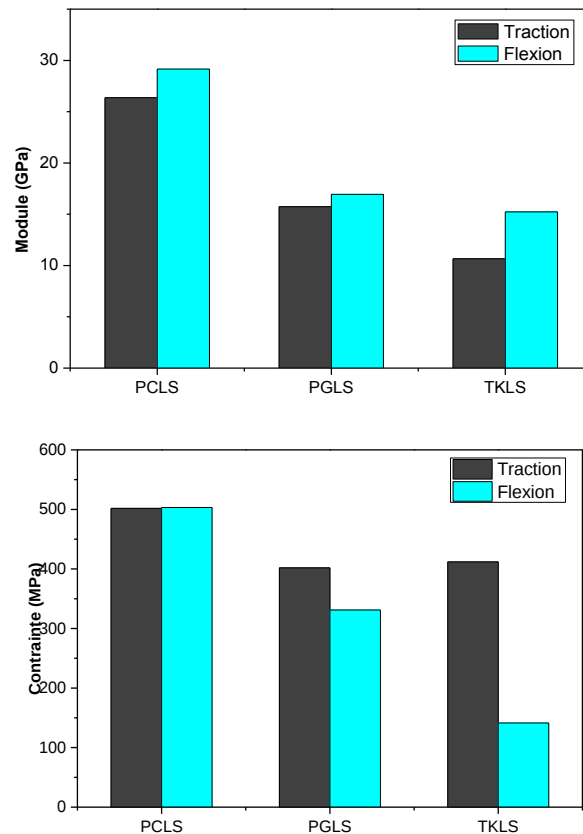


Fig. 3.18 : Histogrammes comparatifs des propriétés mécaniques

3.4.4. Effet de la séquence d'empilement

L'effet de la séquence d'empilement a été également analysé en considérant les stratifiés constitués de fibres de carbone unidirectionnel suivants : UDLS1, UDLS2, UDLS3 et UDLS4. Les courbes de traction et de flexion 3-points sont présentées respectivement sur les figures 3.22 et 3.23 et les propriétés mécaniques mesurées sont regroupées dans le tableau 3.8.

D'après les résultats obtenus, le stratifié le plus rigide est celui qui dispose d'un maximum des plis orientés suivant la direction 0° par rapport à l'axe du stratifié. Une augmentation de l'épaisseur des plis orientés à 0° entraîne une augmentation de la rigidité ainsi que la résistance à la rupture en flexion [146]. Les résultats montrent que le stratifié UDLS1, ayant un maximum des plis orientés suivant la direction 0° par rapport à l'axe du stratifié (8 plis), est le plus rigide avec un module de 46.5 GPa en traction et de 54.5 GPa en flexion. Dans ce cas, la grande majorité des efforts sont repris par les fibres, et le comportement du stratifié est guidé par le comportement élastique des fibres.

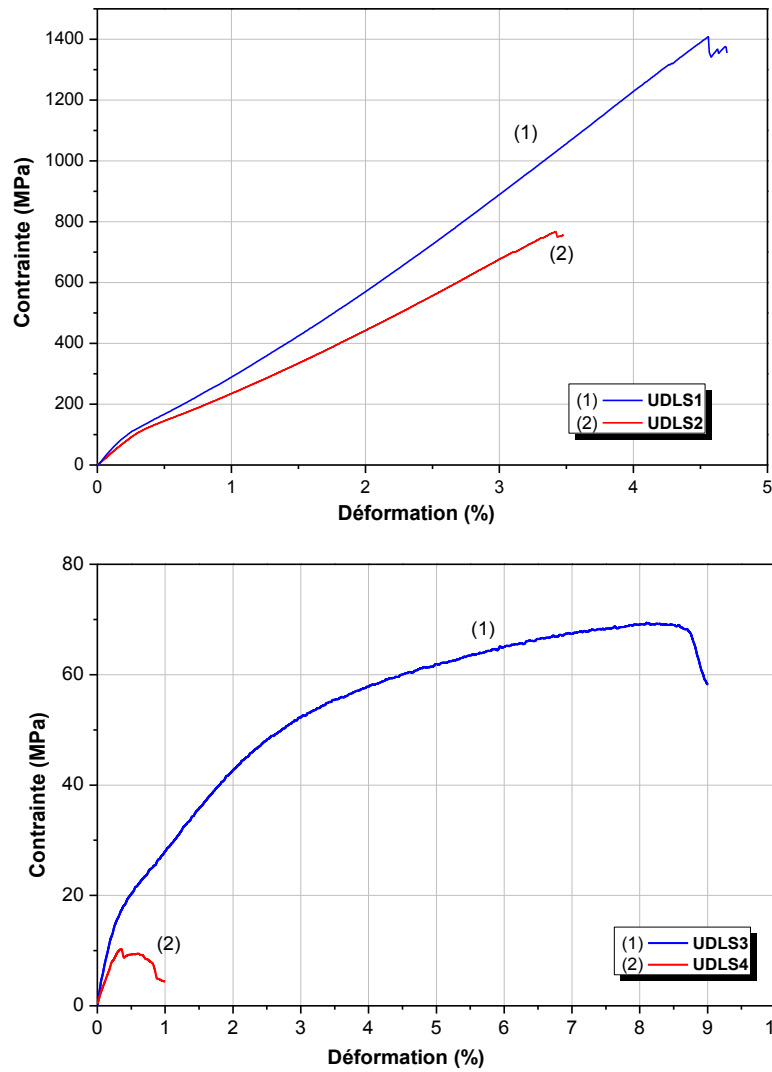


Fig.3.22 : Effet de la séquence d'empilement sur le comportement en traction des stratifiés

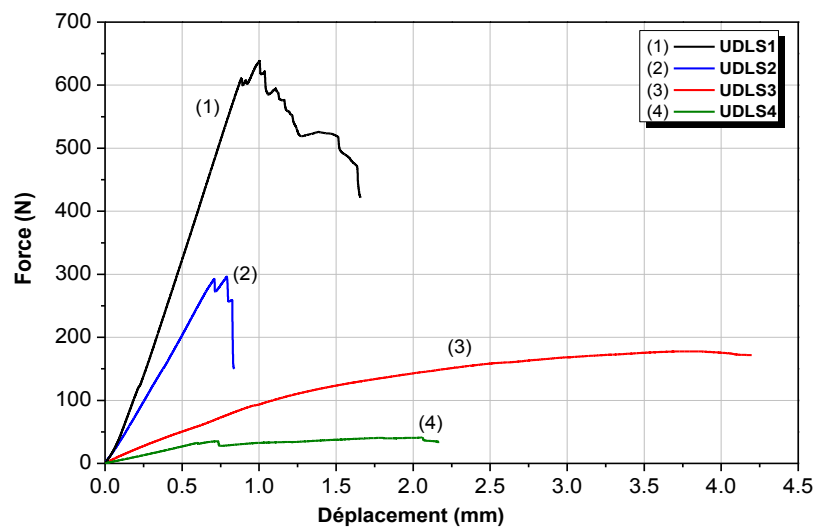


Fig.3.23 : Effet de la séquence d'empilement sur le comportement en flexion des stratifiés

Tableau 3.8 : Caractéristiques mécaniques en traction et en flexion des stratifiés

Stratifié	Traction				Flexion 3-points			
	E (GPa)	ν	σ_t (MPa)	ε_t %	E_f (GPa)	σ_f (MPa)	d_f (mm)	τ (MPa)
UDLS1	46.54	0.31	1436.2	4.53	54.51	639.42	1.00	27.11
UDLS2	39.15	0.29	842.21	3.42	43.85	296.41	0.79	18.28
UDLS3	7.54	-	69.54	8.02	11.75	193.85	3.75	7.97
UDLS4	4.27	0.05	10.45	0.35	4.61	34.71	0.72	1.40

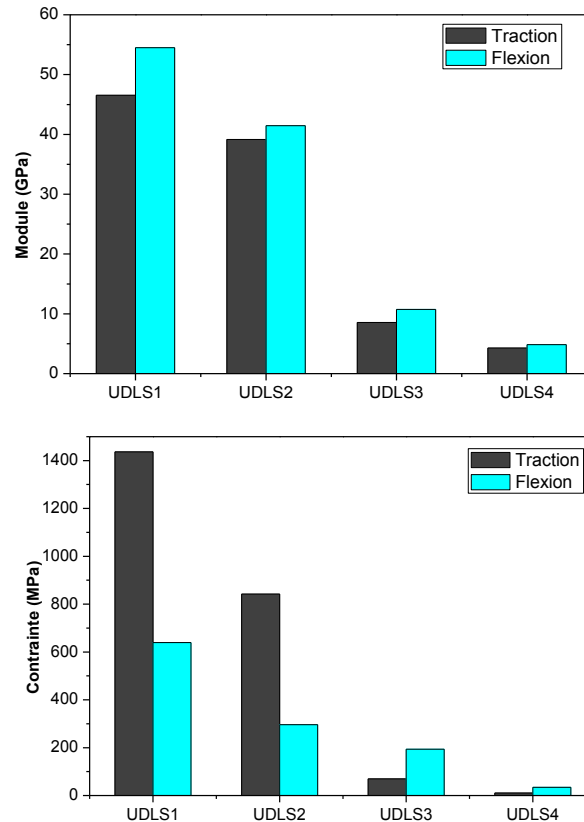


Fig. 3.24 : Histogrammes comparatifs des propriétés mécaniques

Suivi du stratifié UDLS2 (04 plis orientés suivant la direction 0°), avec un module de 39.1 GPa et de 43.8 GPa en traction et en flexion respectivement. Ensuite le stratifié UDLS3 (08 plis orientés suivant la direction $\pm 45^\circ$) et UDLS4 qui ne possède aucun plis orienté suivant la direction 0° , avec un module de traction qui ne dépasse pas 4 GPa.

Les résultats montrent également que les stratifiés UDLS1, UDLS2 et UDLS4 présentent un comportement élastique linéaire jusqu'à la rupture alors que le stratifié UDLS3 présente un comportement non linéaire ductile avec une déformation importante de 8 %. Cette déformation importante a conduit à un réalignement des fibres orientées suivant $\pm 45^\circ$ dans le sens du chargement. Cela est dû au glissement des interfaces entre les plis qui sont moins sollicités en contraintes de cisaillement inter-laminaire qui est de l'ordre de 7.9 MPa (présence de délaminage). Petitpas [146] a montré que dans le repère local du pli unidirectionnel, il persiste

une déformation résiduelle due à la plastification de la matrice pour une contrainte de cisaillement supérieure à 60 MPa, et à l'endommagement des interfaces fibre/matrice pour un niveau de contrainte proche de l'état de rupture.

3.4.4. Résultats des essais ultrasonores

La figure 3.28 présente un exemple des signaux obtenus par la technique par contact pour les ondes longitudinales et transversales. A partir de ces signaux et connaissant la distance de parcours de l'onde, les vitesses de propagation de l'onde sont calculées en mesurant le temps de vol dans l'échantillon. Les résultats de mesure des vitesses ultrasonore sont présentés dans le tableau 3.11.

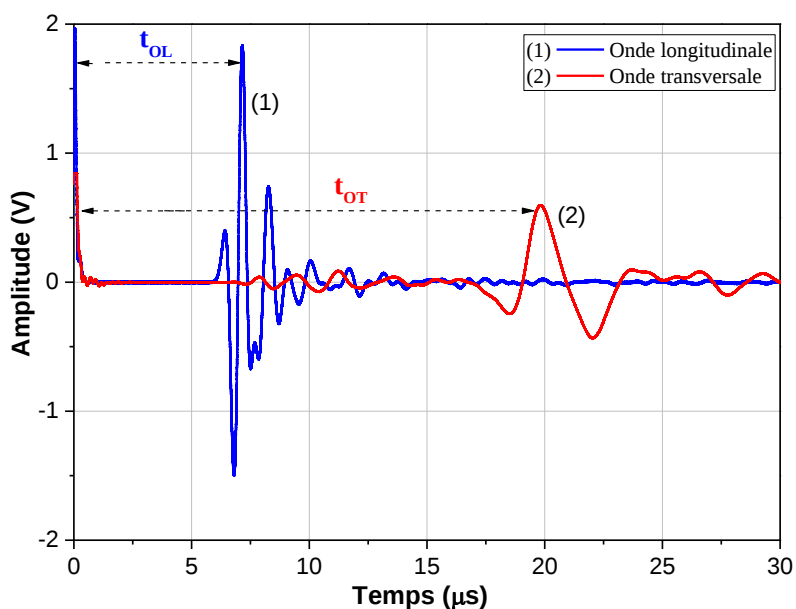
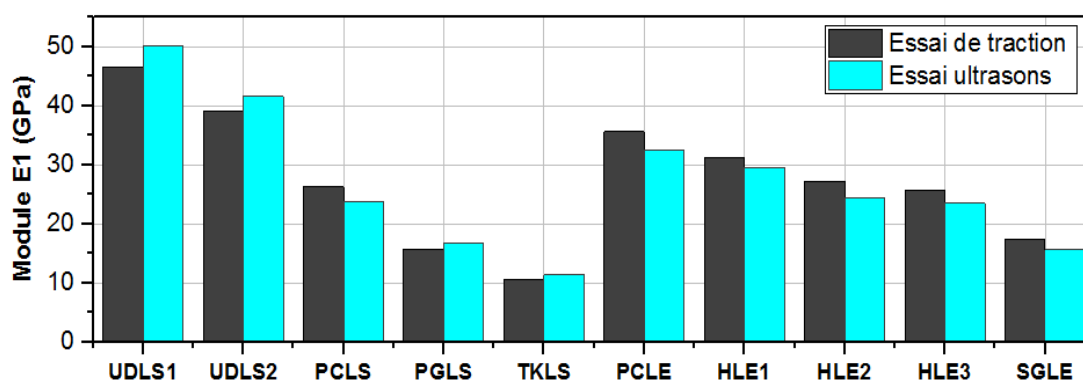


Fig.3.28 : Signaux ultrasonores obtenus pour un stratifié PCLS

Tableau 3.11 : Résultats de mesure de vitesses ultrasonores pour les différents stratifiés

Stratifiés	Densité (g/cm ³)	V ₁₁ (m/s)	V ₂₂ (m/s)	V ₃₃ (m/s)	V ₁₂ (m/s)	V ₁₃ (m/s)	V ₂₃ (m/s)	V _{S1} (m/s)	V _{S3} (m/s)
UDLS1	1.497	6020	2366	2505	1829	1350	1056	1185	1604
UDLS2	1.514	4785	4598	1801	1879	1052	1086	1101	1455
PCLS	1.466	3990	3835	1709	1470	1113	1145	1101	1421
PGLS	1.879	3250	3562	1886	1436	1141	1171	1121	1501
TKLS	1.281	3762	3465	2176	1120	1021	1032	1010	1142
PCLE	1.418	4254	4232	1785	1480	1162	1151	1214	1485
HLE1	1.474	3778	3632	1737	1418	1136	1154	1102	1455
HLE2	1.579	3510	3435	1676	1280	1114	1137	1120	1314
HLE3	1.637	3714	3562	1814	1384	1108	1124	1096	1386
SGLE	1.744	3352	3382	1795	1362	1102	1121	1132	1307

A partir des vitesses de propagation des ondes ultrasonores dans le matériau, les propriétés mécaniques ont été calculées en utilisant les relations 3.17 et 3.19. La figure 3.29 représente des histogrammes comparatifs des résultats des propriétés mécaniques obtenues à partir des essais de traction et celles mesurées par la technique ultrasonore pour différents stratifiés. (Voir tableau A1.1 de l'annexe 1). Les résultats obtenus montrent que les propriétés mécaniques trouvées par la technique ultrasonore sont comparables à celles obtenues lors des essais de traction uni-axiale. Cependant, les écarts entre les essais mécaniques et les essais par ultrasons sont de l'ordre de 10 % pour le calcul des modules de Young et jusqu'à 25 % pour le calcul des coefficients de Poisson. Ces écarts sont dus principalement aux incertitudes lors de la mesure de vitesses ultrasonores, par rapport aux calculs des constante élastique des stratifiés. En effet, la technique par contact présente l'inconvénient d'utiliser un couplant non constant qui a un effet considérable sur les résultats de mesures de vitesses.



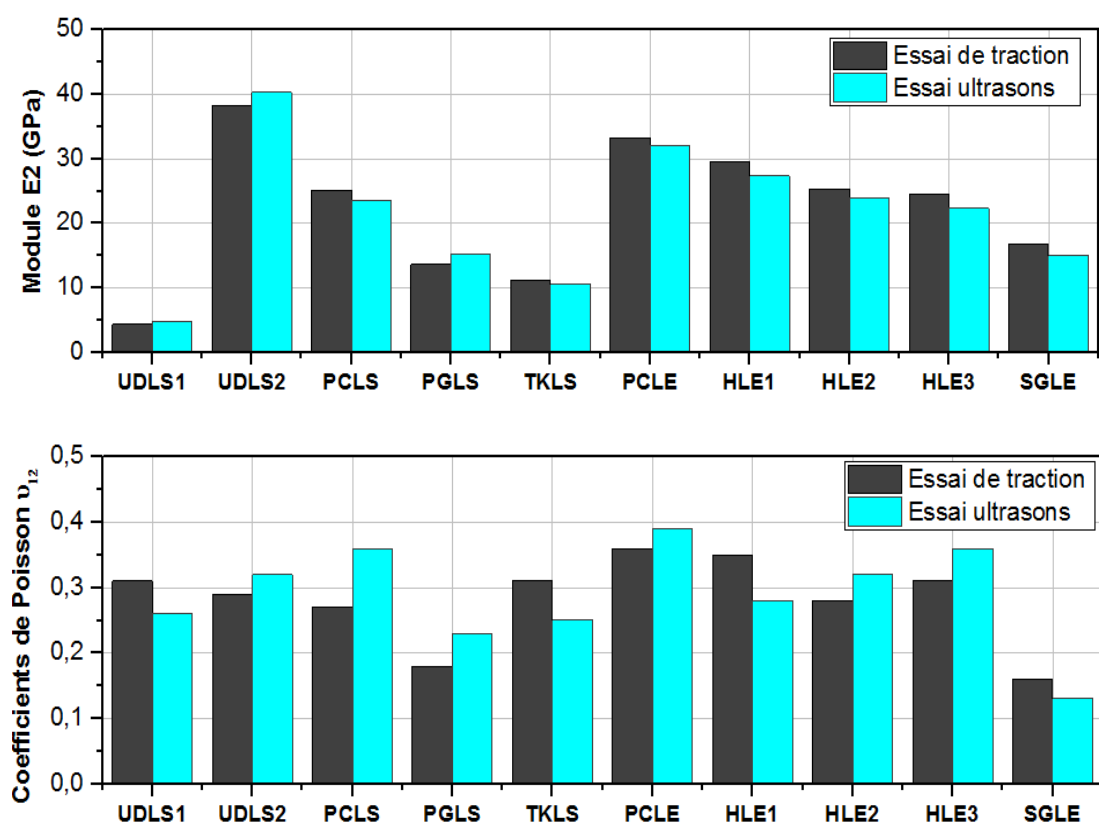
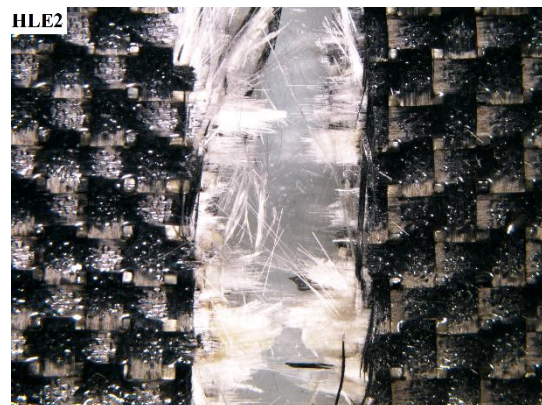
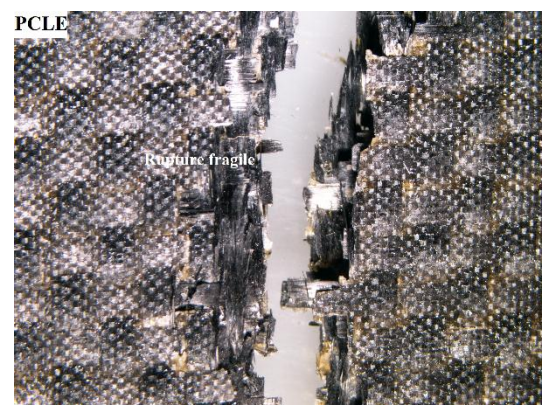
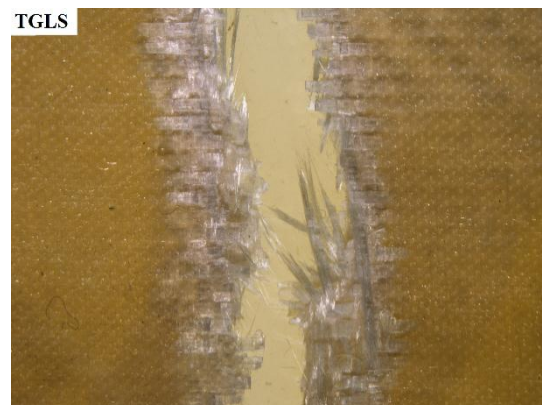
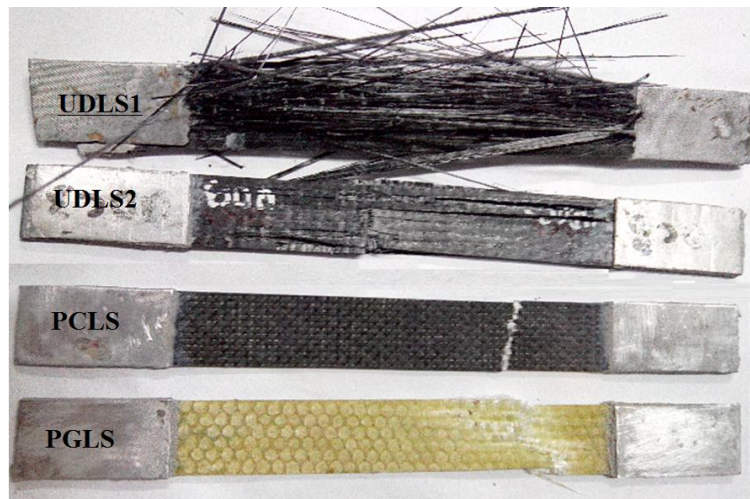


Fig. 3.29 : Histogrammes comparatifs des propriétés mécaniques, a) E1, b) E2, et c) ν_{12}

3.5. Observations des faciès de rupture

3.5.1. Mode de rupture en traction

Les figures 3.30 représentent les modes de rupture pour les différents stratifiés testés en essais de traction. Ces figures montrent que pour le stratifié à fibres unidirectionnels UDLS1 dont les fibres sont orientées selon la direction de la sollicitation, la rupture se produit de façon brutale qui témoigne du caractère fragile et entraîne la destruction totale de l'éprouvette (phénomène de splitting). En effet, il y a eu en premier temps une fissuration longitudinales de la matrice (zones riche en résine) puis décohésion fibre/matrice et enfin la rupture des fibres qui subissent la totalité des efforts. Dans le cas du stratifié UDLS2 à fibres croisé $0^\circ/90^\circ$ sollicité selon la direction 0° , le chargement s'applique à l'interface entre deux plis. Le premier mode de rupture est la fissuration transverse de la matrice entre les plis orientés à 90° , puis l'amorçage de la fissuration longitudinale de la matrice entre les plis à 0° et à 90° parallèles au chargement conduisant à l'initiation et de la propagation du délaminage jusqu'à la rupture finale du stratifié par rupture des fibres [7].



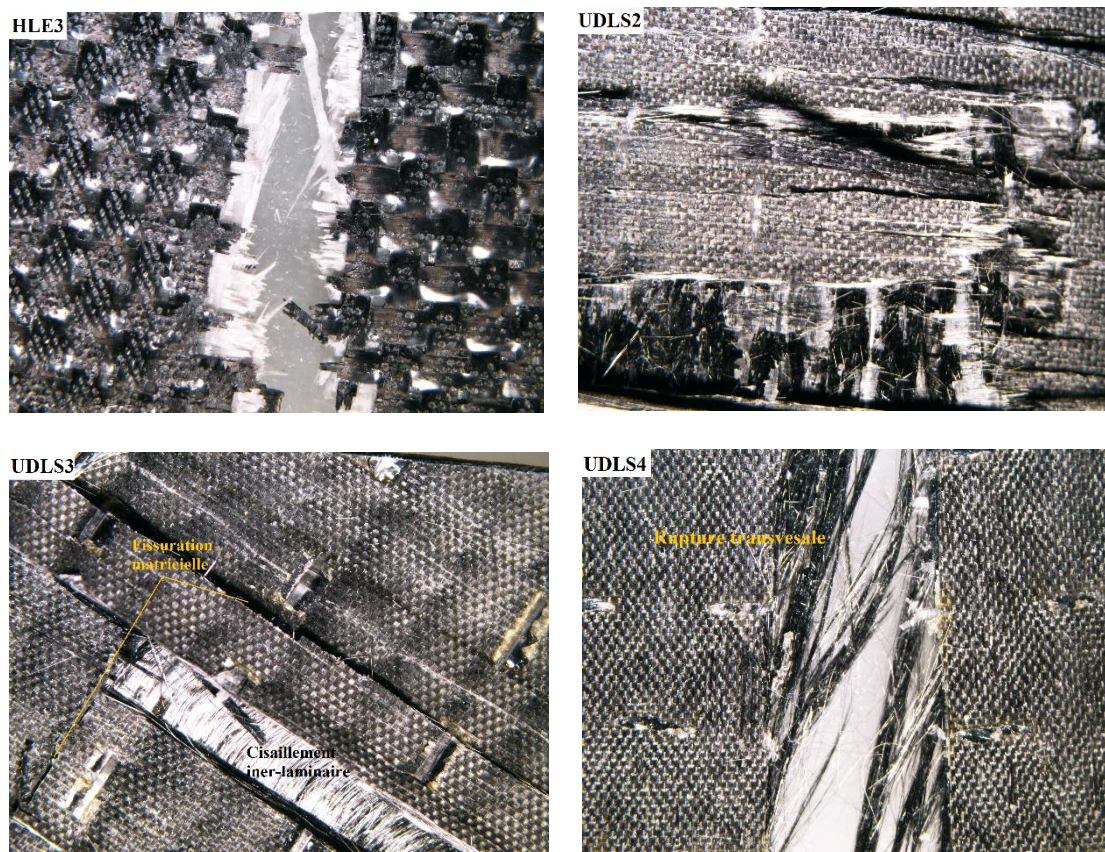


Fig. 3.30 : Macrographies des modes de rupture en traction des stratifiés

Le stratifié UDLS3 croisé $\pm 45^\circ$ présente un comportement ductile avec une grande déformation. La rupture est une rupture par cisaillement inter-laminaire (rupture de la matrice sollicitée entre les plis) et intra-laminaire (rupture de la matrice sollicitée dans le plan d'un ou plusieurs plis). Le comportement du stratifié UDLS4 à fibres 90° est de type fragile et la rupture est une rupture brutale parallèle aux fibres. Dans ce cas, les efforts sont repris par la résine seule et la rupture intervient à la matrice par fissuration transverse puis par décohésion de l'interface fibres/matrice jusqu'à la rupture finale [154].

Les observations des facies de rupture montrent également que tous les stratifiés à plis tissé et hybride présentent une rupture fragile et le premier mode de rupture est la fissuration transverse de la matrice entre les plis orientés à 90° des mèches chaînes et trames. Ces fissures sont généralement induites par les effets de bord caractéristiques dans les composites stratifiés et des décohésions fibres/matrice. Ensuite, les fissures longitudinales se développent dans le plan du tissu et parallèlement à l'axe des fibres, suivi par l'initiation et la propagation du délaminage. Enfin, les fibres rompues sont alors arrachées de la matrice (phénomène de pull-out). Il est à noter que l'arrachement des fibres de la matrice est plus significative pour les stratifiés à fibres de verre du fait de faible adhérence inter-faciale fibres/matrice par rapport aux fibres de carbone. Pour le cas des stratifiés hybrides, la rupture est principalement causée

par des fissures transversales, des fissures longitudinales et des délaminages dans les plis extérieurs de carbone, des délaminages entre les plis de carbone et les plis de verre internes. En effet, le délaminage est plus significatif dans le cas de stratifié hybride HLE2 où les plis de carbone et de verre sont alternés, ce qui est attribué au faible contrainte de cisaillement inter-laminaire [25]. Osada et al, [155] ont justifiés l'apparition des fissures dans les stratifiés tissés sollicités en traction, du fait que l'alignement longitudinales des fibres de chaines selon la direction de la sollicitation soumettant les fibres de trame transverses à une déformation de flexion et les fissures apparaissant alors dans les zones tendues des fibres de trame (figure 3.31). En effet, ce phénomène est valable pour tous les motifs de tissage (taffetas, satin, sergé), et particulièrement amplifié dans le cas des tissus de type taffetas où le nombre d'ondulations est plus élevé (figure 3.32).

Dans le cas particulier des stratifié PGLS et TKLS, la rupture est principalement due à l'apparition de délaminages entre les plis et au glissement les plis par rapport à l'axe de la sollicitation (comportement peut ductile), en raison de leurs faibles résistances au cisaillement inter-laminaire par rapport à sa résistance à la traction.

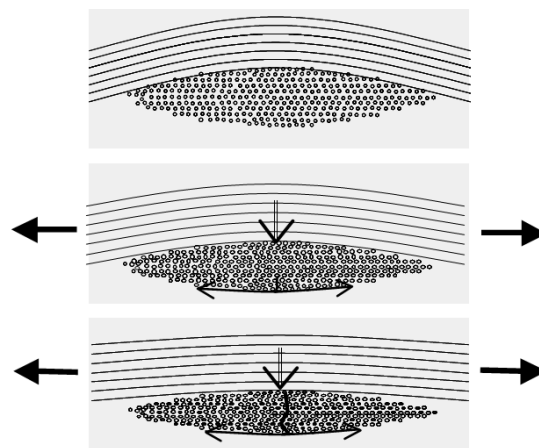


Fig.3.31 : Mode de rupture par fissuration transverse des stratifiés tissés

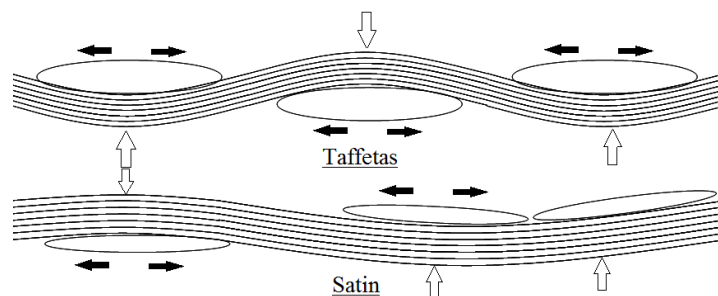
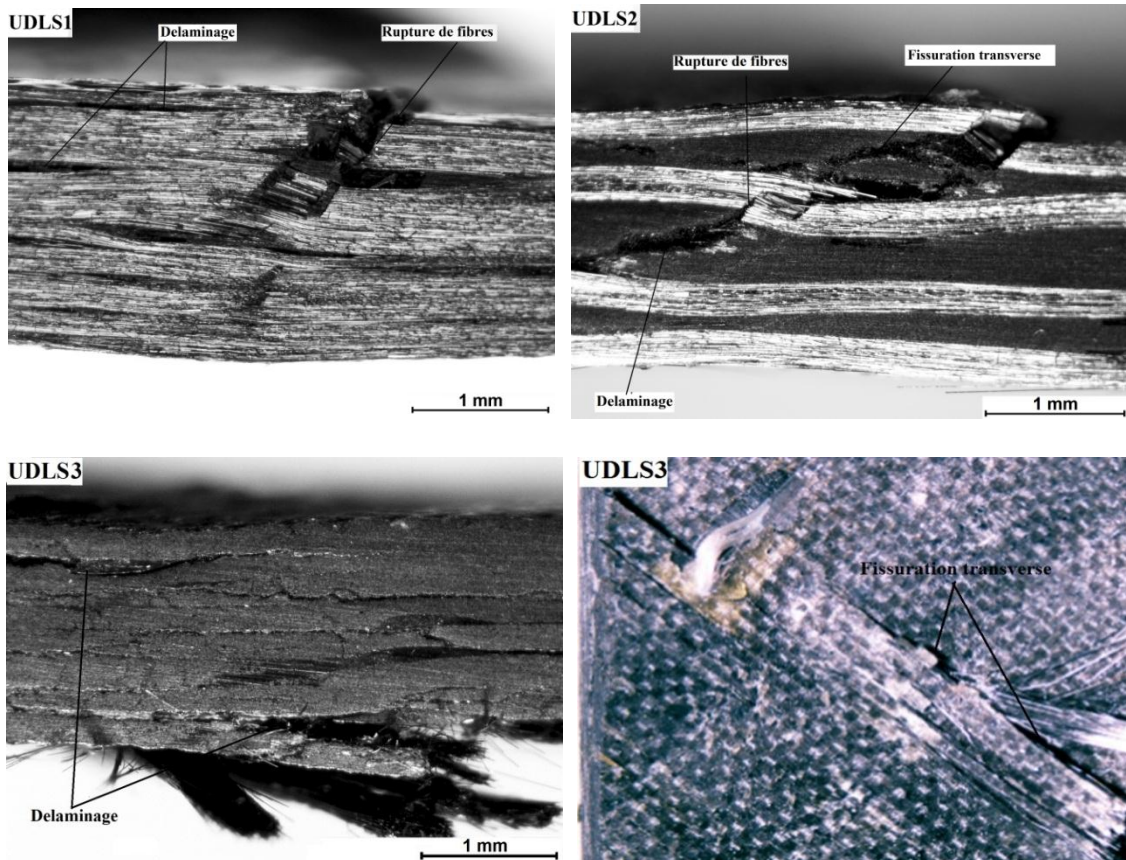
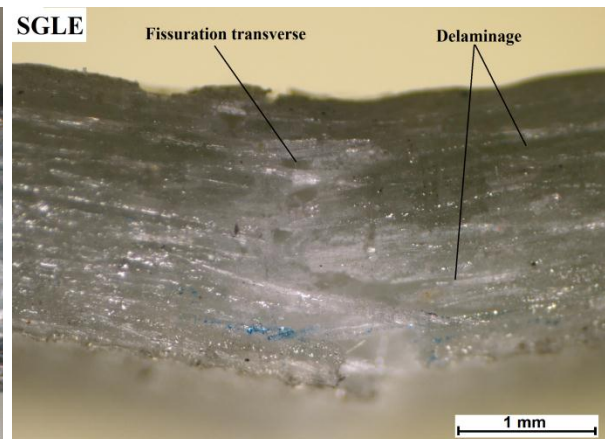
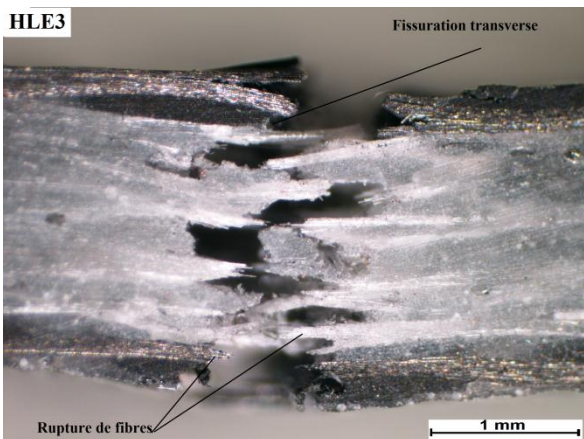
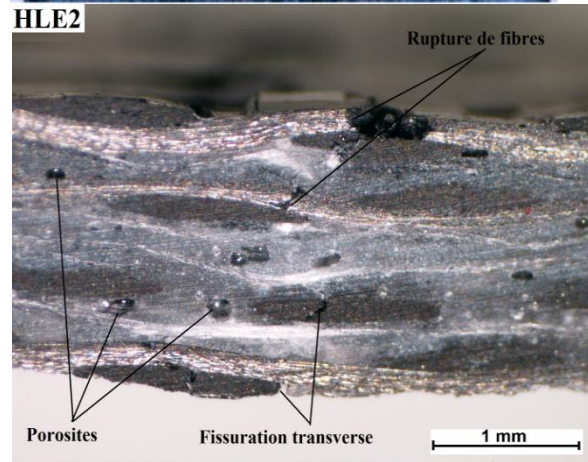
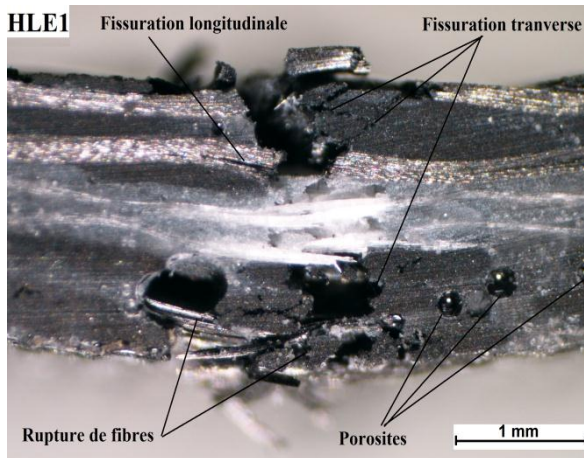
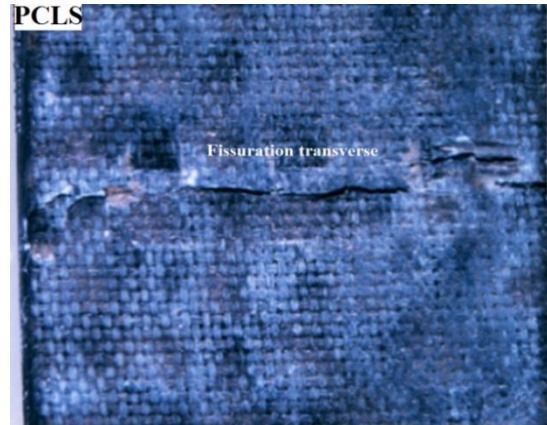
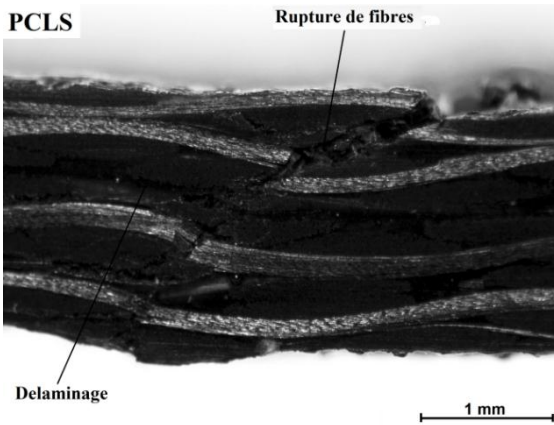
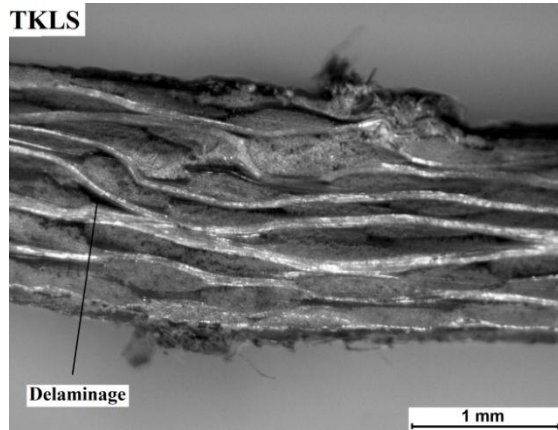
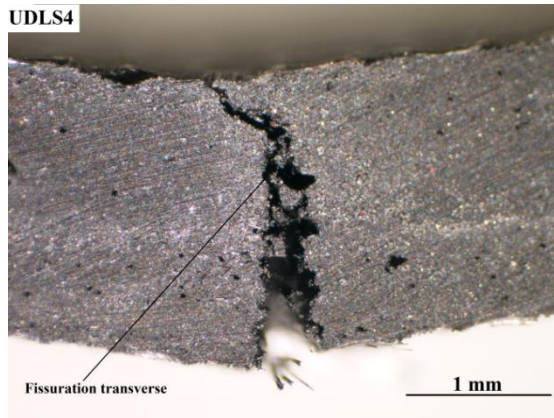


Fig. 3.32 : Influence du motif de tissage sur la rupture des stratifiés sollicités en traction

3.5.2. Mode de rupture en flexion

L'essai de flexion 3-points induit un fort gradient dans l'état des contraintes. En effet, les observations microscopiques des faciès de rupture des différents stratifiés étudiés permettent de déterminer trois faces de rupture : la face inférieure opposée au chargement est en état de traction avec une contrainte maximum, la face supérieure de chargement est en compression et la zone intermédiaire sollicitée en cisaillement. Les figures 3.33 représentent des observations macrographiques des modes de rupture pour les différents stratifiés testés en essais de flexion 3-points. Ces figures montrent que pour le stratifié à fibres unidirectionnelles UDLS1 dont les fibres sont orientées selon la direction de la sollicitation, la rupture se produit en premier lieu au niveau de la face supérieure comprimée entraînant la fissuration transverse de la matrice puis la rupture de fibres. Ensuite, l'amorçage de la fissuration longitudinale de la matrice entre les plis à 0° conduisant à l'initiation et de la propagation du délaminage. Au niveau de la face inférieure tendue, la rupture ne peut pas attendre puisque la contrainte à la rupture reste inférieure à celle de la rupture en traction de fibres de carbone unidirectionnelles. Pour le stratifié UDLS4 dont les fibres sont orientées à 90° par rapport à la direction de la sollicitation, la rupture se produit principalement par fissuration transverse de la matrice et décohésion de l'interface fibre/ matrice.





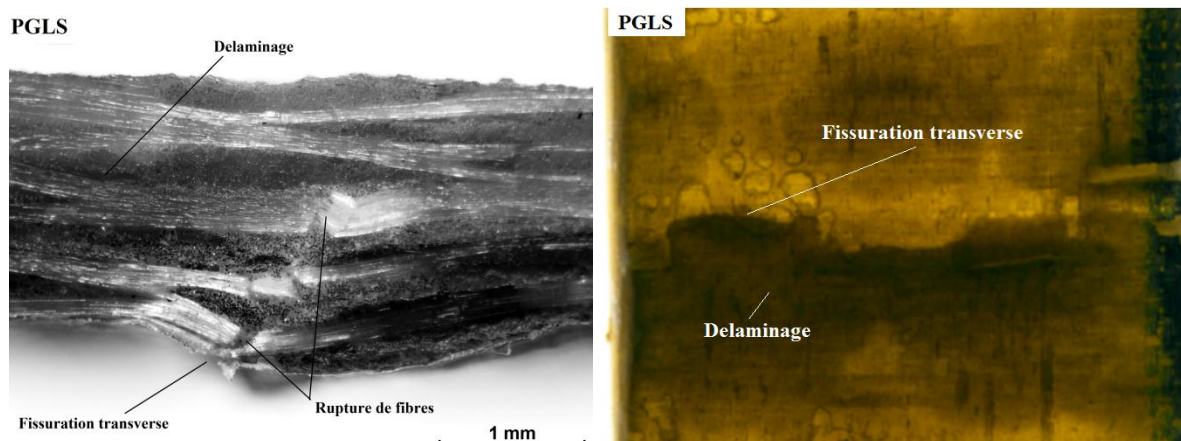


Fig. 3.33 : Macrographies des modes de rupture en flexion des stratifiés

Comme pour l'essai de traction, les stratifiés à plis tissé présentent les mêmes modes d'endommagement en flexion 3-points. Le premier mode est la fissuration transverse de la matrice de la face supérieure comprimée et inférieure tendue entre les plis orientés à 90° . Puis l'accroissement de la charge de cisaillement inter-laminaire et intra-laminaire provoque l'initiation des fissures longitudinales de la matrice entre les plis, suivi par l'initiation et la propagation du délaminage et enfin la rupture finale du stratifié par l'extraction et rupture des fibres. Il est à noter que l'incorporation de fibres de verre ductile avec les fibres de carbone fragile a permis d'éviter le comportement fragile et catastrophique des stratifiés hybrides. De plus, il est remarqué que le mode de délaminage et l'arrachement des fibres de verre sont plus importants pour les stratifiés hybrides par rapport à celui du stratifié à fibre de carbone PCLE.

Pour le stratifié constitué de fibre de verre taffetas PGLS, les échantillons sont endommagés en premier lieu par fissuration transverse de la matrice entre les fibres orientées à 90° de la face inférieure en traction puis la rupture des fibres. Ces fissures se propagent au milieu du stratifié provoquant l'initiation et la propagation du délaminage. Ces différents types d'endommagement ont été déjà observés par A. R. Bezazi [145], sur des composites verre/époxy et kevlar/époxy lors des essais de flexion, ainsi que par Jin Zhang [25], sur des composites carbone/époxy, verre/époxy et leurs hybridations. Dans le cas des stratifiés UDLS3 et TKLS, le comportement ductile traduit leurs faibles résistances au cisaillement et la rupture est due principalement à l'apparition de délaminage.

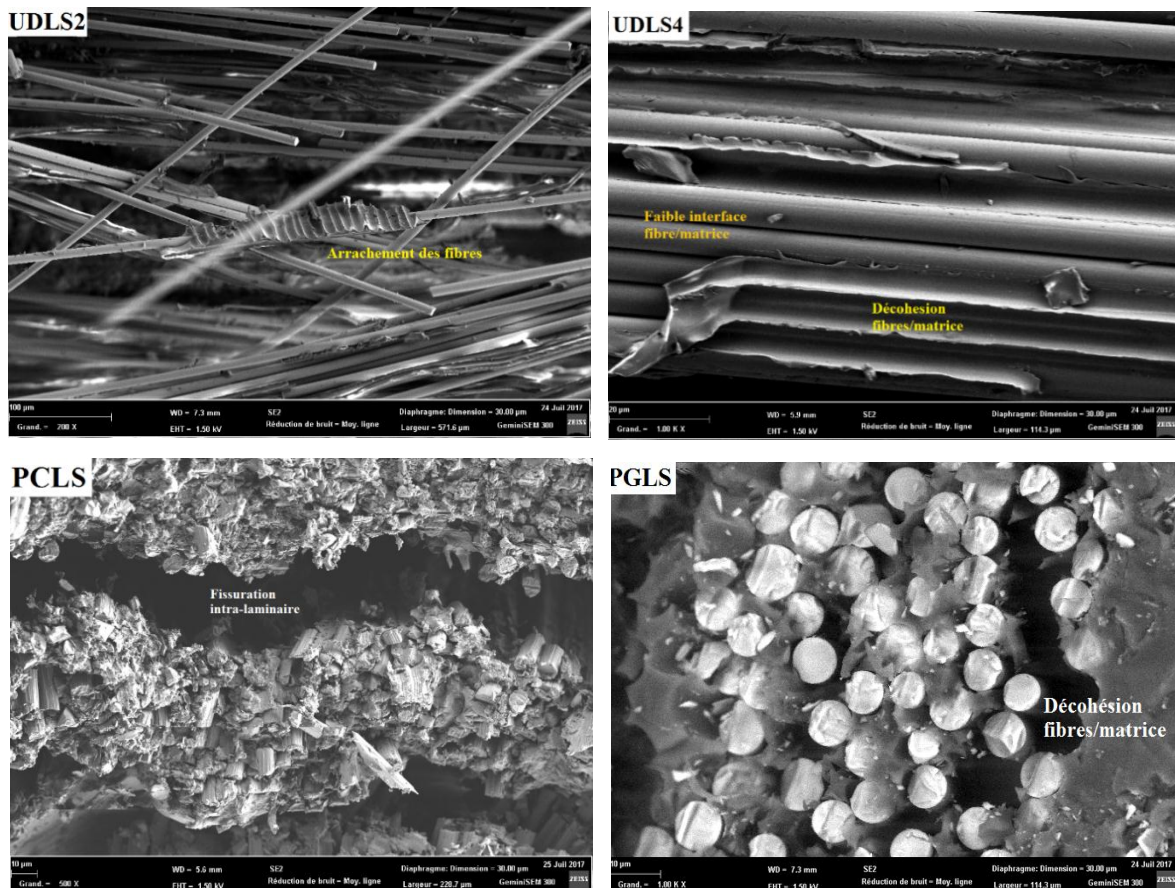
3.5.3. Analyse des faciès de rupture au MEB

Les figures 3.34 représentent une série d'observation au MEB des faciès de rupture des différents stratifiés testés en essais de flexion 3-points. Cette analyse au MEB permet de mettre en évidence l'effet des différents paramètres étudiés sur la qualité de l'interface fibre/matrice.

La figure 3.34-a montre un arrachement des fibres de carbone sous l'effet de la traction de la partie inférieure du stratifié UDLS2. La rupture finale des fibres est claire en raison de leur rigidité. Pour le stratifié UDLS4 de la figure 3.34-b, les observations des facies de rupture au MEB montrent la présence de résidus matriciels à la surface des fibres, confirme ainsi la faible adhérence renforts/matrice.

Les observations au MEB des zones endommagées des stratifiés tissés sont similaires et révèlent essentiellement des fissures transversales (figure 3.34-c), des fissures longitudinales (figure 3.34-i), de décohésion fibres/matrice (figure 3.34-d, figure 3.34-f), de la propagation du délaminage (figure 3.34-h) et enfin l'extraction et la rupture des fibres (figure 3.34-h).

Dans le cas des stratifiés TKLS de la figure 3.34-e, les observations au MEB montrent que de nombreuses fibres ont été rompues. L'absence des fibres arrachées et de résidus matriciels confirme ainsi la bonne adhérence renfort/matrice et un comportement ductile de la matrice.



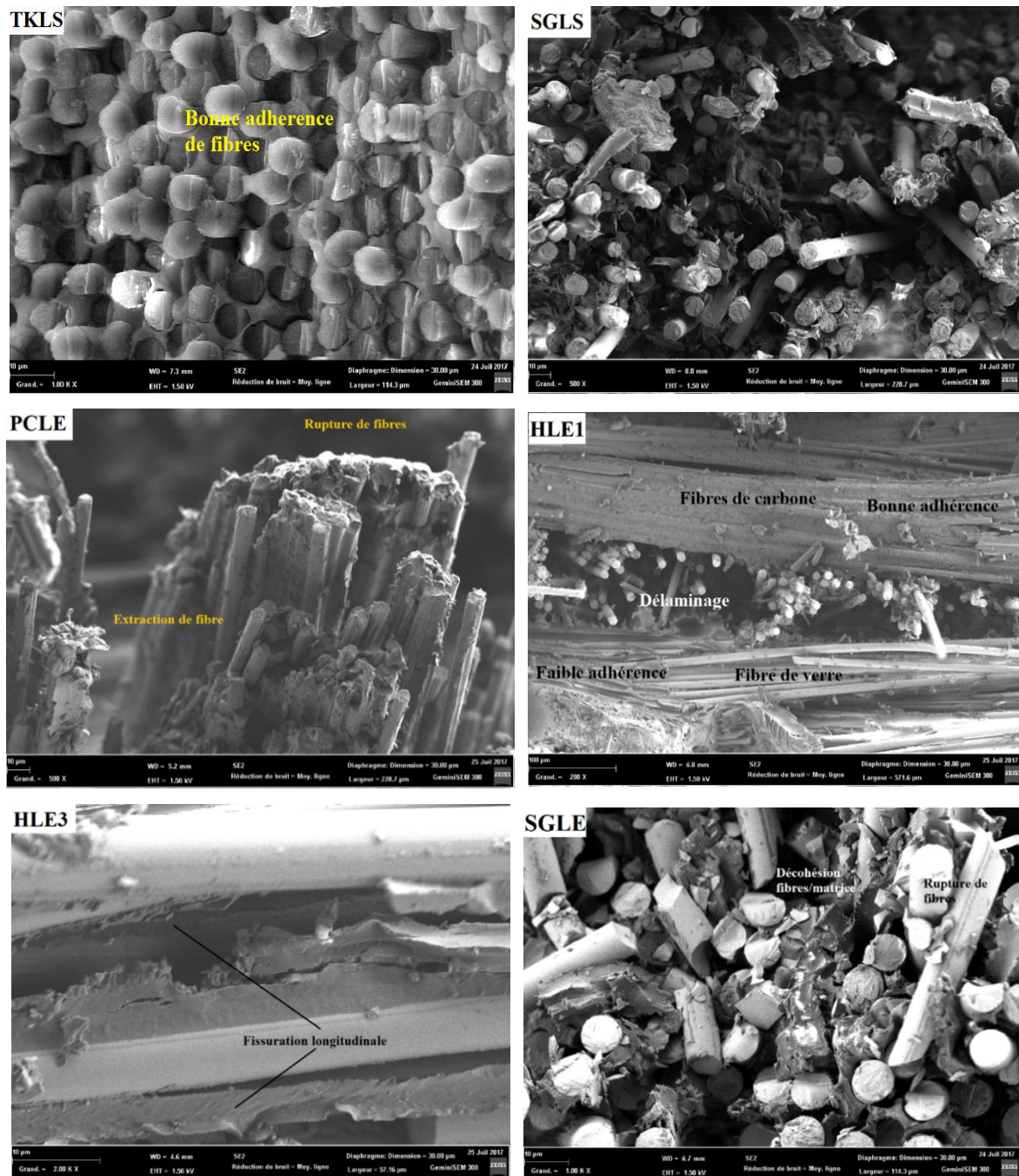


Fig.3.34 : Images MEB des modes de rupture des stratifiés

3.6. Conclusion

Dans ce chapitre, les propriétés mécaniques de différents composites stratifiés élaborés ont été déterminés par une série d'essais statiques comprenant les essais en traction et en flexion trois points. Les résultats obtenus ont été analysés et comparés à ceux trouvés par la méthode ultrasonore par contact. Des observations microscopiques au microscope optique et au microscope électronique à balayage (MEB) des faciès de rupture des différentes éprouvettes ont été présentées et les modes d'endommagement ont été analysés.

Il a été montré que les paramètres tels que le type de renforts et de la matrice, l'architecture du renfort, la séquence d'empilement, ainsi que l'hybridation influent sur le comportement mécanique et le développement des endommagements des structures en composites stratifiés. Les stratifiés à fibres de carbone unidirectionnelles sont fortement anisotropes, ils sont caractérisés par un comportement linéaire et par une rigidité très élevée par rapport aux composites tissés sollicités selon l'axe des fibres. En revanche, dès lors qu'ils sont sollicités en cisaillement hors axes leur comportement devient non-linéaire, du fait de la viscoélasticité de la matrice et du glissement des fibres.

Il a été montré également que les performances mécaniques des stratifiés ne sont pas seulement liées aux propriétés mécaniques de leurs constituants (fibres et matrice) et leur réponse globale à la charge appliquée mais aussi à l'adhérence inter-faciale entre les composants. En effet, les composites stratifiés à fibres de carbone ont montré les meilleures performances que ceux des stratifiés à fibres de verre ou de kevlar. Ainsi, une bonne compatibilité de la matrice époxy EPOCAST 50A et les renforcements a été observée. Pour le cas particulier du stratifié à fibres de kevlar, et bien que sa bonne adhérence inter-faciale fibres/matrice, la rupture est principalement due à l'apparition de délaminages grossière entre les plis en raison de sa faible résistance au cisaillement par rapport à sa résistance à la traction.

Pour les composites hybrides, il a été montré que l'incorporation de fibres de carbone aux fibres de verres a amélioré les caractéristiques mécaniques par rapport au composite constitué de fibres de verre seulement. De plus, les performances mécaniques dépendent des propriétés mécaniques et fraction volumique de chaque constituant, ainsi que leur positionnement en épaisseur par rapport à l'axe neutre du stratifié.

Les données mécaniques mesurées par la méthode ultrasonores sont en accord avec ceux obtenues en traction statique. Cependant, les valeurs obtenues par la technique par contact donnent un écart assez important entre les deux mesures.

Chapitre 4

Analyse expérimentale du comportement thermomécanique et vibratoire des composites stratifiés

La connaissance des propriétés mécaniques en statique n'est pas suffisante pour l'identification du comportement mécanique globale des matériaux composites. En effet, des informations complémentaires sur les propriétés dynamiques et plus spécifiquement les paramètres d'amortissement sont alors nécessaires. Le comportement amortissant des matériaux composites traduit les dissipations d'énergies internes qui dépendent des propriétés viscoélastiques des différents constituants et des phénomènes de friction aux interfaces fibres/matrice.

Dans ce chapitre, le comportement dynamique des composites stratifiés a été investigué en utilisant deux méthodes d'analyse vibratoire en flexion à savoir, la méthode d'analyse dynamique mécanique DMA et la méthode d'analyse modale expérimentale EMA. L'objectif est de déterminer l'influence du type de renforts, la séquence d'empilement et l'hybridation des plis sur le comportement viscoélastique des composites stratifiés. Les propriétés élastiques et dissipatives des différents composites sont donc identifiées pour chaque méthode d'analyse et les résultats sont comparés. Enfin, une simulation par éléments finis via ABAQUS a été réalisée pour valider les résultats trouvés expérimentalement par analyse modale.

4.1. Analyse Mécanique Dynamique (DMA)

La DMA est une technique d'analyse thermomécanique qui permet de déterminer le comportement viscoélastique d'un matériau composite dans un domaine de faibles déformations. Cette technique est basée sur la réponse d'un matériau à une sollicitation mécanique sinusoïdale en fonction du temps, de la température et de la fréquence [4]. Le comportement viscoélastique est alors décrit par un module complexe ($E^* = E' + iE''$) dont la partie réelle E' , appelée module de stockage (traduit le comportement élastique conservatif du matériau) et la partie imaginaire E'' , appelée module de perte (caractérise le comportement visqueux, dissipatif du matériau). Le rapport $E''/E' = \tan \delta$ est appelé facteur de perte ou d'amortissement. La détermination de ces paramètres permet de définir la température de relaxation mécanique associée à la transition vitreuse ainsi que la mobilité moléculaire au sein du matériau (énergie d'activation, temps de relaxation...).

4.1.1. Dispositif expérimental

Les essais mécaniques dynamiques ont été réalisés à l'Unité de Recherche et Développement de Matériels Aéronautiques (URDMA)-Dar-El Beida (Alger), en mode de flexion selon la norme ASTM D4065 [156], et ASTM D5023 [157]. Un analyseur mécanique dynamique de type Netzsch DMA 242-C a été utilisé pour l'évaluation du module de stockage E' , le module de perte E'' ainsi que le facteur de perte $\tan \delta$ (Figure. 4.1).

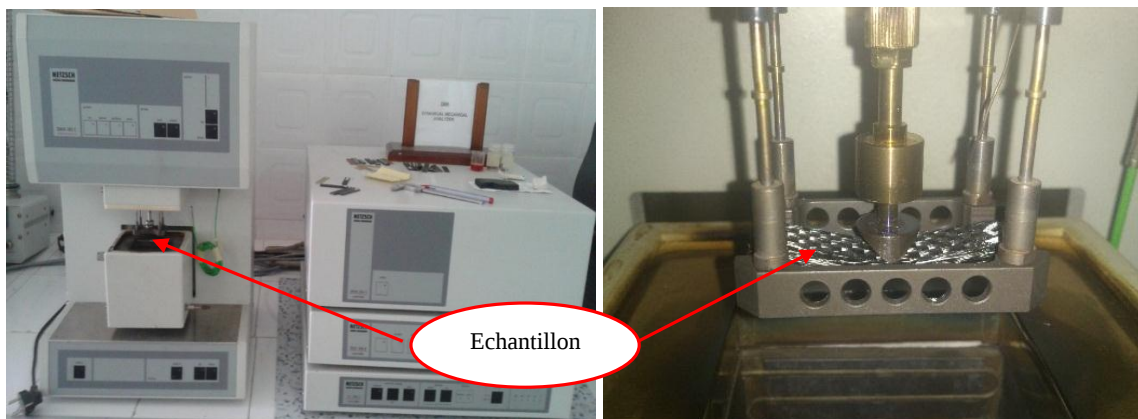


Fig.4.1 : Analyseur mécanique dynamique (DMA) 242C

Cet analyseur est équipé d'un capteur de force de capacité nominale de 16 N et d'une résolution de 0.01 N, et d'un accéléromètre qui permet de mesurer le déplacement dans la gamme de fréquence 0.01-100 Hz. Les échantillons utilisés pour cette étude sont des éprouvettes rectangulaires de dimensions 50x10x2 mm³. Le pendule mobile en flexion est animé d'un mouvement oscillatoire forcé hors résonance à une fréquence de 1Hz, pendant

que la température augmente de façon linéaire dans un intervalle allant de la température ambiante 25 °C jusqu'à 200 °C avec une vitesse de montée en température constante égale à 3°C/min. L'amplitude de déformation est de 0.02 mm soit 1% de la hauteur de l'échantillon. La valeur de la température de transition vitreuse T_g est identifiée à partir du maximum du pic du facteur de perte $\tan \delta$.

4.1.2. Effet de la température

Pour la bonne compréhension de certains phénomènes se produisant dans un matériau composite à matrice polymère, il est intéressant d'identifier l'évolution des différentes propriétés mécaniques, de la matrice époxyde seule et associée au renforcement, en fonction de la température. La figure 4.2 représente l'évolution des modules de stockage E' et du facteur de perte $\tan \delta$ en fonction de la température, pour les deux matrices STR et EPO50 respectivement, et avec une fréquence de sollicitation de 1.0 Hz.

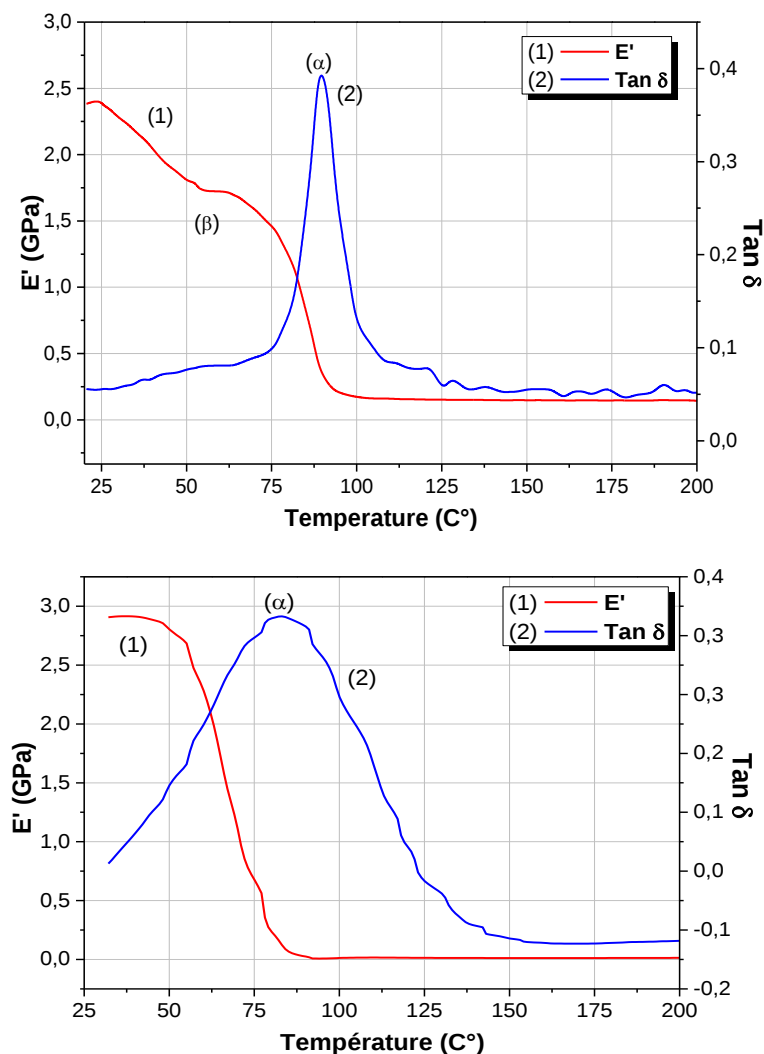


Fig. 4.2 : Evolution du module de stockage (E') et du facteur de perte ($\tan \delta$) en fonction de la température à une fréquence de 1.0 Hz :a) STR, b) EPO50

Les résultats de l'essai DMA montrent que les propriétés viscoélastiques des deux matrices sont fortement affectées par la température. Deux transitions ont été observées : la première transition indiquant la relaxation (β) correspond à des mouvements de quelques chaînes macromoléculaires et des groupes de liaisons localisés, qui commencent à avoir assez d'espace pour se déplacer [4]. Cette relaxation apparaît à 60°C pour la matrice STR alors qu'elle reste non identifiable pour celle de matrice EPO50. Elle est caractérisée par une diminution de 30 % du module de stockage par rapport à la valeur mesurée à 25°C et une lente augmentation du facteur de perte ou d'amortissement $\tan \delta$.

D'après la norme ASTM E1640 [158], la deuxième relaxation représente la température de transition vitreuse (T_g) qui se manifeste par une chute importante de 60 % du module de stockage E' et par un maximum du facteur d'amortissement $\tan \delta$. Cette relaxation traduit le passage de l'état vitreux à l'état caoutchoutique, correspondant à l'activation des mouvements collectifs des chaînes moléculaires qui glissent les unes par rapport aux autres en provoquant la rupture d'une partie des liaisons faibles. Par conséquent, l'excès d'énergie est dissipé sous forme de chaleur. Elle se situe aux environs de 90 °C pour la matrice STR et 82 °C pour la matrice EPO50, ce que confirment les résultats obtenus en analyse enthalpie différentielle. À une température supérieure à la T_g , une chute brutale du facteur d'amortissement $\tan \delta$ et une diminution lente du module E' jusqu'à une température d'environ 150 °C où les deux paramètres se stabilisent.

La figure 4.2 montre également que les valeurs du module de stockage mesurées pour les deux matrices STR et EPO50, à température ambiante, sont respectivement 2.4 GPa et 2.9 GPa très proches de celles obtenues par les essais statiques en flexion 3-points. En comparant les courbes du $\tan \delta$ pour les deux matrices, il est observé que la courbe correspondante au facteur de perte pour la matrice EPO50 est plus large que celle de la matrice STR avec une amplitude supérieure de 10 %. La largeur du pic du facteur d'amortissement se traduit par une grande relaxation de l'état vitreux à l'état caoutchoutique. En moyenne, la largeur du pic est de 14 °C pour la matrice STR alors qu'il est de 53°C pour la matrice EPO50, soit une augmentation de 39 °C. Cela est attribué à une grande dissipation d'énergie dans le cas de la matrice EPO50 qui correspond à une mobilité élevée des chaînes macromoléculaires, confirmant les bonnes propriétés thermiques de cette matrice (EPO50).

4.1.4. Effet du type de renfort

L'effet du type de renforcement sur les propriétés viscoélastiques a été étudié en considérant les stratifiés : PCLS, PGLS et TKLS. La figure 4.4 représente l'évolution du

module de stockage (E') et du facteur d'amortissement ($\tan \delta$) en fonction de la température pour les trois stratifiés et pour la résine seule, avec une fréquence de sollicitation de 1.0 Hz. Les résultats de l'essai DMA sont regroupés dans le tableau 4.2. Les résultats obtenus montrent que :

- A la température ambiante (domaine vitreux), l'essai DMA est équivalent à l'essai de flexion 3-points statique. Une nette amélioration du module de stockage est observée pour les composites stratifiés par rapport à celui obtenu pour la matrice STR seule et la valeur maximale de 28.8 GPa, du module de stockage est trouvée pour le stratifié à fibres de carbone PCLS. Puis les stratifiés à fibres de verre PGLS et à fibres de kevlar TKLS qui présentent une valeur du module de stockage de 17.3 GPa et 16.4 GPa respectivement. Cela est attribué à la rigidité très élevée imposée par l'incorporation des fibres de carbone par rapport aux fibres de verre et de Kevlar [161].

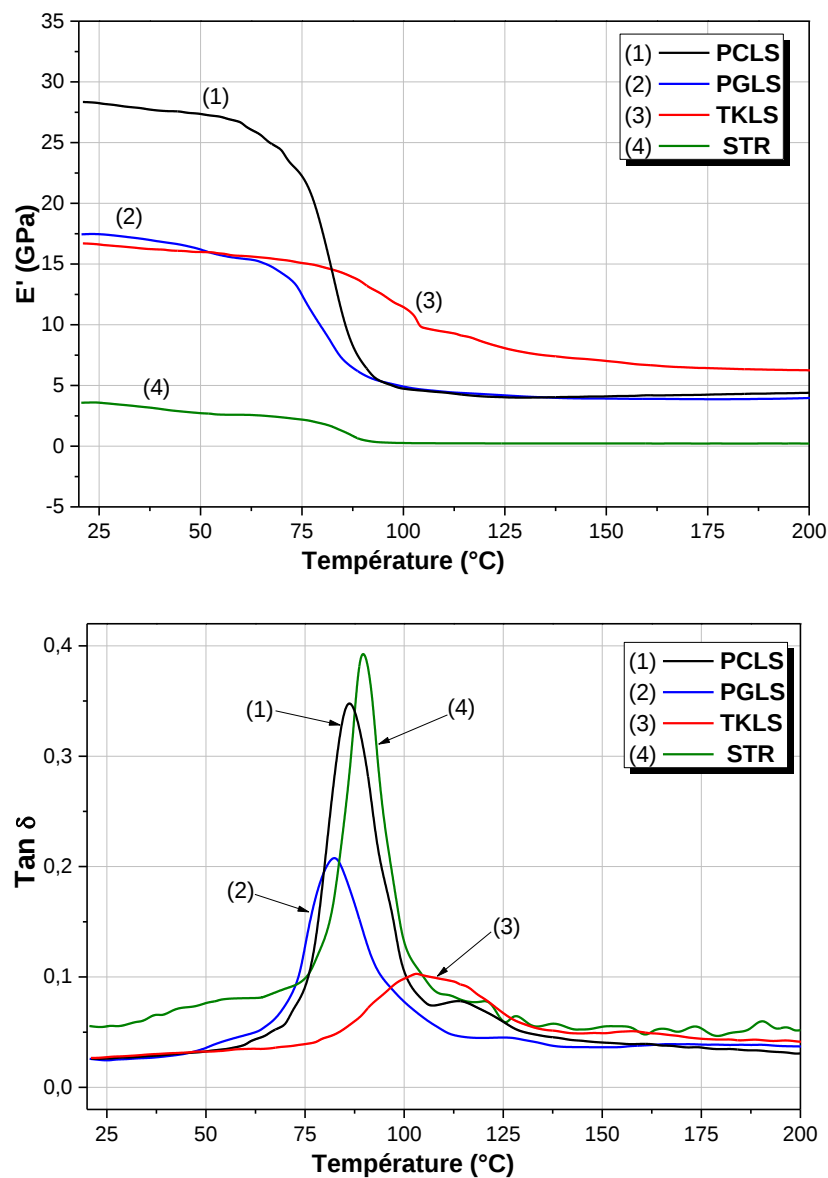


Fig. 4.4 : Effet du type du renfort sur l'évolution du : (a) module de stockage,

(b) facteur de perte des stratifiés avec une fréquence de 1.0 Hz

Tableau 4.2 : Résultats de l'essai DMA pour la matrice STR et différents stratifiés

Stratifiés	E' à 25°C (GPa)	E' à 150°C (GPa)	Perte de E' (%)	Tan δ Max pic	Tg de Tan δ (°C)	Tg de E' max (°C)	ΔEa_{Tan δ} (kcal/mol)	C (30-150°C)
PCLS	28.8	5.8	86	0.34	86.1	74.6	85.5	0.41
PGLS	17.3	4.5	76	0.21	82.5	72.0	83.9	0.32
TKLS	16.4	7.1	56	0.10	102.5	83.6	50.4	0.19
STR	2.4	0.2	94	0.39	90.0	81.1	113.3	-

- Les résultats montrent également que le facteur de perte $\tan \delta$ est affecté par l'incorporation des fibres. Une diminution de l'amplitude du pic de $\tan \delta$ est observée pour les composites par rapport à la matrice seule. Cela est expliqué par la restriction de la mobilité des chaînes macromoléculaires du polymère résultant de l'incorporation des fibres [102]. Cette limitation de la mobilité moléculaire peut s'expliquer par l'intervention des phénomènes suivants :
 - ✓ Interactions entre les groupements superficiels des fibres et la matrice (conduisant à l'adsorption de segments de chaînes en surface des fibres),
 - ✓ Contraintes internes au niveau de l'interface (dues aux différences entre coefficients de dilatation thermique des fibres et de la matrice),
 - ✓ Modification de la cinétique et de "l'état de réticulation" par la présence de fibres. Ceci se traduit par une rigidité supérieure.

La diminution de l'amplitude du pic $\tan \delta$ peut être attribuée également au phénomène de couplage mécanique. En effet, l'ajout d'un matériau purement élastique (fibres) à un matériau viscoélastique dissipatif (matrice) tend bien évidemment à diminuer l'amortissement du système composite, d'où l'observation de relaxations moins marquées pour les composites [162]. En outre, comme la dissipation d'énergie se produira à l'interface fibres/matrice, une bonne interface est caractérisée par une faible dissipation d'énergie. L'amplitude du pic du facteur de perte la plus faible est trouvée pour le stratifié à fibres de Kevlar TKLS avec une valeur de 0.10 puis les stratifiés PGLS et PCLS avec des valeurs de 0.21 et 0.34 respectivement, résultant une meilleure interface fibres de Kevlar/matrice.

De plus, ce pic de $\tan \delta$ représentant la T_g est décalé vers des basses températures (domaine vitreux) pour le stratifié PCLS (86.1°C) et PGLS (82.5°C), comparés à celle de la matrice STR (90 °C). En revanche, une augmentation de la valeur de T_g du composite TKLS (102.5°C) a été observée, soit un décalage de (12.5°C). Notons que les propriétés des fibres en flexion sont trop faibles, ce résultat est expliqué par la qualité de l'interface fibres/matrice développées durant la réticulation (phénomène de couplage mécanique). Rappelons que les fibres de carbone et de verre sont des fibres minérales, les fibres de kevlar et la résine époxyde présentent une bonne compatibilité puisque ils sont de même nature organique, résultant une meilleure interaction de l'interface fibres/matrice [182].

- Le calcul de l'énergie d'activation pour les trois stratifiés confirme les résultats trouvés précédemment. En effet, la valeur la plus faible est trouvée pour le stratifié TKLS (50.4 kcal/mol) traduisant une réponse ductile, alors qu'elle est de 83.9 kcal/mol et 85.5 kcal/mol pour le stratifié PGLS et PCLS respectivement, traduisant une réponse fragile. Selon la relation 4.2, l'énergie d'activation est mesurée en traçant des courbes représentant $\log f$ en

fonction de $1000/T_g$ pour les stratifiés étudiés (figure 4.5). La pente de la ligne droite est proportionnelle à l'énergie d'activation apparente pour la relaxation.

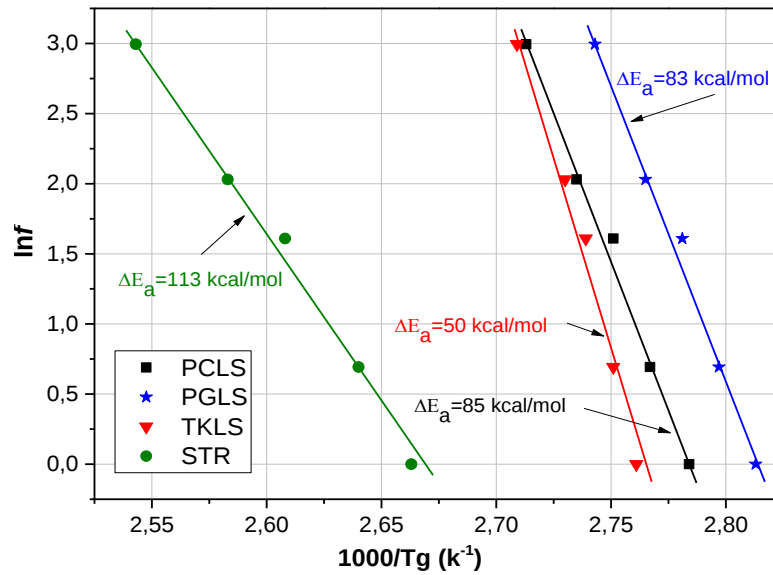


Fig.4.5 : Variation de $\ln f$ en fonction de $1/T_g$ du pic $\tan \delta$

4.1.5. Effet de la séquence d'empilement

La figure 4.6 représente la variation du module de stockage E' et du facteur de perte $\tan \delta$ en fonction de la température, pour les stratifiés à base de fibres de carbone unidirectionnelles et une matrice STR : UDLS1 à UDLS4, avec une fréquence de sollicitation de 1.0 Hz. Le tableau 4.3 récapitule l'ensemble des caractéristiques mécaniques et thermiques à partir de ces essais DMA pour la matrice seule ainsi que pour les différentes séquences d'empilement.

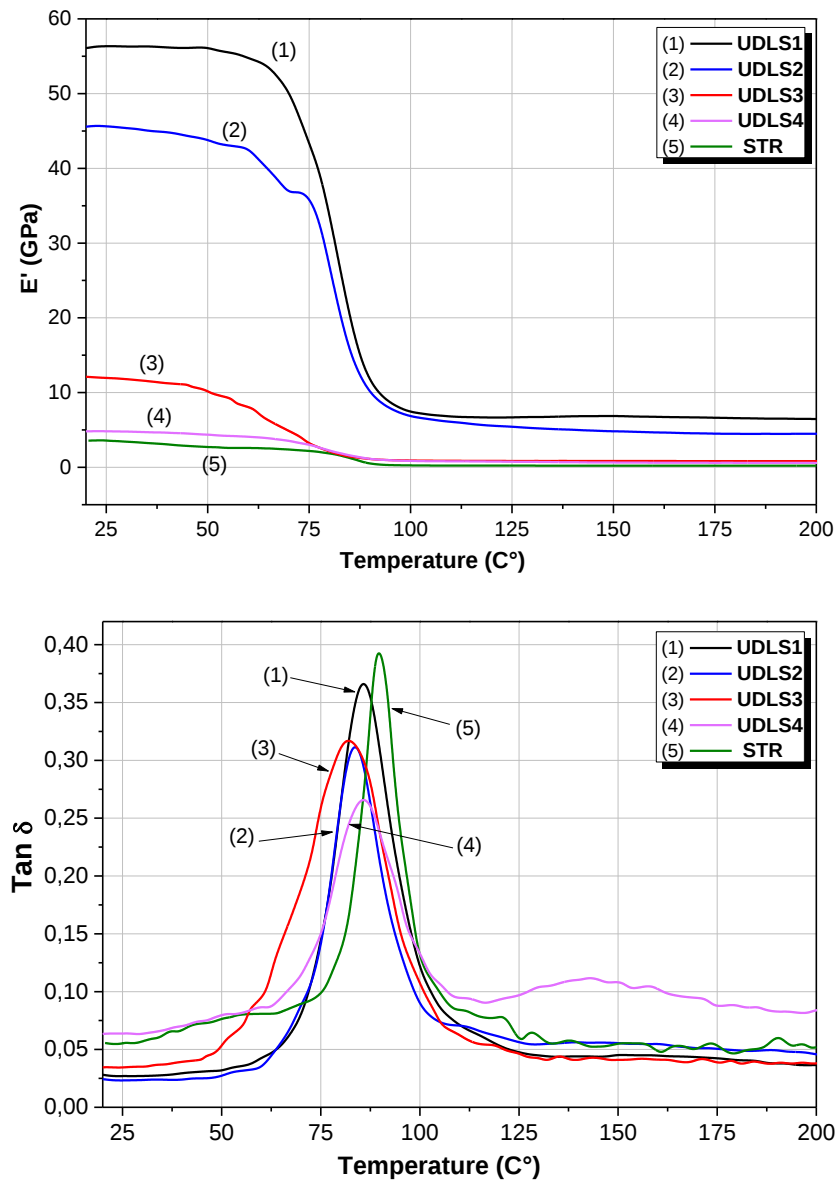


Fig. 4.6 : Influence de la séquence d'empilement des fibres sur : (a) module de stockage, (b) facteur de perte à une fréquence de 1Hz

Tableau 4.3 : Résultat de l'essai DMA pour la matrice STR et différents stratifiés

Stratifiés	E' à 25°C (GPa)	E' à 150°C (GPa)	Perte de E' (%)	$\tan \delta$ Max pic	Tg de $\tan \delta$ (°C)	Tg de $E'_{\max}$ (°C)	ΔE_a $\tan \delta$ (kcal/mol)	C (30-150°C)
UDLS1	56.4	6.7	88	0.36	85.7	67.8	93.3	0.71
UDLS2	45.7	5.0	89	0.30	83.6	72.3	86.8	0.76
UDLS3	12.2	0.5	95	0.31	82.0	52.5	84.2	0.84
UDLS4	4.8	0.5	87	0.26	85.7	71.6	99.8	0.92
STR	2.4	0.2	94	0.39	90.0	81.1	113.3	-

L'effet de la séquence d'empilement des plis dans les stratifiés est facilement observé à partir de la variation du module de stockage. A la température ambiante, les résultats montrent que le stratifié UDLS1 a le module de stockage le plus élevé avec une valeur de 56.4 GPa, suivi par le stratifié UDLS2 avec une valeur de 45.7 GPa. Cela est attribué en premier lieu à la rigidité très élevée imposée par l'incorporation des fibres de carbone unidirectionnelles. De plus, et comme il a été expliqué précédemment lors des essais statiques de flexion 3-point, le stratifié le plus rigide est celui qui dispose d'un maximum des plis orientés suivant la direction 0° par rapport à l'axe du stratifié. En effet, dans le cas du stratifié UDLS1, la totalité des efforts sont repris par les fibres à 0° , assurant une meilleure répartition des efforts appliqués et le comportement du stratifié est donc guidé par le comportement élastique des fibres. En revanche, les composites UDLS3 et UDLS4 présentent les modules de stockage les plus faibles dû à l'absence des fibres orientés suivant la direction 0° , avec des valeurs de 12.2 GPa et 4.8 GPa respectivement.

Dans le domaine caoutchoutique (température supérieure à T_g), les modules de stockage des stratifiés UDLS3 et UDLS4 sont presque identiques au module de stockage de la résine STR seule, avec une valeur de 0.5 GPa. Ils sont nettement plus faibles que celui du stratifié UDLS1 (6.7 GPa) et celui du stratifié UDLS2 (5.0 GPa). A partir de cela, on peut dire que la répartition des efforts appliqués sur les stratifiés orientés à $\pm 45^\circ$ et 90° est assurée principalement par la résine. Le composite stratifié UDLS3 a un module de stockage légèrement plus élevé que celui du UDLS4 à cause des croisements des fibres à (45°), qui malgré la discontinuité des fibres, une certaine quantité d'énergie est quand même transmise. Les valeurs du coefficient d'efficacité (C) pour les différents stratifiés, avec la fréquence de sollicitation 1 Hz, sont données dans le tableau 4.3. La valeur du C est maximum pour le stratifié UDLS4 avec une valeur de 0.92, et minimum pour le stratifié UDLS1 avec une valeur de 0.71, indiquant une meilleure efficacité des fibres orientés à 0° due au bon transfert de contraintes à l'interface fibres/matrice à haute température. Les stratifiés UDLS2 et UDLS3 montrent des valeurs de C intermédiaires.

En comparant les valeurs de la température de transition vitreuse T_g mesurées à partir du maximum du pic de $\tan \delta$, les résultats montrent une légère diminution de l'amplitude du pic $\tan \delta$ ainsi qu'un décalage de T_g vers les basses températures (domaine vitreux), pour les composites à différentes configurations par rapport à la matrice seule. Pour les raisons de couplage mécanique explicitées plus haut, l'amplitude du pic du $\tan \delta$ la plus élevée est trouvée pour le stratifié UDLS1 avec une valeur de 0.36, et la plus faible est trouvée pour le stratifié UDLS4 avec une valeur de 0.26. De plus, pour le stratifié UDLS1 et UDLS4, la présence de plis dans le sens longitudinal permet de retarder l'observation des phénomènes de relaxation

moléculaire avec une Tg plus élevée égale à 85.7 °C, comparativement aux autres composites UDLS2 et UDLS3 possédant une Tg égale à 83.6 °C et 82 °C respectivement [182].

La figure 4.7 représente la variation de $\log f$ en fonction de $1000/T_g$ du pic $\tan \delta$ pour les différents stratifiés, afin d'estimer leur énergie d'activation. Les résultats montrent que la valeur la plus élevée est trouvée pour le stratifié UDLS1 et UDLS4 (93.3 et 99.8 kcal/mol) indiquant un comportement fragile, alors qu'elle est égale à 86.8 kcal/mol et à 84.2 kcal/mol pour les stratifiés UDLS2 et UDLS3 respectivement, indiquant un comportement moyennement ductile.

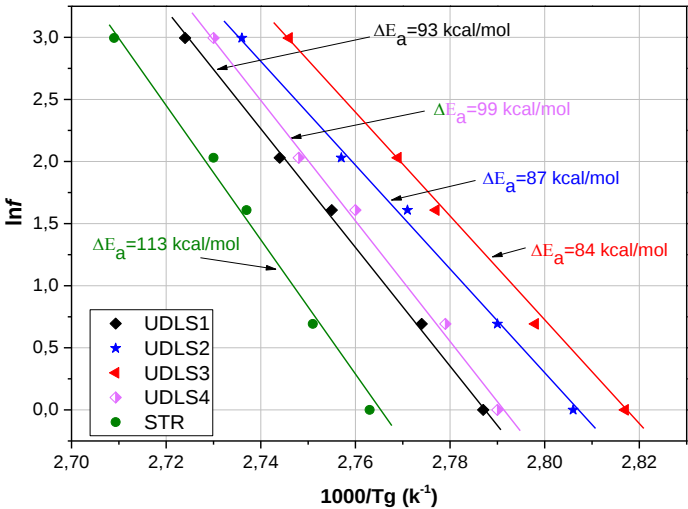


Fig.4.7 : Variation de $\ln f$ en fonction de $1/T_g$ du pic $\tan \delta$

4.1.7. Comparaison entre les essais mécaniques statiques et dynamiques

Le tableau 4.5 présente une comparaison entre le module de flexion obtenu par les essais de flexions 3-points en statique et celui obtenu par les essais DMA, pour tous les stratifiés. Il est observé que les résultats des deux essais sont très proches avec des écarts qui ne dépassent pas les 4 %.

Tableau 4.5: Comparaison entre les résultats des essais de flexions 3-points et les essais DMA

	Module de flexion (GPa)						
Stratifié	UDLS1	UDLS2	UDLS3	UDLS4	PCLS	PGLS	TKLS
Flexion 3-points statique	54.51	43.85	11.75	4.61	29.15	16.95	15.75
DMA à 25 °C	56.41	45.73	12.24	4.82	28.85	17.31	16.41
Ecart (%)	+3.5	+4.1	+4.3	+4.3	-1.0	+2.3	+4.0
Stratifié	SGLS	TGLS	PCLE	HLE1	HLE2	HLE3	SGLE
Flexion 3-point statique	17.85	15.70	34.81	30.55	27.91	26.85	18.85
DMA à 25 °C	17.30	16.40	36.08	32.34	29.31	27.62	19.32
Ecart (%)	+3.1	+3.9	+3.4	+4.3	+4.7	+2.9	+2.6

4.3. Conclusion

Dans ce chapitre, deux méthodes d'essais dynamiques vibratoires en flexion à savoir, la méthode d'analyse dynamique mécanique DMA et la méthode d'analyse modale expérimentale EMA ont été utilisés pour l'étude du comportement viscoélastique des différents composites stratifiés. L'influence des paramètres tels que : le type de renforts, la séquence d'empilement et l'hybridation sur comportement viscoélastique des composites stratifiés a été investigué. L'étude dynamique des différents composites stratifiés permet de dégager les conclusions suivantes :

- Les essais DMA ont montré que le module de stockage et le facteur de perte sont très affectés par l'augmentation de la température. En effet, la diminution du module de stockage indiquant l'activation des mouvements collectifs des chaînes moléculaires provoquant la rupture d'une partie des liaisons faibles du polymère.
- L'augmentation de la fréquence de sollicitation provoque une augmentation du module de stockage ainsi qu'un décalage de la T_g vers de hautes températures, liée principalement à la variation de l'énergie d'activation apparente.
- Le comportement viscoélastique de la matrice est fortement influencé par la présence des fibres (phénomène de couplage mécanique). Par ailleurs, les fibres vont avoir un "effet rigidificateur" par la présence d'interfaces. De plus, le module de stockage le plus élevé est observé pour les stratifiés à fibres de carbone PCLS et PCLE et pour les stratifiés ayant le maximum de fibres orientés à 0° selon l'axe longitudinal (cas du stratifié UDLS1).
- Le décalage de la valeur de T_g vers les hautes températures traduit le caractère ductile du composite stratifié TKLS. Pour ce stratifié, un décalage de 12.5°C est observé indiquant une meilleure adhérence inter-faciale et une bonne compatibilité fibres/matrice (même nature organique), développées durant la réticulation.

Conclusion générale & Perspectives

Conclusion générale et perspectives

Dans ce travail, plusieurs composites stratifiés à matrice époxyde ont fait l'objet d'une étude théorique et expérimentale dans le but de déterminer l'influence du type de renforts, de la séquence d'empilement et de l'hybridation des plis sur le comportement mécanique et viscoélastique.

La recherche bibliographique a permis de présenter un état de l'art sur les matériaux composites à matrice polymère et sur les différentes méthodes d'analyse permettant de les caractériser. Cette recherche a mis en évidence le comportement mécanique des stratifiés unidirectionnels et tissés soumis à des sollicitations mécaniques et les différents mécanismes d'endommagement correspondants. Les matériaux composites stratifiés présentent un comportement élastique non-linéaire, il est lié à leur hétérogénéité et à leur anisotropie qui rendent leurs mécanismes d'endommagements et leur comportement mécanique relativement complexes.

L'étude bibliographique a montré également que les propriétés mécaniques de ces matériaux composites dépendent du comportement viscoélastique de la matrice polymère utilisée. Les propriétés viscoélastiques des composites, et spécifiquement le caractère amortissant, sont la conséquence de phénomènes microstructuraux (mouvements moléculaires) au niveau de la matrice polymère. Ces mouvements moléculaires sont à l'origine de dissipation d'énergie, ils se manifestent lors de phases de transition lorsqu'une contrainte, mécanique ou thermique (élévation de température), est appliquée au matériau. La dissipation d'énergie est associée également aux frottements intervenant aux interfaces fibres/matrice.

Dans le troisième chapitre, les propriétés mécaniques des différents composites stratifiés élaborés ont été déterminées par des essais mécaniques statiques en traction et en flexion 3- points. Des observations microscopiques au microscope optique et au microscope électronique à balayage (MEB) des faciès de rupture des différentes éprouvettes ont été

présentées et les modes d'endommagement ont été analysés. Les composites stratifiés à fibres de carbone ont montré une meilleure performance que ceux à fibres de verre ou de kevlar. Ainsi, une bonne compatibilité de la matrice époxy Epocast 50A avec les renforcements a été observée. Le stratifié à fibres de kevlar TKLS présente un comportement ductile, et bien que sa bonne adhérence inter-faciale fibres/matrice, la rupture est principalement due à l'apparition du délaminage grossier entre les plis en raison de sa faible résistance au cisaillement par rapport à sa résistance à la traction.

L'étude de l'influence de la séquence d'empilement a montré que le stratifié le plus rigide est celui qui dispose d'un maximum de plis orientés suivant la direction 0° par rapport à l'axe du stratifié. Pour les composites hybrides, l'incorporation de fibres de carbone aux fibres de verres a amélioré les caractéristiques mécaniques par rapport au composite constitué de fibres de verre seulement. De plus, les performances mécaniques dépendent des propriétés mécaniques et de la fraction volumique de chaque constituant, ainsi que de leur positionnement en épaisseur par rapport à l'axe neutre du stratifié.

Les propriétés mécaniques mesurées par la méthode ultrasonore sont en accord avec celles obtenues en traction simple. Cependant, les valeurs obtenues par la technique par contact donnent un écart assez important entre les deux mesures (10 % pour le calcul des modules de Young et jusqu'à 25 % pour le calcul des coefficients de Poisson).

Dans le quatrième chapitre, deux méthodes d'essais dynamiques vibratoires en flexion, à savoir la méthode d'analyse dynamique mécanique DMA et la méthode d'analyse modale expérimentale EMA ont été utilisées pour l'étude du comportement viscoélastique des différents composites stratifiés.

Les essais DMA ont montré que le module de stockage et le facteur de perte sont très affectés par l'augmentation de la température. La diminution du module de stockage indiquant l'activation des mouvements collectifs des chaînes moléculaires provoquant la rupture d'une partie des liaisons faibles du polymère. Le comportement viscoélastique de la matrice est fortement influencé par la présence de fibres (phénomène de couplage mécanique). Par ailleurs, les fibres ont un "effet rigidificateur" par la présence d'interfaces. De plus, le module de stockage le plus élevé est observé pour les stratifiés à fibres de carbone et pour les stratifiés ayant le maximum de fibres orientées à 0° selon l'axe longitudinal.

Le décalage de la valeur de T_g vers les hautes températures (domaine caoutchoutique) traduit le caractère ductile du composite stratifié. Ce décalage du T_g , est attribué à l'immobilisation des segments de la chaîne matricielle à la surface des fibres, indiquant une meilleure adhérence

inter-faciale et une bonne compatibilité fibres/matrice, développées durant la réticulation (cas du stratifié TKLS).

En perspectives, il serait intéressant de continuer les travaux :

- En étudiant le comportement dynamique par la méthode d'analyse modale expérimentale des structures en composite plus complexes.
- En étudiant le comportement dynamique des composites avec une sollicitation de type impact à faible vitesse et l'évolution des endommagements au cours de ce test.
- En étudiant le comportement de matériaux composites à long terme pour la connaissance de leur durabilité, surtout dans des secteurs de pointe tels que l'aéronautique. L'étude du comportement en fluage et en fatigue des composites stratifiés est intéressante à faire lorsqu'ils sont soumis en service à des sollicitations mécaniques et environnementales (température, humidité, etc.) sévères.
- En utilisant d'autres méthodes de contrôle non destructif comme l'émission acoustique et la thermographie infrarouge, pour l'identification et la surveillance d'endommagements et au cours du chargement statique et cyclique.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] S. K. Mazumdar, Composites manufacturing Materials, Product, and Process Engineering, 2001, p.396
- [2] C. L. Schutte, Environmental durability of glass-fiber composites, Mater. Sci. Eng. R Reports, vol. 13, pp. 265–323, 1994.
- [3] S. Sethi and B. C. Ray, Environmental effects on fibre reinforced polymeric composites: Evolving reasons and remarks on interfacial strength and stability, Adv. Colloid Interface Sci., vol. 217, pp. 43–67, 2015.
- [4] K. P. Menard, Dynamic Mechanical Analysis: A Practical introduction. 2008
- [5] J. P. Iranda, Analyse modale expérimentale. Techniques de l'ingénieur, R 6 180, 2001.
- [6] C. Michel, Traité Plastique et Composites, Technique de l'Ingénieur, 1996
- [7] J. M. Berthelot, Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures, Paris, 1999.
- [8] D. Gay, Matériaux composites, 3e édition. Paris: Hermès, 1991. 569 p.
- [9] C. Zweben, Composite Materials and Mechanical Design, Mechanical Engineer's Handbook, 2nd ed, Myer Kurt, Ed, John Wiley and Sons, Inc, New York, 1998.
- [10] A. AL-Maghribi, Comportement des matériaux composites à fibres courtes : applications à l'impact basse vitesse, thèse de doctorat, l'université Paul Sabatier, sep 2008.
- [11] P-E. Bourban, L. Carlsson, J. P. Mercier, J-A. E. Manson, Matériaux composites à matrice organique, ISBN 2-88074-528-4, 2004.
- [12] M-B. Heman, Contribution à l'étude des interphases et de leur comportement au vieillissement hygrothermique dans les systèmes à matrice thermodurcissable renforcées de fibres de verre, Thèse de Doctorat à l'Université du Sud Toulon-Var, Dec, 2008
- [13] Y. Huang, J. KK, H. SK, Effects of fiber arrangement on mechanical behavior of unidirectional composites, J Compos Mater 2008; 42 (18):1851–71
- [14] J. Brunbauer, H. Stadler et G. Pinter, Mechanical properties, fatigue damage and microstructure of carbon/epoxy laminates depending on fibre volume content, International Journal of Fatigue, 70:85–92, 2015.
- [15] D. Ducret, Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composite : caractérisation ultrasonore et modélisation micromécanique, thèse de Doctorat, Génie des Matériaux, Université de Lyon.2000.

- [16] A. Bezazi, A. El Mahi, J. M. Berthelot et B. Bezzazi, Analyse de l'endommagement des stratifiés en flexion 3-points, influence de la séquence d'empilement, XV ème Congrès Français de Mécanique, Nancy, 3-7 septembre, 2001
- [17] P. Shrotriya & N.R. Sottos. Viscoelastic response of woven composite sub-strates. *Composites Science and Technology*, vol. 65, pages 621-6, 2005.
- [18] I.M. Daniel, J-J. Luo and P.M. Schubel, Three-dimensional characterization of textile composites. *Composites: Part B* 39, 13–19, 2008.
- [19] M. Karayaka and P. Kurath, Deformation and failure behavior of woven composite laminates. *Journal of engineering materials and technology*, ASME, vol. 116, no2, pp. 222-232, 1994.
- [20] N. K. Naik, C. Sekher, S. Meduri, Damage in woven-fabric composites subjected to low-velocity impact, *Compos Scien and techn* 60 (2000) 731-744.
- [21] K. S. Pandya, Ch. Veerraju, N.K. Naik, Hybrid composites made of carbon and glass woven fabrics under quasi-static loading, *Materials and Design* 32 (2011) 4094–4099.
- [22] S. Mishra, K. A. Mohanty, LT. Drzal, M. Misra, S. Parija, SK. Nayak, Studies on mechanical performance of bio fibre/glass reinforced polyester hybrid composites, *Composite Science and Technology* 2003;63:1377–85
- [23] Y. Swolfs, L. Gorbatikh, I. Verpoest, Fiber hybridization in polymer composites: A review, *Composites: Part A* 67 (2014) 181–200
- [24] Pandya KS, Veerraju C, Naik NK. Hybrid composites made of carbon and glass woven fabrics under quasi-static loading. *Mater Des* 2011; 32(7):4094–9.
- [25] J. Zhang, K. Chaisombat, S. He, CH. Wang, Hybrid composite laminates reinforced with glass/carbon woven fabrics for lightweight load bearing structures. *Mater Des* 2012; 36:75–80
- [26] C. Wonderly, J. Grenestedt, G. Fernlund, E. Cepus, Comparison of mechanical properties of glass fiber/vinyl ester and carbon fiber/vinyl ester composites, *Compos B Eng* 2005; 36(5):417–26.
- [27] CS. Dong, J. Duong, IJ. Davies, Flexural properties of S-2 glass and TR30S carbon fiber-reinforced epoxy hybrid composites. *Polym Compos* 2012; 33(5):773–81
- [28] Giancaspro JW, Papakonstantinou CG, Balaguru PN. Flexural response of inorganic hybrid composites with E-glass and carbon fibers. *J Eng Mater Technol* 2010;8. 021005
- [29] Dong C, Davies IJ. Optimal design for the flexural behaviour of glass and carbon fiber reinforced polymer hybrid composites. *Mater Des* 2012; 37: 450–7
- [30] J. Payan, C. Hochard, Damage modeling of laminated carbon/epoxy composites under static and fatigue loadings, *International Journal of Fatigue* 24 (2002) 299–306

- [31] J.L. Tsai, C. Guo, C.T. Sun, "Dynamic delamination fracture toughness in unidirectional polymeric composite", *Composites Science and Technology*, 2001, vol. 61, n°1, pp. 87-94,
- [32] J-M. Berthelot. Transverse cracking and delamination in cross-ply glass-fiber and carbon fiber reinforced plastic laminates: Static and fatigue loading. *Appl Mech Rev* 56 (2003) (1), pp. 111–147
- [33] J. Payan : Etude du comportement de composites stratifiés sous chargement statique et de fatigue. Thèse de doctorat, Université d'Aix-Marseille II. Faculté des Sciences, France, 2004.
- [34] M. C. Lafarie-Frenot, C. Hénaff-Gardin, D. Gamby, Matrix cracking induced by cyclic ply stresses in composite laminates, *Composites Science and Technology* 61 (2001) 2327–2336
- [35] Kashtalyan M, Soutis C. Stiffness degradation in cross-ply laminates damaged by transverse cracking and splitting. *Composites : part A* 2000 ; 31:335–51.
- [36] A.T. Vu : Endommagement de stratifiés aéronautiques à fibres de carbone et matrice polymère soumis à des chargements monotones ou cycliques à plusieurs températures. Essais et modélisation. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, 2009.
- [37] Sjögren, B.A., Berglund, L.A., 2000. The effects of matrix and interface on damage in GRP cross-ply laminates. *Compos. Sci. Technol.* 60, 9–21
- [38] X. Wang, J. Zhang, Z. Wang, S. Zhou, X. Sun, Effects of interphase properties in unidirectional fiber reinforced composite materials, *Materials and Design* 32 (2011) 3486–3492 Contents
- [39] J. Aucher, Etude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable, thèse de Doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Rouen, 2011
- [40] P. Prombut : Caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels. Thèse de doctorat, Université Toulouse, 2007.
- [41] Dahlen C, Springer GS. Delamination growth in composites under cyclic loads. *J Comp Mater* 1994 ; 28 :732±81.
- [42] J. Gassan, A study of fiber and interface parameters affecting the fatigue behaviour of natural fibre composite, *Composite: Part A* 33 (2002) 369-374
- [43] F. Touchard, M. C. Lafarie-Frenot and D. Guédré-Degeorges. Mechanical behaviour characteristics of a thermoplastic composite used in structural components. *Composites Science and Technology* 56(7), pp. 785-791, 1996.
- [44] Takeda N, Ogihara S, Kobayashi A. Microscopic fatigue damage progress in CFRP cross-ply laminates. *Composites* 1995; 26 (12): 859-867

- [45] E.K. Gamstedt, B.A. Sjögren. An experimental investigation of the sequence effect in block amplitude loading of cross-ply composite laminates. *International Journal of Fatigue* 24 (2002), 437-446
- [46] A. El Mahi, A. Bezazi. Describing the Flexural Behaviour of Cross-ply. Laminates Under Cyclic Fatigue. *Appl Compos Mater* (2009), Vol.16, n°1, pp : 33–53
- [47] S.J. Wang, Etude de l'endommagement d'un composite unidirectionnel en fibres de verre/époxyde, Thèse Ecole Centrale Paris, 1990.
- [48] S. Lee, M. Plamondon and P.C. Gaudert, "The effect of elevated temperature spikes on the mechanical properties of carbon fiber epoxy composites", 38th International SAMPE Symposium, May 10-13, pp.1582-1593, 1993.
- [49] Lopez-Puente J, Zaera R, Navarro C. The effect of low temperatures on the intermediate and high velocity impact response of CFRPs. *Compos Part B* 2002; 33:559- 566
- [50] Asp Le. The effects of moisture and temperature on the interlaminar delamination toughness of a carbon/epoxy composite. *Compos Sci Technol* 1998 ; 58(6):967–97
- [51] Z. Hamadi, etude du comportement d'un composite verre/polyster sous sollicitation thermique, mémoire de magister à l'Université M'hamed Bougara, boumerdes, 2012
- [52] Ray BC. Temperature effect during humid ageing on interfaces of glass and carbon fibers reinforced epoxy composites. *J Colloid Interface Sci* 2006 ; 298:111–7
- [53] C. Hénaff-Gardin, Influence de la séquence d'empilement sur la fissuration par fatigue des plis transverses de stratifiés à fibres longues. Thèse, Université de Poitiers, 1990, Poitiers, France.
- [54] J. Brillaud et A. El Mahi. Numérical Simulation of the Influence of Stacking Sequence on Transverse Ply Cracking in Composite Laminates. *Composite Structures* 17 (1991), pp : 23-35
- [55] M. R. M. Rejab, C. W. Theng, M. M. Rahman, M. M. Noor and A. N. M. Rose, An Investigation into the Effects of Fibre Volume Fraction on GFRP Plate, in *Proceedings of MUCET2008*, Perlis, Malaysia, March 8-10, ISBN 978-983-42358-4-0, 2008
- [56] He Hw, Gao F (2015) Effect of Fiber Volume Fraction on the Flexural Properties of Unidirectional Carbon Fiber/Epoxy Composites. *Int J Polym Anal Ch*20: 180–189.
- [57] Lee, N. J.; and Jang, J. (1999). Effect of fiber content on the mechanical properties of Glass fibre mat/polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 30(6), 815-822.
- [58] M. Karahan, The effect of fiber volume fraction on damage initiation and propagation of woven carbon-epoxy multi-layer composites. *Text Res J*82: 45–61. (2012)

- [59] W. A. de Morais and J. R. M. d'Almeida, L. B. Godefroid, Effect of the fiber reinforcement on the low energy impact behavior of fabric reinforced resin matrix composite materials, J. of the Braz. Soc. of Mech. Sci. & Eng, 2003, Vol, 4 / 325
- [60] A. Bezazi, Etude théorique et expérimental du comportement mécanique en statique et en fatigue des matériaux composites stratifiés et sandwiches en flexion 3-points, these de Doctorat de l'Université Badji Mokhtar- Annaba 2003.
- [61] A. Argüelles, J. Viña , A. F. Canteli, A. Lopez, Influence of the Matrix Type on the Mode I Fracture of Carbon-Epoxy Composites Under Dynamic Delamination, Experimental Mechanics, (2011) 51: 293.
- [62] G. A. Bibo, P. J. Hogg, The role of reinforcement architecture on impact damage mechanisms and post-impact compression behaviour, Journal of Materials Science, (1996) 31: 1115
- [63] Philippidis TP, Vassilopoulos AP. Fatigue of composite laminates under off-axis loading. Int J Fatigue 1999; 21:253–62
- [64] M. Kawai and T. Taniguchi. Off-axis fatigue behavior of plain weave carbon/epoxy fabric laminates at room and high temperatures and its mechanical modeling. Composites: Part A 37, 243–256, 2006.
- [65] P. Beardmore, C.F. Johnson, The potential for composites in structural automotive applications, Composites Science and Technology 26, 251–281 (1986)
- [66] A. Katunin, K. Dragan, M. Dziendzikowski, Damage identification in aircraft composite structures: A case study using various non-destructive testing techniques, Composite Structures 127 (2015) 1–9.
- [67] Sauerwein C, Simon M, Rheinländer JT. Inspection of fiber based technical composites by radioscopy and computed tomography, In: 15th World conference on NDT roma; 2000.
- [68] Krishnapillai M, Jones R, Marshall IH, Bannister M, Rajic N. Thermography as a tool for damage assessment. Compos Struct 2005; 67:149–55.
- [69] De Goeje MP, Wapenaar KED. Non-destructive inspection of carbon fiber reinforced plastics using eddy current methods. Composites 1992 ; 23:147–57.
- [70] H. Nechad, Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique : Estimation de la durée de vie restante, thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2004
- [71] F. Aymerich, S. Meili, Ultrasonic evaluation of matrix damage in impacted composite laminates, Composites: Part B 31 (2000) 1–6
- [72] H.-Y. Kim « Vibration-based damage identification using reconstructed FRFS in composite structures».Journal of Sound and Vibration 259(5), 1131–1146, 2003

- [73] Moustachi, A., EL Guerjouma, R. and Baboux, J. C. "Nondestructive ultrasonic evaluation of fibrous metal matrix composites." *Applied composite materials*, 1995, vol 1, pp 387-393
- [74] D. Royer, E. Dieulesaint, *Ondes élastique dans les solides, Tome 1 : propagation libre et guidée*, Paris Masson, 1996
- [75] N.Guo, P.Cawley . "The interaction of Lamb waves with delamination in composite laminates". *J.Acoust. Sc. Am.* 94 (4), 1993, pp. 75-84.
- [76] EA Birt, Damage detection in carbon-fibre composites using ultrasonic Lamb waves, *Insight* 1998; 40 (5):335–9.
- [77] N.Toyama, J.Takatsubo, "Lamb wave method for quick inspection of impact induced delamination in composite laminates", *Composites Science Technology* 64, 2004, pp.1293-1300.
- [78] S. Huguet, *Application de classification aux données d'émission acoustique : identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences App. de Lyon*, 2002
- [79] Bhat MR, Majeed MA, Murthy CRL. Characterization of fatigue damage in unidirectional GFRP composites through acoustic emission signal analysis. *NDT&E Int* 1994; 27:27–32
- [80] Prosser WH, Jackson KE, Kellas S, Smith BT, McKeon J, Friedman A. Advanced waveform-based acoustic emission detection of matrix cracking in composites. *Materials Evaluation* 1995; 53(9):1052–8
- [81] S. S. Kessler, S. M. Spearing, M. J. Atalla, C. E. Cesnik et C. Soutis : Damage detection in composite materials using frequency response methods. *Composites, Part B: engineering*, 33:87–95, 2002.
- [82] Pérez MA, Gil L, Oller S. Impact damage identification in composite laminates using vibration testing. *Compos Struct* 2014; 108:267–76
- [83] H. Y. Hwang et C. Kim, Damage detection in structures using a few frequency response measurements. *Journal of Sound and Vibration*, 270:1–14, 2003.
- [84] A. D. Panteliou, T. G. Chondros et V. C. Argyrakis : Damping factor as an indicator of crack severity. *Journal of Sound and Vibration*, 241:235–245, 2000
- [85] P. Combette et I. Ernault, *Physiques des polymères. 1. Structure, fabrication, emploi 2. Propriétés*. Herman Editeurs, 2005.
- [86] J.-S. Dupuy, *Identification des propriétés mécaniques de matériaux composites par analyse vibratoire. Thèse de doctorat, Université de Montpellier II*, 2008. 115
- [87] P-E Bourban, L. Carlsson, J.P. Mercier, J-A.E. Manson, *Matériaux composites à matrice organique*. ISBN 2-88074-528-4, 2004.

- [88] R. Sellak, Elaboration et caractérisation d'une résine thermodurcissable conductrice, Thèse de Doctorat à l'école doctorale, Matériaux, le Mans, 2013
- [89] D. Roylance, Engineering viscoelasticity, Department of Materials Science and Engineering Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, 2001.
- [90] M. Chatain, Comportements physique et thermomécanique des plastiques. Plastiques et composites, Techniques de l'Ingénieur, 1990.
- [91] F. Rocaboy, Comportement thermique des polymères synthétique. Tome I: polymère à chaîne carbonées. Edition 120 Bd Saint Germain, Paris, 1972
- [92] J. B. Enns and J.K. Gillham, Time-Temperature-Transformation (TTT) cure diagram: Modeling the cure behavior of thermosets. Journal of Applied Polymer Science, 28:2567–2591, 1983.
- [93] M. A. Trindade, Contrôle hybride actif-passif des vibrations de structures par des matériaux piézoélectriques et viscoélastiques : poutres sandwich/multicouches intelligentes, thèse, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers-ENSAM, France, 2000.
- [94] M. D. Rao, Recent applications of viscoelastic damping for noise control in automobiles and commercial airplanes," Journal of Sound and Vibration, vol. 262, no. 3, pp. 457–474, 2003.
- [95] Z. Osinski, Damping of vibrations, Institute of Machine Design Fundamentals, Warsaw University of technology, Poland, page 562, 1998.
- [96] W. Luo, X. Hu, C. Wang and Q. Li, Frequency- and strain-amplitude-dependent dynamical mechanical properties and hysteresis loss of CB-filled vulcanized natural rubber, Int. J. Mech. Sci., vol. 52, no 2, p. 168-174, 2010.
- [97] C. W. de Silva, Vibration: Fundamentals and Practice, Boca Raton: CRC Press LLC, 2000
- [98] F. Horel, Modélisation analytique de l'amortissement des poutres composites sandwich contenant des couches viscoélastiques, thèse, Ecole polytechnique de Montréal, 2013.
- [99] M. Akay, Aspects of dynamic mechanical analysis in polymeric composites, Compos. Sci. Technol., vol. 47, pp. 419–423, 1993.
- [100] J. L. Thomason, Investigation of composite interphase using dynamic mechanical analysis: artifacts and reality, Polym. Comp., vol. 11, pp. 105–13, 1990
- [101] J.F. Gerard, P. Perret, B. Chabert, Study of carbon/epoxy interphase: effect of surface treatment of carbon fibers on dynamic mechanical behavior of carbon/epoxy unidirectional composites. In: Ishida H, editor. Controlled interphases in composite materials. London: Elsevier; 1990. p. 449–56.
- [102] W. K. Goertzen and M. R. Kessler, "Dynamic mechanical analysis of carbon/epoxy composites for structural pipeline repair," Compos. Part B Eng., vol. 38, pp. 1–9, 2007.

- [103] V. M. Karbhari, Q. Wang, "Multi-frequency dynamic mechanical thermal analysis of moisture uptake in E-glass/vinylester composites" *Composites: Part B* vol. 35, pp.299–304, 2004
- [104] G. Li, P. L-Sullivan, R. Thring, Determination of activation energy for glass transition of an epoxy adhesive using dynamic mechanical analysis. *J Therm Anal Calorim* 2000; 60(2):377–90.
- [105] J. D. D. Melo, D. W. Radford, "Time and temperature dependence of the viscoelastic properties of CFRP by dynamic mechanical analysis" *Composite Structures* 70 (2005) 240–253
- [106] D. Romanzini, A. Lavoratti, H. L. Ornaghi Jr, S. C. Amico, A. J. Zattera, Influence of fiber content on the mechanical and dynamic mechanical properties of glass/ramie polymer composites, *Materials and Design* 47 (2013) 9–1
- [107] D. L. Motoc, Dynamic Mechanical Characterization of CF/GF Hybrid Reinforced Polymeric Composite Structures, *Advanced Composite Materials and Processing ESDA2012-82185*, pp. 27-32
- [108] J. P Iranda, Analyse modale expérimentale. *Techniques de l'ingénieur*, R 6 180, 2001. 115, 119
- [109] R. F. Gibson, Modal vibration response measurements for characterization of composite materials and structures, *Composites Science and Technology* 60, 2000, pp : 2769-2780
- [110] R. Chandra, S. P. Singh and K. Gupta, Damping studies in fiber-reinforced composites - a review. *Composite Structures*, 46(1):41–51, 1999. 115
- [111] G- L. Qian, S. V.Hoa & X. Xiao, A vibration method for measuring mechanical properties of composite, theory and experiment. *Composite Structures* 1997, Vol.39, 103:31-38
- [112] A. El Mahi, M. Assarar, Y. Sefrani, and J. M. Berthelot, Damping analysis of orthotropic composite materials and laminates » *Composites Part B: Engineering*, Volume 39, Issues 7-8, pp 1069-1076, 2008
- [113] RL. Willis, L. Wu, YH. Berthelot, Determination of the complex Young and shear dynamic moduli of viscoelastic materials. *J Acoust Soc Am* 2001; 109:611–21
- [114] Y. Gao, Y. Li, Y. Hong, H Zhang and X. He, Modeling of the Damping Properties of Unidirectional Carbon Fibre Composites, *Polymers & Polymer Composites*, Vol. 19, Nos. 2 & 3, 2011
- [115] S. A. Suarez, R. F. Gibson, C. T. Sun and coll., The influence of fiber length and fiber orientation on damping and stiffness of polymer composite materials. *Experimental Mechanics*, 26(2):175–184, 2006. 115
- [116] J-M. Berthelot, Damping analysis of laminated beams and plates using the Ritz method. *Compos Struct* 2006; 74:186–201.

- [117] F. Duc, P.E. Bourban, J.A.E. Manson, Damping of thermoset and thermoplastic flax fibre composites. *Compos Part A* 2014; 64:115–23.
- [118] J-M. Berthelot, Y. Sefrani, Damping analysis of unidirectional glass and Kevlar fibre composites. *Composites Science and Technology*, 64: 1261-1278. 2004.
- [119] M. Assarar, W. Zouari, H. Sabhi, R. Ayada, J-M. Berthelot, Evaluation of the damping of hybrid carbon–flax reinforced composites, *Composite Structures* 132 (2015) 148–154 Contents.
- [120] J.T. Utomo, D.D. Susilo, and W. W. Raharja, The influence of the number and position of the carbon fiber lamina on the natural frequency and damping ratio of the carbon-glass hybrid composite, *AIP Conference Proceedings* 1788, 030046 (2017)
- [121] Z. Zhang and G. Hartwig, Relation of damping and fatigue damage of unidirectional fiber composites. *International Journal of Fatigue*, 24(7):713–718, 2002. 115
- [122] A. Shahdin, J. Morlier and Y. Gourinat, Significance of low energy impact damage on modal parameters of composite beams by design of experiments. *Journal of Physics: Conference Series*, 181(1), 2009. 115, 116
- [123] S. Corn, J.-S. Dupuy, P. Ienny et coll., Vibration analysis techniques for assessing composite materials damage. In 19th Technical Meeting Dynamic Mechanical Behaviour of Polymers and Composites (DYMAT), 2010. 116
- [124] D.A. Saravanos and D.A. Hopkins, effects of Delamination on the damped dynamic characteristic of composite laminates analysis and experiments », *Journal of Physics, D: Applied Physics*, 6, pp 27-41, 1996
- [125] S. H. Valdes, C. Soutis, Delamination detection in composite laminates from variations of their modal characteristics”, *Journal of Sound and Vibration*, 228, 1-9 (1999).
- [126] NF EN ISO 527-4, Plastiques - Détermination des propriétés en traction - Partie 4 : Conditions d'essai pour les composites plastiques renforcés de fibres isotropes et orthotropes.
- [127] ASTM D790-07. Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. West Conshohocken: ASTM International; 2004.
- [128] ASTM E1356-03, Standard Test Method for Assignment of the Glass Transition Temperatures by Differential Scanning Calorimetry”. West Conshohocken: ASTM International; 2004.
- [129] P. Celle. Couplage fluide/milieu poreux en grandes déformations pour la modélisation des procédés d’élaboration par infusion. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2006
- [130] Y. Ledru. Etude de la porosité dans les matériaux stratifiés aéronautiques. PhD thesis, Université de Toulouse, Toulouse, 2009

- [131] C. Garnier, Etude du comportement dynamique des structures composites réalisées par LRI : application à l'impact et à la fatigue, Thèse de Doctorat de l'Université de Toulouse 2011.
- [132] ASTM D792, Standard Test Methods for Density and Specific Gravity of Plastics by Displacement. West Conshohocken : ASTM International ; 2004.
- [133] NF EN ISO 1172, Plastiques renforcés de verre textile - Pré imprégnés, compositions de moulage et stratifiés - Détermination des taux de verre textile et de charge minérale. Méthodes par calcination.
- [134] C. Dong, H.A.R-Jayawardena, I. J. Davies, Flexural properties of hybrid composites reinforced by S-2 glass and T700S carbon fibres, Composites: Part B 43 (2012) 573–581 Contents
- [135] EN ISO 527-5, Plastiques - Détermination des propriétés en traction – Partie 5 : conditions d'essai pour les composites plastiques renforcés de fibres unidirectionnelles, 2009
- [136] ASTM D790-07, Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. West Conshohocken: ASTM International; 2004.
- [137] J.L. Rose: Ultrasonic Waves in Solid Media. Cambridge University Press, Royaume-Uni, 1999.
- [138] Littles Jr JW, Jacobs LJ, Zureick AH. The ultrasonic measurements of elastic constants of structural FRP composites. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, vol. 16, 1997. p. 1807–14
- [139] Mal AK, Lih S-S. Characterization of the elastic constants of unidirectional laminates using oblique-incidence pulsed data. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, vol. 13, 1994. p. 1149–56
- [140] Chu YC, Degtyar AD, Rokhlin SI. On determination of orthotropic material moduli from ultrasonic velocity data in non symmetry planes. J Acoust Soc Am 1994; 95(6):3191–202
- [141] Papadakis EP. Ultrasonic wave measurements of Elastic moduli E, G, and μ for product development and design calculations. J Testing Mater 1998 ; 26(3):240–6.
- [142] Mistou S. Développement d'un élément fini de coque composite à double courbure pour l'implémentation d'une application orientée objet . Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, France, 2000.
- [143] G. D. Lawcock, L. Ye, Y. W. Mai & C.T. Sun, Effects of fibre/matrix adhesion on carbon- fibre reinforced metal laminates. Part 1- Residual strength, Composites Science and Technology 57(1997) 1609±1619
- [144] M. Kozioł, the effect of reinforcing fabric type on mechanical performance of laminate for epoxy composite, Composites Theory and Practice 12: 1 (2012) 60-65

- [145] A. R. Bezazi, A. El Mahi, J.M. Berthelot, B. Bezzazi “Flexural fatigue behavior of cross-ply laminates: an experimental approach,” *Strength of Materials*, Vol. 35, No. 2, pp. 149–161, 2003.
- [146] Petitpas E., Comportement et endommagement des matériaux composites stratifiés, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, juin1993.
- [147] Sudarisman, Davies IJ. Flexural failure of unidirectional hybrid fibre-reinforced polymer (FRP) composites containing different grades of glass fibre. *Adv Mater Res* 2008; 41–42:357–62
- [148] Deng S, Ye L, Mai Y. Influence of fibre cross-sectional aspect ratio in mechanical properties of glass-fibre/epoxy composites II. Interlaminar fracture and impact behaviour. *Compos Sci Technol* 1999 ; 59:1725–34.
- [149] Aucher J, Vieille B, Taleb L. Etude comparative de l’influence de la température sur le comportement de stratifiés tissés carbone à matrice thermodurcissable ou à matrice thermoplastique, 19ème Congrès Français de Mécanique, Marseille, France ; 2009.
- [150] N. Guermazi, N. Haddar, K. Elleuch, H.F. Ayedi, Investigations on the fabrication and the characterization of glass/epoxy, carbon/epoxy and hybrid composites used in the reinforcement and the repair of aeronautic structures, *Materials and Design* 56 (2014) 714–724
- [151] Y. Swolfs, L. Gorbatikh, and I. Verpoest, “Fiber Hybridisation In Polymer Composites: A Review,” *Compos. Part A*, vol. 67, pp. 181–200, 2014
- [152] Wu Z, Wang X, Iwashita K, et al. Tensile fatigue behaviour of FRP and hybrid FRP sheets. *Compos Part B* 2010; 41(5): 396–402
- [153] Kretsis G. A review of the tensile, compressive, flexural and shear properties of hybrid fibre-reinforced plastics. *Composites* 1987; 18:13–23
- [154] S. Blassiau, Modélisation des phénomènes microstructuraux au sein d’un composite unidirectionnel carbone/époxy et prédiction de durée de vie : contrôle et qualification de réservoirs bobines, thèse de Doctorat à l’Ecole Supérieure des Mines de Paris 2005
- [155] T. Osada, A. Nakai, and H. Hamada. Initial fracture behavior of satin woven fabric composites. *Composite Structures*, 61 :333-339, 2003.
- [156] ASTM D4065-01. “Standard practice for plastics: dynamic mechanical properties: determination and report of procedures”. West Conshohocken, PA, USA: American Society for Testing and Materials, 2004.
- [157] ASTM D5023 “Standard Test Method for Plastics: Dynamic Mechanical Properties: In Flexure (Three- Point Bending) ” West Conshohocken: ASTM International; 2004.
- [158] ASTM E 1640. “Standard test method for assignment of glass transition temperature by dynamic mechanical analysis” West Conshohocken: ASTM International; 2004.

- [159] Pothan LA, Oommen Z and Thomas S. Dynamic mechanical analysis of banana fiber reinforced polyester composites. *Compos Sci Technol* 2003; 283–293.
- [160] G. Li, P. L-Sullivan, R. Thring, Determination of activation energy for glass transition of an epoxy adhesive using dynamic mechanical analysis. *J Therm Anal Calorim* 2000; 60(2):377–90.
- [161] Ornaghi Jr HL, Bolner AS, Fiorio R, et al. Mechanical and dynamic mechanical analysis of hybrid composites molded by resin transfer molding. *J Appl Polym Sci* 2010; 118: 887–896.
- [162] Hameed N, Sreekumar PA, Francis B, Yang W, Thomas S. Morphology, dynamic mechanical and thermal studies on poly(styrene-co-acrylonitrile) modified epoxy resin/glass fibre composites. *Compos Part A: Appl Sci Manuf* 2007;38(12):2422–32
- [163] Correa, C.A.; Razzino, C.A. & Hage JR, E, Role of Maleated Coupling Agents on the Interface Adhesion of Polypropylene-Wood Composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, Vol.20, No.3, (2007), pp.323-339, ISSN 0892-7057
- [164] A. Katunin, Analysis of influence of fibre type and orientation on dynamic properties of polymer laminates for evaluation of their damping and self-heating, *Sci Eng Compos Mater* 2015;
- [165] O. Dossing : *Essais Structurel Partie 1 : Mesures de mobilité*. Bruel & Kjaer, Danemark, 1988.
- [166] M. Poncet, Effet de l'incorporation de systèmes hybrides sur les propriétés mécaniques de matériaux composites à matrice époxyvinylester et polyester insaturé, Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013
- [167] Muthurajan KG, Sanakaranarayanassamy K, Nageswara B Rao. Evaluation of elastic constants of specially orthotropic plates through vibration testing. *J Sound Vib* 2004;272:413–24.
- [168] Deobald R, Gibson RF. Determination of elastic constants of orthotropic plates by a modal analysis/ Rayleigh–Ritz technique. *J Sound Vib* 1993;124:169–83.
- [169] J. Alexander and B. S. M. Augustine, Free Vibration and Damping Characteristics of GFRP and BFRP Laminated Composites at Various Boundary Conditions, *Indian Journal of Science and Technology*, Vol 8(12), 54208, June 2015.
- [170] Abacus v6.6. Simulia, Rising Sun Mills, 166 Valley Street, Providence, RI 02909
- [171] HKS (2006). “Getting Started with ABAQUS”
- [172] R. halimi, *Contrôle des matériaux composites par ultrasons*, Mémoire de magister de l'Université de Blida, 2010.

- [173] D. Royer, E. Dieulesaint, Ondes élastique dans les solides, Tome 1 : propagation libre et guidée, Paris Masson, 1996
- [174] A. Viktorov, « Rayleigh and Lamb waves », ed . Plenum Press, New York (1970)
- [175] Cawley P, The rapid non-destructive inspection of large composite structures. Composites 1994;25(5):351–7.
- [176] K. S. Tan, N. Guo, B. S. Wong and C. G. Tui, Comparison of Lamb waves and pulse echo in detection of nearsurface defects in laminate plates, NDT&E International, Vol. 28, No. 4, pp. 215-223, 1995
- [177] M. Al-Waily, Experimental and numerical vibration study of woven reinforcement composite laminated plate with delamination effect, International Journal of Mechanical Engineering, Vol. 2, Issue 5, Nov 2013, 1-18
- [178] M. Shariati Nia, K. Torabi and M. Heidari-Rarani, “Free vibration analysis of a composite beam with single delamination, An improved free and constrained model” Engineering Solid Mechanics, Vol. 2, pp.18, 2014.
- [179] R.Sultan, S Guirguiz, M Younes and E El-Soaly,” Delamination detection of composite laminates using natural frequency vibration method” Int. J. Mech. Eng. and Rob. Res., Vol.1, pp.286-296, 2012.
- [180] Zou Y, Tong L, Steven GP. Vibration-based model-dependent damage (delamination) identification and health monitoring for composite structures: a review. J Sound Vib 2000; 230:357–78.
- [181] Tracy, J.J. and G.C. Pardoen, Effect of delamination on the natural frequencies of composite laminates. Journal of Composite Materials, 1988. 23: p. 1200-1216.
- [182] R. Halimi, B. Bezzazi, A. Badidibouda, M. Djelloul. Abbou, O. Mimouni, "Study and analysis of mechanical and viscoelastic behavior in flexure of laminated composites, "International journal of material research, Volume 107, No.1, page 78-87, 2016.
- [183] Halimi R., Bezzazi B., Badidibouda A., Satour A.,Aribi C “Inspection of laminated composite materials by two ultrasonic techniques.” *Journal of Materials, Processes and Environment* ISSN: 2335-1020 Vol. 01 (2013), pp. 05-08.

Annexes

Annexes 1 : Résultats de mesure

Tableau A1.1. Comparaison entre les résultats d'essai mécanique de traction et ultrasonores

Stratifiés	Essai	E ₁ (GPa)	E ₂ (GPa)	ν_{12}	G ₁₂ (GPa)
UDLS1	Traction	46.54	4.27	0.31	4.85
	Ultrasons par contact	50.25	4.75	0.26	5.15
	Ecart (%)	7.38	9.14	16.12	5.82
UDLS2	Traction	39.15	38.24	0.29	-
	Ultrasons par contact	41.67	40.28	0.32	4.53
	Ecart (%)	6.04	5.06	9.37	-
PCLS	Traction	26.36	25.13	0.27	-
	Ultrasons par contact	23.85	23.52	0.36	3.16
	Ecart (%)	9.51	6.40	25.01	-
PGLS	Traction	15.73	13.65	0.18	-
	Ultrasons par contact	16.85	15.25	0.23	3.87
	Ecart (%)	6.45	10.49	21.73	-
TKLS	Traction	10.66	11.21	0.31	-
	Ultrasons par contact	11.36	10.01	0.25	1.61
	Ecart (%)	6.16	10.79	19.35	-
PCLE	Traction	35.65	33.22	0.36	-
	Ultrasons par contact	32.52	32.02	0.39	3.10
	Ecart (%)	8.70	3.67	12.19	-
HLE1	Traction	31.32	29.45	0.35	-
	Ultrasons par contact	29.65	27.32	0.28	2.96
	Ecart (%)	5.43	7.14	20.01	-
HLE2	Traction	27.28	25.32	0.28	-
	Ultrasons par contact	24.38	24.01	0.32	2.58
	Ecart (%)	10.63	5.17	12.51	-
HLE3	Traction	25.79	24.56	0.31	-
	Ultrasons par contact	23.56	22.31	0.36	3.13
	Ecart (%)	8.64	9.16	13.88	-
SGLE	Traction	17.39	16.79	0.16	-
	Ultrasons par contact	15.63	14.95	0.13	3.36
	Ecart (%)	10.12	10.47	18.75	-

Tableau A1.2 : Comparaison entre les fréquences propres expérimentales et numériques

Stratifiés	Mode	Plaque encastree-encastree				Plaque encastree-libre			
		Mode 1	Mode 2	Mode 3	Mode 4	Mode 1	Mode 2	Mode 3	Mode 4
UDLS1	Expérimental	298.3	869.6	1153.6	1671.9	256.5	741.3	1063.5	1325.1
	Numérique	297.5	819.3	1086.2	1604.9	262.8	769.1	1103.2	1413.4
	Ecart %	0.27	5.78	5.84	4.01	2.39	3.62	3.59	6.22
UDLS2	Expérimental	249.2	632.1	1024.5	1393.5	226.4	608.7	938.6	1252.3
	Numérique	265.1	665.2	998.6	1318.8	218.5	636.4	985.3	1326.1
	Ecart %	5.99	4.96	2.52	5.38	3.53	4.41	4.77	5.56
PCLS	Expérimental	240.9	603.3	959.1	1353.7	218.6	589.4	905.5	1223.5
	Numérique	231.6	572.4	895.5	1285.7	207.5	610.2	886.2	1158.1
	Ecart %	3.75	5.14	6.67	5.02	5.04	3.41	2.13	5.34
PGLS	Expérimental	142.2	403.0	879.9	1175.5	114.1	354.6	736.2	1118.2
	Numérique	150.6	425.5	936.1	1255.8	107.9	367.3	775.3	1189.1
	Ecart %	5.33	5.17	6.08	6.37	6.14	3.45	5.03	5.97
TKLS	Expérimental	144.0	407.5	850.3	1180.2	111.6	341.5	721.3	1092.3
	Numérique	138.4	420.5	911.3	1108.9	105.7	364.2	756.4	1132.5
	Ecart %	4.16	3.09	6.69	6.04	5.41	6.31	4.62	3.55
PCLE	Expérimental	181.6	507.3	681.1	1081.1	161.0	423.8	577.9	909.5
	Numérique	172.8	486.9	712.5	1158.7	152.7	451.7	612.5	962.1
	Ecart %	4.97	4.02	4.40	6.69	5.59	6.20	5.64	5.46
HLE1	Expérimental	175.3	473.9	641.4	1052.1	149.0	391.5	553.7	883.4
	Numérique	182.1	503.4	680.1	998.8	143.6	412.1	593.4	942.3
	Ecart %	3.84	5.96	5.73	5.06	4.08	5.09	6.74	6.26
HLE2	Expérimental	157.9	435.3	595.7	1002.1	146.7	375.1	530.2	862.5
	Numérique	148.3	411.2	624.8	1061.2	151.8	399.4	509.2	925.7
	Ecart %	5.73	5.51	4.65	5.56	3.35	6.01	3.96	6.82
HLE3	Expérimental	148.3	405.8	538.1	1008.0	112.6	344.7	511.3	819.4
	Numérique	154.2	432.1	563.4	1052.7	105.1	362.5	548.7	862.2
	Ecart %	3.82	6.25	4.44	4.24	6.66	4.97	6.75	4.98
SGLE	Expérimental	134.7	375.3	532.6	853.9	102.2	308.7	505.1	792.5
	Numérique	139.2	355.4	571.3	896.3	99.7	324.2	534.8	825.4
	Ecart %	3.59	5.33	6.83	4.73	2.44	4.93	5.43	3.98

Annexe 2 : Résolution des équations de vibrations transverses

2.1. Équations de mouvement des stratifiés orthotropes

2.1.1. Stratifié orthotrope dans ses axes

Dans le cas de stratifiés orthotrope, soumis à une charge transverse q , les relations fondamentales du mouvement s'écrivent :

$$A_{11} \frac{\partial^2 u_0}{\partial x^2} + A_{66} \frac{\partial^2 u_0}{\partial y^2} + (A_{12} + A_{66}) \frac{\partial^2 v_0}{\partial x \partial y} = \rho_s \frac{\partial^2 u_0}{\partial t^2}, \quad (\text{A2.1})$$

$$(A_{12} + A_{66}) \frac{\partial^2 u_0}{\partial x \partial y} + A_{66} \frac{\partial^2 v_0}{\partial x^2} + A_{22} \frac{\partial^2 v_0}{\partial y^2} = \rho_s \frac{\partial^2 v_0}{\partial t^2}, \quad (\text{A2.2})$$

$$D_{11} \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^4} + 2(D_{12} + 2D_{66}) \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^2 \partial y^2} + D_{22} \frac{\partial^4 w_0}{\partial y^4} = q - \rho_s \frac{\partial^2 w_0}{\partial t^2}, \quad (\text{A2.3})$$

2.1.2. Stratifié orthotrope hors axes

Dans le cas d'un stratifié orthotrope hors axes, les équations de mouvement (A2.1) à (A2.3) sont alors modifiées suivant :

$$A_{11} \frac{\partial^2 u_0}{\partial x^2} + 2A_{16} \frac{\partial^2 u_0}{\partial x \partial y} + A_{66} \frac{\partial^2 u_0}{\partial y^2} + A_{16} \frac{\partial^2 v_0}{\partial x^2} + (A_{12} + A_{66}) \frac{\partial^2 v_0}{\partial x \partial y} + A_{26} \frac{\partial^2 v_0}{\partial y^2} = \rho_s \frac{\partial^2 u_0}{\partial t^2}, \quad (\text{A2.4})$$

$$A_{16} \frac{\partial^2 u_0}{\partial x^2} + (A_{12} + A_{66}) \frac{\partial^2 u_0}{\partial x \partial y} + A_{26} \frac{\partial^2 u_0}{\partial y^2} + A_{66} \frac{\partial^2 v_0}{\partial x^2} + 2A_{26} \frac{\partial^2 v_0}{\partial x \partial y} + A_{22} \frac{\partial^2 v_0}{\partial y^2} = \rho_s \frac{\partial^2 v_0}{\partial t^2} \quad (\text{A2.5})$$

$$D_{11} \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^4} + 4D_{16} \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^3 \partial y} + 2(D_{12} + 2D_{66}) \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^2 \partial y^2} + D_{22} \frac{\partial^4 w_0}{\partial y^4} + 4D_{26} \frac{\partial^4 w_0}{\partial x \partial y^3} = q - \rho_s \frac{\partial^2 w_0}{\partial t^2} \quad (\text{A2.6})$$

2.2. Vibrations en flexion d'un stratifié orthotrope

2.2.1. Équation des vibrations transverses d'une plaque orthotrope

Les équations du mouvement transverse (A2.3) et (A2.6) sont découplées des équations de mouvement en membrane. Dans le cas où le stratifié n'est soumis à aucune charge transverse, l'équation du mouvement transverse (A2.6) s'écrit :

$$D_{11} \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^4} + 4D_{16} \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^3 \partial y} + 2(D_{12} + 2D_{66}) \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^2 \partial y^2} + 4D_{26} \frac{\partial^4 w_0}{\partial x \partial y^3} + D_{22} \frac{\partial^4 w_0}{\partial y^4} - \rho_s \omega^2 w_0 = 0 \quad (\text{A2.7})$$

Dans le cas d'un stratifié orthotrope dont les directions principales sont confondues avec les axes de référence (x,y,z), l'équation (A2.7) se réduit à :

$$D_{11} \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^4} + 2(D_{12} + 2D_{66}) \frac{\partial^4 w_0}{\partial x^2 \partial y^2} + D_{22} \frac{\partial^4 w_0}{\partial y^4} - \rho_s \omega^2 w_0 = 0. \quad (\text{A2.8})$$

2.2.2. Résolution des équations de vibrations transverses

La méthode de Rayleigh-Ritz consiste à rechercher le déplacement transverse sous la forme d'une double série suivant :

$$w_0(x, y) = \sum_{m=1}^M \sum_{n=1}^N A_{mn} X_m(x) Y_n(y) \quad (\text{A2.9})$$

Les fonctions $X_m(x)$ et $Y_n(y)$ sont des fonctions admissibles, vérifiant les conditions essentielles aux frontières, imposées sur les côtés de la plaque. Les conditions aux frontières correspondent donc aux conditions sur les déplacements et rotations imposés aux cotés de la plaque. Les coefficients A_{mn} sont ensuite déterminés par les conditions de stationnarité de la fonction énergie :

$$\frac{\partial}{\partial A_{mn}} [\tilde{U}_{d \max} - \tilde{E}_{c \max}] = 0, \quad \begin{matrix} m = 1, 2, \dots, M, \\ n = 1, 2, \dots, N, \end{matrix} \quad (\text{A2.10})$$

Où $\tilde{U}_{d \max} - \tilde{E}_{c \max}$ est l'énergie maximale. Les conditions (A2.10) conduisent ainsi à un système de $M \times N$ équations linéaires homogènes qui peut être exprimé sous la forme :

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N \left\{ D_{11} I_{mi}^{22} J_{nj}^{00} + \left[D_{12} \left(I_{mi}^{20} J_{nj}^{02} + I_{mi}^{02} J_{nj}^{20} \right) + 4D_{66} I_{mi}^{11} J_{nj}^{11} \right] R^2 \right. \\ \left. + 2D_{16} \left(I_{mi}^{12} J_{nj}^{10} + I_{mi}^{21} J_{nj}^{01} \right) R + 2D_{26} \left(I_{mi}^{10} J_{nj}^{12} + I_{mi}^{01} J_{nj}^{21} \right) R^3 \right. \\ \left. + D_{22} I_{mi}^{00} J_{nj}^{22} R^4 - \rho_S a^4 \omega^2 I_{mi}^{00} J_{nj}^{00} \right\} A_{ij} = 0, \end{aligned} \quad (\text{A2.11})$$

où R est le rapport longueur sur largeur de la plaque $R = a/b$.

La résolution du système (A2.11) consiste à choisir les fonctions admissibles $X_m(x)$ et $Y_n(y)$. Ce système obtenu est un système d'équations linéaires homogènes qui peut être explicité suivant une formulation à deux indices de la forme :

$$\sum_{k=1}^{M \times N} (a_{kl} - \Omega^2 b_{kl}) A_l = 0 \quad (\text{A2.12})$$

Le système d'équations linéaires (A2.12) peut être résolu comme un problème aux valeurs propres et aux vecteurs propres, dont les valeurs propres sont les carrés des fréquences propres des vibrations transverses, et dont les vecteurs propres déterminent les modes propres de vibrations. La formulation du problème peut alors se mettre sous la forme matricielle :

$$(\mathbf{a} - \Omega^2 \mathbf{b}) \mathbf{A} = 0 \quad (\text{A2.13})$$

où $\mathbf{a}$ et $\mathbf{b}$ sont les matrices carrées d'éléments respectifs a_{kl} et b_{kl} , et $\mathbf{A}$ est la matrice colonne des vecteurs propres.

Liste des publications et communication

Publication internationale

1. **R. Halimi**, B. Bezzazi, A. Badidibouda, M. Djelloul. Abbou, O. Mimouni, "Study and analysis of mechanical and viscoelastic behavior in flexure of laminated composites, " *International journal of material research*, Volume 107, No.1, page 78-87, 2016.

Publication nationale

2-**Halimi R.**, Bezzazi B., Badidibouda A., Satour A., Aribi C "Inspection of laminated composite materials by two ultrasonic techniques." *Journal of Materials, Processes and Environment* ISSN: 2335-1020 Vol. 01 (2013), pp. 05-08.
<http://www.urmpe.dz/journal/archives>

Communication Internationale

3. **R. Halimi**, B. Bezzazi, C. Aribi, A. Badidibouda, "Dynamic mechanical analysis and fatigue behavior of hybrid composite laminates reinforced with glass/carbon fiber", International Symposium on Aircraft Materials - ACMA 2014, Marrakech – Moroc ,

4- C. Aribi , B. Bezzazi, **R. Halimi**, A. Irekti, H. Arbaoui "Study of static and dynamic behavior of laminates based on epoxy resins cured by different hardeners" International Symposium on Aircraft Materials - ACMA 2014, Marrakech - Moroc.

5. **R. Halimi**, A. Satour, A. Badidibouda, B. Bezzazi « Detection de défauts dans des matériaux composites sandwich à l'aide d'ondes de Lamb » International symposium on aircraft materials ACMA 2012, , Fez, Morocco, 2012

6. A. Satour, F. Boubenider, **R. Halimi**, A. Badidibouda "Guided Wave Sensitivity for De-Bond Defects in Aluminum Skin-Honeycomb Core" "Proceeding of World Academy of Science, Engineering and Technology", 81 (Rome 2013), pp 1039-1042.

Communication nationale

6- **R. Halimi**, B. Bezzazi, A. Badidibouda, C. Aribi, T. Bendriss, "Mechanical properties of hybrid composite laminates reinforced with carbon and glass fibers" Séminaire National sur les Matériaux, Procédés et Environnement, SNMPE'2014, Université de Boumerdès

7- C. Aribi , A.Irekti, **R. Halimi**, B.Bezzazi, " Etude des stratifiés à base de résines époxydes réticulées par différents durcisseurs" Séminaire National sur les Matériaux, Procédés et Environnement, SNMPE'2014, du 11 au 12 Mai 2014, Université de Boumerdès

8. **R. Halimi**, B. Bezzazi, A.Badidibouda, C. Aribi, « damage evaluation in composite laminate by the use of ultrasonic lamb wave, 3eme conférence internationale sur soudage, CND et les Industries et des Matériaux et Alliages IC-WNTD-MI 12,26-28 Novembre **2012**