

N° d'ordre : 607

50376  
1990  
357

# THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES  
DE LILLE FLANDRES ARTOIS



pour l'obtention d'un

DOCTORAT

Spécialité Science des Matériaux

par

Michèle HERBEAUX-MOURIN

Ingénieur EUDIL

ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'INTERFACE  
SUR LE COMPORTEMENT A LONG TERME  
DE TUBES EN COMPOSITES VERRE/EPOXY  
SOU MIS A UNE PRESSION INTERNE

Soutenue le 8 Novembre 1990

Membres du jury:   Président:   M. F. RIETSCH  
                          Rapporteurs  Mme M. GUIGON  
  M. J. VERDU  
                          Examineur   M. J. PABIOT

Laboratoire d'accueil :  
DEPARTEMENT TECHNOLOGIE DES POLYMERES ET COMPOSITES  
de l'Ecole des Mines de Douai

Directeurs de Thèse:  
F. RIETSCH, Professeur à l'Université de Lille - EUDIL  
J. PABIOT, Responsable du laboratoire d'accueil



A la demande des sociétés qui ont soutenu cette étude, ce document doit rester strictement confidentiel.

Toute diffusion sera soumise à l'accord préalable de J. PABIOT, Responsable du Département Technologie des Polymères et Composites de l'Ecole des Mines de DOUAI.

J. PABIOT

*Ce travail a été effectué au Laboratoire "Technologie des Polymères et Composites" de l'Ecole des Mines de Douai sous la codirection de Messieurs J. Pabiot, responsable du laboratoire d'accueil, et F. Rietsch, professeur à l'Université de Lille I - EUDIL, à qui je tiens à exprimer ma reconnaissance pour l'encadrement qu'ils m'ont apporté.*

*Je suis sensible à l'intérêt que Madame M. Guigon, maître de conférences à l'Université de Technologie de Compiègne et Monsieur J. Verdu, professeur à l'E.N.S.A.M. Paris, ont porté à ce travail en acceptant d'être rapporteur de ce mémoire.*

*Je tiens à remercier Mme Guigon et M. Benzeggagh de la "Division Polymères et Composites" de l'U.T.C. pour m'avoir accueillie quelques jours au sein de leur laboratoire et permis de réaliser les essais de propagation de fissures.*

*Je remercie également les Sociétés Vétrotex Saint-Gobain, Shell-Hollande et Wavin Repox-Hollande pour la fourniture des fibres de verre, de la résine et la réalisation des tubes.*

*Je suis également reconnaissante envers le personnel du département T.P.C. de l'Ecole des Mines de Douai pour l'aide et les conseils qu'il m'a apportés.*

*Enfin, un grand merci à Christian, mon époux, qui a contribué à la réalisation pratique de ce manuscrit.*

## SOMMAIRE

### I - INTRODUCTION

### II - PRESENTATION DU SUJET - BIBLIOGRAPHIE

#### II-1 Spécificités des matériaux composites

#### II-2 Mécanique des stratifiés

##### II-2-1 Théorie des plaques

##### *II-2-1-1 Propriétés élastiques d'une couche unidirectionnelle*

##### *II-2-1-2 Cas de multicouche*

##### II-2-2 Cas du tube en pression

#### II-3 Les tubes

##### II-3-1 Conception des tubes

##### II-3-2 Comportement des tubes en pression

#### II-4 Importance de l'interface fibre/matrice

##### II-4-1 Caractérisation de l'adhésion/matrice

##### *II-4-1-1 Mesure de l'IFSS*

##### *II-4-1-2 Mesure de l'ILSS*

##### *II-4-1-3 Mesure viscoélastique*

##### II-4-2 Paramètres influant sur l'adhésion fibre/matrice

#### II-5 Vieillissement des matériaux composites

##### II-5-1 Corrosion sous tension

##### II-5-2 Vieillissement hygrothermique

##### *II-5-2-1 Vieillissement chimique - Hydrolyse*

##### *II-5-2-2 Vieillissement physique*

#### II-6 Justification de l'étude

### III - MATERIAUX ET STRUCTURES

#### III-1 Nature et caractéristiques des matériaux

##### III-1-1 La résine époxy

##### *III-1-1-1 Mise en oeuvre de la résine*

##### *III-1-1-2 Caractéristiques physiques et mécaniques de la résine*

##### III-1-2 Les fibres de verre

##### *III-1-2-1 Ensimage des fibres de verre*

##### *III-1-2-2 Caractéristiques mécaniques des fibres de verre*

##### *III-1-2-3 Les fibres de verre utilisées dans cette étude*

### III-2 Mise en oeuvre et structure des tubes

III-2-1 Mise en oeuvre

III-2-2 Structure des tubes

### III-3 Mise en oeuvre des plaques unidirectionnelles

## IV - TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### IV-1 Caractérisation de l'interface sur les éprouvettes unidirectionnelles

IV-1-1 Essais mécaniques

*IV-1-1-1 Délaminage en flexion trois points*

*IV-1-1-2 Traction*

IV-1-2 Mécanique de la rupture : essai en mode I d'ouverture

*IV-1-2-1 Introduction*

*IV-1-2-2 Dispositif expérimental et éprouvettes*

*IV-1-2-3 Dépouillement des résultats*

IV-1-3 Spectroscopie mécanique

*IV-1-3-1 Principe de la méthode*

*IV-1-3-2 Dispositif utilisé*

### IV-2 Caractérisation des tubes

IV-2-1 L'essai monotone

IV-2-2 L'essai de chargements répétés progressifs

IV-2-3 L'essai de fatigue dynamique

IV-2-4 L'essai de fluage

IV-2-5 La méthode de détection du perlage

IV-2-6 La mesure des déformations et des pressions

## V - RESULTATS EXPERIMENTAUX

### V-I Caractérisations sur éprouvettes plates

V-1-1 Essai de délaminage en flexion trois points

*V-1-1-1 Caractéristique de cisaillement*

*V-1-1-2 Observation des faciès de rupture*

V-1-2 Essai de traction

V-1-3 Propagation de fissures en mode I d'ouverture

*V-1-3-1 Détermination des énergies de rupture*

*V-1-3-2 Observation des faciès de rupture*

V-1-4 Mesures viscoélastiques

### V-2 Caractérisations des tubes en pression

V-2-1 Comportement monotone des tubes

- V-2-1-1 *Critère de perlage*
- V-2-1-2 *Critère de 1er endommagement*
- V-2-1-3 *Mécanisme d'endommagement et de perlage*
- V-2-2 *Comportement sous chargements répétés progressifs (UEWS)*
- V-2-3 *Comportement en fatigue*
  - V-2-3-1 *Détermination des courbes de Wöhler*
  - V-2-3-2 *Evolution des déformations en fonction des cycles*
- V-2-4 *Comportement en fluage*
  - V-2-4-1 *Courbe de durée de vie du matériau 2-Vétrotex 5139 direct*
  - V-2-4-2 *Lois de fluage - Déformations-Temps-Pression*
- V-2-5 *Analyse fractographique de l'endommagement*
  - V-2-5-1 *Préparation des échantillons*
  - V-2-5-2 *Observations visuelles de l'extérieur des tubes*
  - V-2-5-3 *Observations microscopiques*

## VI - DISCUSSION - INTERPRETATION

- VI-1 Classification des matériaux selon les critères choisis
- VI-2 Comparaison des comportements en fatigue et en fluage du matériau 2
- VI-3 Prévision du comportement à long terme à partir d'un essai à court terme
- VI-4 Influence de la diffusion de l'eau sur le comportement à long terme des tubes
  - VI-4-1 *Détermination de la cinétique d'absorption d'eau du matériau 2*
  - VI-4-2 *Courbe de diffusion*
- VI-5 Mécanismes d'endommagement et de rupture
  - VI-5-1 *Quantification de l'endommagement*
    - VI-5-1-1 *Méthode utilisée*
    - VI-5-1-2 *Résultats*

## VII - CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

CHAPITRE I :  
INTRODUCTION

Les matériaux composites constitués d'une matrice polymère renforcée par des fibres continues possèdent des propriétés physiques et mécaniques très attractives. En particulier, ces matériaux présentent un haut module élastique et une résistance comparable aux matériaux traditionnels.

L'utilisation des matériaux composites verre/résine dans la réalisation de canalisations connaît actuellement un développement important dans de nombreux secteurs d'activités, notamment dans les industries pétrolière et chimique et dans le bâtiment. L'intérêt de ce type de canalisation réside essentiellement dans une bonne tenue à la corrosion ainsi que dans la légèreté des structures fabriquées. Cependant, on dénote de la part des utilisateurs potentiels de ce type de structures une certaine réticence à leur emploi dont l'origine est attribuée à une méconnaissance de certaines propriétés telles que leur tenue à long terme sous sollicitations mécaniques. De fait, dans tous les domaines d'application des matériaux composites, la prévision d'une durée de vie minimale est importante.

Le but de cette étude est donc de fournir des éléments sur le vieillissement en pression interne de plusieurs types de tubes composites verre/époxy de même structure mais dont la différence réside dans la nature de l'interface fibre/matrice. Bien que les propriétés de tels matériaux dépendent principalement de celles des constituants que sont la fibre et la matrice, il est maintenant largement admis que la qualité de l'interface fibre/matrice joue un rôle essentiel dans la définition des propriétés finales de ce type de matériaux.

Dans le chapitre II, après un bref rappel de la théorie des stratifiés, nous exposons les difficultés inhérentes à la conception de canalisations notamment la prise en compte de facteurs tels que l'interface fibre/matrice pour laquelle nous rappelons les principaux tests de caractérisation et le vieillissement. Ceci justifie l'intérêt de cette étude puisque peu de résultats ont été répertoriés dans la bibliographie concernant ces deux points en particulier.

Le chapitre III est consacré à la description des matériaux et structures caractérisés.

Dans le chapitre IV, nous présentons les différentes techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation de l'interface sur les matériaux plans unidirectionnels ainsi que les moyens lourds mis à notre disposition pour l'étude du comportement des tubes en pression interne croissante, cyclique, et constante.

Les résultats sont présentés dans le chapitre V et discutés au chapitre VI. Le chapitre VII conclue sur l'ensemble de l'étude.

**CHAPITRE II :**  
**PRESENTATION DU SUJET**  
**BIBLIOGRAPHIE**

## II-1 Spécificités des matériaux composites

Un matériau composite est défini comme l'association judicieuse de différents matériaux afin d'obtenir un nouveau matériau possédant des propriétés qu'aucun des constituants de base ne possédaient individuellement. Généralement, les matériaux composites sont constitués de deux composants :

un renfort qui se présente généralement sous forme de fibres, dont le rôle est de conférer au composite ses bonnes propriétés mécaniques

une matrice dont le rôle est de lier chaque partie du renfort et d'assurer le transfert des charges entre les fibres.

Du fait même de sa constitution, un matériau composite apparaît donc comme hétérogène et anisotrope.

L'arrangement des fibres au sein de la matrice dépend des propriétés finales recherchées pour une application donnée. Il existe de nombreuses techniques de mise en oeuvre: superposition de couches unidirectionnelles ou de tissus préimprégnés de résine, bobinage par enroulement filamentaire, ... Ces différentes techniques permettent la fabrication de matériaux dont les propriétés mécaniques sont comparables à celles des matériaux traditionnels pour un poids réduit. Ce dernier point est en fait un des principaux intérêts de l'emploi de matériaux composites.

## II-2 Mécanique des stratifiés

### II-2-1 La théorie des plaques

Cette théorie permet de calculer à partir des caractéristiques élastiques d'une couche unidirectionnelle (monocouche), celles du stratifié (multicouche), de déterminer les champs de contrainte et de déformation dans chacune des couches ainsi que le comportement global du stratifié.

### II-2-1-1 Propriétés élastiques d'une couche unidirectionnelle

Nous rappelons ici les principaux résultats, le détail des calculs ayant fait l'objet de nombreuses publications [1-2]. Les hypothèses principales sur lesquelles repose le calcul sont les suivantes :

- la monocouche est homogène et présente un comportement élastique orthotrope
- la monocouche est soumise à un régime de contrainte plane
- les déformations restent faibles
- l'interface fibre / matrice est parfaite

La figure II-1 représente le système de coordonnées utilisé dans le calcul. Il s'agit d'un repère d'orthotropie lié aux fibres.

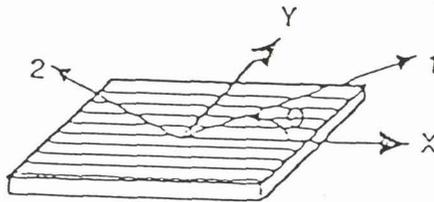


Figure II-1 : Repère d'orthotropie lié aux fibres

Dans ce repère, les relations contraintes - déformations peuvent s'écrire sous forme matricielle :

$$\sigma_i = Q_{ij} \epsilon_j \quad , \quad \epsilon_i = S_{ij} \sigma_j \quad (i,j = 1 \text{ à } 6)$$

$Q_{ij}$  est la matrice de compliance

$S_{ij}$  est la matrice de souplesse

Ces deux matrices sont liées par la relation :

$$Q_{ij} = S_{ij}^{-1}$$

Pour un matériau orthotrope c'est-à-dire possédant trois plans de symétrie orthogonaux, les matrices  $Q_{ij}$  et  $S_{ij}$  se réduisent à 9 termes indépendants et s'écrivent :

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \tau_{xy} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & Q_{13} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & Q_{22} & Q_{23} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & Q_{23} & Q_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & Q_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & Q_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_z \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \end{bmatrix}$$

ou encore :

$$\begin{bmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_z \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{22} & S_{23} & 0 & 0 & 0 \\ S_{13} & S_{23} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \tau_{xy} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \end{bmatrix}$$

Dans le cas d'un état de contrainte plane, ces relations s'écrivent dans le repère (X,Y) lié aux fibres (figure II-1):

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \begin{bmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & 0 \\ S_{12} & S_{22} & 0 \\ 0 & 0 & S_{66} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{bmatrix}$$

et dans le repère de chargement (1,2)

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \tau_{12} \end{bmatrix} = [\Pi] \cdot \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \cdot [\Pi]^t \cdot \begin{bmatrix} \epsilon_1 \\ \epsilon_2 \\ \gamma_{12} \end{bmatrix}$$

où T est la matrice de passage du repère (X,Y) au repère (1,2)

$$[\Pi] = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & 2 \cos \theta \cdot \sin \theta \\ \sin^2 \theta & \cos^2 \theta & -2 \cos \theta \cdot \sin \theta \\ -\cos \theta \cdot \sin \theta & \cos \theta \cdot \sin \theta & \cos^2 \theta - \sin^2 \theta \end{bmatrix}$$

Les termes  $Q_{ij}$  se définissent par :

$$Q_{11} = \frac{E_x}{1 - \nu_{xy} \nu_{yx}} \quad Q_{22} = \frac{E_y}{1 - \nu_{xy} \nu_{yx}}$$

$$Q_{12} = \frac{\nu_{yx} E_x}{1 - \nu_{xy} \nu_{yx}} \quad Q_{66} = G_{xy}$$

Où  $E_x$  est le module d'Young longitudinal,  $E_y$  le module d'Young transversal,  $\nu_{xy}$  le coefficient de Poisson principal et  $G_{xy}$  le module de cisaillement.

La détermination des constantes élastiques  $E_x, \nu_{xy}$  s'obtient par la loi des mélanges et  $E_y, G_{xy}$  à partir des formules de Puck valables uniquement dans le cas de la fibre de verre

$$E_x = V_f E_f + (1 - V_f) E_r \quad E_y = \frac{E_r}{(1 - \nu_r)^2} \frac{1 + 0,85 V_f^2}{(1 - V_f)^{1,25} + \frac{E_r V_f}{E_f} \frac{1}{1 - \nu_r^2}}$$

$$\nu_{xy} = V_f \nu_f + (1 - V_f) \nu_r \quad G_{xy} = G_r \frac{1 + 0,6 V_f^{0,5}}{(1 - V_f)^{1,25} + V_f \frac{G_r}{G_f}}$$

$E_f, E_r$ : modules d'Young de la fibre et de la résine  
 $\nu_f, \nu_r$ : coefficients de Poisson de la fibre et de la résine  
 $G_f, G_r$ : modules de cisaillement  
 $V_f$ : taux de fibres en volume

### II.2.1.2 Cas du multicouche

Un multicouche est un empilement de monocouches. On supposera que :

- l'épaisseur du stratifié est faible, chaque section plane reste plane après chargement

- chaque couche a un comportement élastique linéaire
- les déplacements sont faibles
- les déformations sont faibles
- l'état de contrainte est plan

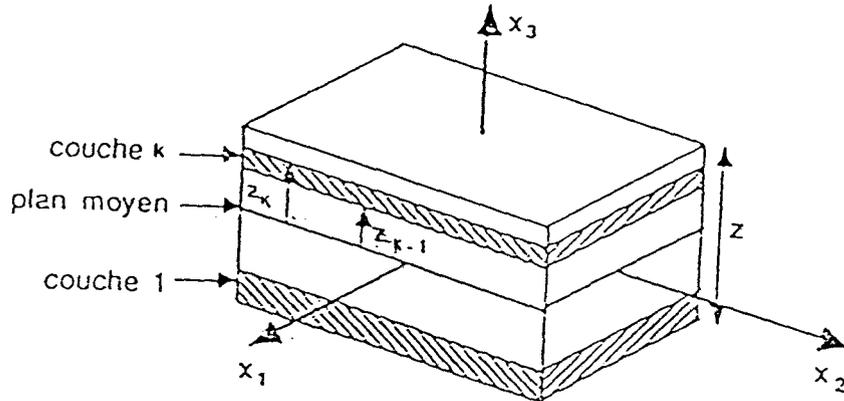


Figure II-2 : Schéma d'un stratifié à N couches

Les contraintes dans un pli donné du composite s'écrivent dans le repère du stratifié :

$$[\sigma] = [Q]_k \cdot [\epsilon^o] + z [Q] \cdot [K]$$

$[\epsilon^o]$ : matrice des déformations du plan moyen

$[K]$ : matrice des courbures du plan moyen

On définit les forces et les moments résultants par unité de largeur dans le stratifié comme :

$$[N] = \sum_{k=1}^n \int_{z_{k-1}}^{z_k} \{ [Q] [\epsilon^o] + [Q] [K] z \} dz$$

$$[M] = \sum_{k=1}^n \int_{z_{k-1}}^{z_k} \{ [Q] [\epsilon^o] z + [Q] [K] z^2 \} dz$$

soit encore :

$$\begin{bmatrix} N \\ M \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & | & B \\ \hline B & | & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon^* \\ K \end{bmatrix}$$

$$[A] = \sum_{k=1}^n [Q]_k (z_k - z_{k-1})$$

$$[B] = \frac{1}{2} \sum_{k=1}^n [Q]_k (z_k^2 - z_{k-1}^2)$$

$$[D] = \frac{1}{3} \sum_{k=1}^n [Q]_k (z_k^3 - z_{k-1}^3)$$

où [A] : matrice des rigidités en membrane  
 [B] : matrice des rigidités de couplage membrane-flexion  
 [D] : matrice des rigidités de flexion

Le tableau II-1 ci-dessous donne les simplifications possibles qui peuvent être faites en fonction des éléments de symétrie du stratifié

	stratifié non équilibré	stratifié équilibré
symétrie plan milieu	$A_{ij} \neq 0$ $D_{ij} \neq 0$ $B_{ij} = 0$	$B_{ij} = 0$ $A_{16} = A_{26} = 0$ $D_{ij} \neq 0$
antisymétrie plan milieu		$B_{ij} = 0$ $B_{16} \neq 0$ $B_{26} \neq 0$ $A_{16} = A_{26} = 0$ $D_{16} = D_{26} = 0$
pas de symétrie	pas de simplifi- cation	$A_{16} = A_{26} = 0$

Tableau II-1 : Simplifications introduites par les éléments de symétrie du stratifié

On obtient alors :

$$\begin{bmatrix} N_x \\ N_\phi \\ 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A_{11} & A_{12} & A_{16} \\ A_{12} & A_{22} & A_{26} \\ A_{26} & A_{16} & A_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_\phi \\ \gamma_{x\phi} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} B_{11} & B_{12} & B_{16} \\ B_{12} & B_{22} & B_{26} \\ B_{16} & B_{26} & B_{66} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} k_x \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}$$

Les tubes réalisés par enroulement filamentaire présentent une structure antisymétrique équilibrée, donc (tableau II-1) :

$$\begin{aligned} B_{ij} &= 0 \text{ sauf } B_{16} \text{ et } B_{26} \\ A_{16} &= A_{26} = 0 \end{aligned}$$

On retiendra comme formulation

$$\begin{cases} N_x = A_{11} \varepsilon_x + A_{12} \varepsilon_\phi = \frac{\rho r}{2} \\ N_\phi = A_{12} \varepsilon_x + A_{22} \varepsilon_\phi = \rho r \end{cases}$$

soit en contraintes

$$\begin{cases} \sigma_x = \frac{\rho r}{2e} \\ \sigma_\phi = \frac{\rho r}{e} \end{cases}$$

### II-3 Les tubes

Les tubes renforcés verre / résine thermodurcissable et plus particulièrement ceux réalisés par enroulement filamentaire, connaissent à l'heure actuelle un développement dans les secteurs où le transport de fluides plus ou moins chauds et sous pression présente de nombreux problèmes. Parmi ces problèmes, celui lié à la corrosion reste difficile à résoudre notamment dans le cas des matériaux métalliques. Ceci explique en partie l'essor que connaissent les matériaux composites dans ce domaine, toutefois ces matériaux présentent d'autres qualités telles que :

- de bonnes performances mécaniques
- une résistance chimique améliorée
- une légèreté
- un faible taux de fluage par rapport aux thermoplastiques

Cependant, la technologie des composites est actuellement limitée à un domaine d'utilisation en basse et moyenne pression et à des températures n'excédant que très rarement 100°C.

Le comportement aux sollicitations de pression diffère considérablement de celui des matériaux métalliques classiques; en effet, l'effet de la pression interne sur la structure composite s'accompagne bien avant l'éclatement mécanique proprement dit, d'une microfissuration de la résine qui se traduit par une perte d'étanchéité du tube appelée «perlage». Ceci constitue le critère de ruine du tube qui est généralement adopté dans l'industrie. Néanmoins, ce critère reste relativement grossier car en réalité, la structure est endommagée bien avant l'apparition du phénomène de perlage.

### II-3-1 Conception des tubes

L'application de la théorie des stratifiés fournit une bonne approximation des composantes de la matrice de rigidité à partir des caractéristiques élastiques, elles-mêmes calculées, des couches élémentaires unidirectionnelles et de leur orientation (paragraphe II-2). De même, il est possible, à partir des charges extérieures, de calculer les contraintes normales et les contraintes de cisaillement induites dans une couche et d'appliquer les critères de rupture pour apprécier la charge maximale que peut supporter le tube dans le domaine linéaire pour des chargements instantanés.

Toutefois, le comportement à long terme est difficile à prévoir. Afin de tenir compte dans les calculs des principaux paramètres de vieillissement, on utilise l'artifice des coefficients d'affaiblissement caractéristiques des principaux facteurs d'influence (fluage, fatigue, température, mise en oeuvre, environnement, entailles, ...). Ces coefficients viennent pondérer le coefficient de sécurité relié aux pressions d'éclatement à court terme de la structure. Les coefficients d'affaiblissement dépendent de multiples facteurs qui sont fonction de la structure du matériau, de la technologie, des charges appliquées et de l'environnement. Ces facteurs peuvent être par exemple :

- la nature chimique et le caractère viscoélastique de la résine
- l'hétérogénéité et l'anisotropie résultant de la technologie de transformation
- l'interface fibre / résine
- les conditions de transformation : température et humidité ambiante, équitension des fibres, cycle thermique de cuisson,...
- la complexité et le niveau des charges appliquées

- le temps de service
- l'environnement chimique
- la température

### II-3-2 Comportement des tubes en pression

Des études ont été développées dans le but de déterminer le comportement des tubes en composite soumis à une pression interne sous différentes conditions de chargement biaxial [4-6]. Lors de leur utilisation, les tubes sont soumis à des états de contrainte complexes. Trois méthodes d'essais en pression ont été envisagées afin de reproduire au mieux les conditions réelles d'utilisation [7]. Les différents types d'essais sont les suivants (figure II-4):

- le type 1 : les extrémités du tube sont encastrées mais fixes de telle sorte que  $\epsilon_{axiale} = 0$
- le type 2 : les extrémités du tube sont encastrées mais libres si bien que  $\sigma_{circonférentielle} = 2 \sigma_{axiale}$  (pression avec effet de fond)
- le type 3 : les extrémités sont libres sur un embout fixe, on a alors :  $\sigma_{axiale} = 0$  (pression sans effet de fond)

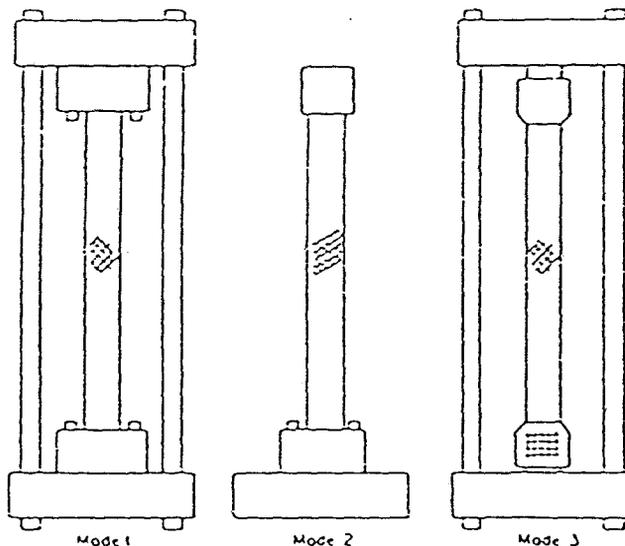


Figure II-4 : Schémas des trois modes d'essais en pression interne

Un nombre important d'aspect de la rupture de tubes réalisés par enroulement filamentaire a été dénombré au moyen des procédures d'essais de type 2.

Schwencke et Steveninck [8] ont été les premiers à introduire le

concept de contrainte élastique ultime de paroi ( Ultimate Elastic Wall Stress U.E.W.S.), correspondant à la limite inférieure de la contrainte circonférentielle au dessous de laquelle le tube se comporte de manière élastique réversible. Cette valeur est déterminée en mesurant les déformations axiales et circonférentielles pour une allure de chargement bien définie avec cyclage et paliers permettant le fluage de la résine. Ainsi, ces auteurs ont montré que pour un système verre / époxy Epikote 828/DDM, l'UEWS est d'environ 105 MPa pour un tube bobiné à 50° contenant environ 75% en poids de fibres de verre (soit 58% en volume). et pour le système verre / polyester, l'UEWS est de 70MPa pour un tube de même structure (figure II-5).

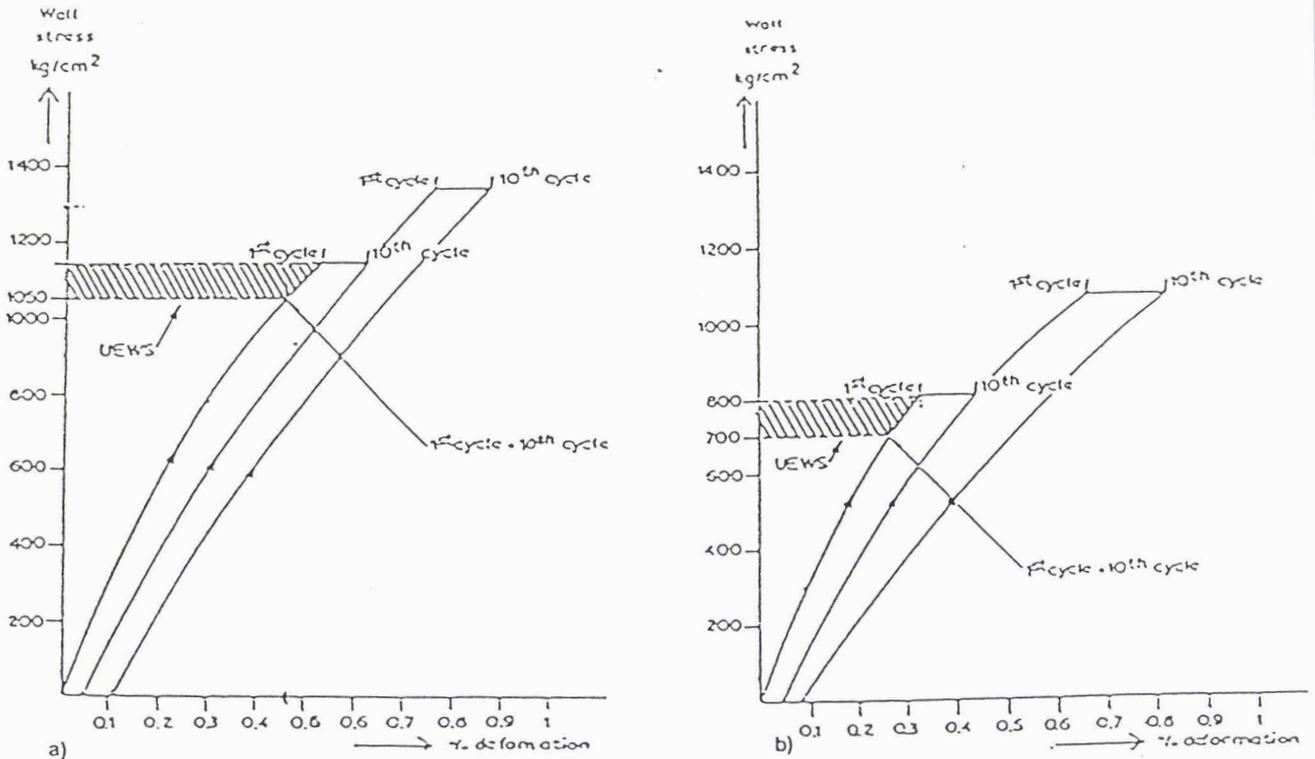


Figure II-5 : Détermination de l'U.E.W.S. dans le cas des systèmes  
 a- Verre / Epoxy  
 b- Verre / Polyester

Schwencke et Steveninck ont attribué la déformation irréversible à l'apparition de délaminage et ils ont proposé une contrainte admissible d'utilisation comprise entre 50 et 70% de l'UEWS. De plus ils ont noté que l'enroulement à 54°55' conduit à la contrainte élastique ultime de paroi la plus élevée.

Bax [9] a complété ce travail par la mesure des contraintes au perlage

et à l'éclatement, sur des tubes identiques à l'étude précédente et pour des essais à court terme ou de fluage. Il a montré que le perlage apparaît à une contrainte circonférentielle de 180 MPa pour des essais à court terme. Cette contrainte chute à une valeur de 140 MPa pour une durée d'essai de  $10^3$  heures. Les contraintes d'éclatement correspondantes sont de 600 MPa et de 450 MPa. De cette étude, il ressort que le niveau de déformation au perlage dépend fortement de la résine et de la structure du tube (angle de bobinage) (figure II-6).

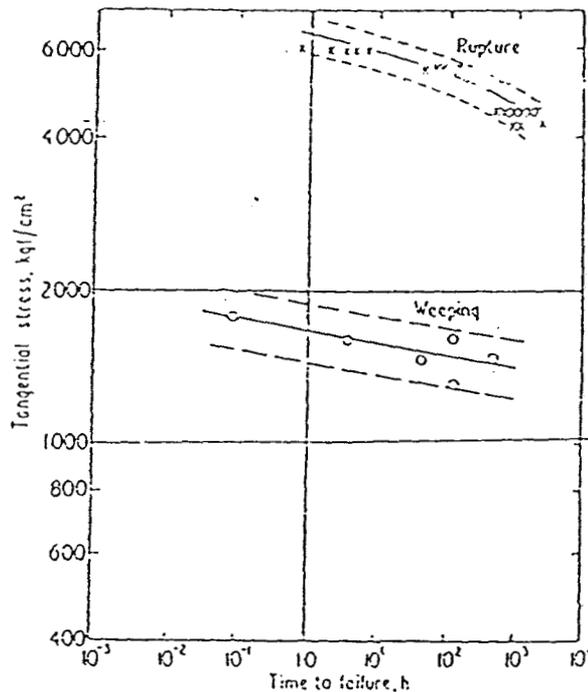


Figure II-6 : Courbe contrainte - temps dans le cas d'un essai de fluage à court terme (d'après [9])

Les effets des propriétés de la résine ont été étudiés par Mieras [10] par une série d'essais réalisés pour différents systèmes époxy et polyester. Il a observé l'apparition d'un «coude» sur les courbes contrainte / déformation axiale pour un niveau de contrainte circonférentielle de l'ordre de l'UEWS. L'apparition de ce «coude» a été attribuée à la rupture de la résine (figure II-7).

Hull et Spencer [11] ont également étudié l'influence de l'angle de bobinage sur la rupture de tube verre / polyester et du type de sollicitation (types 2 et 3). Ils ont confirmé les observations rapportées par Mieras. Le perlage est associé à une fissuration transverse de la matrice et à la rupture de l'interface fibre / matrice. Pour les essais de type 2, l'angle de  $54^{\circ}55'$  conduit aux valeurs maximales des contraintes axiales et circonférentielles

à la non-linéarité et au perlage. D'autre part, pour les essais de type 3, la résistance à la rupture augmente progressivement avec l'angle de bobinage. La résine se cisaille et la rupture est associée à l'éclatement du tube.

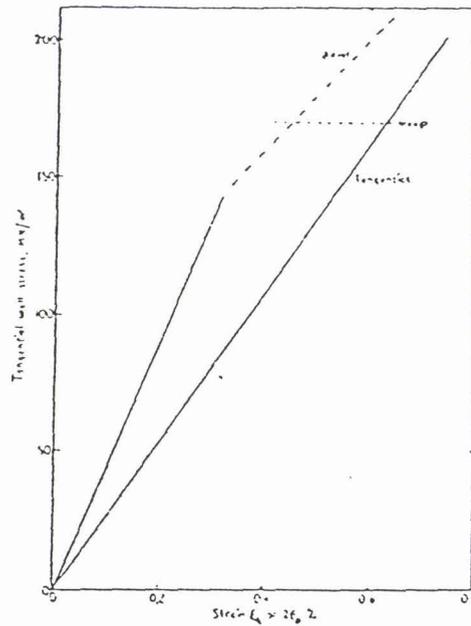


Figure II-7 : Courbe contrainte - déformation obtenue dans le cas d'un essai d'éclatement. Noter l'apparition du coude sur la courbe.

Legg et Hull [12] ont montré d'autre part que la résistance au perlage de tubes bobinés à  $54^{\circ}55'$  testés dans des conditions telles que  $\sigma_{\text{circonférentielle}} = 2\sigma_{\text{axiale}}$  augmente avec la flexibilité de la résine. Ce phénomène est dû à l'évolution des déformations à la rupture de la couche constitutive, de la forme et de la distribution des microfissures.

Lenain et Bunsell [13] ont montré que l'angle d'enroulement et la structure des tubes jouent un rôle important sur leur durée de vie en pression interne cyclique. Des structures donnant des pressions de perlage identiques lors d'essais monotones ne donnent pas nécessairement les mêmes caractéristiques en fatigue. Les sollicitations cycliques conduisent à un endommagement progressif du composite et peuvent entraîner des ruptures à des contraintes relativement faibles. La figure II-8 présente les courbes de durée de vie statique (fluage) et dynamique pour des tubes verre / epoxy soumis à une pression interne [14]. On remarque sur ces courbes que fatigues statique et dynamique se traduisent par des lois de comportement différentes.

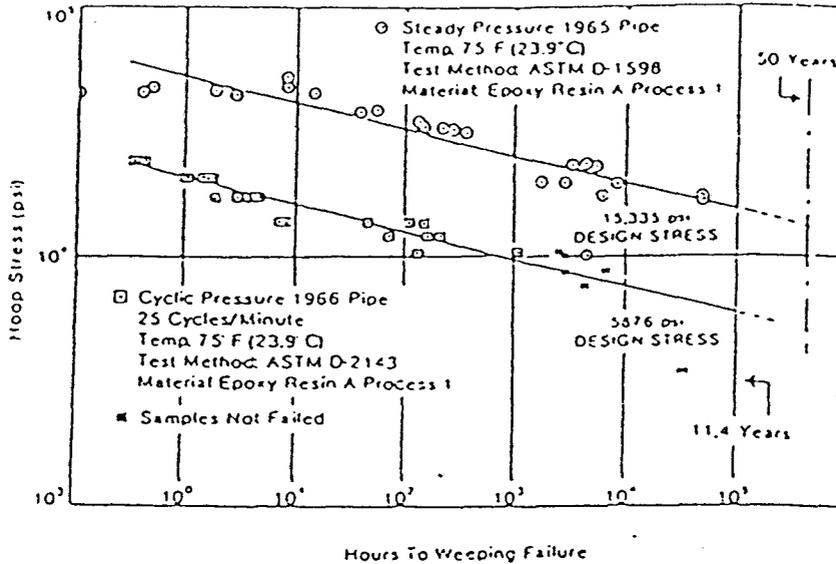


Figure II-8 : Courbes de durée de vie statique et dynamique dans le cas de tubes Verre / Epoxy soumis à une pression interne.

Toutes ces études ont permis de mettre en évidence l'influence de l'angle d'enroulement, de la résine et du type de sollicitation sur le comportement en pression interne de tubes en composite verre / résine thermodurcissable. Cependant, il faut garder à l'esprit que l'interface fibre / matrice influe également sur les propriétés finales du matériau composite.

## II-4 Importance de l'interface fibre /matrice

Les propriétés finales des matériaux composites dépendent essentiellement des propriétés intrinsèques des deux constituants, la fibre et la matrice, mais aussi de l'interface fibre / matrice. En effet, c'est au niveau de cette interface que les contraintes apparaissent lors de l'application d'une charge sur la structure. Ce phénomène, appelé transfert de charge de la fibre vers la matrice, a été modélisé par de nombreux auteurs [15-16]. A l'origine de ces études, Cox a analysé le profil de contrainte en traction et en cisaillement le long d'une fibre courte en supposant un état idéal d'adhésion et d'élasticité de la fibre et de la matrice. Il a ainsi mis en évidence l'existence d'une longueur critique de fibre,  $L_c$ , qui correspond à la longueur minimale nécessaire pour obtenir une contrainte maximale en traction dans la fibre. La figure II-9 illustre la distribution des contraintes dans une fibre de longueur  $L$  soumise à une sollicitation en traction.

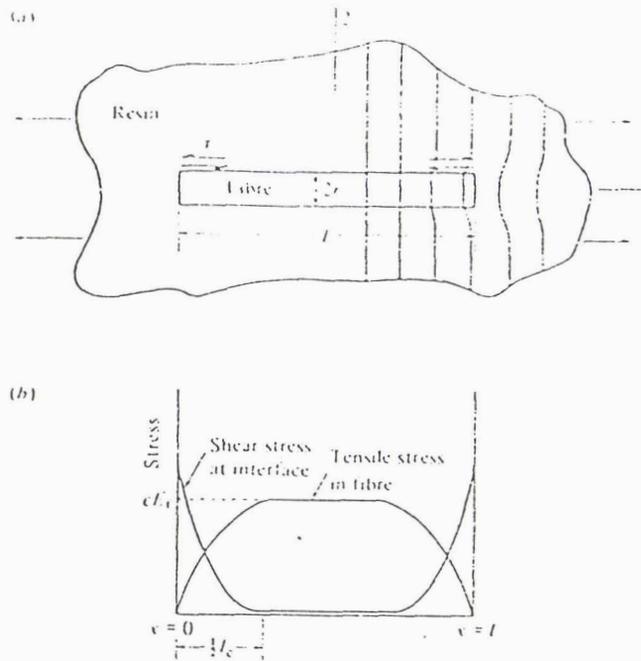


Figure II-9 : Distribution des contraintes dans une fibre en traction

La longueur critique  $L_c$  se définit de la manière suivante

$$L_c = \frac{\sigma_f \cdot r}{\tau_m}$$

où  $\sigma_f$  est la contrainte à la rupture de la fibre,  $r$  le rayon de la fibre et  $\tau_m$  la contrainte de cisaillement de la matrice.

L'apparition de contraintes à l'interface peut également être due à la différence entre les coefficients de dilatation thermique de la fibre et de la matrice, lors de la mise en oeuvre du composite. A titre d'exemple, pour une fibre de verre E, le coefficient de dilatation thermique est de  $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  alors qu'il est de  $50 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour une résine époxy. De plus, l'interface peut constituer un site privilégié d'absorption et de réactions chimiques.

Ces différents phénomènes peuvent modifier de manière sensible les propriétés finales du matériau. Pour améliorer l'adhésion fibre / matrice, des traitements de surface des fibres ont été développés. Ainsi dans le cas des fibres de verre, celles-ci sont recouvertes d'un ensimage (dépôt de polymères) contenant notamment des agents de couplage tels que des silanes qui créent des liaisons covalentes entre la fibre et la matrice.

## II-4-1 Caractérisation de l'adhésion fibre / matrice

De nombreux tests ont été développés dans le but de déterminer directement l'adhésion fibre/matrice. Au cours de ces tests, deux caractéristiques mécaniques de l'interface sont mesurées:

- la résistance interfaciale au cisaillement IFSS (Interfacial Shear Strength) qui caractérise la désolidarisation de la fibre et de la matrice. Cette mesure est réalisée sur des composites à fibre unique
- la résistance interlaminaire au cisaillement ILSS (Interlaminar Shear Strength) relative au délaminage

### II-4-1-1 Mesure de l'IFSS

Il existe quatre principales méthodes de détermination de la résistance interfaciale pour lesquelles les échantillons utilisés sont tels que la fibre se trouve parallèle à la direction de sollicitation. Ces méthodes sont les suivantes:

- les essais de compression sur échantillons trapézoïdaux (diabolos) contenant une seule fibre. Ce type de test a été mis au point par Mac Garry [17] et par Broutman [18]. Il est peu utilisé en raison de la difficulté de réalisation des éprouvettes.

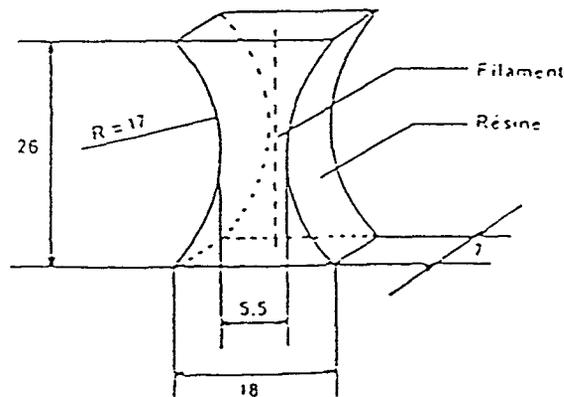


Figure II-10 : Eprouvette de Mac Garry et Broutman

- les essais de Pull-Out . Cette méthode a été très développée durant ces dernières années [19-21] Cet essai qui consiste à extraire une fibre immergée dans la matrice permet de déterminer non seulement l'IFSS mais également l'énergie de rupture à la décohésion et au cours de la phase de friction. Cette technique nécessite un grand nombre d'échantillons en raison du faible taux de réussite de ce type d'essai [21].

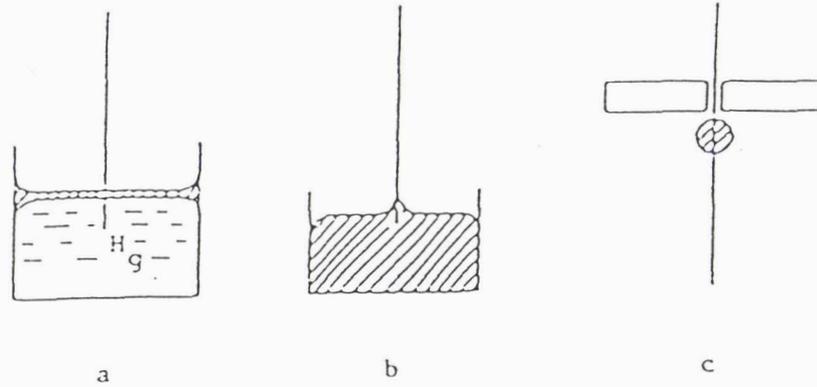


Figure II-11 : Différentes éprouvettes de Pull Out

- essais de fragmentation. Ce test développé par Fraser et Di Benedetto [22] permet de calculer la contrainte moyenne de cisaillement à l'interface correspondant au maximum de transfert de charge entre fibre et matrice. Il consiste en un essai de traction réalisé sur une éprouvette de résine contenant une fibre. Après la première rupture la fibre est de nouveau chargée. L'essai de fragmentation est réalisé par rupture successive de la fibre jusqu'à ce que les longueurs des fragments soient telles que le chargement à la rupture ne soit plus possible; c'est-à-dire inférieures à la longueur critique  $L_c$ .

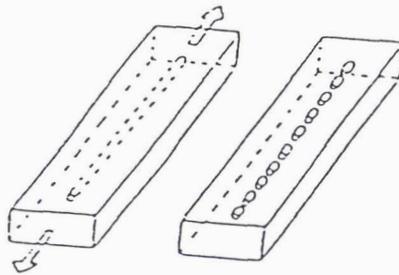


Figure II-12 : Essai de fragmentation

- essais de microindentation. Ce test a été développé par Mandell et Mac Garry [23]. Il consiste à appuyer à l'aide d'un indentateur sur le bout d'une fibre émergeant à la surface d'une section polie de composite unidirectionnel.[24]

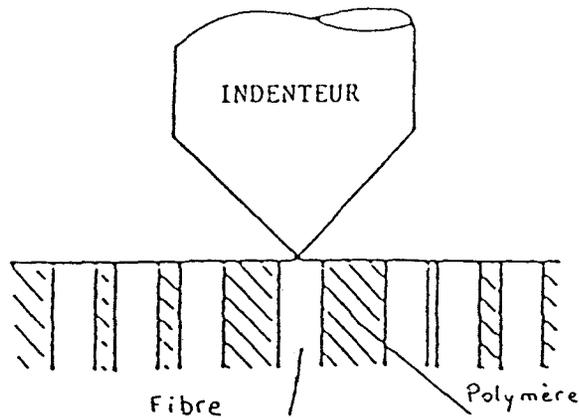


Figure II-13 : Essai de microindentation

Pour une même méthode, la comparaison des résultats obtenus ne peut se faire que si l'on a au préalable vérifié que des matériaux comparables ont été testés avec des matériels similaires. Ceci a pu être vérifié avec les essais de fragmentation et de microindentation. Ce sont des méthodes moins sensibles aux conditions expérimentales parce que la ou les fibres sont complètement enrobées dans la résine. Par contre, la comparaison des résultats obtenus à partir de l'essai de Pull-Out est moins satisfaisante étant donné que des améliorations ont été fréquemment apportées aux montages expérimentaux ainsi qu'aux méthodes de réduction des données. Les modifications du mode d'application de la contrainte engendrent une diminution ou une augmentation des valeurs moyennes en plus de la dispersion naturelle.

De plus, le test de Pull-Out ne donne qu'un résultat alors que les deux autres conduisent à une exploitation statistique des données (fragmentation de la fibre en plusieurs morceaux, microindentation sur plusieurs fibres prises individuellement dans une section polie de composite).

#### *II-4-1-2 Mesure de l'ILSS*

Cette quantité se détermine principalement par des essais de délaminage en flexion trois points avec appuis rapprochés [25]. Elle peut être également déterminée par l'intermédiaire de la mécanique de la rupture en calculant les énergies de rupture de stratifiés unidirectionnels soit en mode I soit en mode II [26-27].

### II-4-1-3 Mesure viscoélastique

Une autre technique permettant la caractérisation de la qualité de l'adhésion interfaciale est l'analyse mécanique dynamique. Elle consiste à suivre l'évolution de l'amortissement ou facteur de perte ( $\tan\delta$ ) d'un matériau en fonction de la température ou de la fréquence pour une sollicitation dynamique donnée.

Chua [28] a utilisé cette technique sur des matériaux composites unidirectionnels verre/polyester ne différant que par la nature de l'agent de couplage des fibres de verre. Il en a conclu que la variation du facteur de perte est liée à l'interphase fibre/résine. En particulier, il s'est intéressé à la valeur de  $\tan\delta$  à la température de transition vitreuse du matériau  $T_g$ . Une faible valeur de l'amortissement à cette température est à associer à une forte résistance interfaciale.

D'autres auteurs [29] ont également employé cette méthode sur des composites verre/polyamide. Ils ont montré que le comportement viscoélastique du matériau est plus sensible à la nature de l'interface lorsque les fibres sont orientées à  $30^\circ$  par rapport à l'axe de l'éprouvette pour une sollicitation de flexion dynamique. Ils ont également confirmé que la présence d'un bon agent de couplage diminue l'amplitude du facteur de perte  $\tan\delta$  à la température de transition vitreuse  $T_g$ .

### II-4-2 Paramètres influant sur l'adhésion fibre/matrice

De nombreux paramètres interviennent dans l'adhésion fibre/matrice. Les principaux sont :

- la nature de l'agent de couplage
- la quantité de revêtement de surface déposée sur les fibres
- le taux de fibres et le taux de vide contenu dans le composite
- le taux de réticulation de la résine

Leur influence a été étudiée par de nombreux auteurs. En particulier, Thomason et col [25] ont montré dans le cas de composites verre/époxy unidirectionnels que ces paramètres influent sur la résistance interlaminaire au cisaillement (ILSS). La figure II-14 représente l'évolution de cette quantité en fonction de la nature de l'agent de couplage. D'autre part, ils ont observé qu'une augmentation de 1% du taux de vide conduit à une diminution de l'ILSS de 4 à 10 MPa.

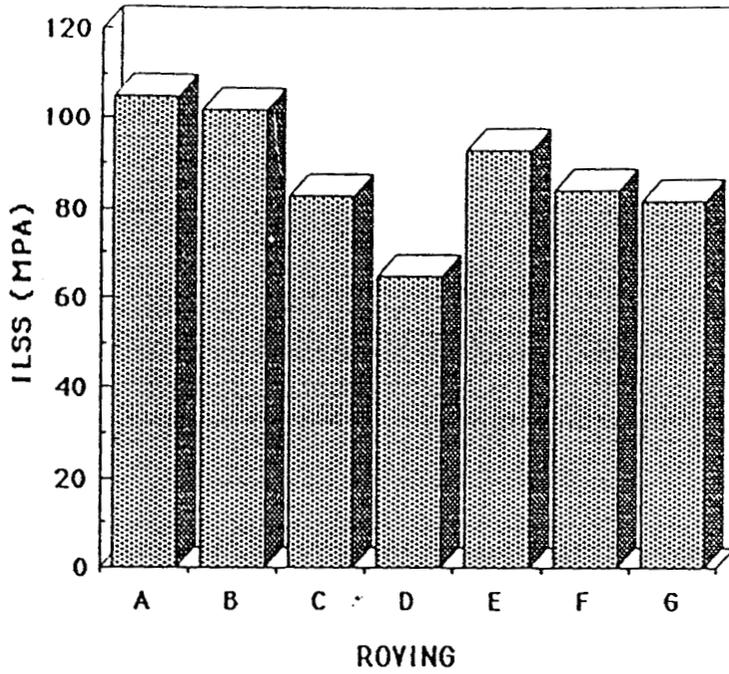


Figure II-14 : Evolution de l'ILSS en fonction du roving -  $V_{\text{vide}} = 0\%$   
matrice E828EL/E113

Chua [28] a également montré que ces paramètres influent sur la valeur de l'amortissement  $\tan \delta$  des matériaux (figure II-15).

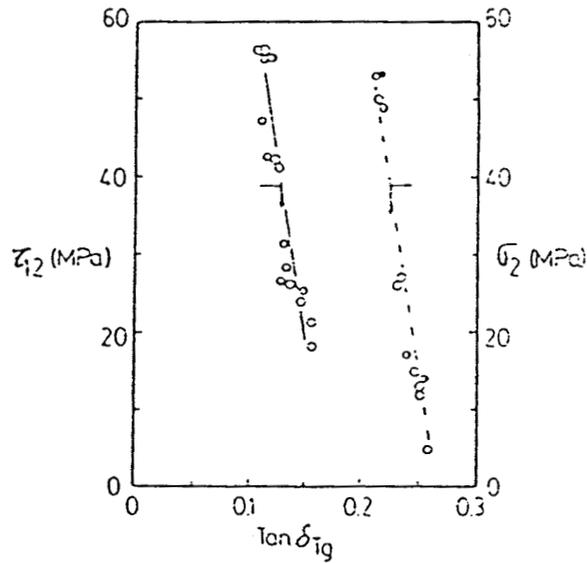


Figure II-15 : Paramètres influant sur l'adhésion fibre/matrice  
Effet sur la  $\tan \delta$   
○ Taux d'organosilane déposé  
● Diamètre des fibres, ● fraction volumique de fibres

## II-5 Vieillessement des matériaux composites

L'environnement dans lequel le composite est utilisé peut provoquer sa dégradation ou en accélérer son processus soit :

- par une perte de résistance des fibres due à la corrosion sous tension
- par une dégradation de la matrice (phénomène de gonflement, de plastification, d'hydrolyse)
- par une dégradation de l'interface fibre/matrice

### II-5-1 Corrosion sous tension

Il y a quelques années, de nombreuses ruptures de réservoirs et de tuyaux en plastiques renforcés ont été attribuées à la corrosion sous tension. Ce mode de rupture intervient quand le matériau est exposé à un milieu agressif, souvent des acides, à des niveaux de contrainte bien inférieurs aux contraintes admissibles. De nombreuses études ont été menées pour en déterminer les mécanismes de rupture [32]. Un aspect important de ces mécanismes est la dégradation et parfois la rupture brutale des fibres de verre qui intervient lorsqu'elles sont exposées à des acides avec ou sans contrainte.

Dans un composite soumis à une charge, la présence de l'environnement peut conduire à une rupture inattendue de la fibre particulièrement dans les régions fortement contraintes. Une fois la fibre cassée, la matrice qui l'entoure sera rompue si la contrainte locale est assez élevée ce qui permettra une attaque des fibres adjacentes par le milieu environnant.

Un point important des mécanismes de croissance des fissures par corrosion sous tension est l'accès du liquide au renfort. Il y a deux possibilités comme le montre la figure II-16 :

- un accès direct par l'intermédiaire des fissures situées dans la matrice figure II-16-a
- un accès indirect par diffusion du liquide au travers de la matrice figure II-16-c, la fibre est protégée par la résine car la fissuration est incomplète

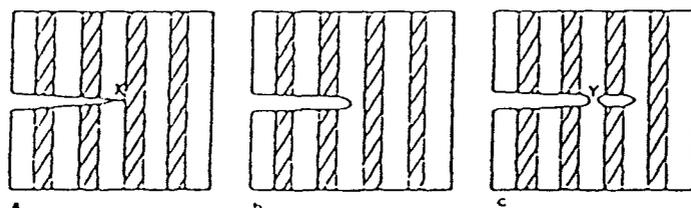


Figure II-16 : Mécanisme de propagation des fissures par corrosion sous contrainte - a) rupture de la matrice  
 - b) rupture incomplète de la matrice  
 - c) fissuration incomplète

La nature et l'étendue de la fissuration de la matrice déterminent lequel de ces deux procédés est mis en jeu. Pour sa part, la vitesse de propagation de la fissure dépend des contraintes en tête de fissure et de la rigidité de la matrice.

Hogg et Hull [33] ont mesuré les temps de rupture de sections de tubes en verre/polyester soumis à une compression, pour une gamme de résines polyester. L'augmentation de la rigidité de la matrice conduit à un accroissement de la résistance à la corrosion sous tension. Cependant, l'utilisation d'une matrice dont la déformation à la rupture est plus importante n'augmente pas la durée de vie du matériau.

## II-5-2 Vieillessement hygrothermique

Nous nous intéressons plus particulièrement à l'action de l'eau sur les plastiques renforcés [30].

Dans un milieu aqueux, les résines pures et renforcées absorbent de l'eau plus ou moins rapidement en fonction de leurs structures, de leurs morphologies, de leurs taux de réticulation. Il en résulte une action entre l'eau et le matériau qui se traduit par soit une corrosion chimique (hydrolyse) soit une corrosion physique (plastification, gonflement différentiel).

### II-5-2-1 Vieillessement chimique - hydrolyse

L'eau présente dans le polymère peut engendrer une modification du réseau macromoléculaire qui se traduit par des coupures de chaînes donc diminution du taux de réticulation entraînant une dépolymérisation et une baisse de la température de transition vitreuse. Ceci se traduit par une fragilisation du matériau.

Dans le cas des composites fibres/résine, ceci dépend surtout de la résistance chimique du couple de matériaux et de leur interface.

### *II-5-2-2 Vieillessement physique*

Le vieillissement physique est caractérisé par un transfert de masse en l'absence de toutes contraintes mécaniques. Ce transfert engendre les phénomènes de plastification.[31]

La molécule d'eau s'insère dans le réseau macromoléculaire et brisent les liaisons secondaires entre groupes polaires pour établir des liaisons préférentielles. Ceci se traduit par une augmentation de masse, une diminution de la température de transition vitreuse et sur le plan mécanique par une diminution de la rigidité et de la résistance et par une augmentation de la déformation à rupture. C'est un phénomène réversible; les propriétés du matériau après dessiccation sont donc restaurées.

La plastification s'accompagne de gonflement. Lors du processus d'absorption d'eau, à tout instant avant l'équilibre, un élément de volume donné se trouve entre un élément de volume (plus proche de la surface) ayant absorbé plus d'eau que lui-même, et un autre ayant absorbé moins d'eau. Il apparaît un gonflement différentiel.

Dans le cas des matériaux composites à renfort fibreux, ce phénomène est observé à l'interface fibre/résine. Si celle-ci n'est pas bonne, les contraintes créées peuvent entraîner l'apparition de microvides et une décohésion conduisant à une chute de la résistance interlaminaire au cisaillement.

## **II-6 Justification de l'étude**

Dans l'état actuel de nos connaissances, il n'existe pas de relations fiables permettant de prévoir le poids des paramètres cités dans ce chapitre II sur le comportement à long terme, sachant que :

- les polymères sont sensibles au temps même lorsqu'ils sont renforcés,
- des phénomènes de diffusion et de gonflement peuvent se superposer aux contraintes mécaniques et thermiques, et engendrer des ruptures brutales par des mécanismes de fissuration sous tension, même en milieu neutre tel que l'eau,

- la sensibilité à l'hydrolyse et la fragilité de la résine, la température, les hétérogénéités, les défauts d'interface, les charges biaxiales et dynamiques sont des facteurs d'accélération de l'endommagement, avec des effets de synergie qui peuvent être catastrophiques.

Sachant que fatigue statique et dynamique conduisent à des lois de comportement différentes, il peut être délicat :

- d'appliquer des résultats connus à long terme sous sollicitation uniaxiale dans le cas de sollicitation biaxiale
- de prévoir le comportement à long terme par extrapolation des résultats obtenus à moyen terme
- de juger de l'influence de l'environnement à partir d'essais d'immersion simple sans contraintes mécaniques, comme on le rencontre très souvent.

Dans ces conditions, seuls des essais à long terme sur des structures industrielles représentatives des technologies de fabrication, dans des conditions d'environnement les plus proches des conditions réelles d'utilisation, permettent d'optimiser les structures, dans leur constitution et leurs dimensions avec :

- fiabilité et sécurité
- réduction des coûts.

Nous nous sommes intéressés à la caractérisation de tubes en composites fibres de verre E / matrice époxy utilisés pour le transport d'eau. Le paramètre variable dans cette étude est l'interface fibre/résine qui dépend directement de la nature de l'ensimage des fibres de verre E.

L'objectif de ce travail est donc d'étudier l'influence de l'interface et la qualité de l'adhérence fibre/matrice sur la durée de vie de ces tubes.

Dans cette optique, nous nous proposons de déterminer les lois de comportement contraintes - déformations multidirectionnelles de ces structures soumises à une pression interne soit :

- pour un chargement monotone
- pour un chargement hybride (chargements répétés progressifs)
- pour un chargement dynamique (fatigue)
- pour un chargement statique (fluage)

et d'interpréter les endommagements et les durées de vie en fonction de l'interface.

CHAPITRE III :  
MATERIAUX ET STRUCTURES



*III-1-1-1 Mise en oeuvre de la résine*

Le mélange résine durcisseur est réalisé dans les proportions suivantes:

100 ppcr de résine DGEBA + 27 ppcr MDA

La quantité théorique X de durcisseur pour 100 grammes de résine est calculée de la manière suivante :

$$x = 100 \times \frac{\text{poids équivalent en H actifs du durcisseur}}{\text{poids équivalent d'époxy}}$$

où le poids équivalent d'époxy est la quantité de résine en grammes contenant 1 équivalent-gramme d'époxy soit 182 grammes. Le poids équivalent en Hactif du durcisseur est la masse moléculaire du durcisseur divisé par le nombre de Hactifs soit dans notre cas 49,5 grammes. Ce qui conduit à une valeur de X de 27,1 grammes.

Le tableau III-1 ci-dessous résume les conditions de mises en oeuvre de ce mélange :

conditions de mélange	55°C +5°C
Viscosité du mélange non chargé à (poises):	
23°C	60 - 90
40°C	10 - 20
60°C	2 - 3
Durée de vie en pot de 500g de mélange à:	
23°C	7 - 8 h
40°C	2,5 - 3 h
60°C	1 - 1,5 h
Cycles de durcissement	Gélification à 60-80°C + 4 h à 150°C

Tableau III-1: Conditions de mise en oeuvre de la résine Epikote 828 avec durcisseur MDA [doc. Shell].

III-1-1-2 Caractéristiques physiques et mécaniques de la résine

Le tableau ci-dessous présente quelques données physiques relatives à la résine Epikote 828 réticulée avec le MDA (d'après la fiche technique de Shell):

Température de fléchissement sous charge	150°C
Résistance en traction à 23°C	80 MPa
Résistance en flexion à 23°C	110 MPa
Module de flexion à 23°C	2600 MPa
Densité à 23°C	1,16 g/cm <sup>3</sup>

Tableau III-2 : Propriétés de la résine Epikote MDA

III-1-2 Les fibres de verre

Les fibres de verre sont obtenues à partir d'un mélange à base de silice fondue à 1500°C. Ces fibres sont fabriquées par étirage à grande vitesse (60 m/s) à travers des filières. La variation de composition du mélange conduit à l'obtention de différents types de verre. Ces résultats sont reportés dans le tableau III-3.

Constituants	Composition pondérale (%)		
	Verre E	Verre D	Verre R
Silice SiO <sub>2</sub>	53-54	73-74	60
Alumine Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14-15,5		25
Chaux CaO	20-24	0,5-0,6	9
Magnésie MgO	20-24	0,5-0,6	6
Oxyde de bore B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,5-9	22-23	-
Fluor F	0-0,7		-
Oxyde de fer Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<1	0,1-0,2	-
Oxyde de titane TiO <sub>2</sub>	<1	0,1-0,2	-
Oxyde de sodium Na <sub>2</sub> O	<1	1,3	-
Oxyde de potassium K <sub>2</sub> O	<1	1,5	-

Tableau III-3 : Composition du verre E, D, R  
(d'après VETROTEX St Gobain)

### III-1-2-1 Ensimage des fibres de verre

Les filaments issus de la filière sont inutilisables directement. En effet le verre est trop lisse pour s'agglomérer. De plus il est sensible à l'abrasion, aux frottements, à l'électricité statique ainsi qu'à l'attaque de l'eau. Pour éviter ces différents problèmes et permettre ainsi l'obtention de bonnes propriétés mécaniques, les fibres sont recouvertes d'un revêtement protecteur appelé ensimage. Cet ensimage est constitué d'agents de couplage, d'agents lubrifiants et antistatiques. Le rôle des agents de couplage est d'assurer la liaison entre la résine et la fibre de verre. D'autre part cet agent de couplage assure la protection contre l'attaque de l'eau.

Les agents de couplage les plus courants sont des silanes de structure générale [34]:

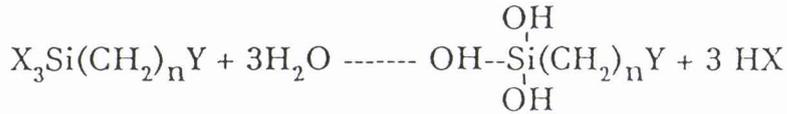


où X est un groupement hydrolysable conduisant à une liaison avec le renfort.

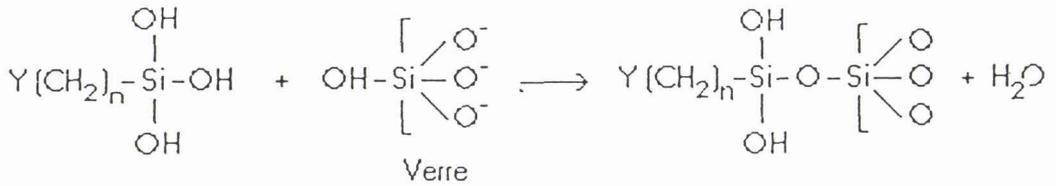
Y est un groupement fonctionnel permettant d'obtenir une liaison covalente avec la matrice.

La proportion d'agents de couplage est de 0,1 à 0,5%.

Le silane est hydrolysé en silanol par les molécules d'eau présentes à la surface du verre. Cette réaction d'hydrolyse peut être décrite de la manière suivante :



Puis une seconde réaction intervient :



Ensuite le groupement Y réagit avec la résine au cours de la polymérisation (figure III-1).

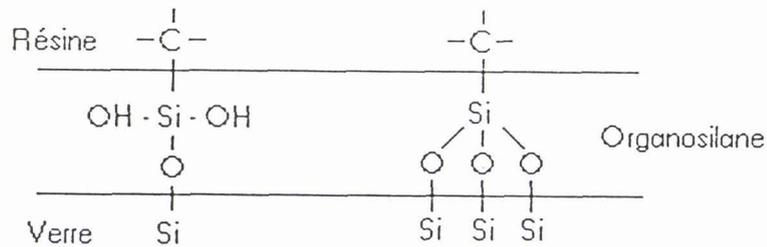


Figure III-1 : Rôle de l'agent de couplage, cas d'un organosilane

Le tableau III-4 donne quelques exemples de produits d'ensimage actuellement commercialisés.

### III-1-2-2 Caractéristiques mécaniques des fibres de verre

Le tableau III-5 présente quelques caractéristiques mécaniques des fibres de verre E et R. Ces caractéristiques sont comparées à celles des fibres de Kevlar et de carbone. Sont également reportées les caractéristiques de composites unidirectionnels fabriqués à partir de ces fibres et d'une résine époxy. On constate que les fibres de verre présentent des performances comparables à celles des fibres de carbone en ce qui concerne les contraintes à la rupture en traction et en flexion malgré un module longitudinal faible.

No.	Name	Formula	Application
1	Vinylbenzyl cationic silane	$\begin{array}{c} \text{HCl} \\   \\ \text{VB} - \text{NH} - \text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3 - \\   \\ \text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \end{array}$	All resins
2	Vinyl-tris( $\beta$ -methoxyethoxy)silane	$\text{CH}_2=\text{CHSi}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3)_3$	Unsaturated polymers
3	Vinyltriacetoxysilane	$\text{CH}_2=\text{CHSi}(\text{OOCCH}_3)_3$	Unsaturated polymers
4	$\gamma$ -Methacryloxypropyltrimethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{CH}_2=\text{C}(\text{COO})(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	Unsaturated polymers
5	$\gamma$ -Aminopropyltriethoxysilane	$\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$	Epoxyes, phenolics, nylon
6	$\gamma$ -( $\beta$ -aminoethyl)aminopropyl-trimethoxysilane	$\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	Epoxyes, phenolics, nylon
7	$\gamma$ -Glycidoxypropyltrimethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{O} \\   \\ \text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \end{array}$	Almost all resins
8	$\gamma$ -Mercaptopropyltrimethoxysilane	$\text{HSCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	Almost all resins
9	$\beta$ -(3,4-epoxycyclohexyl)-ethyl-trimethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{O} \\   \\ \text{Cyclohexane ring} - \text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3 \end{array}$	Epoxyes
10	$\gamma$ -Chloropropyltrimethoxysilane	$\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OMe})_3$	Epoxyes

\* VB =  $\text{CH}_2=\text{CH}$    $-\text{CH}_2-$

Tableau III-4 : Agents de couplage commerciaux [34]

	Caractéristiques	Unités ou symboles	Verres		Kevlar <sup>®</sup> 49	Carbone Graphite		
			E	R		Haute module	Haute résist.	
Caractéristiques sur filaments (niveau laboratoire)	Densité		2,60	2,55	1,45	1,95	1,75	
	Contrainte de rupture en traction	M Pa	3 400	4 400	3 500	2 200	2 500	
	Module d'élasticité longitudinal	$10^3$ M Pa	73	86	135	380	260	
	Allongement de rupture	%	4,5	5,2	2,5	0,6	1,0	
Caractéristiques sur composite unidirectionnel Matrice époxy (niveau industriel)	Taux volumique de renfort	%	60	60	60	60	60	
	Densité (z)		2,04	2,01	1,37	1,65	1,55	
	Module d'élasticité longitudinal ( $E_L$ )	$10^3$ M Pa	46	52	84	230	120	
	Module d'élasticité transversal	$10^3$ M Pa	10	13,6	5,6	14,4	14,3	
	Module de cisaillement	$10^3$ M Pa	4,6	4,7	2,1	4,9	4,8	
	Coefficient Poisson		0,31	0,31	0,34	0,32	0,32	
	Contrainte de rupture en traction ( $R_T$ )	M Pa	1 400	1 900	1 400	800	1 360	
	Contrainte de rupture en compression	M Pa	910	970	280	900	1 410	
	Contrainte de rupture en cisaillement	M Pa	70	70	70	70	80	
	Contrainte de rupture en flexion	M Pa	1 500	1 550	—	1 250	1 850	
	Indices relatifs de caractéristiques spécifiques	$E_L/z$		1	1,2	2,7	6,2	3,7
		$R_T/z$		1	1,4	1,5	0,7	1,3

Tableau III-5 : Comparaison technique des principaux matériaux de renforcement pour composites [35]

*III-1-2-3 Les fibres de verre utilisées dans cette étude*

Les matériaux étudiés sont constitués de fibre de verre E provenant de différents fabricants. Quatre types de fibres ont été étudiées correspondant à des agents de couplage différents. La composition exacte de l'ensimage n'est pas donnée ici. Les caractéristiques et les origines de ces fibres sont résumées dans le tableau III-6:

Série	Type de fibre	dimensions
1	OCF 346	1200 tex 17 µm
2	Vetrotex 5139 roving direct	1200 tex 17 µm
3	Vetrotex P103	1200 tex 17 µm
4	Vetrotex 5139 roving indirect	1200 tex 14 µm

Tableau III-6 : Fibres utilisées dans l'étude

Il faut noter que les séries 2 et 4 possèdent un ensimage identique spécifique à la résine époxy utilisée dans cette étude, elles diffèrent par la nature du roving. En effet, la série 2 correspond à un roving direct; c'est-à-dire que la mèche regroupant les filaments de verre est obtenue à partir d'une seule filière. Par contre, pour la série 4, la mèche est constituée d'un assemblage de quatre mèches de 300 tex. Le roving assemblé (série 4) possède des propriétés physiques moins bonnes du fait des procédés d'assemblage supplémentaires.

Le roving P103 (série 3) présente un ensimage standard compatible avec toutes les résines polyesters et époxydes.

Définition :

Tex : poids en grammes de 1000 m de fil

Roving : ensemble de filaments parallèles assemblés sans torsion intentionnelle

## III-2 Mise en oeuvre et structure des tubes

### III-2-1 Mise en oeuvre

Les tubes ont été réalisés par enroulement filamentaire hélicoidal de mèches de verre E décrites en III.1 imprégnées de résine epoxyde Epikote 828+MDA .

L'angle d'enroulement donné par rapport à l'axe de rotation du mandrin de bobinage est de 55°.

Les paramètres de mise en oeuvre sont les suivants :

- température du mandrin :  $60 \pm 5^\circ\text{C}$
- température du bain d'imprégnation :  $50 \pm 5^\circ\text{C}$
- tension du roving : 2 kg
- vitesse d'enroulement : 20 m/mn

Le diamètre intérieur des tubes est de 100 mm. Une fois bobinés, les tubes sont cuits selon le cycle suivant :

- 1,5 h à  $120 \pm 10^\circ\text{C}$
- 4 h à  $155 \pm 5^\circ\text{C}$

### III-2-2 Structure des tubes

Dans le chapitre II, nous avons vu que l'angle d'enroulement optimal dépend du mode de sollicitation imposé à la structure tubulaire et que pour un chargement donné, les mécanismes de déformation et de rupture des tubes testés en pression dépendent également de l'angle de bobinage  $\theta$  choisi.

Dans le cas d'essai en pression interne avec effet de fond, c'est-à-dire pour lequel  $\sigma_{\text{circonférentielle}} = 2^* \sigma_{\text{axiale}}$ , on montre par l'analyse du filet que  $\theta$  doit satisfaire à la condition suivante :

$$\text{tg}^2(\theta) = 2^*(\sigma_{\text{circonférentielle}}/\sigma_{\text{axiale}})$$

Cette analyse suppose que seules les fibres supportent la charge, les propriétés de transfert de charge de la résine sont négligeables.

Dans le repère d'orthotropie du matériau (1,2), cela implique que  $\sigma_2 = \tau_{12} = 0$

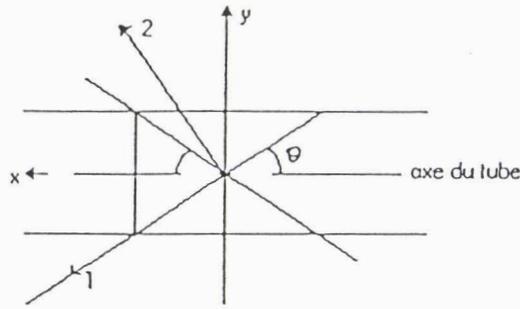


Figure III-6 : Repère d'orthotropie du matériau (1,2)

Par changement de repère on a

$$\begin{vmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \tau_{xy} \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} T \end{vmatrix} \begin{vmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \tau_{12} \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} T \end{vmatrix} \begin{vmatrix} \sigma_1 \\ 0 \\ 0 \end{vmatrix}$$

avec

$$T = \begin{vmatrix} \cos^2 \theta & \sin^2 \theta & -2\sin\theta\cos\theta \\ \sin^2 \theta & \cos^2 \theta & 2\sin\theta\cos\theta \\ \sin\theta\cos\theta & -\sin\theta\cos\theta & \cos^2\theta - \sin^2\theta \end{vmatrix}$$

d'où

$$\begin{aligned} \sigma_x &= \cos^2\theta \sigma_1 \\ \sigma_y &= \sin^2\theta \sigma_1 \\ \tau_{xy} &= \sin\theta\cos\theta \sigma_1 \end{aligned}$$

En pression interne avec effet de fond  $\sigma_y = 2^* \sigma_x$

$$2\cos^2\theta \sigma_1 = \sin^2\theta * \sigma_1$$

d'où  $\operatorname{tg}^2\theta = 2 \quad \theta = 54^\circ 74'$

Cet angle est appelé l'angle idéal.

Les tubes sont constitués de trois parties essentielles décrites sur la figure III-7. La partie interne du tube appelée liner ou gelcoat est constituée de résine époxyde Epikote 828+MDA renforcée d'un voile de verre C (30 g/m<sup>2</sup>) à 30±5% en poids de verre. Cette partie est destinée à conférer au tube sa résistance chimique et sa tenue à l'abrasion vis à vis des produits transportés. Hogg [36] a montré que les résines gelcoat retardent la fissuration sous tension en se comportant comme une

barrière au travers de laquelle les liquides doivent diffuser avant d'attaquer la partie renforcée proprement dite. L'épaisseur de cette couche est de  $0,5 \pm 0,1$  mm .

La partie renforcée calculée à partir de la théorie des stratifiés est composée de 4 aller-retour  $\pm 55^\circ$ . L'épaisseur de cette partie est de 2,4 mm environ et le taux de verre en poids est  $75 \pm 5\%$ .

La partie externe appelée topcoat est constituée d'une couche de résine pure d'épaisseur  $0,3 \pm 0,1$  mm

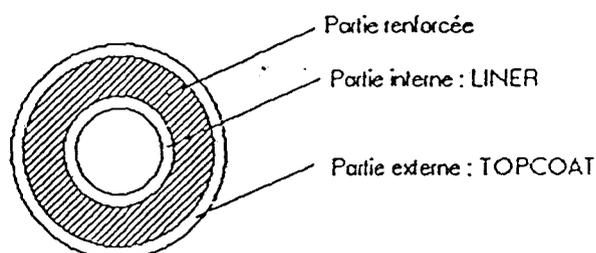


Figure III-7 : Coupe transversale d'un tube

La photo **a** montre une section perpendiculaire à l'axe du tube sur laquelle on distingue nettement les différentes parties constitutives de la structure du tube. Il faut également souligner les irrégularités d'épaisseur des couches renforcées ainsi que la porosité.

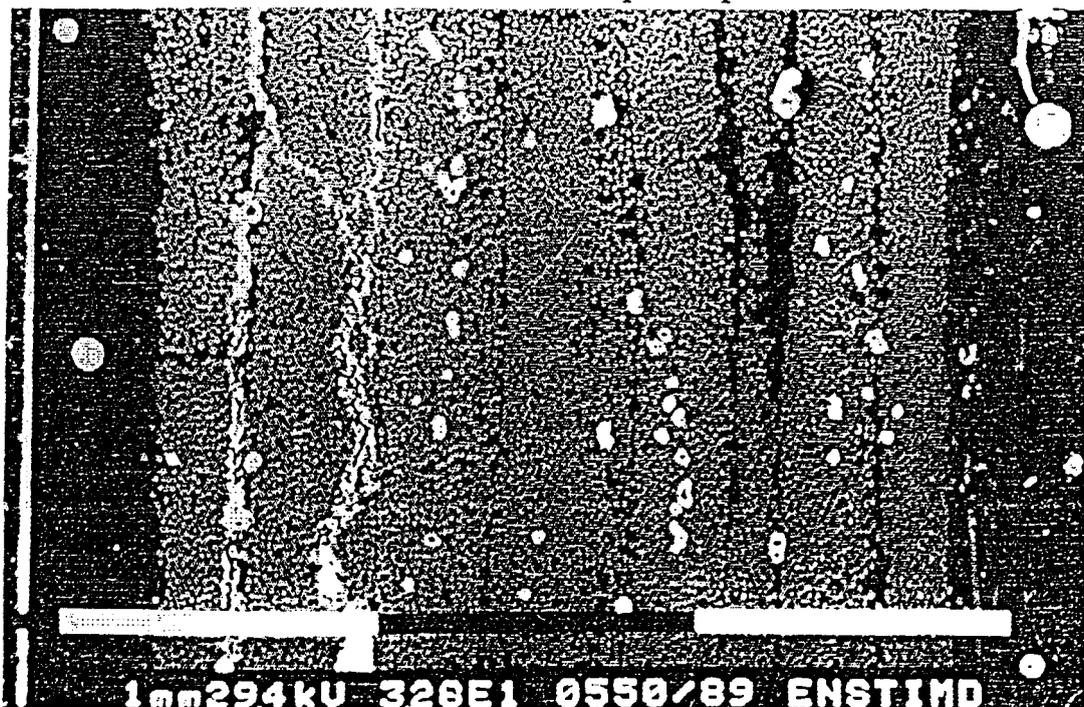


Photo **a** : Vue en microscopie électronique à balayage d'une section de tube

### III-3 Mise en oeuvre des plaques unidirectionnelles

Les plaques unidirectionnelles ont été obtenues par enroulement filamentaire à partir des différentes fibres de verre étudiées et de la résine époxy. Chaque plaque est composée de six plis à 0°. L'épaisseur moyenne du stratifié est de 3 mm pour un taux moyen de verre en masse de 68%. Dans le cas des essais de propagation de fissures (chapitre IV), un film de Tedlar PVF a été placé lors de la mise en forme à la mi-épaisseur de la plaque. La cuisson a été réalisée suivant le cycle:

2 heures à 100°C

4 heures à 150°C

CHAPITRE IV :  
TECHNIQUES EXPERIMENTALES

## IV-1 CARACTERISATION DE L'INTERFACE FIBRE /RESINE SUR LES MATERIAUX UNIDIRECTIONNELS

Nous avons caractérisé l'interface fibre/matrice des quatre matériaux à étudier et ceci à partir d'éprouvettes plates. Parmi les méthodes de mesure de l'adhésion fibre/matrice décrites dans le chapitre II-4, nous avons choisi les essais en flexion trois points avec appuis rapprochés pour la détermination de la résistance interlaminaire au cisaillement (I.L.S.S.), les essais de traction transverse, la mécanique de la rupture pour la détermination des énergies de rupture en mode I, la spectroscopie mécanique pour la caractérisation physique des matériaux.

### IV-1-1 Essai de délaminage en flexion trois points

Les éprouvettes utilisées ont été découpées dans les plaques décrites au chapitre III-3 . Les essais ont été réalisés sur une machine Instron 1185 à une vitesse de 1mm/mn. Dix éprouvettes par matériau ont été testées. Leurs dimensions sont précisées sur la figure IV-1 ainsi que la direction de sollicitation.

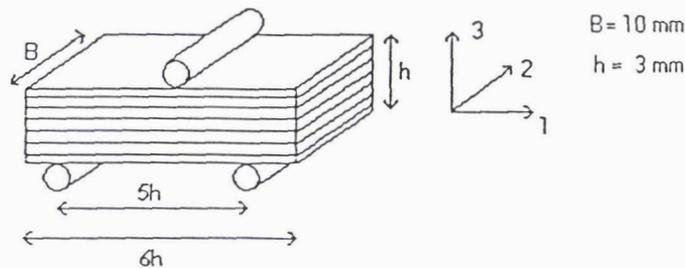


Figure IV-1 : Epreuve de flexion 3 points - Essai de délaminage

La contrainte interlaminaire au cisaillement  $\tau_{13}$  ( dans le plan de normale 3 , dans la direction 1 ) est déterminée par la formule :

$$\tau_{13} = 3F/4bh$$

La rupture se fait par séparation entre les couches , elle est située au niveau de l'axe neutre : lieu où la distribution des contraintes de cisaillement est maximale.

#### IV-1-2 Essai de traction

La caractérisation d'un matériau nécessite la connaissance des constantes élastiques  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $G_{12}$ ,  $\nu_{12}$ ,  $\nu_{21}$ , ainsi que des limites élastiques et les contraintes à la rupture en traction, compression, cisaillement.

Les éprouvettes ont été découpées au moyen d'une scie diamantée selon les dimensions suivantes (Tableau IV-1):

	Sens des fibres	sens transverse
traction	250*12mm	200*20mm

Tableau IV-1 : Dimensions des éprouvettes de traction

Ces dimensions ont été choisies en fonction des plaques dont nous disposons.

Des talons de tissu verre/époxy sont collés ( colle AV 138 M, HV 998 de Ciba Geigy ) afin d'assurer le maintien et d'éviter l'endommagement dans les mors.

Les éprouvettes sont représentées sur les figures IV-2 a-b.

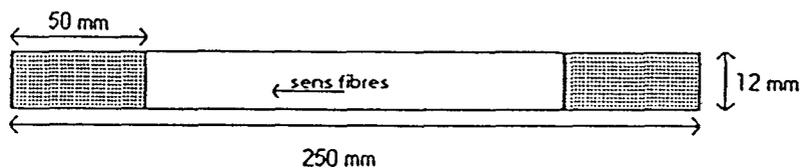


Figure IV-2 a : Epreuve de traction sens fibres

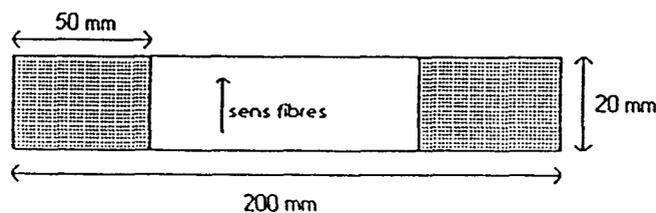


Figure IV-2 b : Epreuve de traction transverse

Les essais ont été réalisés sur une machine Zwick 1474 à une vitesse de 2 mm/mn. Les déformations sont mesurées à l'aide d'un extensomètre.

### IV-1-3 Mécanique de la rupture : essai en mode I d'ouverture

#### IV-1-3-1 Introduction

La rupture à partir de la présence d'un défaut ou d'une fissure dans un matériau fragile peut être prévue par la mécanique linéaire élastique de la rupture "MLER". Cette dernière établit une caractéristique intrinsèque du matériau représentant la résistance à la propagation brutale d'une fissure; cette résistance est appelée "ténacité".

La MLER suppose l'existence d'un défaut plan se propageant dans son plan. Un test de caractérisation de l'interface a été adapté de façon à satisfaire cette condition. Nous avons retenu l'essai en mode I d'ouverture pour lequel un défaut plan artificiel se propage dans son plan sous une sollicitation perpendiculaire à ce plan.[40]

#### IV-1-3-2 Dispositif expérimental et éprouvettes

Les matériaux testés se présentent sous forme de plaques obtenues par enroulement filamentaire. Ces plaques ont une épaisseur de 3 mm et sont constituées de 6 couches. Le pourcentage en poids moyen de fibres de verre est de 68%.

Au moment de la mise en forme des plaques, des défauts artificiels ont été placés au centre et à mi-hauteur de la plaque. Ces défauts sont constitués d'un film de Tedlar PVF.

La découpe des éprouvettes dans la plaque est décrite sur la figure IV-3. On remarque sur cette figure que la découpe conduit à l'obtention d'éprouvettes de type double poutre encadrée qui possèdent des longueurs de défaut initial,  $a_0$ , différentes.

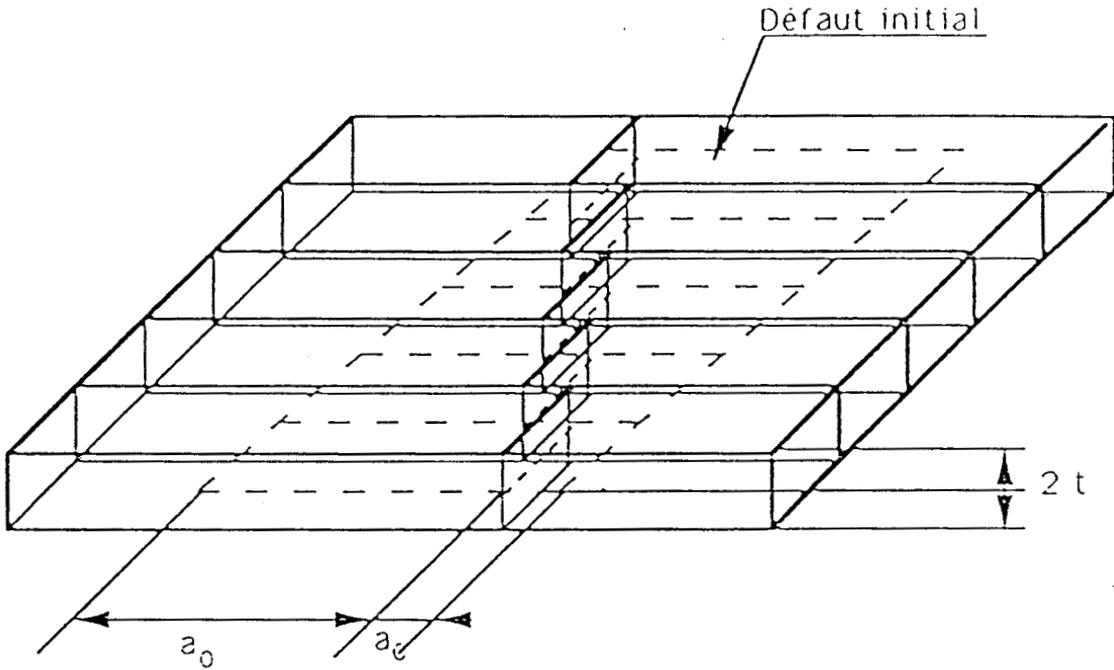


Figure IV-3 : Plan de découpe des éprouvettes de mode I

Une sollicitation d'ouverture de ce type d'éprouvette est réalisée à l'aide d'une machine de déformation Instron 1115 opérant à vitesse de déplacement de traverse constante de 2 mm/mn. Pour permettre cette sollicitation, deux charnières sont placées au niveau de l'ouverture comme le montre la figure IV-4.

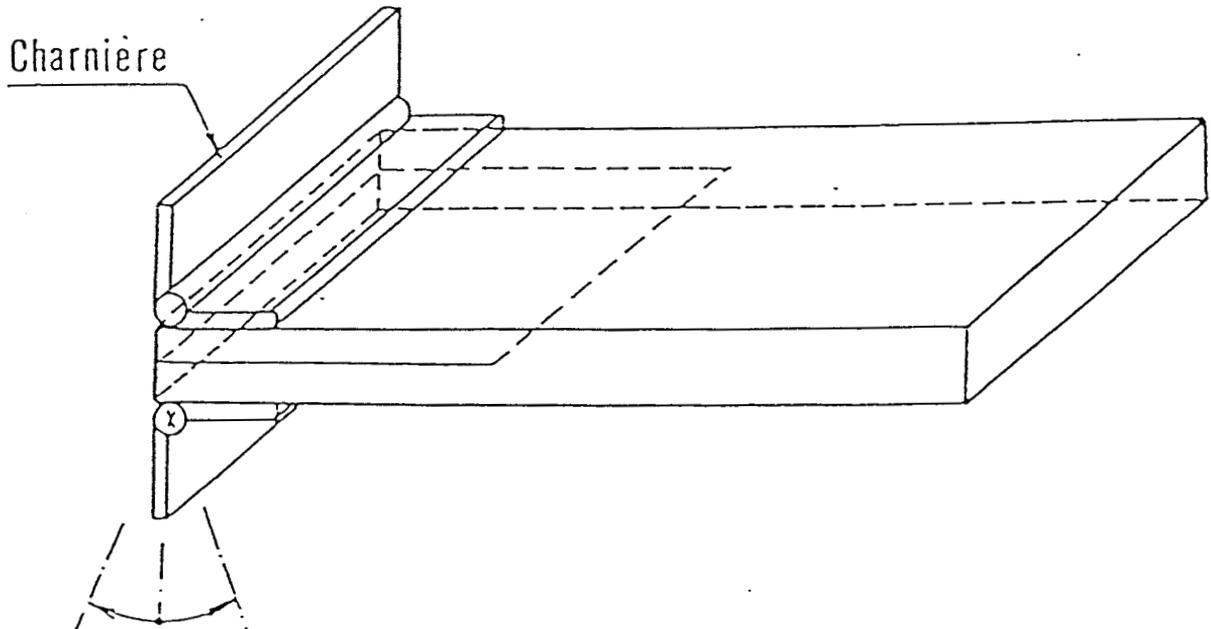


Figure IV-4 : Positionnement des charnières

Un capteur d'émission acoustique est placé sur chaque éprouvette dans le but de détecter l'amorçage de la fissuration. En effet, lorsqu'un matériau solide subit une déformation plastique, une transformation rapide de sa structure (transformation de phase dans les métaux), ou lorsqu'apparaissent des microfissurations, il y a émission d'ondes de contraintes. Par l'intermédiaire d'un capteur piézoélectrique 300 kHz, l'onde mécanique est transformée en signal électrique enregistré au moyen d'une chaîne d'émission acoustique type Leanord C.G.R.. Le signal électrique est amplifié, filtré et envoyé à un système de comptage.

L'enregistrement simultané de la courbe charge - déplacement et du taux d'émission acoustique (figure IV-5) permet de déterminer dans la partie quasi-linéaire de la courbe (P -  $\delta$ ) un point A correspondant à l'apparition du premier pic d'émission acoustique significatif. Ce point A caractérise l'amorçage de la fissuration.

#### IV-1.3.3 Dépouillement des résultats

La connaissance de la charge  $P_i$  et de l'ouverture  $s_i$  pour une fissure de longueur initiale  $a_i$  au point A, permet d'établir le rapport  $C_i = \delta_i / P_i$  qui caractérise la compliance à l'amorçage (figure IV-5).

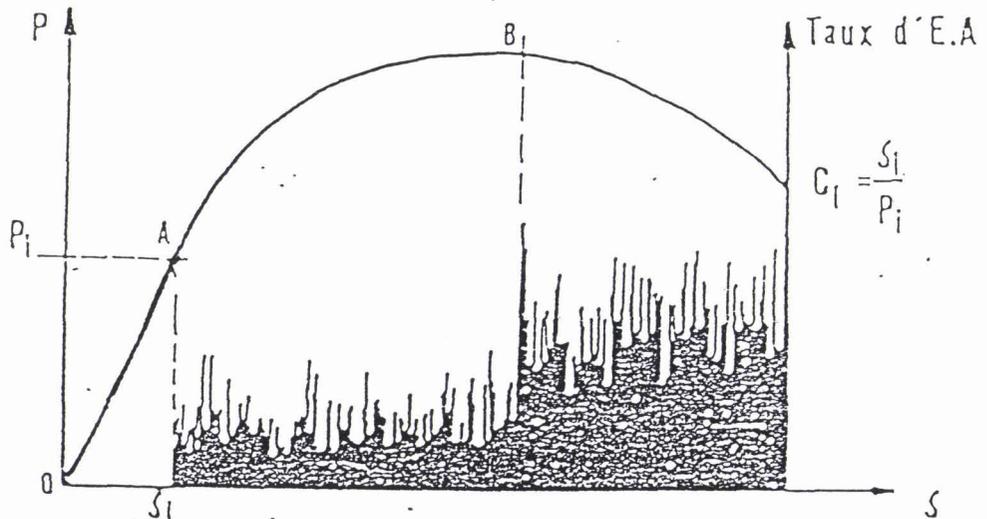


Figure IV-5 : Enregistrement simultané de la courbe de charge et du taux d'émission acoustique en fonction de l'ouverture de fissure

Les différents essais réalisés sur une série d'éprouvettes de longueur initiale de défaut différente fournissent des données sur l'évolution de la compliance à l'amorçage. La mécanique linéaire élastique de la rupture énonce qu'une fissure ne peut se propager que si l'énergie emmagasinée est suffisante pour conduire à un accroissement de la longueur de cette fissure. Cette énergie est caractérisée par un terme  $G$  appelé taux de restitution d'énergie défini par [37-38]

$$G = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da}$$

où  $C$  est la compliance,  $B$  la largeur de l'éprouvette et  $a$  la longueur initiale de la fissure.

La compliance  $C$  s'exprime en fonction de  $a$  par la formule de Berry [39]

$$C = \frac{a^n}{h}$$

où  $n$  et  $h$  sont des paramètres constants du matériau pouvant être déterminés expérimentalement.

On définit alors un taux de restitution critique  $G_c$  correspondant à l'amorçage de la fissure :

$$G_c = \frac{n P_c \delta_c}{2 a B}$$

L'énergie de rupture augmente au cours de la propagation de la fissure. Cette augmentation est décrite par les courbes de résistance appelées courbes  $R$  qui donnent la valeur instantanée de  $G$  en fonction de  $\Delta a$ .

La connaissance des valeurs  $n$  et  $h$  permet de calculer l'énergie de propagation caractérisée par le terme  $G_p$  :

$$G_p = \frac{n}{2 B h^{1/n}} (P_p^{n+1} \delta_p^{n-1})^{1/n}$$

#### IV-1-4 Spectroscopie mécanique

L'analyse mécanique dynamique permet de corrélérer les effets viscoélastiques des matériaux à leur structure moléculaire. Nous avons utilisé cette méthode pour caractériser l'interface fibre/matrice de nos matériaux. Le seul paramètre variable étant l'ensimage des fibres de verre donc la liaison fibre/résine, l'évolution des différentes caractéristiques, module et amortissement, en fonction de la température devrait être représentative de l'interface.

##### IV-1-4-1 Principe de la méthode

Cette méthode consiste à soumettre un échantillon à une charge oscillante et à mesurer la déformation résultante. Dans le cas de matériaux dont le comportement est viscoélastique linéaire, quand l'équilibre est atteint, la contrainte et la déformation varient sinusoïdalement mais la déformation est en retard d'un angle  $\delta$  par rapport à la contrainte. On peut écrire :

$$\sigma = \sigma_0 \sin (\omega x + \delta)$$

$$\epsilon = \epsilon_0 \sin \omega x$$

soit encore

$$\sigma = \sigma_0 \cos \delta \sin \omega x + \sigma_0 \sin \delta \cos \omega x$$

où  $E'$  représente la composante en phase avec  $\epsilon$  et  $E''$  la composante hors phase avec  $\epsilon$ .

Cette relation peut également s'écrire:

$$\sigma = \epsilon_0 E' \sin \omega x + \epsilon_0 E'' \cos \omega x$$

avec

$$E' = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \cos \delta \quad E'' = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \sin \delta$$

Généralement, on utilise une notation complexe :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 e^{i\omega t} \quad \alpha \quad \sigma = \sigma_0 e^{i(\omega t + \delta)}$$

On introduit alors le module complexe comme :

$$\frac{\sigma}{\varepsilon} = E^* = E' + iE''$$

$E'$  est appelé le module de conservation; il définit l'énergie emmagasinée dans l'échantillon dûe à la déformation appliquée.

$E''$  est le module de perte; il caractérise la fraction d'énergie dissipée par frottement interne.

L'amortissement du matériau est défini par  $\tan \delta$  appelée encore facteur de perte. Ce terme rend compte des mouvements moléculaires au sein du matériau.

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'}$$

#### IV-1-4-2 Dispositif utilisé

Le comportement viscoélastique des matériaux a été étudié au moyen d'un spectromètre mécanique PLDMTA (Polymer Laboratories Dynamical Mechanical Thermal Analysis). Les échantillons possèdent les dimensions suivantes : 50 mm de long, 12 mm de large et 3 mm d'épaisseur. Ils sont testés en flexion suivant la direction des fibres à une fréquence de 1 Hz et une amplitude de déformation de 64 micromètres.

On enregistre l'évolution du module de conservation  $E'$  et de l'amortissement  $\tan \delta$  pour une gamme de température comprise entre 25 °C et 250 °C avec une montée en température de 5 °C / mn.

## IV-2 Caractérisation des tubes

Les tubes testés en pression interne avec effet de fond ont un diamètre de 100 mm et une longueur totale de 1200 mm. Afin de

permettre la pressurisation des éprouvettes, un montage étanche a été conçu. Ce montage présenté sur la figure IV-6 est constitué d'embouts métalliques de forme conique placés à l'intérieur de chaque extrémité du tube. La longueur utile est alors ramenée à 1000 mm.

Dans notre étude, différents types d'essais ont été effectués dans le but de caractériser les matériaux. Ce sont :

- des essais monotones dans lesquels la pression est une fonction croissante du temps
- des essais de chargements répétés progressifs où la sollicitation est cyclique avec des paliers
- des essais de fatigue dynamique
- des essais de fluage pour lesquels les tubes sont soumis à différents niveaux de pression, celle-ci étant maintenue constante tout au long de l'essai.

Toutes les installations de pression ont été conçues au laboratoire " Technologie des Polymères et Composites " de l'ENSTIMD .[41]

#### IV-2-1 L'essai monotone

Ce type d'essai permet d'appliquer à un tube une pression interne croissante jusqu'à perlage ou éclatement. Une machine hydraulique a été utilisée composée principalement de :

- un groupe motopompe de 11 kW produisant une pression maximale de 250 bar
- un accumulateur
- un multiplicateur transfert servant à pressuriser l'éprouvette, à quadrupler la pression de la motopompe et également à assurer le transfert de pression huile-eau; les tubes étant préssurisés à l'eau.
- une servovalve assurant le pilotage de la mise en pression.

Le schéma de principe de cette machine est présenté sur la figure IV-7.(Photo1).

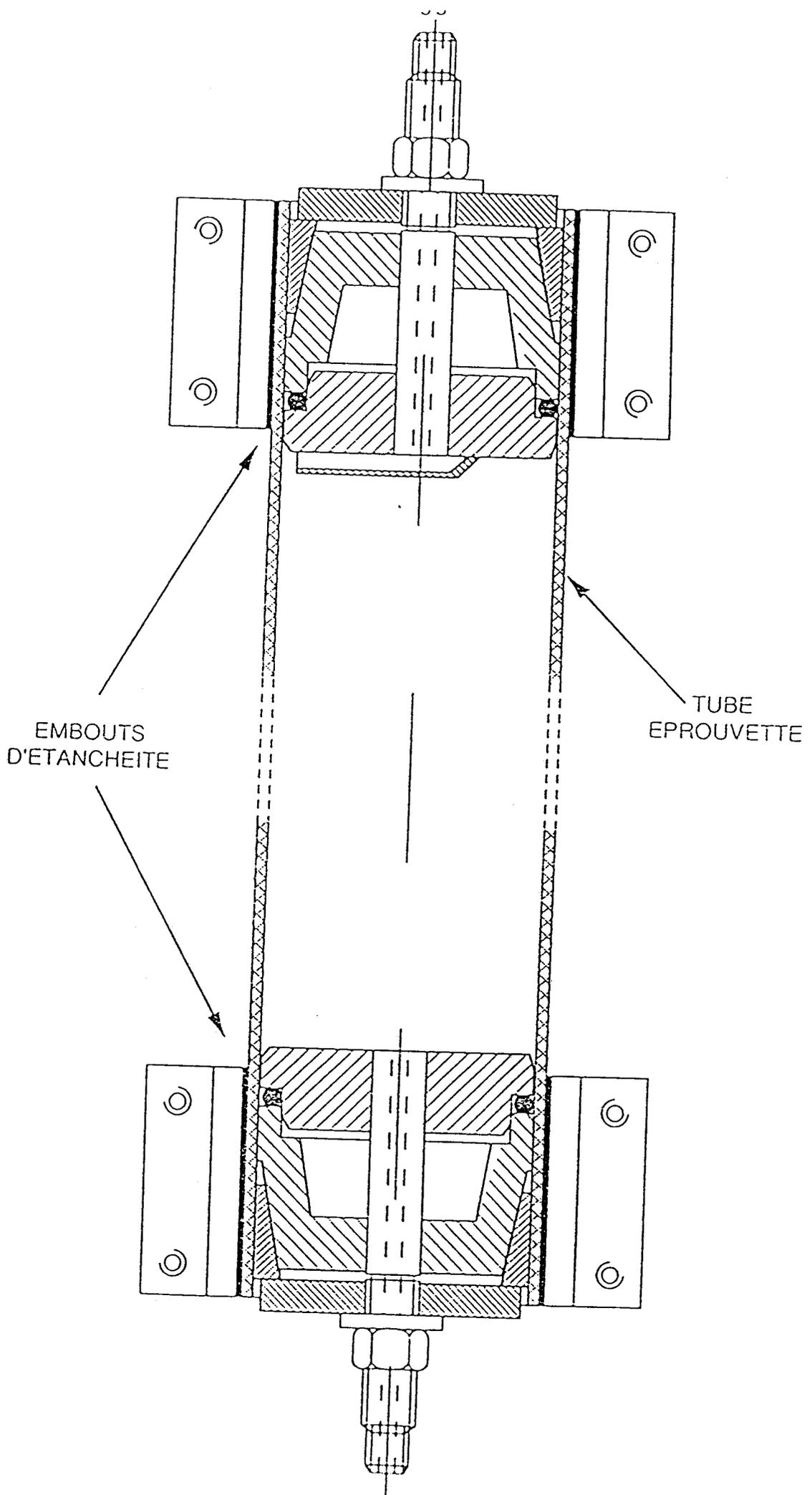


Figure IV-6 : Embouts d'étanchéité

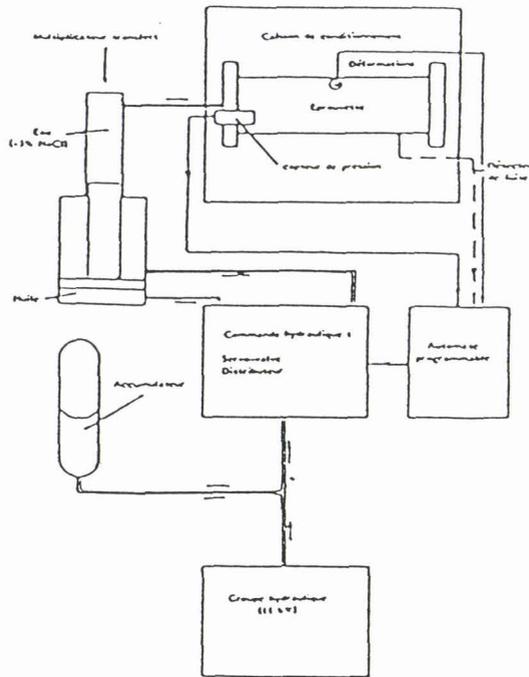


Figure IV-7 : Essai de pression interne croissante - Schéma de principe

Le tube est rempli d'eau salée (5% en masse NaCl) puis placé dans une enceinte de conditionnement thermique. Le rôle du sel est d'améliorer la conductivité électrique de l'eau nécessaire à la détection du perlage comme nous le verrons ultérieurement. La pression fournie par le groupe hydraulique est envoyée par l'intermédiaire du multiplicateur transféré dans l'éprouvette. La vitesse de pressurisation est imposée au moyen d'un automate programmable qui commande la servovalve.

Pour nos essais réalisés à température ambiante, la vitesse est de 10 bar/mn .

Les lois de comportement contrainte-déformation sont déterminées pour chaque type de structure.

#### IV-2-2 L'essai de chargements répétés progressifs

Ce type de chargement consiste à charger et décharger la structure à des niveaux de contrainte croissants pour un même temps de chargement. Cet essai permet de définir plus finement la fin du

comportement élastique d'une structure et donc de déterminer le début de l'endommagement.

L'appareillage de pressurisation utilisé comprend un groupe motopompe de pression maximale 315 bar, un transfert huile-eau. L'ensemble est piloté par des servovalves permettant une sollicitation de 0 à 280 bar. Un ordinateur génère la consigne correspondant à l'allure de pression souhaitée. Celle-ci est représentée sur la figure IV-8.

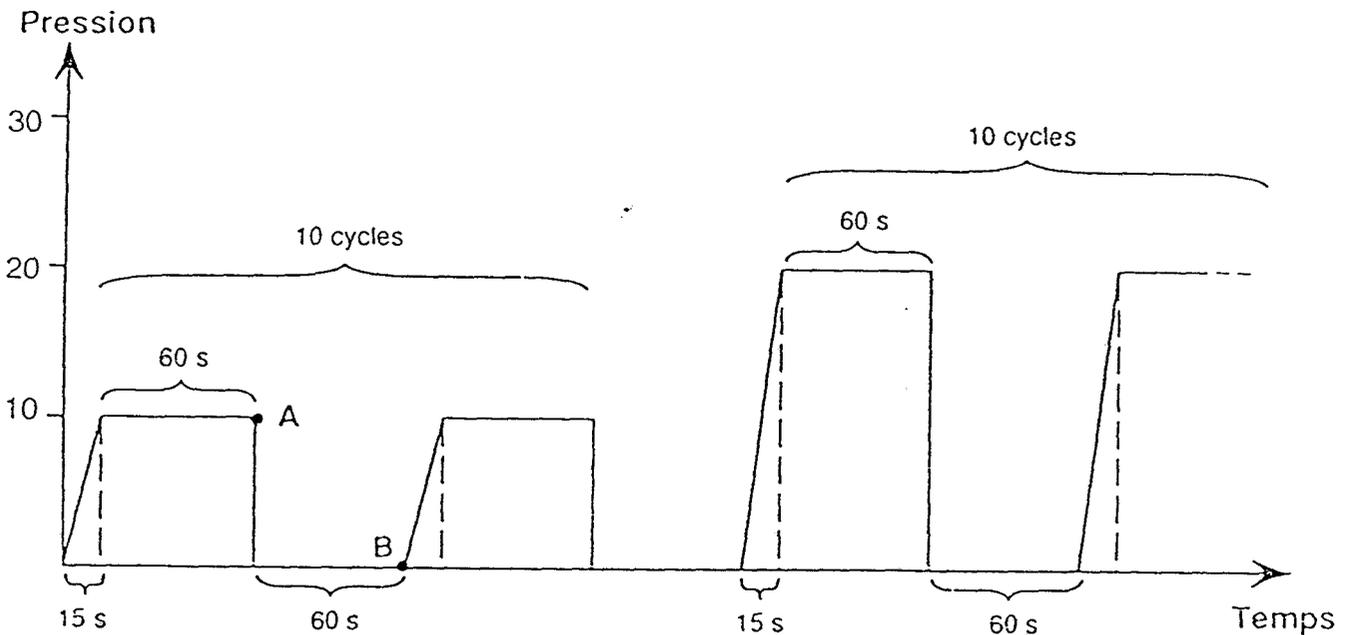


Figure IV-8 : Sollicitation cyclique de l'essai UEWS

Le tube est pressurisé jusqu'à un certain niveau de pression en 15 secondes. Pour permettre le fluage de la résine, la pression est maintenue pendant 1 mn puis relâchée pendant 1 mn. Ce cycle est répété 10 fois puis le niveau de pression est augmenté.

A chaque cycle, les valeurs de pression et déformations axiales sont enregistrées aux points A et B (figure IV-8).

Cette procédure est poursuivie jusqu'à ce que la déformation au 10<sup>ième</sup> cycle ne soit plus égale à celle du 1<sup>er</sup> cycle. A ce point, la courbe  $P(A)-P(B) = f(\epsilon_A - \epsilon_B)$  n'est plus linéaire et la contrainte circonférentielle correspondante est la contrainte élastique ultime de paroi (UEWS) définie par Schwencke et Steveninck [8](Chapitre II).

Les déformations sont déterminées dans la direction axiale uniquement. En effet, il a été montré [ 8 ] que pour un angle

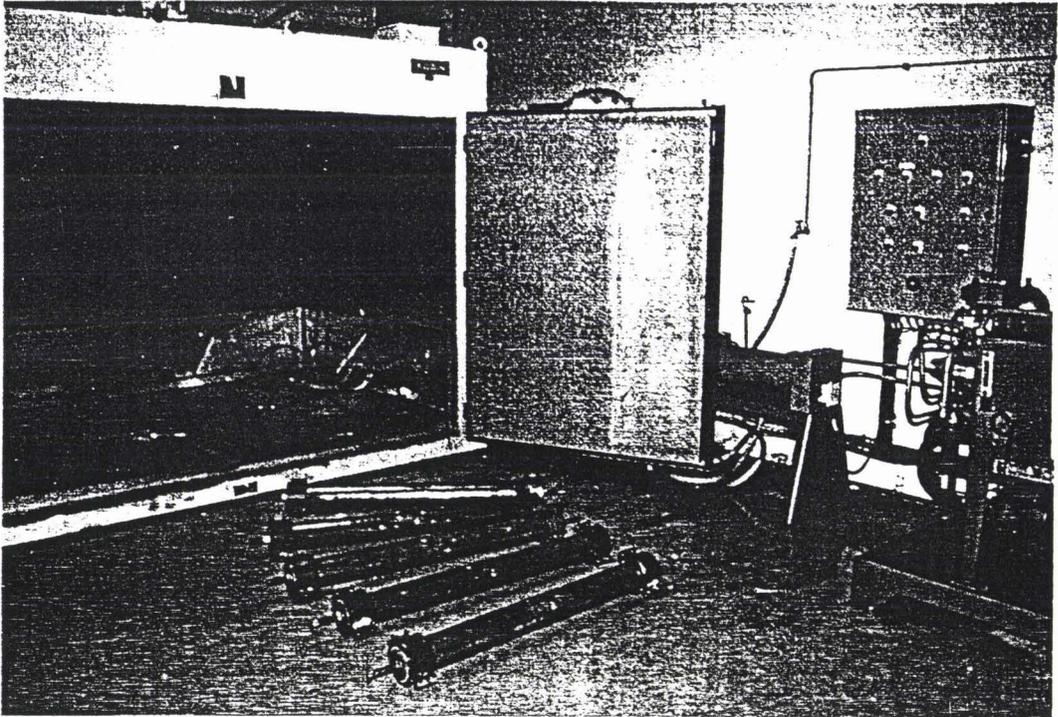


Photo 1 : Matériel pour la mesure de la résistance instantanée

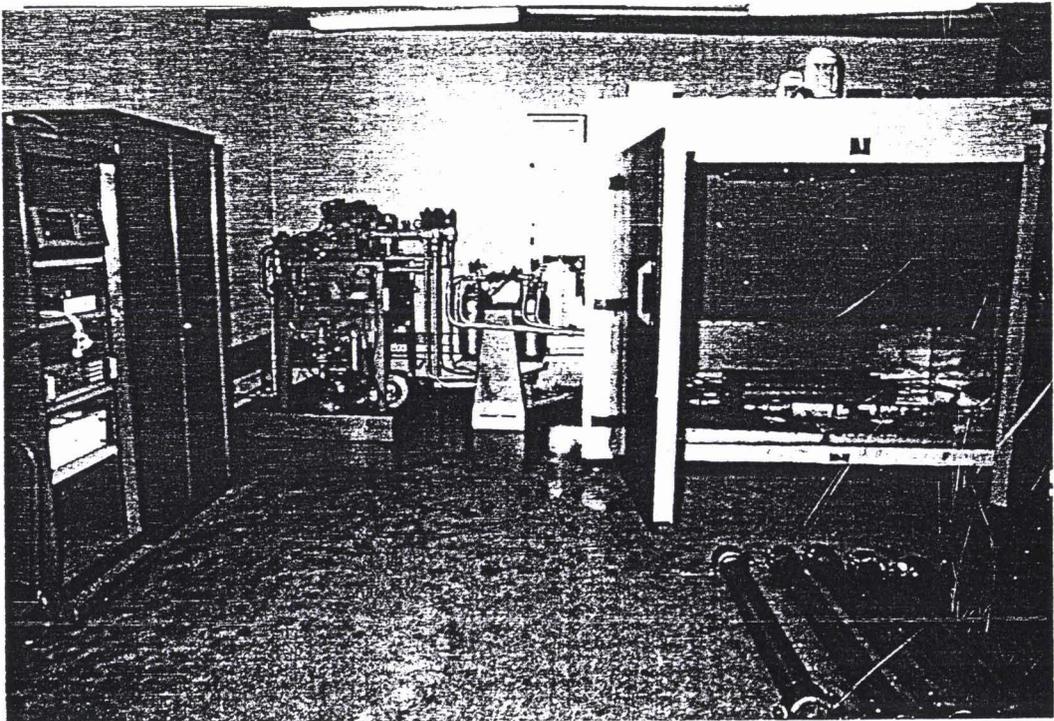


Photo 2 : Matériel pour la mesure de la résistance sous pression cyclique

d'enroulement légèrement supérieur à l'angle idéal de  $54^{\circ}74'$ , la mesure de la déformation axiale était plus représentative du comportement de la structure.

#### IV-2-3 L'essai de fatigue dynamique

Suivant le principe de fonctionnement schématisé sur la figure IV-9, cette machine permet de soumettre simultanément 4 tubes à une même pression interne cyclique (photo2).

La fréquence de sollicitation est de 25 cycles/mn. Celle-ci a été choisie conformément aux normalisations existantes concernant la qualification de canalisations (ASTM 2992 procédure A).

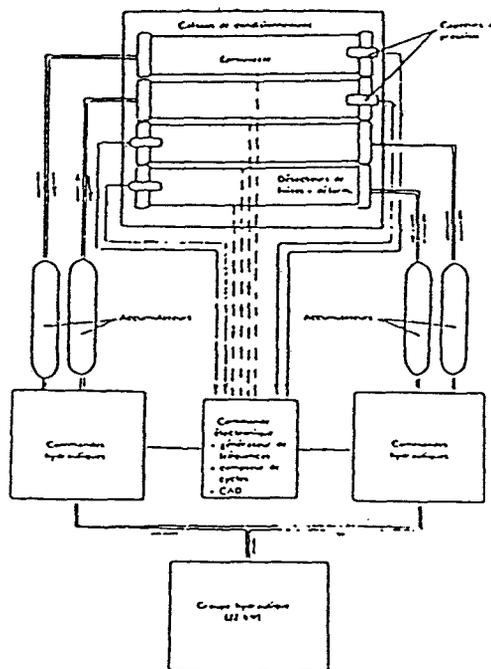


Figure IV-9 : Essai de fatigue dynamique - Schéma de principe

Une centrale hydraulique alimente les 4 tubes. L'originalité de cette installation consiste en l'utilisation d'accumulateurs transferts avec récupération d'énergie. L'ensemble est constitué de deux systèmes de mise en pression permettant le cyclage des éprouvettes deux à deux. Les tubes fonctionnant sur un même système sont pressurisés en opposition de phase. L'utilisation d'un tel système permet d'atteindre des pressions

maximales de 400 Bar avec une centrale hydraulique de puissance réduite.

Le pilotage de cet essai est réalisé au moyen d'un ordinateur gérant la pression d'essai et la fréquence. L'essai est poursuivi jusqu'à ce que le phénomène de perlage apparaisse. Dès qu'une éprouvette est fissurée, elle est isolée automatiquement par l'intermédiaire d'une électrovanne; les autres tubes restant en ligne.

Pour une pression donnée, on détermine le nombre de cycles correspondant au perlage de la structure.

Le but de cet essai est de déterminer la courbe de durée de vie contrainte-nombre de cycles à rupture appelée encore courbe de Wöhler.

#### IV-2-4 L'essai de fluage

Le matériel utilisé pour de cet essai est représenté sur la photo 3. Le schéma de principe de cette machine est représenté sur la figure IV-10.

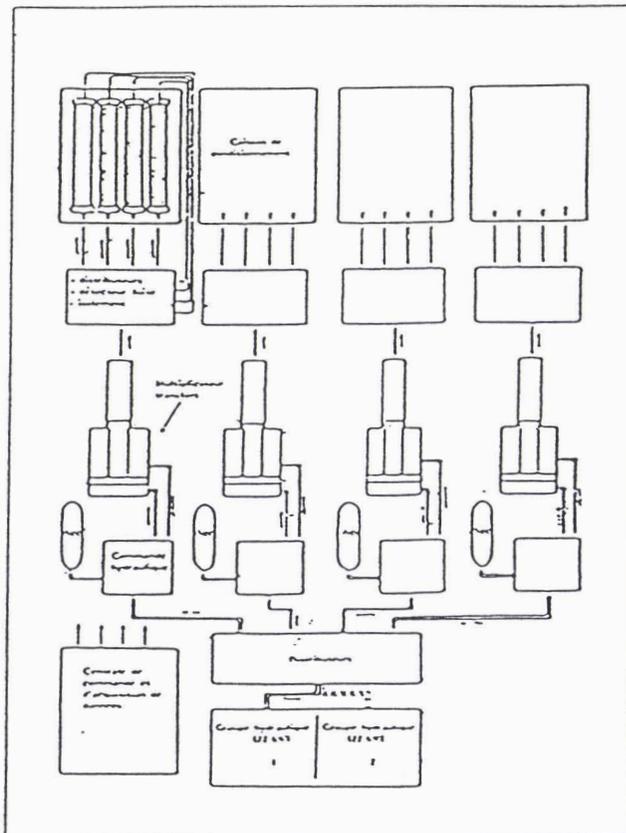


Figure IV-10 : Essai de fluage - Schéma de principe

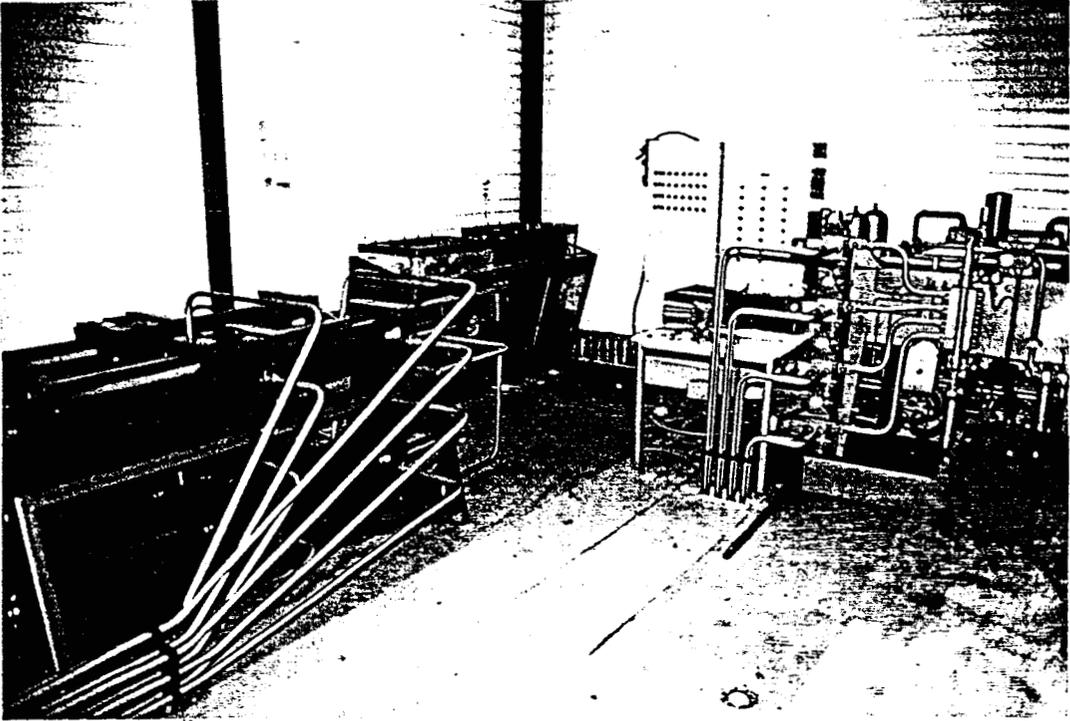


Photo 3 : Matériel pour le mesure de la résistance à long terme sous pression constante

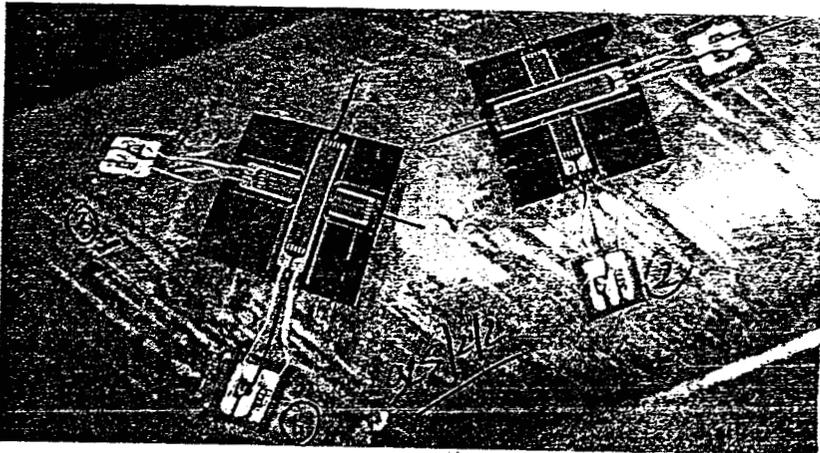


Photo 4 : Instrumentation d'un tube avec des jauges d'extensométrie

Cette machine permet de soumettre 16 éprouvettes à 4 niveaux de pression interne soit 4 tubes par pression. Les tubes remplis d'eau sont mis en pression par l'intermédiaire de multiplicateurs transferts huile-eau alimentés par une centrale hydraulique. La régulation de pression est faite à  $\pm 1\%$  de la pression maximale qui est de 400 Bar.

Comme dans le cas des essais de fatigue dynamique, il existe un système d'électrovannes permettant l'isolement des tubes endommagés.

La courbe de durée de vie contrainte-temps à rupture est déterminée. Le suivi des déformations en continu permet ainsi l'obtention des courbes de fluage.

#### IV-2-5 La méthode de détection du perlage

Lorsqu'un tube rempli d'eau salée est soumis à une pression interne, il apparaît au bout d'un certain temps ce que l'on appelle le phénomène de perlage qui correspond à l'apparition de gouttelettes de liquide sur la paroi externe du tube. Pour détecter ce phénomène, nous avons utilisé une méthode électrique.

Le tube est recouvert d'une feuille en aluminium. Pendant l'essai, nous mesurons la continuité électrique entre l'intérieur du tube et l'extérieur, les deux électrodes étant constituées de la feuille conductrice et du bouchon d'étanchéité. Lorsque le tube est étanche, la résistance est infinie; lorsque le perlage apparaît, il se traduit par une chute brutale de la résistance.

Après plusieurs essais monotones, nous avons déterminé le seuil de résistance correspondant au perlage des tubes. Les figures IV-11 a et b montrent la variation de résistance en fonction de la pression pour des vitesses de sollicitation variables. Ce seuil a été choisi à 10 MOhm.

La mesure de résistance est réalisée au moyen d'un multimètre HP 3457A relié à une centrale d'acquisition; la gamme de mesure s'étend jusque  $3 \cdot 10^9$  Ohm.

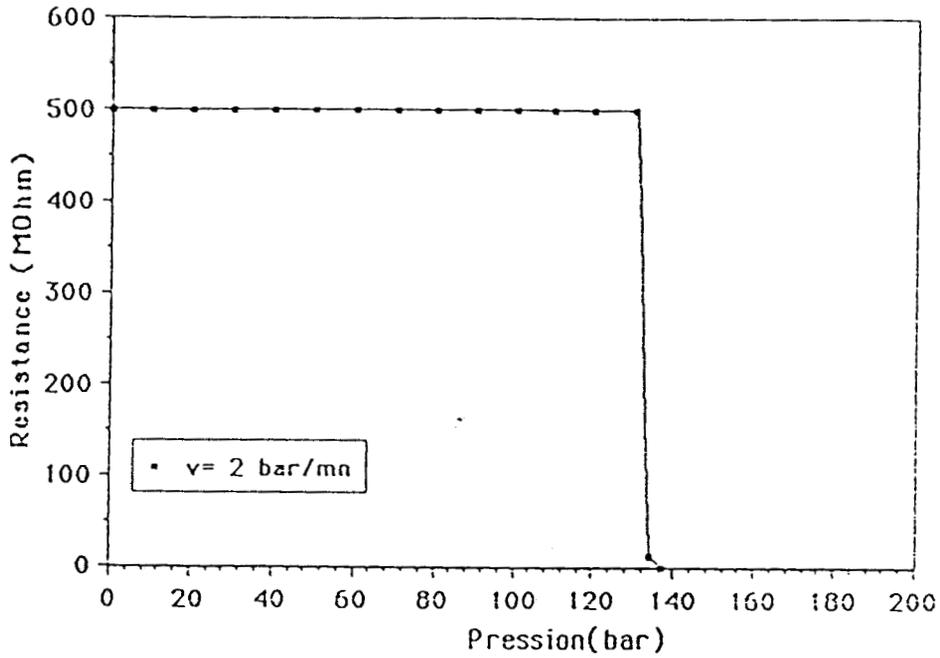


Figure IV-11-a : Variation de la résistance d'un tube en fonction de la pression -  $v=2 \text{ bar/mn}$

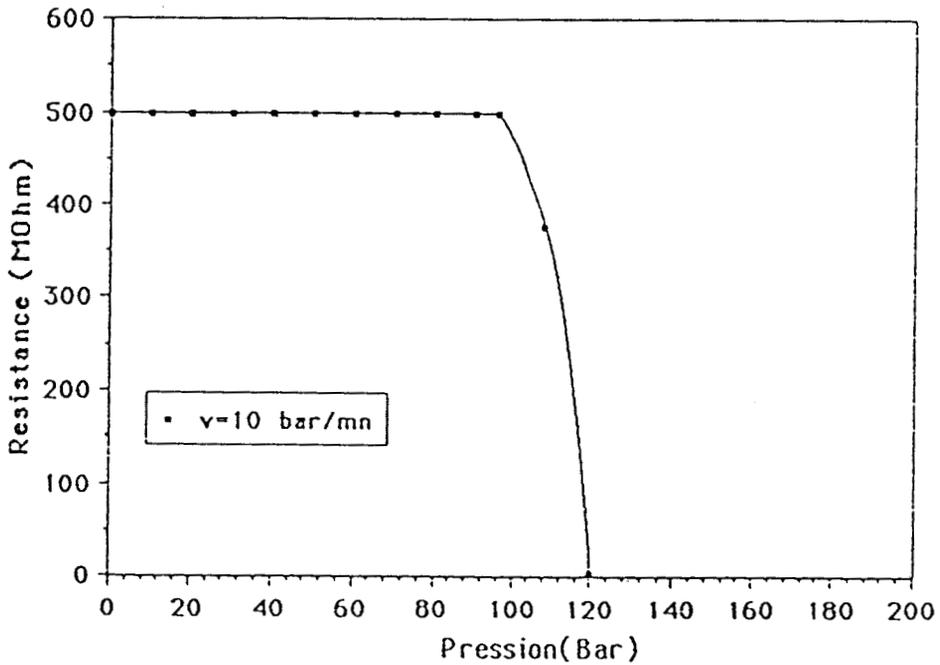


Figure IV-11-b : Variation de la résistance d'un tube en fonction de la pression -  $v= 10 \text{ bar/mn}$

#### IV-2-6 La mesure des déformations et des pressions

Les mesures de déformations sont réalisées à l'aide de jauges de déformations collées sur la partie externe du tube. Après avoir vérifié l'homogénéité des déformations en réalisant un essai monotone avec un tube instrumenté sur toute la longueur utile, nous avons choisi de placer les jauges au centre de l'éprouvette et selon différentes directions.

En général, nous avons :

- 2 jauges dans la direction axiale du tube diamétralement opposées
- 2 jauges dans la direction circonférentielle diamétralement opposées
- 1 jauge dans la direction de la fibre soit orientée à  $55^\circ$  par rapport à l'axe
- 1 jauge dans la direction perpendiculaire à l'enroulement

Pour les essais de chargements répétés progressifs, nous avons instrumenté les tubes avec des jauges collées selon la direction axiale. Nous avons utilisé des rosettes ( $0^\circ, 90^\circ$ ) TML PC 20 de résistance ohmique  $120\Omega$  et Kyowa 3810  $350\Omega$ . La longueur utile des jauges est de 20 mm ce qui permet de tenir compte de l'hétérogénéité du matériau. Pour les essais de chargements répétés progressifs, les jauges employées ont une longueur utile de 60 mm. Toutes les jauges ont été collées avec une colle cyanoacrylate [42].

Les mesures de pression ont été déterminées au moyen de capteurs de pression.

Toutes ces données sont centralisées dans une centrale d'acquisition Hewlett Packard 3852 et stockées, ce qui permet le traitement des données soit en direct soit en différé.

**CHAPITRE V :**  
**RESULTATS EXPERIMENTAUX**

## V-1 Caractérisation de l'interface sur les matériaux unidirectionnels

### V-1-1 Essai de délaminage en flexion trois points

#### V-1-1-1 Caractéristique de cisaillement

Les valeurs de la contrainte à rupture en cisaillement  $\tau_{13}$  sont présentées dans le tableau V-1.

Stratifié	OCF 346 1	Vétrotex 5139 direct 2	Vétrotex P103 3	Vétrotex 5139 assemblé 4
$\tau_{13}$ (MPa)	>73,03	71,2	69	70,4
écart type	0,92	0,64	1,09	0,91

Tableau V-1 : Contraintes de cisaillement  $\tau_{13}$

Les matériaux 2, 3, 4 présentent une résistance au cisaillement interlaminaire comparable. Ce type de test quoique très utilisé pour la caractérisation de l'interface fibre/matrice (chapitre II) semble ne pas permettre de comparer la qualité des différentes interfaces. Néanmoins, le matériau 1 pour lequel la rupture n'a pas été obtenue pour un taux de contrainte de 73 MPa présente le meilleur comportement.

#### V-1-1-2 Observation des faciès de rupture

Nous avons observé les faciès de rupture de ces éprouvettes testées en flexion au microscope électronique à balayage. La figure V-1 montre un exemple de ces faciès.

Sur ce cliché, la matrice présente une fissuration en languettes inclinées par rapport aux fibres. Cette fissuration s'effectue entre les fibres.

Récemment, Purslow [43] a proposé une étude des différents mécanismes de rupture rencontrés dans les matériaux composites à

matrice époxy. En ce qui concerne la formation des languettes, il propose un mécanisme (figure V-2) pour lequel il considère une bande de résine soumise à un champ de cisaillement pur. La microfissuration s'effectue dans la matrice sur un plan à  $45^\circ$  pour lequel la contrainte normale est maximale. Lorsque la contrainte de cisaillement augmente, le nombre de fissures augmente et celles-ci s'allongent et se courbent à l'approche des limites de la bande de cisaillement. Les microfissures coalescent pour ensuite former une rupture en forme de languettes.

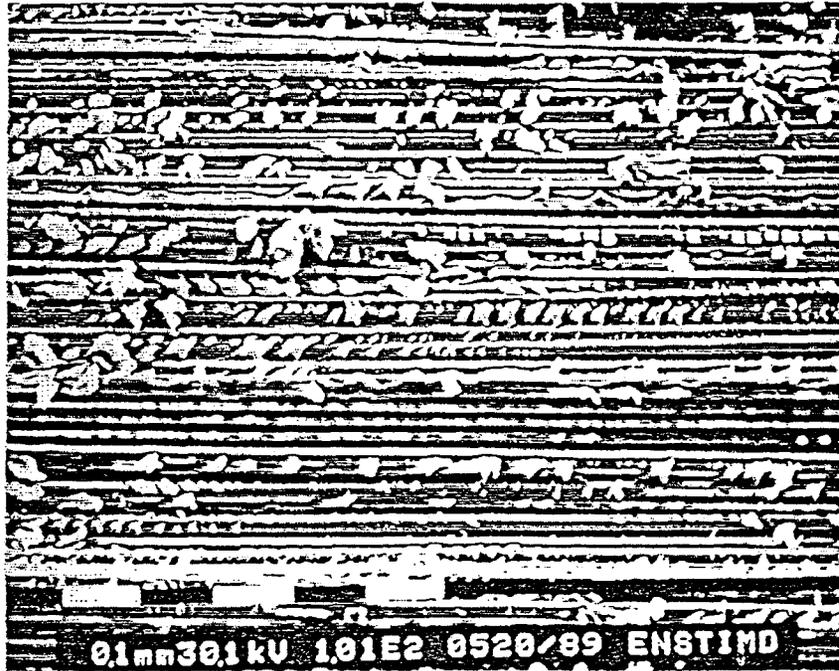


Figure V-1 : Faciès de rupture en flexion trois points en appuis rapprochés

Cependant, l'observation des faciès de rupture des différents matériaux n'a pas permis de mettre en évidence de différences significatives entre les quatre interfaces.

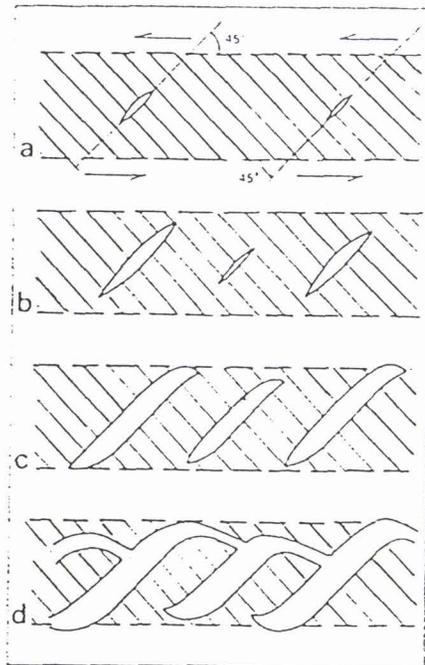


Figure V-2 : Rupture de la matrice en cisaillement - formation des languettes

#### V-1-2 Essai de traction

La traction sens fibres ne nous a donné que le module longitudinal  $E_1$ , la rupture survenant bien souvent dans la colle utilisée pour les talons.

La traction transverse a permis la détermination du module transverse, de la contrainte et de la déformation à la rupture.

Les résultats sont rassemblés dans le tableau V-2 (figures V-3 à 6).

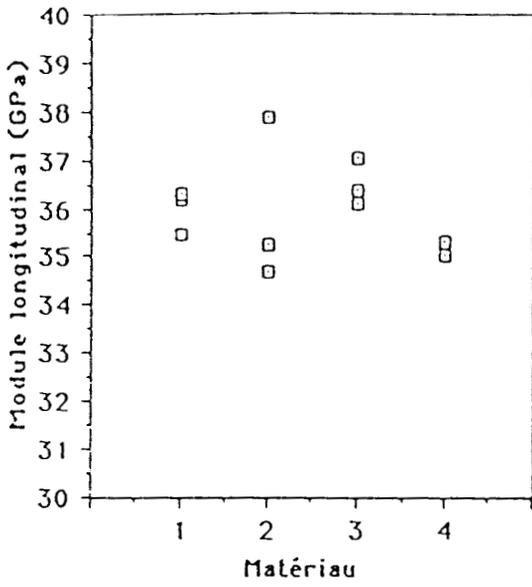


Figure V-3 : Modules longitudinaux

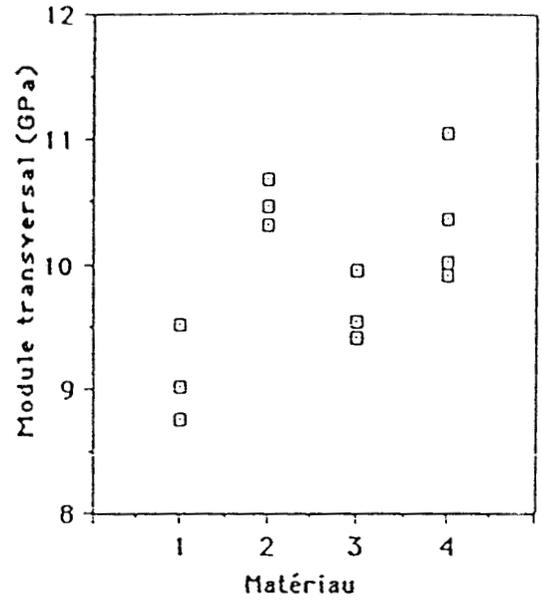


Figure V-4 : Modules transverses

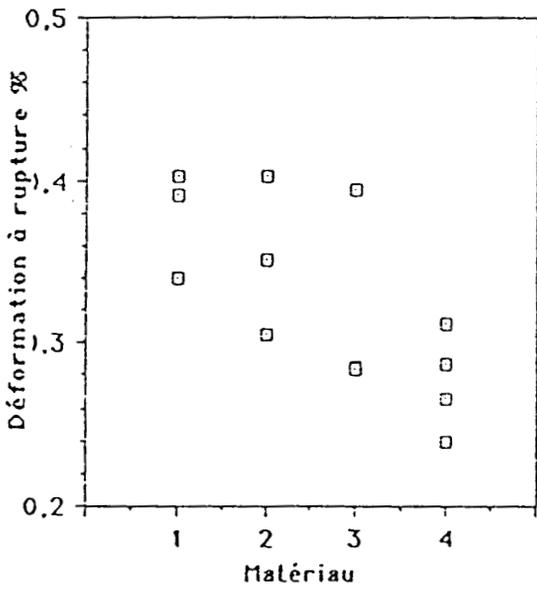


Figure V-6 : Déformations transverses  
à la rupture

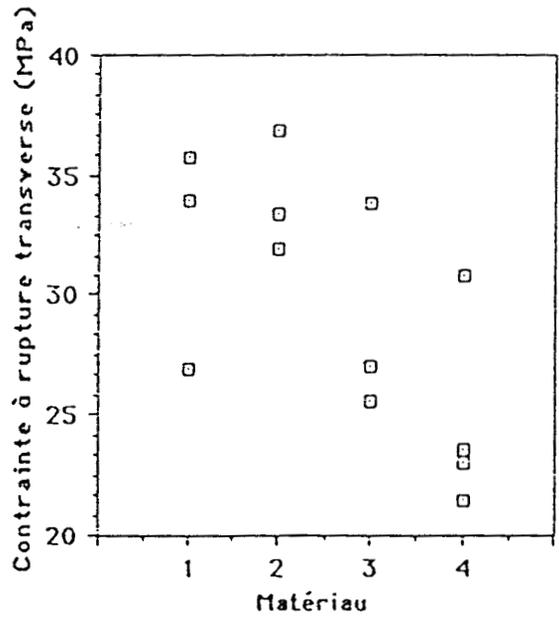


Figure V-5 : Contraintes transverses  
à la rupture

Matériau	1 OCF 346	2 Vétrotex 5139 direct	3 Vétrotex P103	4 Vétrotex 5139 assemblé
Module longitudinal $E_1$ (MPa)	35992 (466)	35940 (1687)	36494 (475)	35170 (217)
Module transverse $E_2$ (MPa)	9095 (387)	10487 (188)	9625 (280)	10092 (234)
$\sigma_R$ (MPa)	32 (4)	34 (2,5)	29 (4)	23 (1)
$\epsilon_R$ (%)	0,38 (0,03)	0,35 (0,05)	0,32 (0,06)	0,26 (0,02)

Tableau V-2 : Caractéristiques mécaniques déterminées à partir d'essais sur plaques

Dans le sens longitudinal, les modules des quatre matériaux sont comparables. En effet, ce sont les fibres de verre qui sont le plus sollicitées et non l'interface ou la matrice.

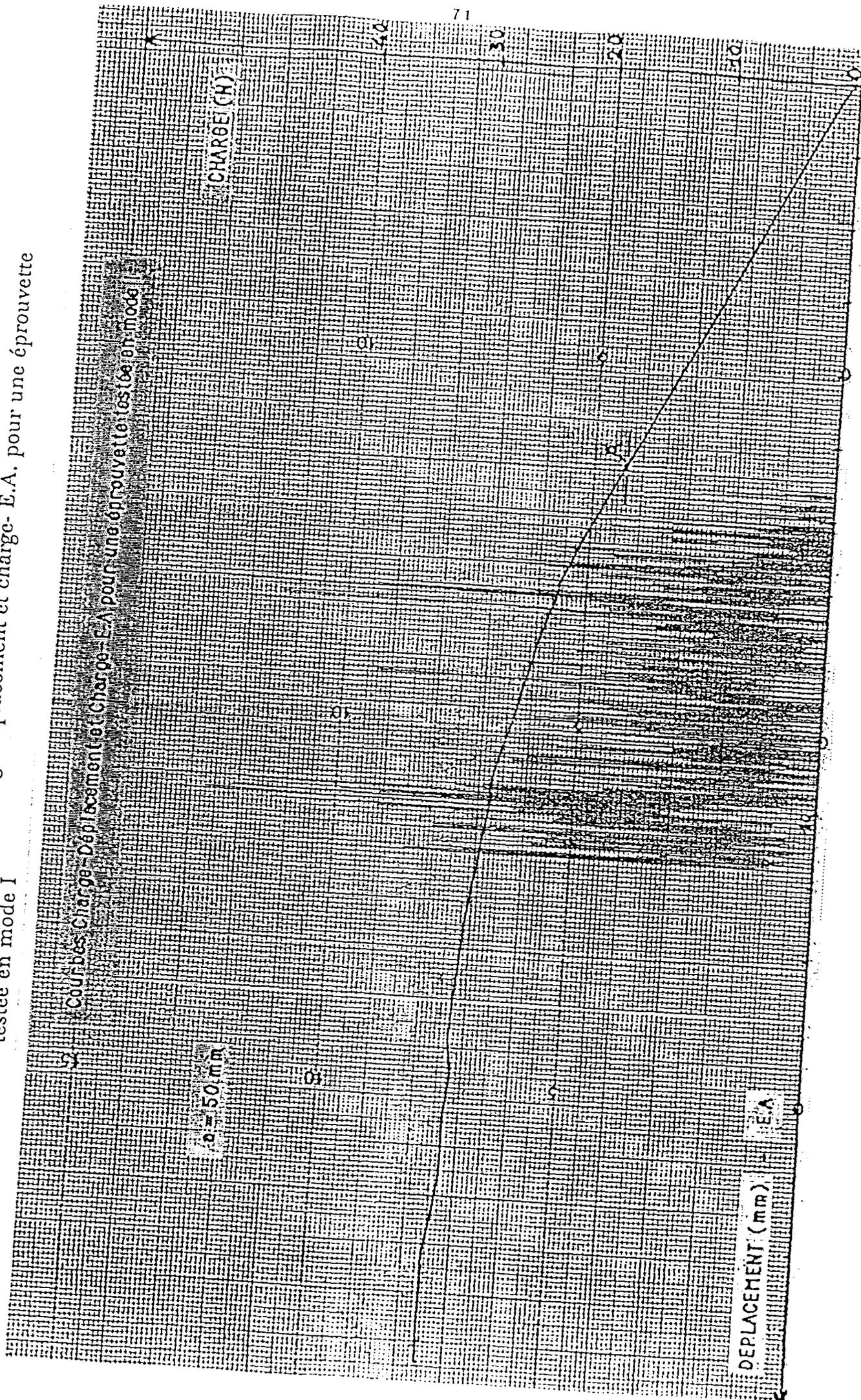
Par contre, la traction transverse donne plus d'informations sur la qualité de l'interface. C'est dans ce cas, la résine et directement l'interface fibre/matrice qui sont sollicitées. On note des dispersions importantes concernant les contraintes et les déformations à la rupture qui peuvent être dûes à l'hétérogénéité des matériaux (porosités...).

### V-1-3 Propagation de fissures en mode I d'ouverture

#### V-1-3-1 Détermination des énergies de rupture

Une courbe type donnant les évolutions de la charge et du taux d'émission acoustique en fonction du déplacement est présentée sur la figure V-7. A partir de la 1ère partie de cette courbe, il est possible de

Figure V-7 : Courbes charge-déplacement et charge- E.A. pour une éprouvette testée en mode I



déterminer la compliance et les coefficients  $n$  et  $h$  (figure V-8) ainsi que l'énergie nécessaire à l'amorçage de la fissure  $G_{Ic}$ , comme il l'a été montré au chapitre IV-1-2. Nous rappelons que cette énergie est une caractéristique du matériau, elle est constante quelque soit la longueur initiale de la fissure.

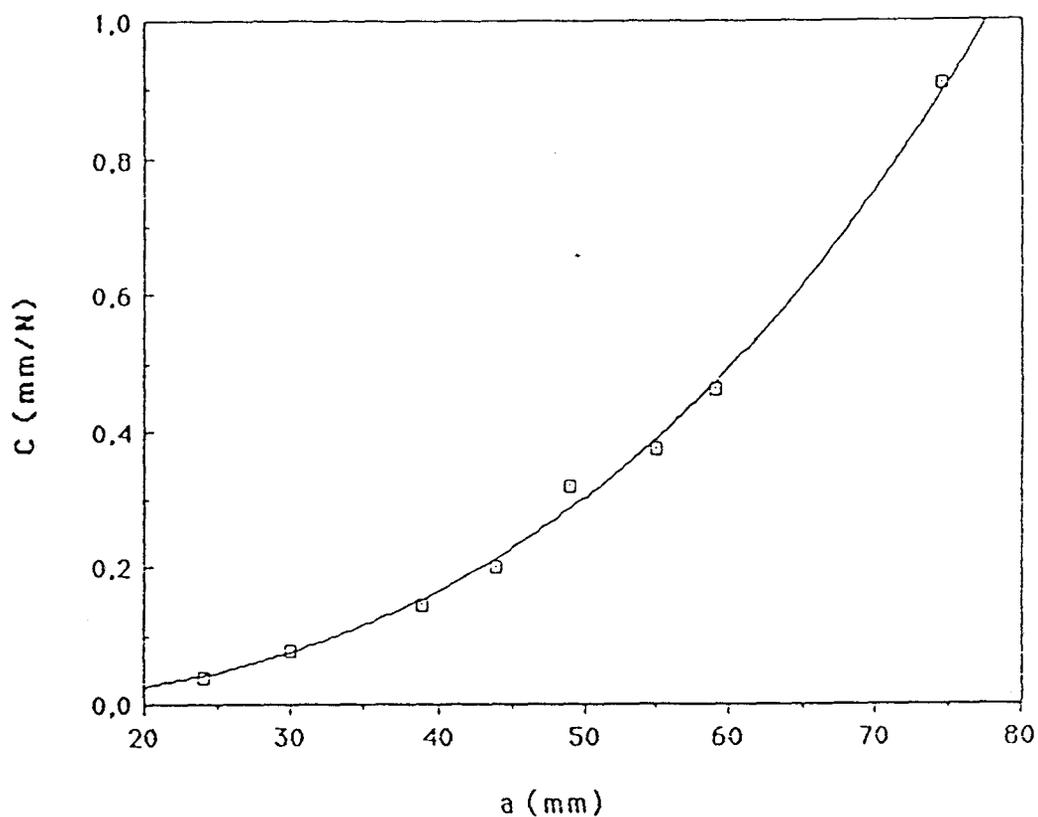


Figure V-8 : Evolution de la compliance en fonction de la longueur initiale de fissure  $a_0$

Ces résultats sont reportés dans le tableau V-3 pour les différents matériaux étudiés.

Matériau	OCF 346 1	Vétrotex 5139 direct 2	Vétrotex P103 3	Vétrotex 5139 assemblé 4
$a_0$ (mm)	24-74,5	24,5-74,5	25-56	24-74
$n$ $h(Nm^{n-1})$	2,712 0,997	2,674 0,957	2,664 0,982	2,751 0,773
$G_{Ic}(J/m^2)$	287	220	119	152
écart type	13	36	13	37

Tableau V-3 : Caractéristiques à l'amorçage en mode I

On constate dans ce tableau que les énergies de rupture à l'amorçage diffèrent selon les matériaux et à ce niveau, il est possible de faire une première classification en ce qui concerne la qualité des interfaces. En effet, une énergie à rupture plus importante correspond à une meilleure qualité de l'adhésion fibre/matrice, le seul paramètre variable étant la nature de l'interface. Les matériaux peuvent se classer ainsi par ordre décroissant de qualité de l'interface : 1, 2, 4, 3..

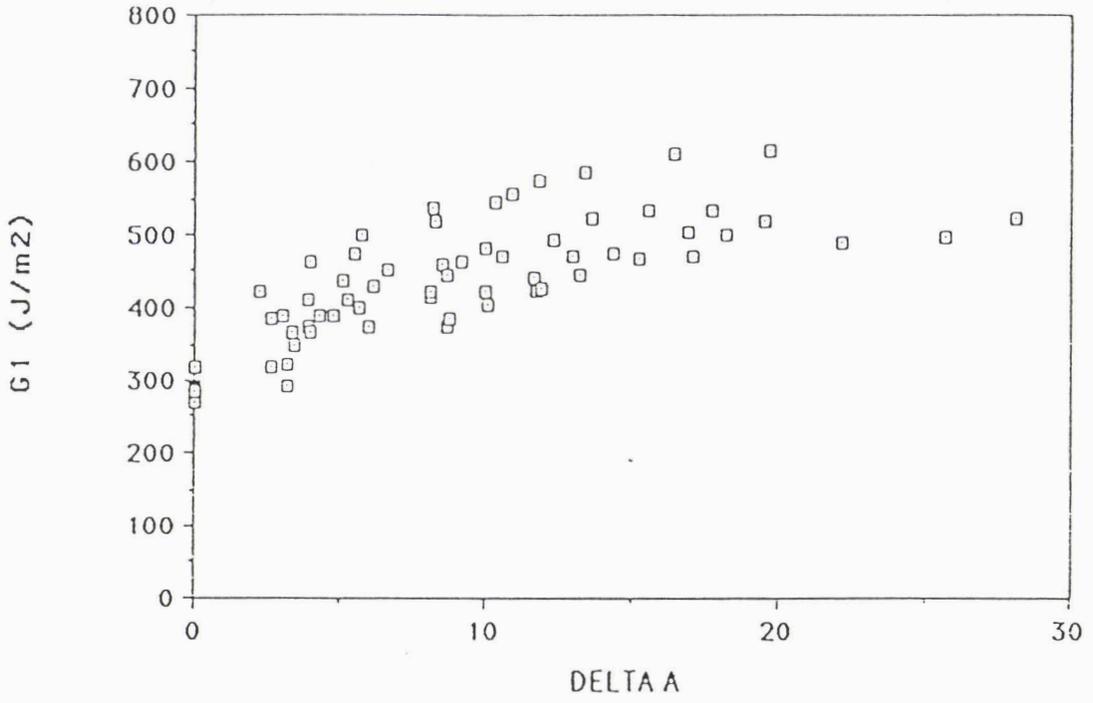
Cependant, certains phénomènes tels que la présence de résine en tête de fissure ou le fait que le prédéfaut soit non décollé peuvent influencer sur les valeurs d'énergie de rupture à l'amorçage. C'est pourquoi il est préférable de suivre l'évolution de l'énergie de rupture au cours de la propagation; ce qui se traduit par les courbes R (chapitre IV-1-2).

La détermination de ces courbes R qui incluent les étapes différentes du délaminage (rupture de l'interface, des fibres, de la matrice ...) donne plus d'informations pour la caractérisation des matériaux.

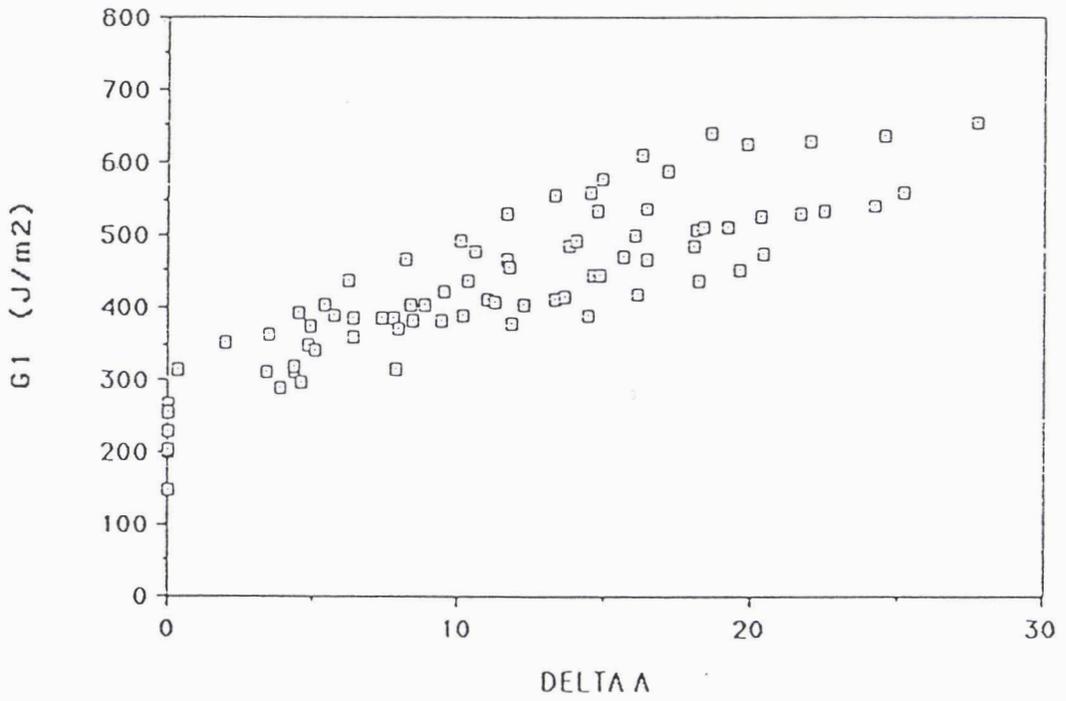
Les courbes R pour chacun des matériaux sont représentées sur les figures V-9 a-d.

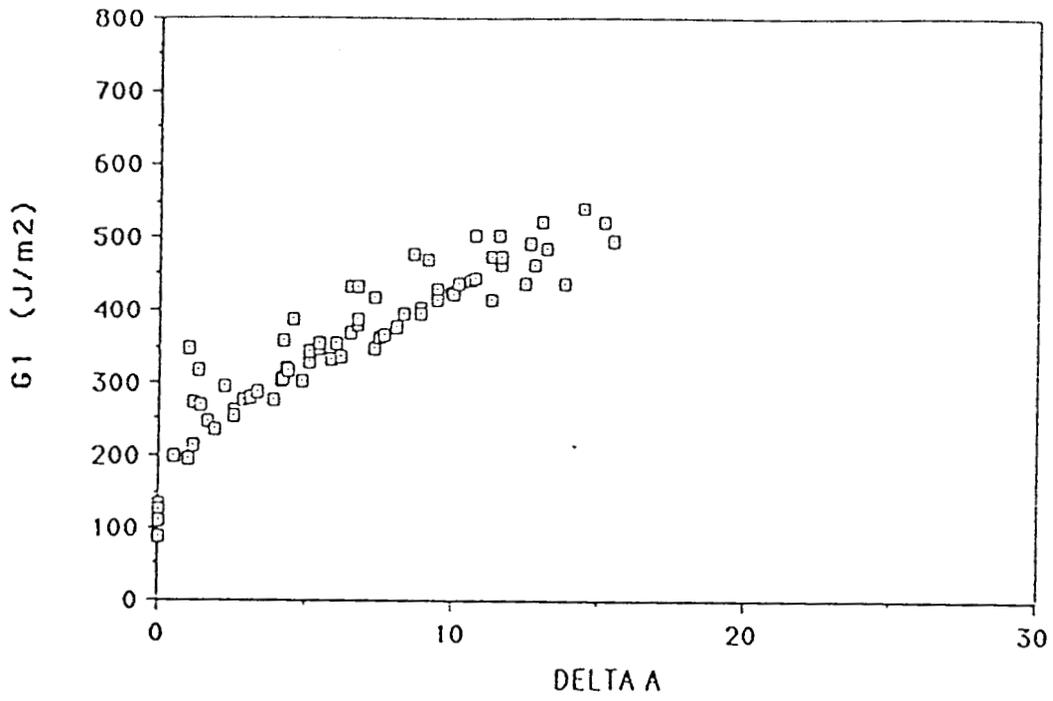
Ces courbes montrent que après initiation, l'énergie de rupture augmente très rapidement et tend vers une valeur asymptotique bien supérieure à l'énergie d'amorçage.

Pour une propagation de fissure de  $\Delta a = 15$  mm, les énergies de propagation des matériaux sont les suivantes :  $G_{1p}(\text{matériau 1}) = 500$

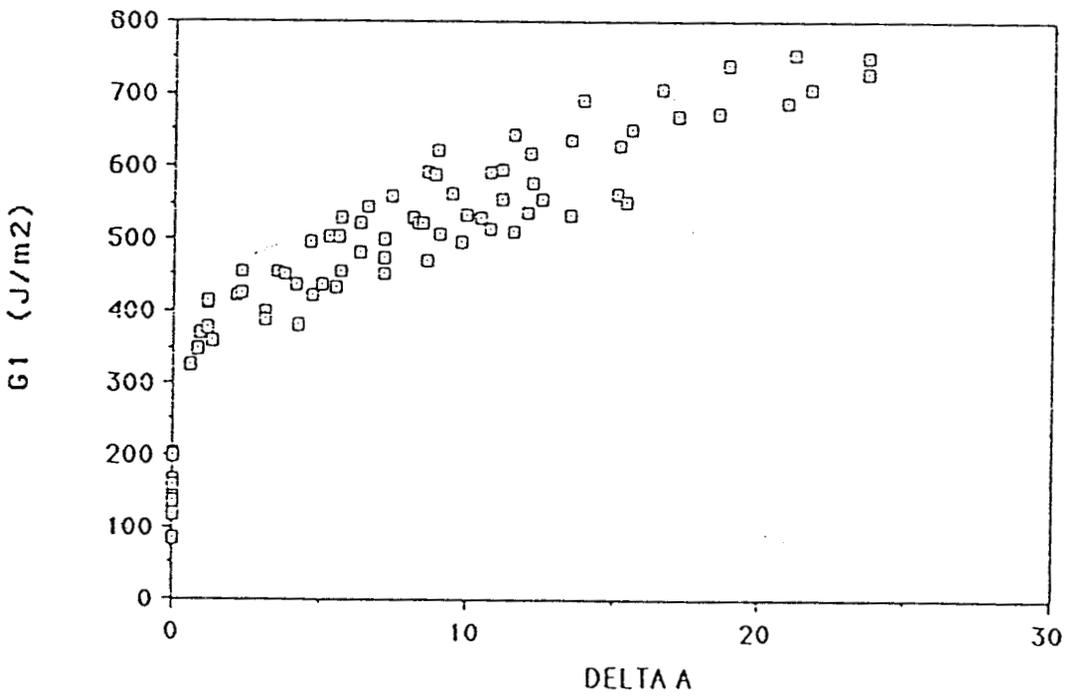


Figures V-9 : a- Courbe R du matériau 1  
b- Courbe R du matériau 2





Figures V-9 :  
c- Courbe R du matériau 3  
d- Courbe R du matériau 4



$$J/m^2, G_{1p}(\text{matériau2}) = 480J/m^2, G_{1p}(\text{matériau3}) = 480J/m^2, \\ G_{1p}(\text{matériau4}) = 600J/m^2.$$

En propagation, il apparaît que le matériau 1 atteint plus rapidement l'asymptote  $\Delta G_I = 213J/m^2$ , ce qui signifie que l'amorçage d'une fissure est plus difficile (énergie à l'amorçage plus élevée) mais dès qu'elle est amorcée, elle se propage plus facilement. Pour les matériaux 2, 3, 4,  $\Delta G_I(2) = 260J/m^2$ ,  $\Delta G_I(3) = 361J/m^2$ ,  $\Delta G_I(4) = 448J/m^2$ , la propagation nécessite une énergie plus importante.

### V-1-3-2 *Observation des faciès de rupture*

Les faciès de rupture ont été observés au microscope électronique à balayage. La figure V-10 montre un exemple.

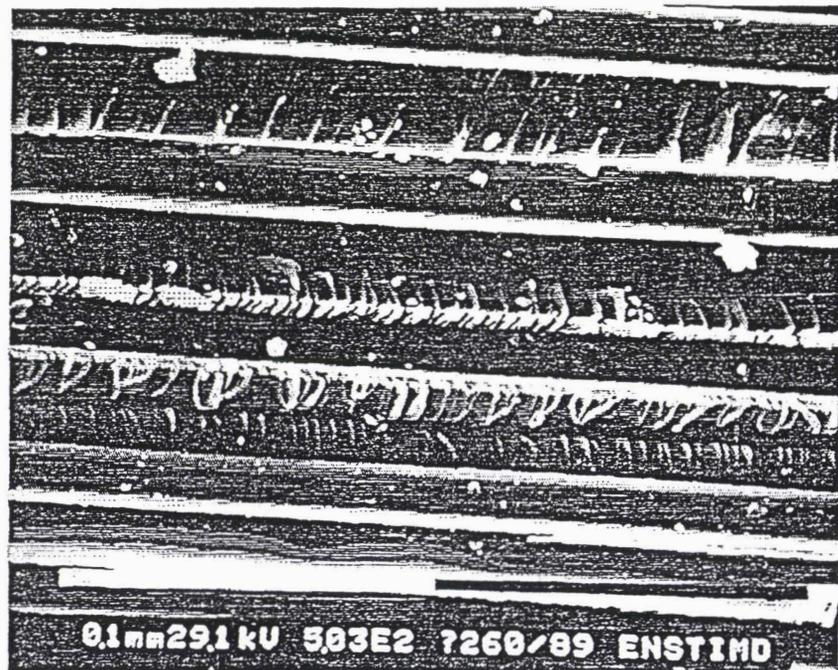


Figure V-10 : Faciès de rupture d'une éprouvette testée en mode I ( $a_0=24$  mm)

Ce cliché représente un faciès type de rupture en pelage ou mode I. On observe des languettes, des rivières dans la résine située entre les fibres. Les fibres apparaissent lisses, ce qui caractérise une rupture à l'interface. Les mécanismes d'initiation ont également été décrits par Purslow [43].

On considère un matériau ABCD au travers duquel une fissure se propage sous l'action d'une force de traction entre E et F (figure V-11). Si la partie supérieure ADGE fléchit plus que BCGF, ceci entraîne une différence de déformation entre EG et FG. A la contrainte de traction se superpose une contrainte de cisaillement qui se développe entre EG et FG et qui augmentera avec le moment fléchissant en H. Le faciès de rupture se rapproche alors de celui d'un faciès type de cisaillement avec des languettes dont le mécanisme a été décrit au paragraphe V-1-1-2.

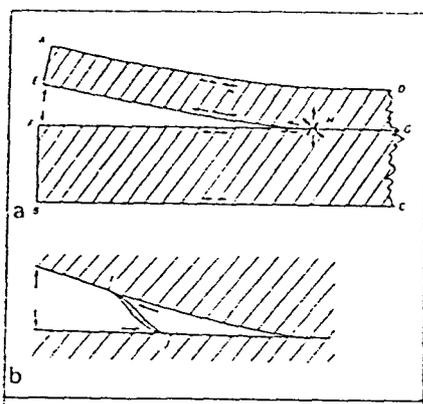


Figure V-11 : Faciès caractéristique d'un essai de mode I ou pelage

Une fois encore, nous n'avons pas observé à partir de ces clichés de différences significatives entre les quatre interfaces.

#### V-1-4 Caractérisation de l'interface par mesures viscoélastiques

Nous avons essayé de relier les modifications des relaxations mécaniques (transition vitreuse) induites par les différents traitements de surface des fibres (ensimage) à la structure de la zone interfaciale.

Nous nous sommes plus particulièrement intéressés à la valeur du facteur de perte  $\tan\delta$  à la température de transition vitreuse ainsi qu'au module de conservation  $E'_c$  au niveau du palier caoutchoutique.

Les spectres dynamiques des différents matériaux sont présentées sur les figures V-12-a-d. Ces spectres donnent les évolutions du module de conservation  $E'$  et du facteur de perte  $\tan\delta$  en fonction de la température.

On constate sur ces courbes que les températures de transition vitreuses sont comparables (152°C environ). Par contre, l'amplitude de  $\tan \delta$  ainsi que la valeur de  $E'_c$  varient en fonction de la nature de l'ensimage des fibres de verre.

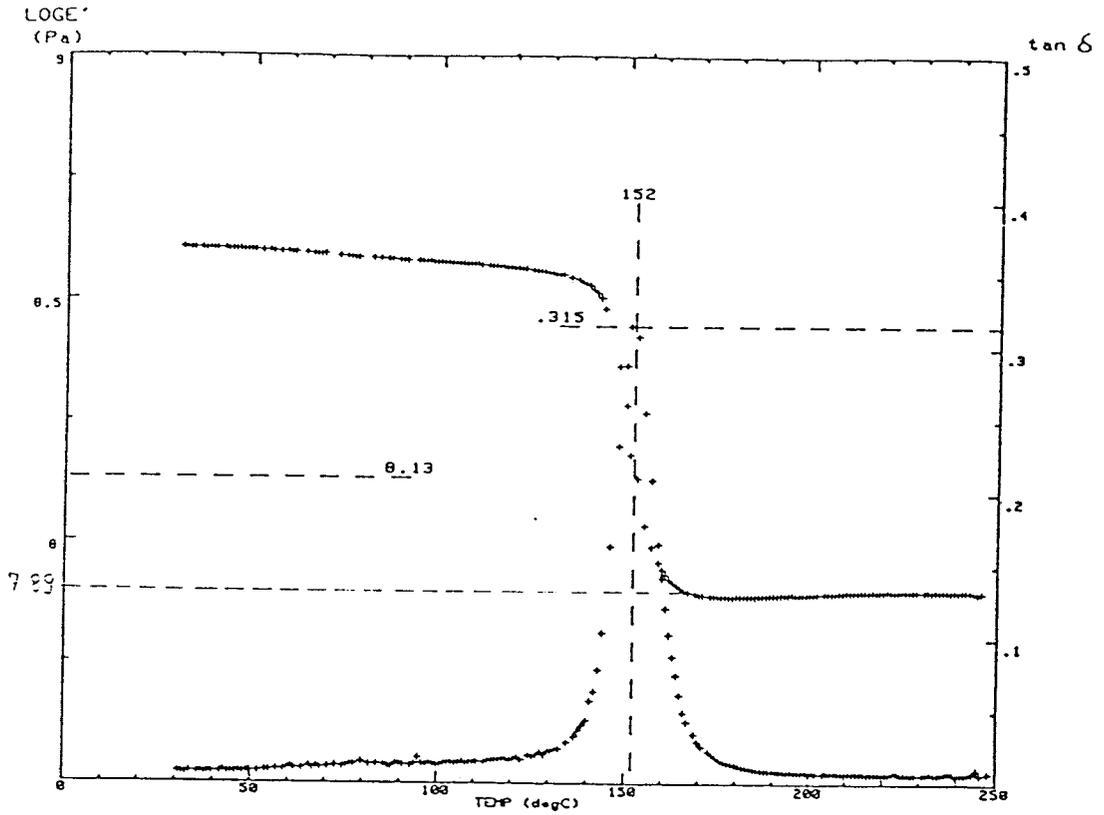
Le tableau V-4 résume les valeurs relevées sur ces courbes.

Matériau	OCF 346 1	Vétrotex 5139 Direct 2	Vétrotex P103 3	Vétrotex 5139 Assemblé 4
$T^{\circ}_{\text{vitreuse}}$ (°C)	152	152	153	152
$\tan \delta$	0,315	0,352	0,365	0,337
$\log E'_c$ (Pa)	7,89	7,84	7,72	7,75
$E'_c$ (MPa)	77	69	52	56

Tableau V-4 : Caractéristiques viscoélastiques des matériaux

Le facteur de perte rend compte des dissipations d'énergie liées à la mobilité moléculaire au sein du matériau. Une diminution de l'amortissement signifie donc une réduction des frottements internes à l'interface puisque le seul paramètre variable est la nature de l'interface.

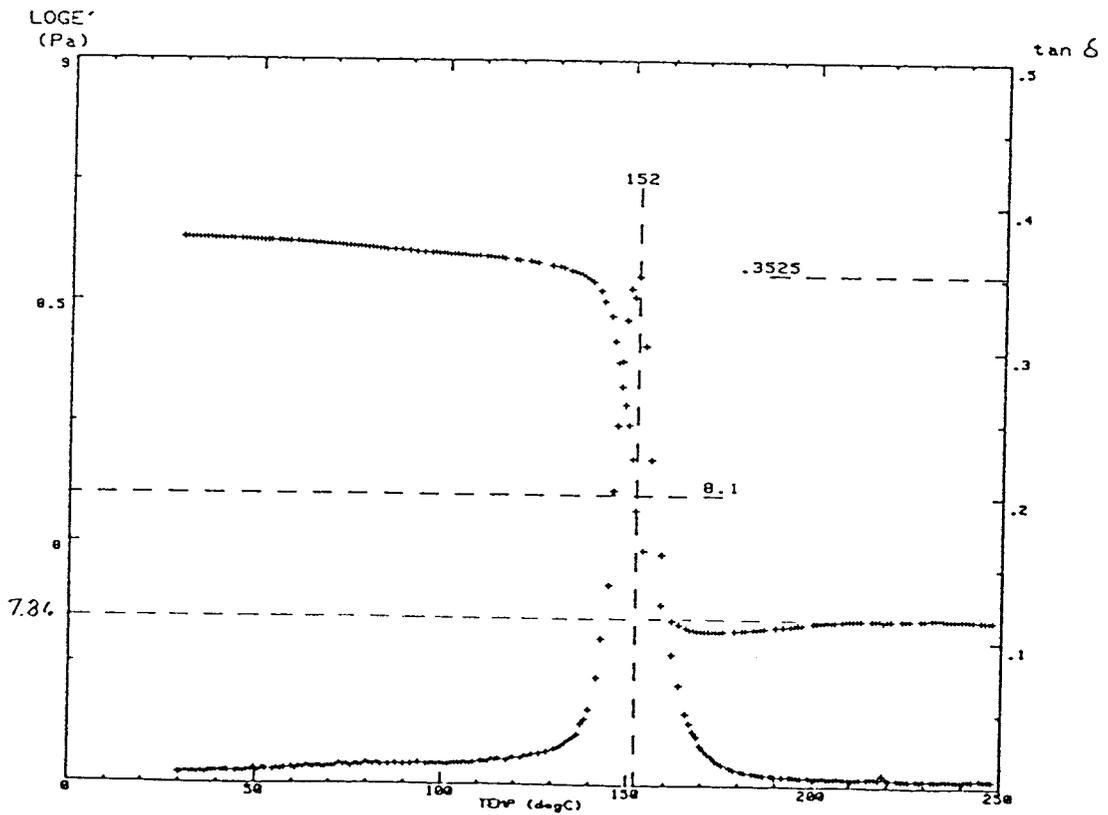
Il a été montré qu'une augmentation du module caoutchoutique  $E'_c$  signifie une croissance de la densité de réticulation [45]. Dans le cas présent, la croissance de la densité de réticulation peut être reliée à une augmentation de la rigidité de l'interphase qui peut conduire à un meilleur transfert de charge et se traduire par une meilleure qualité d'adhésion. Il semble, d'après le tableau V-4, y avoir une corrélation négative entre le module caoutchoutique  $E'_c$  et le facteur de perte  $\tan \delta$  ( $E'_c$  diminue quand  $\tan \delta$  augmente). Il apparaît que le matériau 1 présente une meilleure qualité d'adhésion puisque l'amplitude de  $\tan \delta$  est faible et que  $E'_c$  est le plus élevé. D'autre part, le matériau 3 possède l'interface la moins bonne.

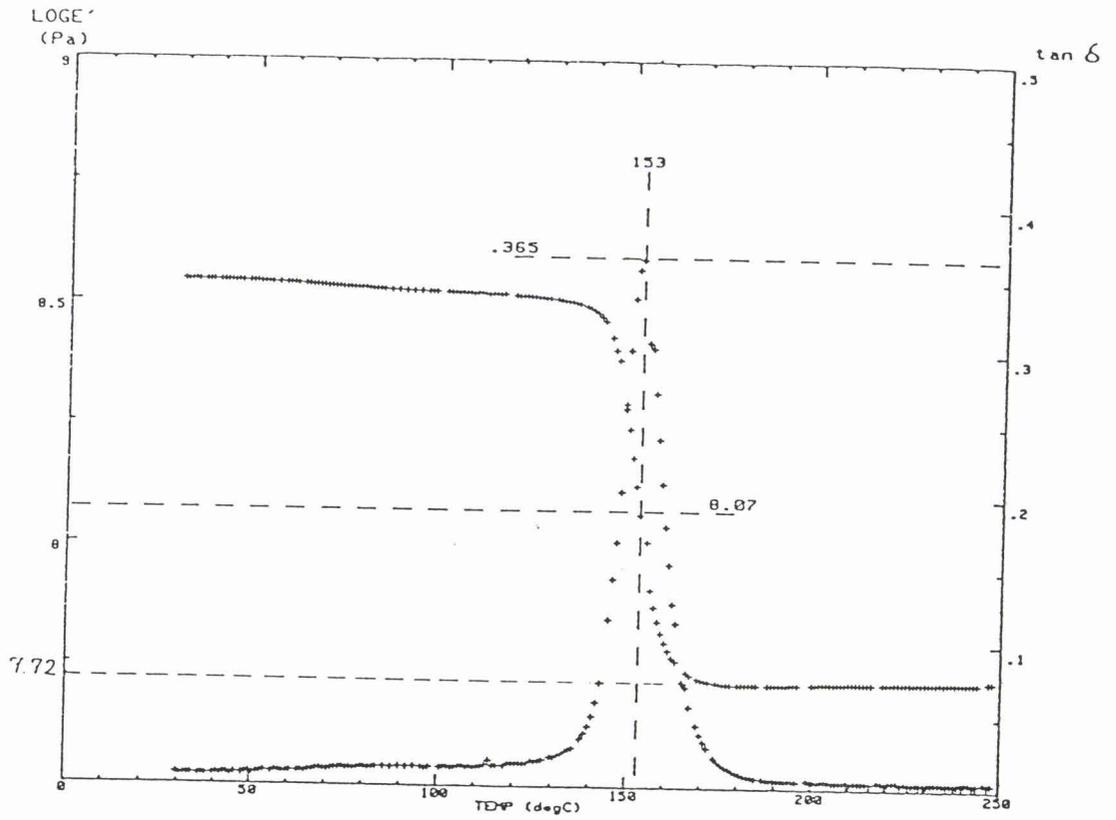


Figures V-12 : Spectres dynamiques

a- Matériau 1- OCF 346

b- Matériau 2- Vetrotex 5139 direct

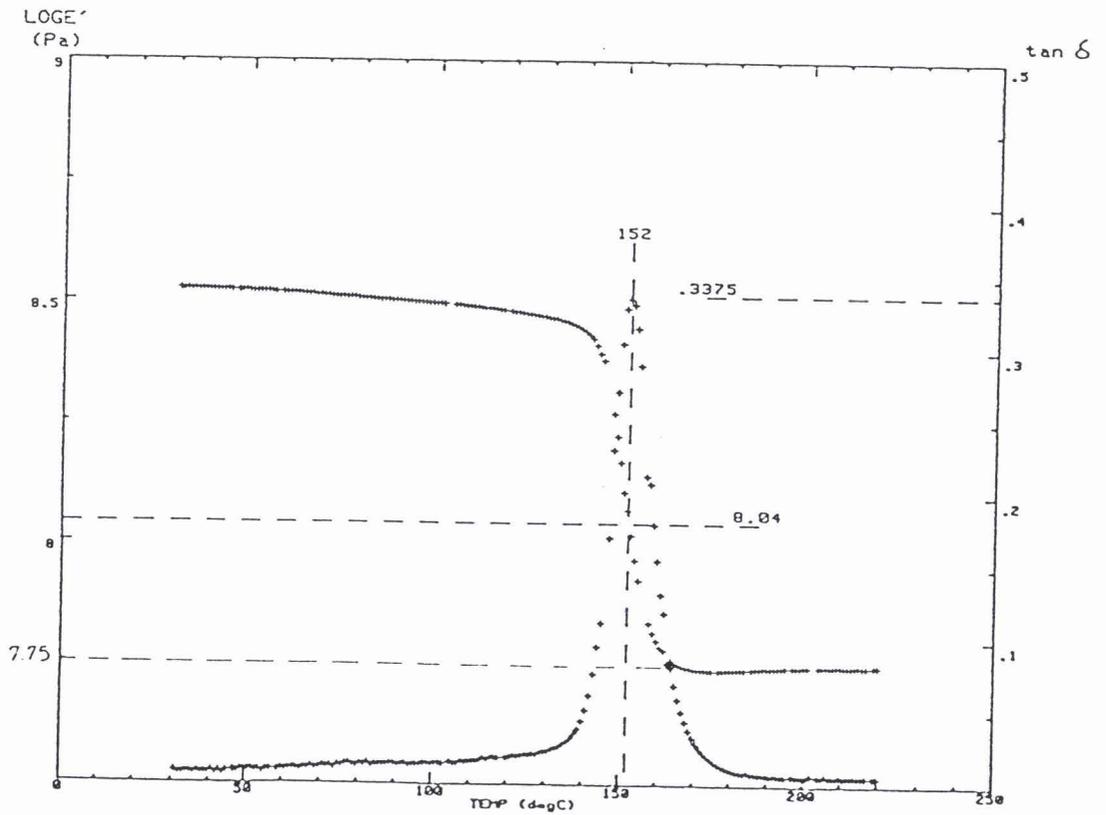




Figures V-12 : Spectres dynamiques

c- Matériau 3- Vetrotex P103

d- Matériau 4- Vetrotex 5139 assemblé



En ce qui concerne les matériaux 2 et 4, l'ensimage est identique, seul le diamètre des fibres varie. Il est de 14  $\mu\text{m}$  pour le matériau 4 et de 17  $\mu\text{m}$  pour le matériau 2. L'augmentation du diamètre des fibres conduit à une diminution de la surface d'adhésion. En effet pour un même volume, il y a moins de fibres 17  $\mu\text{m}$  que de fibres 14  $\mu\text{m}$  et donc moins de surface en contact avec la résine.

La spectroscopie mécanique dynamique semble être une technique sensible pour mettre en évidence les modifications structurales dues aux traitements de surface des fibres de verre. Une bonne qualité de l'interface se traduit par une diminution du facteur de perte  $\tan\delta$  et une augmentation du module de conservation caoutchoutique, cette dernière particularité n'ayant, à notre connaissance, fait l'objet d'aucune observation dans la littérature.

## V-2 Caractérisation des tubes en pression interne

Notre étude porte sur le comportement de structures tubulaires utilisées pour le transport d'eau sous faible pression. Après avoir caractérisé l'adhésion fibre / matrice au moyen d'essais sur matériaux unidirectionnels plans dans le but d'apprécier la qualité des différentes interfaces, nous nous sommes intéressés à l'influence de celles-ci sur le comportement de tubes soumis à une pression interne.

### V-2-1 Comportement monotone des tubes

Les tubes ont été testés en pression interne avec effet de fond. Dans ces conditions, le champ de contraintes est biaxial plan et les contraintes s'écrivent (chapitre II) :

$$\sigma_r = \frac{PR}{2e}$$

$$\sigma_\theta = \frac{PR}{e}$$

où R est le rayon moyen de la partie renforcée, P la pression et e l'épaisseur moyenne de la partie renforcée.

La structure des tubes étant constituée de différentes parties (chapitre III), nous avons estimé la contrainte circonférentielle  $\sigma_\theta$  à l'aide de l'expression :

$$\sigma_{\theta} = \frac{P \cdot (D_i + 2e_l + e_r)}{2e_r} \quad (1)$$

où P est la pression interne (MPa),  $D_i$  le diamètre intérieur du tube (mm),  $e_l$  l'épaisseur du liner (mm) et  $e_r$  épaisseur de la partie renforcée (mm).

Nous définissons des rigidités axiale et diamétrale apparentes comme étant :

$$\begin{aligned} \text{rigidité axiale apparente} &= \sigma_{\theta} / 2 \epsilon_x = \sigma_x / \epsilon_x \\ \text{rigidité diamétrale apparente} &= \sigma_{\theta} / \epsilon_{\theta} \end{aligned}$$

Les lois de comportement multidirectionnelles contraintes-déformations sont présentées sur les figures V-13-a-d. La contrainte est la contrainte circonférentielle appliquée  $\sigma_{\theta}$ ; elle est tracée en fonction des déformations mesurées dans les différentes directions: axiale  $\epsilon_x$ , circonférentielle  $\epsilon_{\theta}$ , perpendiculaire aux fibres  $\epsilon_{\perp}$  et parallèle aux fibres  $\epsilon_{\parallel}$ .

Pour les matériaux 2, 3 et 4, aux faibles pressions, le tube se comporte de façon élastique linéaire. Lorsque la pression augmente, il apparaît une transition relativement bien définie du comportement linéaire au non linéaire suivant toutes les directions avec cependant un effet moins prononcé dans le cas de la déformation circonférentielle. Ceci peut s'expliquer par le fait que le comportement de la structure se rapproche dans ce cas de celui des fibres orientées à  $\pm 35^{\circ}$ . Ce coude est probablement dû à un léger fluage de la résine mais la cause principale en est un cisaillement transverse comme nous le verrons ultérieurement.

En poursuivant la pressurisation, il apparaît un perlage sous forme de gouttelettes sur la partie externe du tube. On remarquera que l'apparition du coude a lieu à des niveaux de pression très inférieurs à la pression de perlage.

Pour le matériau 1, le comportement en pression croissante est quasiment linéaire jusqu'au perlage.

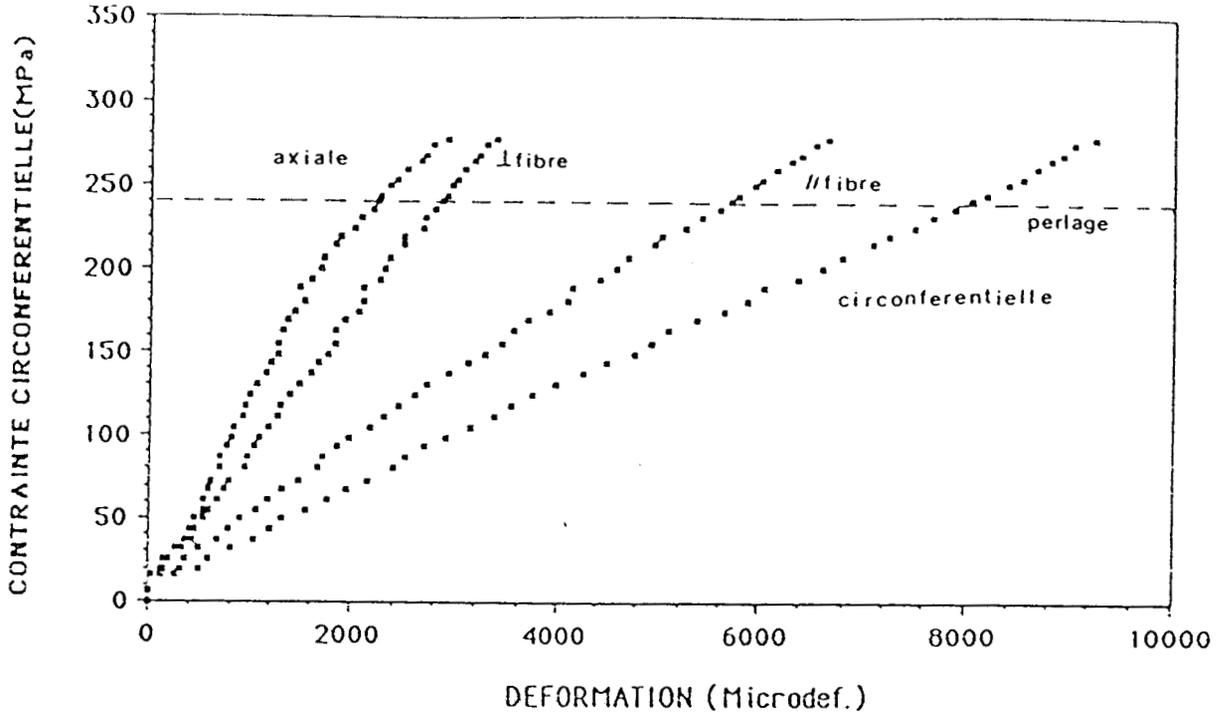


Figure V-13-a : Lois de comportement instantané du matériau 1

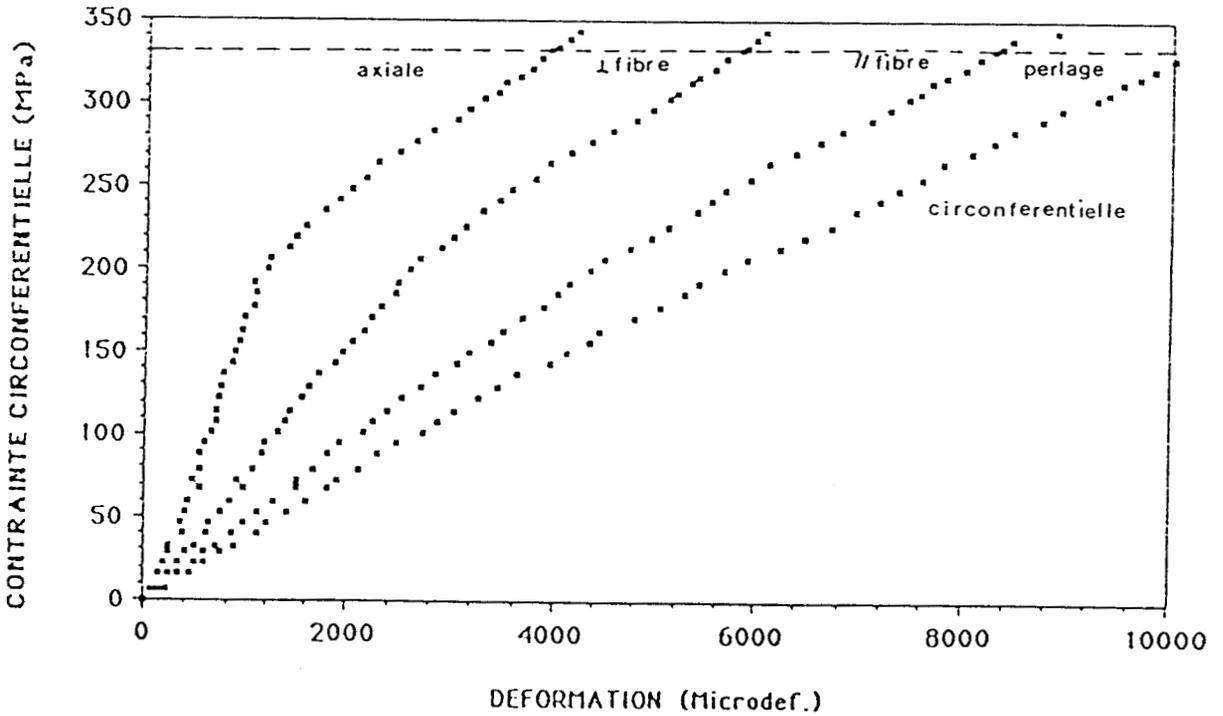


Figure V-13-b : Lois de comportement instantané du matériau 2

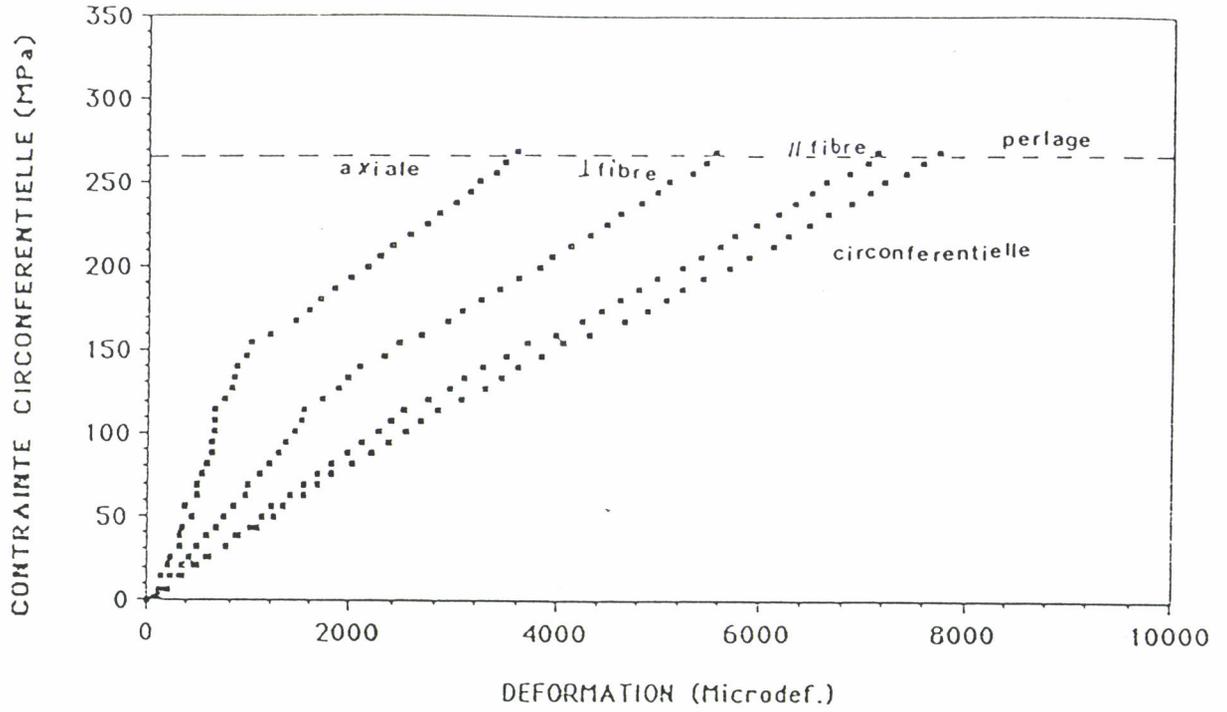


Figure V-13-c : Lois de comportement instantané du matériau 3

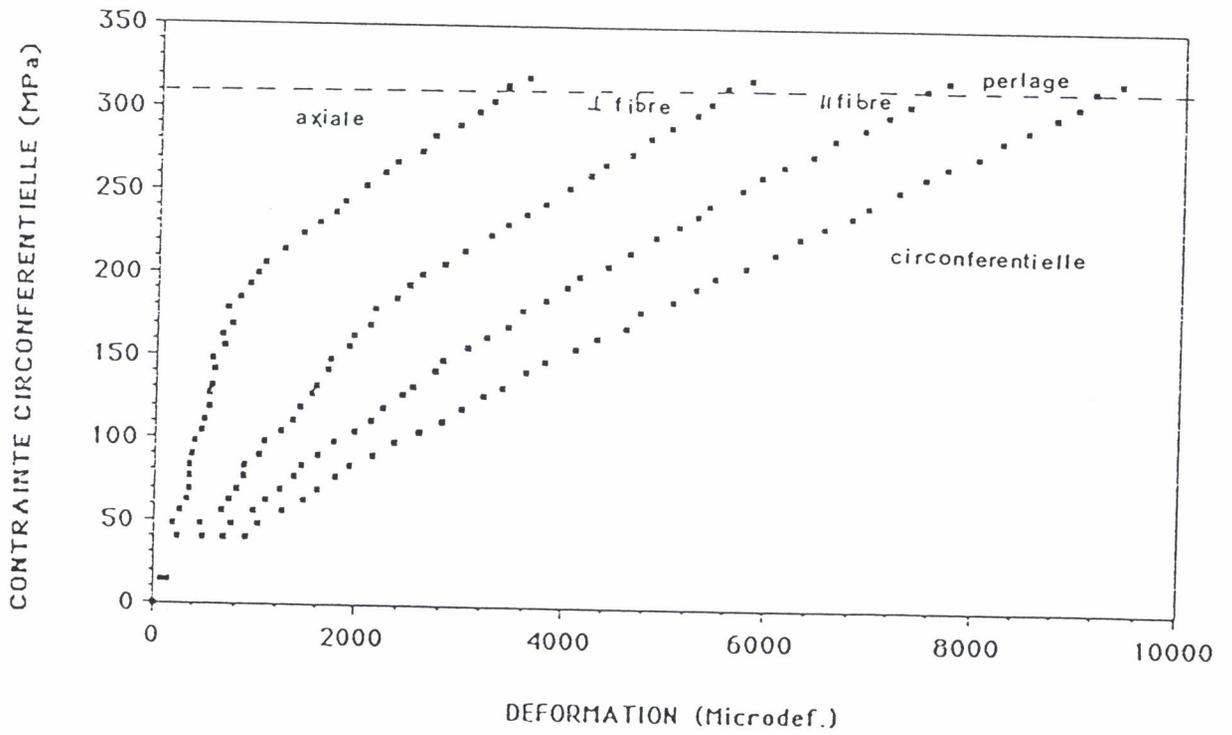


Figure V-13-d : Lois de comportement instantané du matériau 4

V-2-1-1 Critère de perlage

Le tableau V-5 résume les caractéristiques au perlage de chacun des matériaux en particulier les pressions et les contraintes ainsi que les déformations correspondantes.

Matériau	Pp (bars)	$\sigma_{\theta p}$ (MPa)	$\epsilon_{xp}$ (%)	$\epsilon_{\theta p}$ (%)	$\epsilon_{//p}$ (%)	$\epsilon_{lp}$ (%)
OCF 346 1	121 8,7	239 16,8	0,22 0,019	0,73 0,069	0,61 0,058	0,38 0,074
Vétrotex 5139 direct 2	145 7,9	330 16,5	0,33 0,068	0,96 0,081	0,78 0,072	0,60 0,031
Vétrotex P103 3	122 6,6	266 14,8	0,34 0,046	0,73 0,063	0,64 0,050	0,50 0,056
Vétrotex 5139 assemblé 4	133 6,7	309 24,4	0,33 0,083	0,88 0,085	0,75 0,048	0,57 0,028

Tableau V-5 : Caractéristiques des matériaux au perlage. (Valeurs moyennes obtenues sur cinq essais).

On constate que les pressions de perlage pour les différents matériaux sont comparables dans la limite de la dispersion. Par contre, l'écart est plus important en valeurs de contraintes circonférentielles (irrégularité des épaisseurs de paroi).

### V-2-1-2 Critère de 1<sup>er</sup> endommagement

Nous avons également relevé les caractéristiques des structures dans la partie linéaire des courbes contrainte - déformation. Ces valeurs sont reportées dans le tableau V-6. Nous nous sommes plus particulièrement intéressés aux caractéristiques élastiques des structures dans la direction perpendiculaire aux fibres. L'apparition du coude est reliée dans ce cas au premier endommagement correspondant à la microfissuration transverse de la résine.

Sachant notamment que la structure 3 correspond à un ensimage des fibres standard, on constate que ce critère d'endommagement est plus significatif au moins en valeur relative que celui du perlage habituellement choisi dans le milieu industriel.

La pression de perlage est en fait fonction de la longueur et du diamètre moyens des chemins de diffusion suivis par le fluide.

Ces chemins de diffusion dépendent des mécanismes de formation et de propagation des premières microfissurations et par conséquent la pression de perlage n'est pas nécessairement proportionnelle à la charge atteinte au premier endommagement.

Sur les figures V-13 a-d, on remarque que, pour les matériaux 2, 3, 4, l'amorçage de la microfissuration se produit relativement tôt (apparition du coude) avec une propagation plutôt lente jusqu'au perlage; alors que pour le matériau 1 l'amorçage est plus tardif mais la propagation des fissures est très rapide (linéarité jusqu'au perlage). Ceci est en accord avec les résultats de propagation de fissures obtenus dans le paragraphe V-1-3.

Dans le tableau V-6, nous avons calculé les pentes des courbes contraintes-déformations. Nous remarquons deux familles de population pouvant s'expliquer par la provenance des fibres de verre E (OCF et Vétrotex).

### V-2-1-3 Mécanisme d'endommagement et de perlage

L'augmentation de la pression conduit à l'apparition de fissures dans la matrice et à l'interface qui se multiplient et se propagent au travers de la structure des tubes pour conduire finalement au phénomène de perlage qui se traduit par l'apparition de gouttelettes de

Matériau	$\sigma_{\theta}$ à $\epsilon_{xNL}$ (MPa)	$\epsilon_{xNL}$ (%)	$\sigma_{\theta}$ à $\epsilon_{\theta NL}$ (MPa)	$\epsilon_{\theta NL}$ (%)	$\sigma_{\theta}$ à $\epsilon_{\theta NL}$ (MPa)	$\epsilon_{\theta NL}$ (%)	$\sigma_{\theta}$ à $\epsilon_{LNL}$ (MPa)	$\epsilon_{LNL}$ (%)	$\sigma_{\theta} / \epsilon_x$ (GPa)	$\sigma_{\theta} / \epsilon_{\theta}$ (GPa)	$\sigma_{\theta} / \epsilon_{\theta}$ (GPa)	$\sigma_{\theta} / \epsilon_L$ (GPa)
1	209 27	0,140	126 21	0,366	144 33	0,347	226 17	0,393	149	34	41	57
2	210 9	0,124	168 33	0,452	206 14	0,427	215 7	0,262	169	37	48	82
3	145 11	0,095	123 9	0,310	130 14	0,260	139 9	0,185	152	39	50	75
4	188 18	0,119	157 11	0,402	167 12	0,341	175 10	0,229	158	39	49	76

Tableau V-6 : Caractéristiques élastiques des tubes  
 $\sigma_{\theta}$  : contrainte circonférentielle calculée par (1) p82  
 $\epsilon_x, \sigma_{\theta}, \epsilon_{\theta}, \epsilon_L$  : Déformations axiale, circonférentielle, parallèle aux fibres et  
perpendiculaire aux fibres

liquide sur toute la surface du tube. Une analyse plus précise sera faite au chapitre V-2-5.

#### V-2-1-4 Conclusion

La classification de la qualité des interfaces varie donc en fonction du critère de fin de vie choisi.

Les interfaces sont sensiblement équivalentes dans le cas de la caractérisation au perlage, par contre des écarts significatifs ont été observés au moyen du critère de premier endommagement.

#### V-2-2 Détermination de la contrainte élastique ultime de paroi (U.E.W.S.)

Afin de mieux préciser la transition linéaire-non linéaire des matériaux, nous avons mis au point un essai de chargements répétés progressifs décrit au chapitre IV-2-2.

Cet essai permet une caractérisation de la tenue à moyen terme des tubes en pression car elle allie à la fois une sollicitation cyclique et une sollicitation de fluage.

Lorsque les tubes sont soumis à des contraintes moyennes, ils se comportent de manière complètement élastique, c'est à dire que en les déchargeant et en les chargeant à nouveau les déformations sont identiques. En appliquant des contraintes de plus en plus élevées, ce cycle de chargement et déchargement ne produit plus une réaction inaltérée : au rechargement, les déformations sont plus importantes, le comportement élastique est dépassé.

Les figures V-14 a-d montrent le comportement des quatre matériaux soumis à cet essai.

Les valeurs des contraintes limites ainsi que des déformations axiales correspondantes sont résumées dans le tableau V-7.

Matériau	OCF 346 1	Vétrotex 5139 direct 2	Vétrotex P103 3	Vétrotex 5139 assemblé 4
$P_{uews}$ (Bar)	78,4 (7,3)	74,4 (4)	52,8 (3,3)	66,2 (1,2)
$\sigma_{\theta uews}$ (MPa)	160 (22)	165 (6)	117 (8)	149 (8)
$\epsilon_x$ (%)	0,13 (0,016)	0,13 (0,011)	0,093 (0,009)	0,116 (0,009)
pente $\sigma_{\theta uews}/\epsilon_x$ (GPa)	118	127	126	127

Tableau V-7 : Caractéristiques des matériaux à l'UEWS

Encore ici le matériau Vétrotex P103 possédant un ensimage standard compatible à la fois avec une matrice époxy et polyester semble être le moins bon en matière d'interface puisque sa limite élastique est la moins élevée. Par contre, on note une compétition entre OCF 346 et Vétrotex 5139 direct, leurs limites élastiques étant comparables tout au moins en valeurs de contrainte.

En considérant les valeurs des pentes, on observe de nouveau deux familles de population pouvant s'expliquer par la provenance des fibres de verre E (OCF et Vétrotex).

A des niveaux de contraintes supérieures à la contrainte limite, il y a apparition du phénomène de fluage de la résine qui conduit à la formation de fissures menant à leur tour au perlage.

Sur les courbes représentées sur les figures V-14 a-d, on note une chute rapide de la rigidité axiale apparente qui traduit une évolution de l'endommagement par multiplication des fissures.

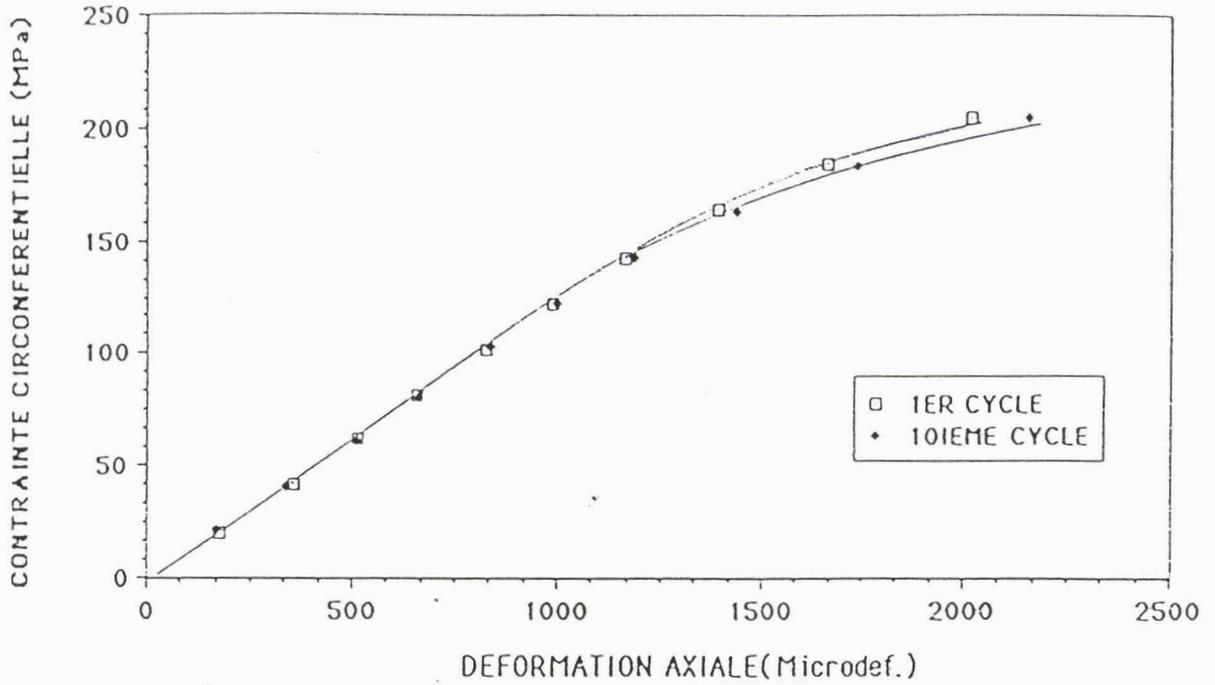


Figure V-14-a : Lois de comportement en chargements répétés progressifs du matériau 1

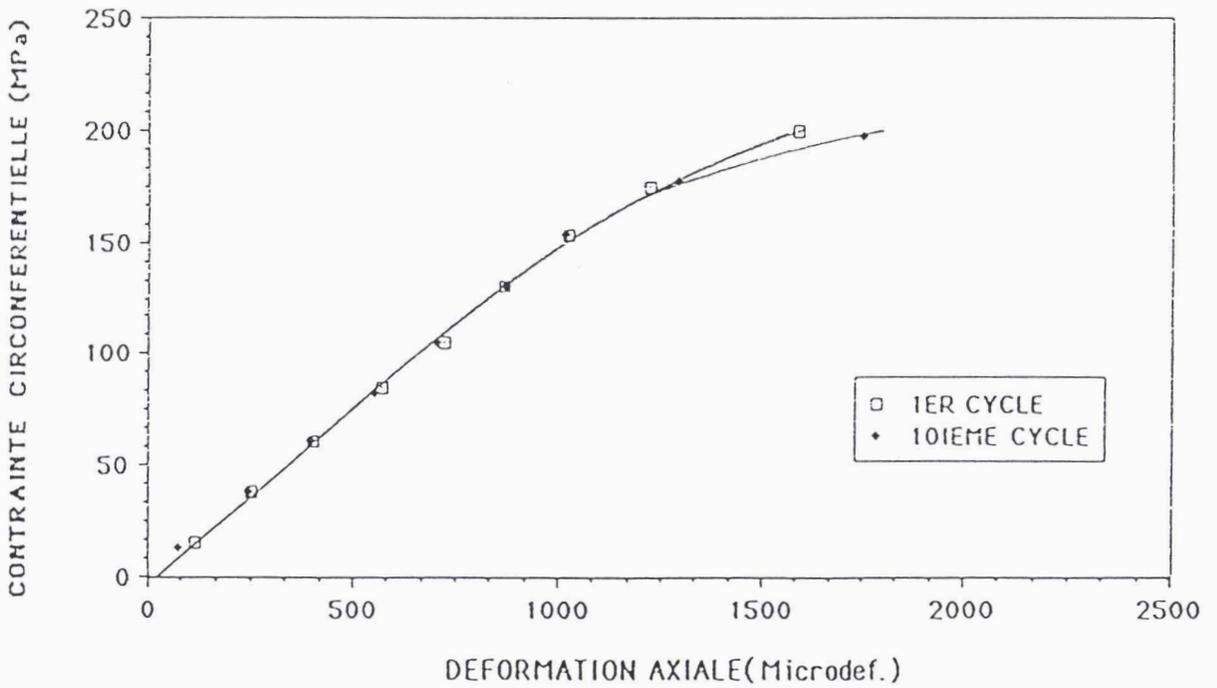


Figure V-14-b : Lois de comportement en chargements répétés progressifs du matériau 2

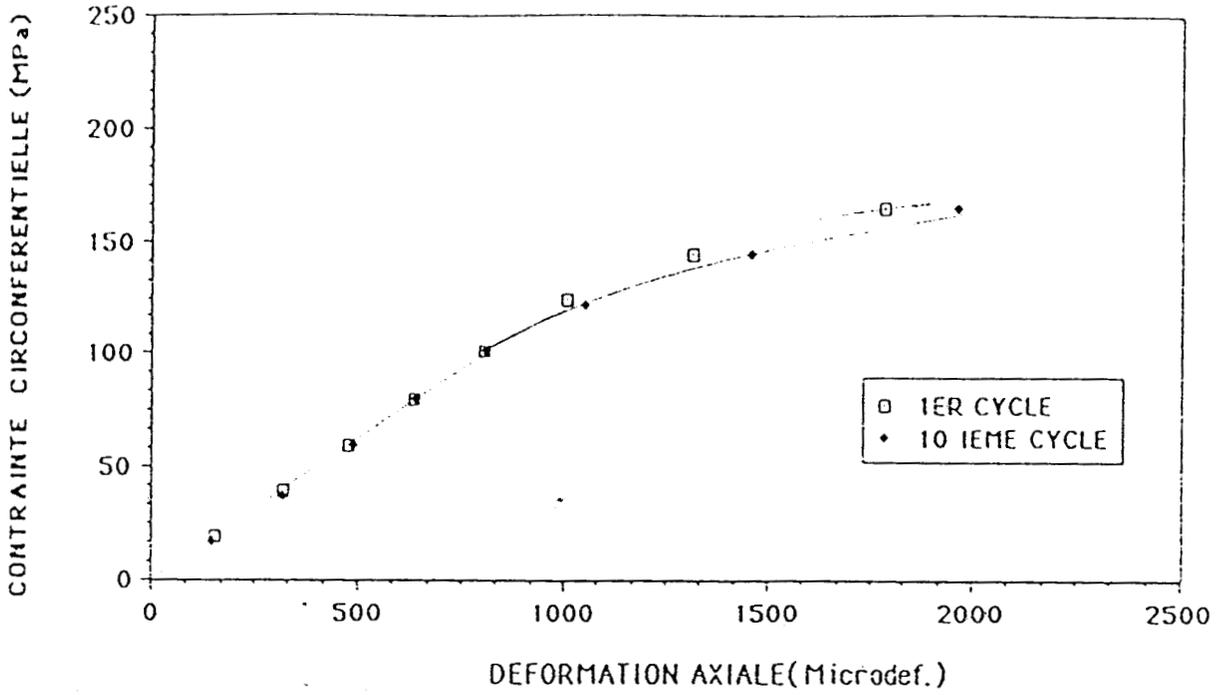


Figure V-14-c : Lois de comportement en chargements répétés progressifs du matériau 3

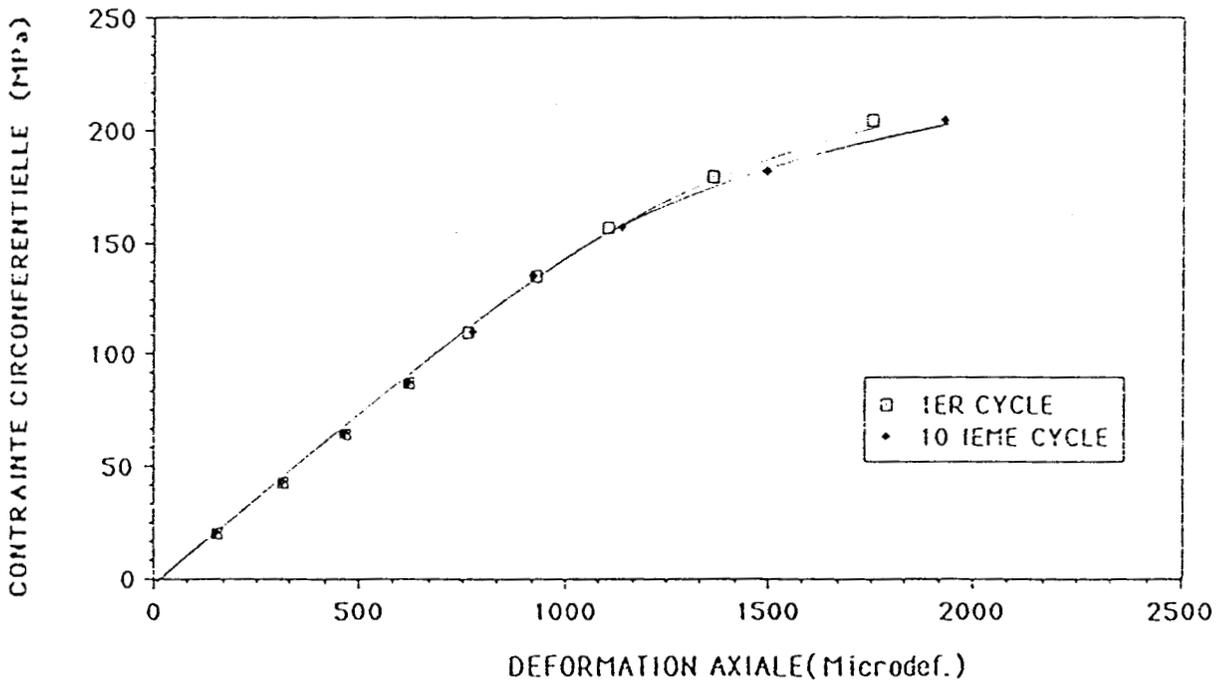


Figure V-14-d : Lois de comportement en chargements répétés progressifs du matériau 4

### V-2-3 Comportement en fatigue

Il est généralement admis que même en présence de fibres traitées, l'interface fibre/matrice est la partie la plus critique d'un composite. Des études ont été menées dans le but de déterminer le comportement des matériaux composites à la fatigue [44]. Dans le cas des composites verre/époxy unidirectionnels, une chute brutale de la rigidité a été observée en fatigue; de même le module de cisaillement de composites renforcés verre, carbone, kevlar diminue rapidement bien que ceci n'ait pas été remarqué au cours d'essai de fatigue sur les mêmes résines non renforcées. Ces variations brutales ont été attribuées à une décohésion des interfaces fibres/matrices.

La décohésion interfaciale semble donc être un paramètre limitatif du comportement en fatigue de tous les composites unidirectionnels.

Par conséquent, les matériaux composites ayant une résistance interfaciale élevée doivent posséder des performances en fatigue meilleure.

Dans cette partie, nous étudions l'influence de la nature de l'interface sur les performances des tubes testés en pression interne cyclique suivant les conditions décrites au chapitre IV-2-3.

Le cyclage est une sollicitation sévère qui engendre un endommagement progressif irréversible des structures.

#### V-2-3-1 Courbes de durée de vie

Dans un premier temps, nous avons étudié le comportement en pression interne cyclique des tubes fabriqués avec le roving Vétrotex 5139 direct.

Le comportement en fatigue est représenté par une courbe de Wöhler donnant l'évolution du nombre de cycles à rupture  $N_R$  (perlage) en fonction de la pression  $P$  ou contrainte appliquée  $\sigma_{\text{circonférentielle}}$ . Cette courbe est représentée sur la figure V-15. La représentation en échelle logarithmique montre qu'il existe une relation simple entre la pression ou contrainte et le nombre de cycles  $N_R$ .

Lorsque la pression maximale diminue, le nombre de cycle à rupture augmente. On remarquera sur cette figure la faible dispersion des résultats.

Une régression linéaire  $\log(t) = f(\log(P \text{ ou } \sigma))$  a été obtenue par la méthode des moindres carrés. Ce lissage donne la relation suivante :

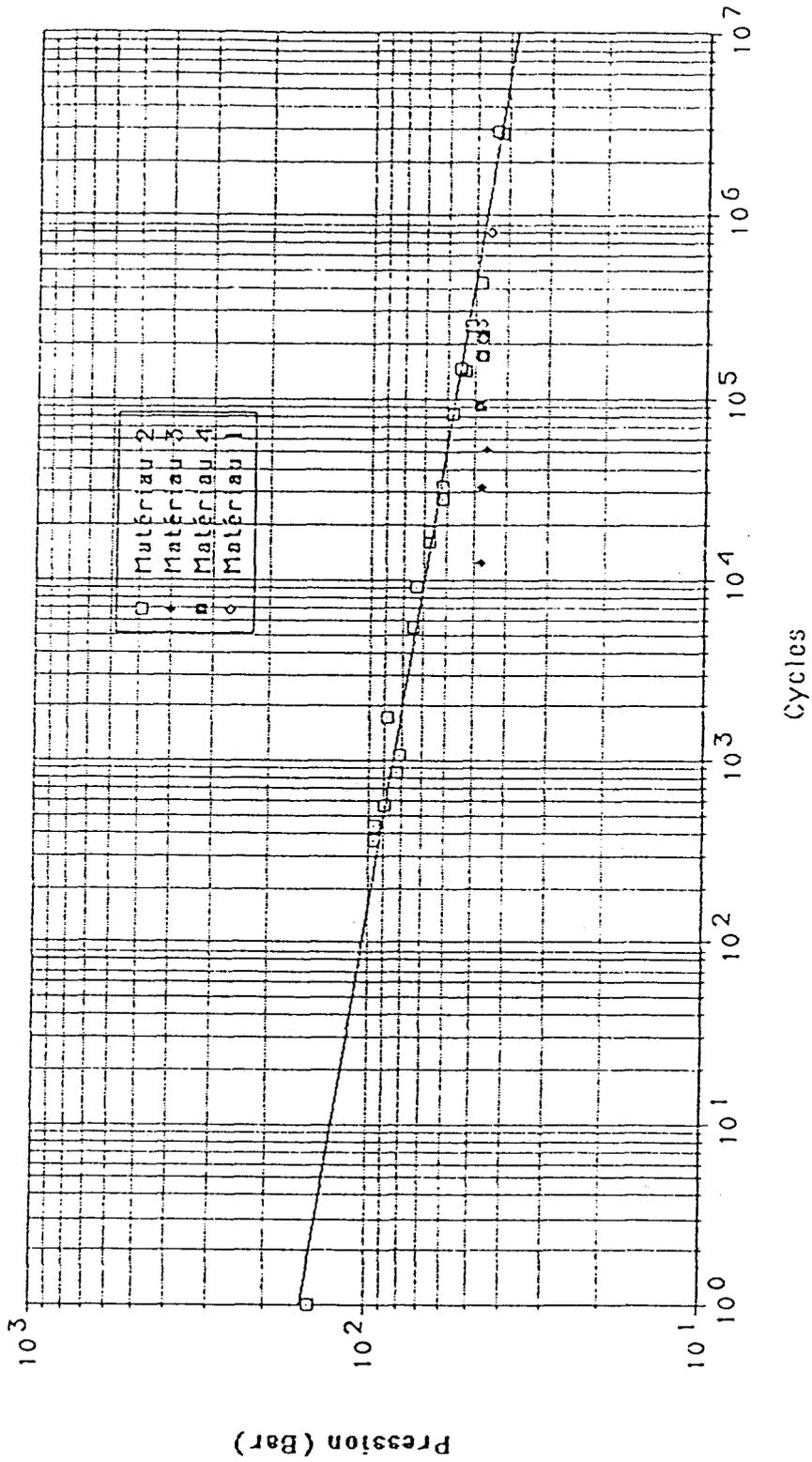


Figure V-15 : Courbes de durée de vie des tubes testés en pression cyclique

$$\log N_R = 24,74 - 9,51 \log (\phi)$$

avec un coefficient de corrélation R de 0,984 et un écart type de 0,225.

A partir de cette courbe, nous avons relevé le niveau de pression correspondant à une durée de vie de  $10^6$  cycles et nous avons ensuite appliqué cette pression égale à 47 Bar aux tubes fabriqués avec les trois autres rovings.

Le tableau V-8 résume les résultats obtenus en valeur moyenne (3 essais par matériau).

Matériau	OCF 346 1	Vétrotex 5139 direct 2	Vétrotex P103 3	Vétrotex 5139 assemblé 4
$N_R$ à P=47 Bar	213.822	702.000	22.726	191.982

Tableau V-8 : Durée de vie en fatigue des matériaux à 47 Bar

Ces résultats montrent que la durée de vie en fatigue des tubes est affectée par la nature de l'interface fibre/matrice.

Le matériau 3 dont la qualité d'interface semble être la moins bonne possède des performances en fatigue réduites de 95 % par rapport au matériau 2 se plaçant en tête à ce niveau de pression.

### *V-2-3-2 Evolution des déformations*

Lors des essais de fatigue cyclique, nous avons suivi l'évolution des déformations des tubes en fonction du nombre de cycles.

Nous n'avons obtenu que peu de résultats étant donné les problèmes liés à l'utilisation des jauges de déformation dans de telles conditions. Néanmoins, les figures V-16, 17 et 18 présentent quelques résultats obtenus pour des tubes OCF 346(matériau 1) testés à 47 Bar,

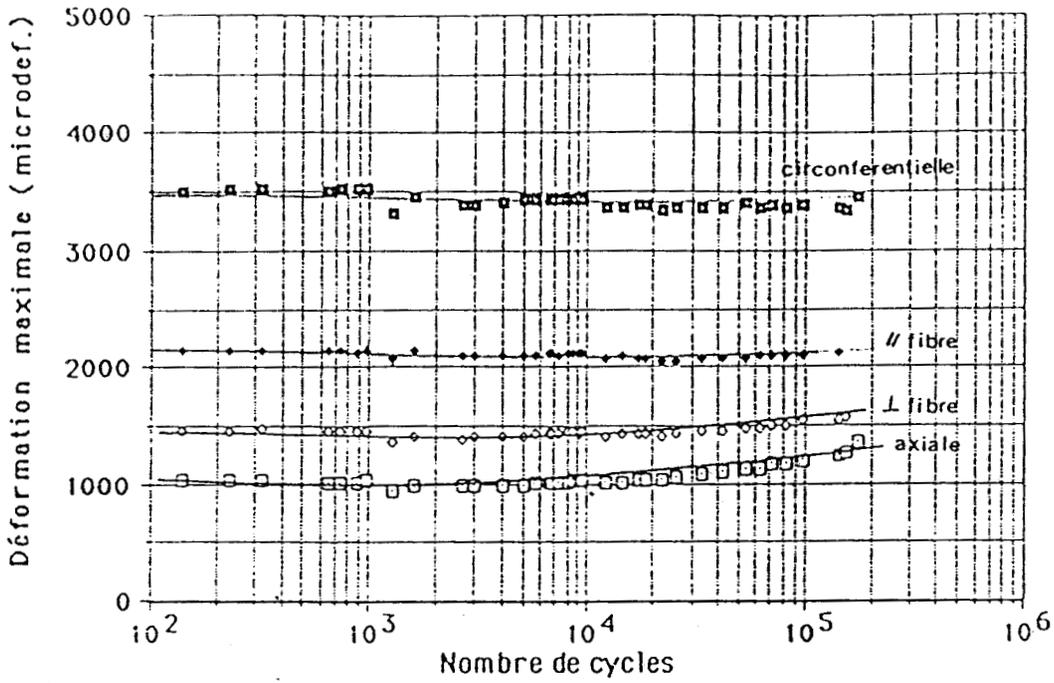


Figure V-16 : Evolution des déformations en fonction du nombre de cycles pour OCF 346 testé à 47 Bar

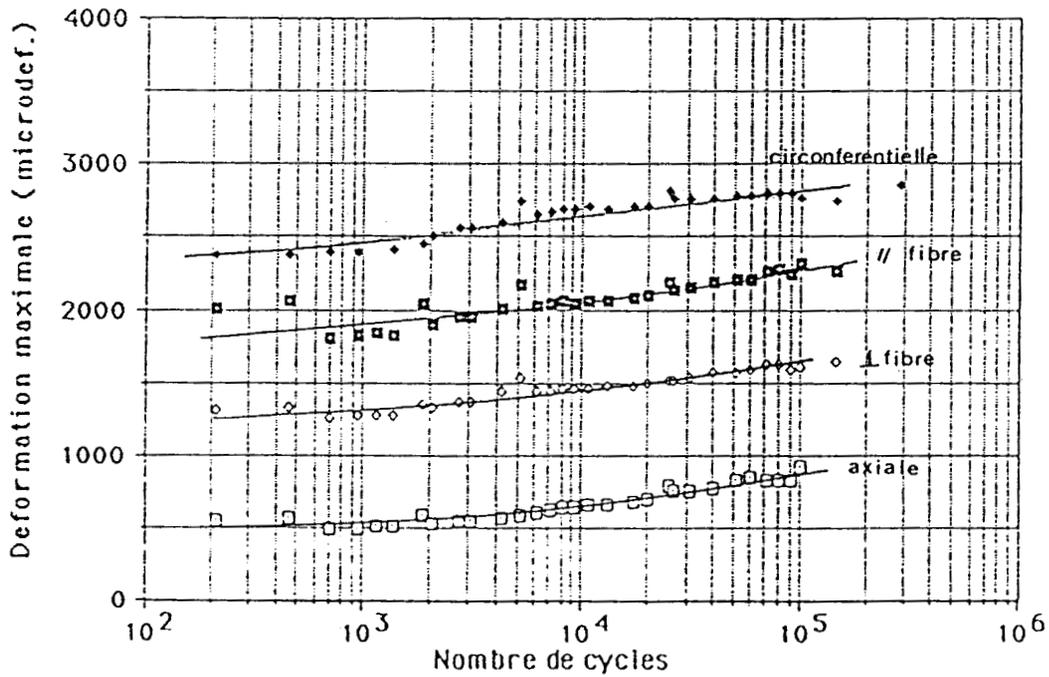


Figure V-17 : Evolution des déformations en fonction du nombre de cycles pour Vetrotex 5139 direct testé à 47 Bar

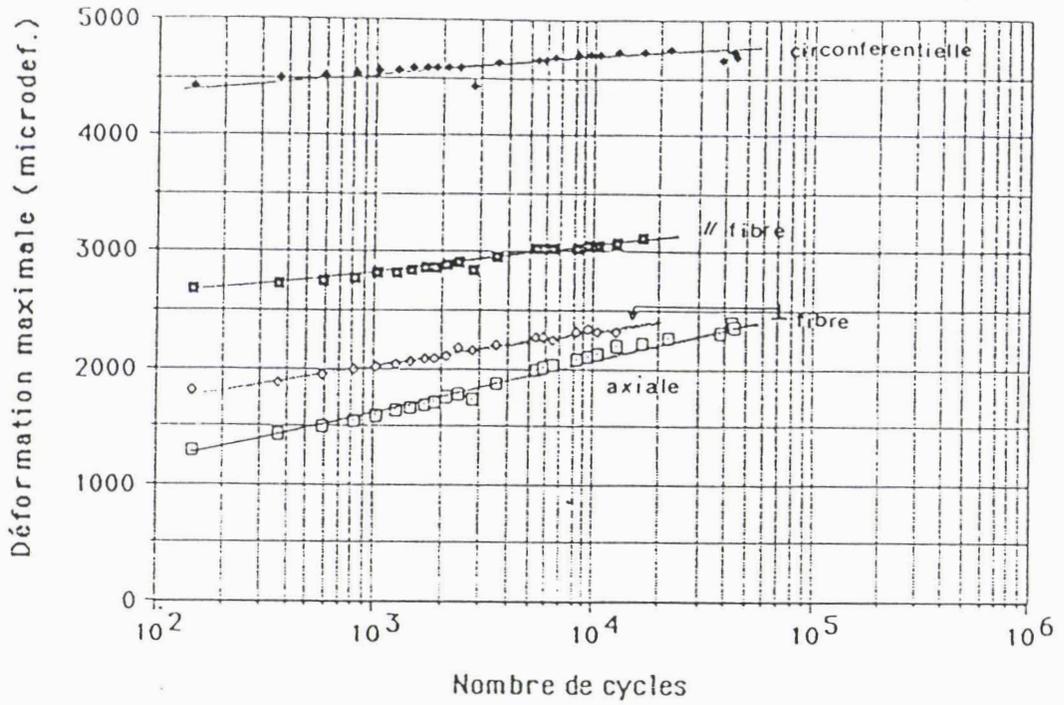


Figure V-18 : Evolution des déformations en fonction du nombre de cycles pour Vetrotex P103 testé à 60 Bar

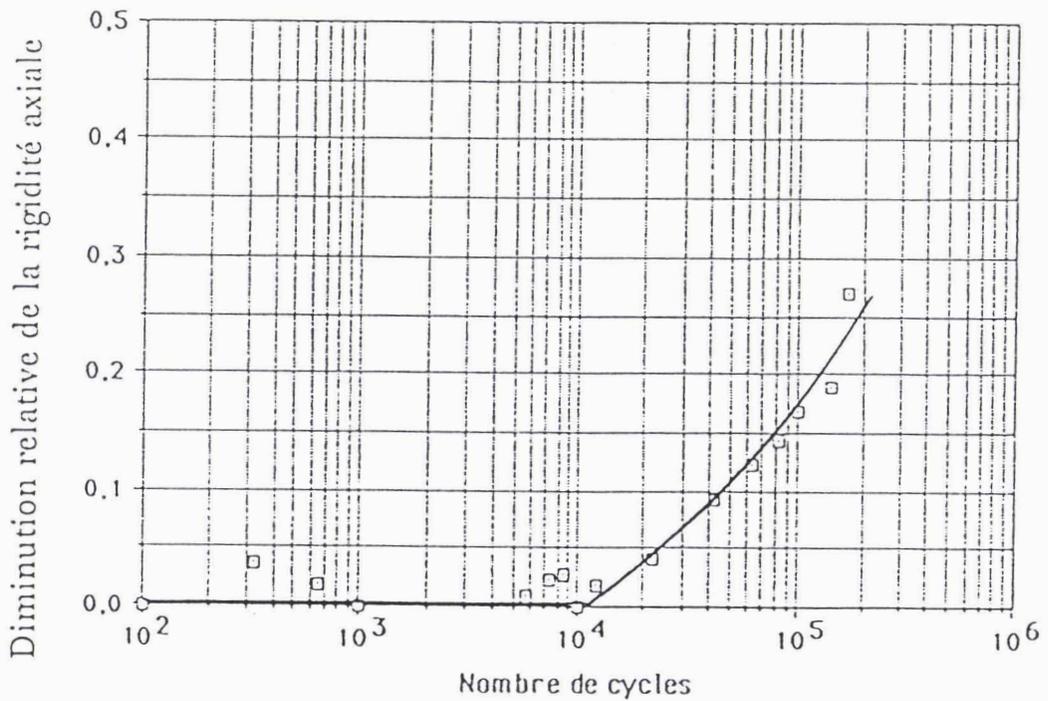


Figure V-19 : Diminution relative de la rigidité axiale - OCF346

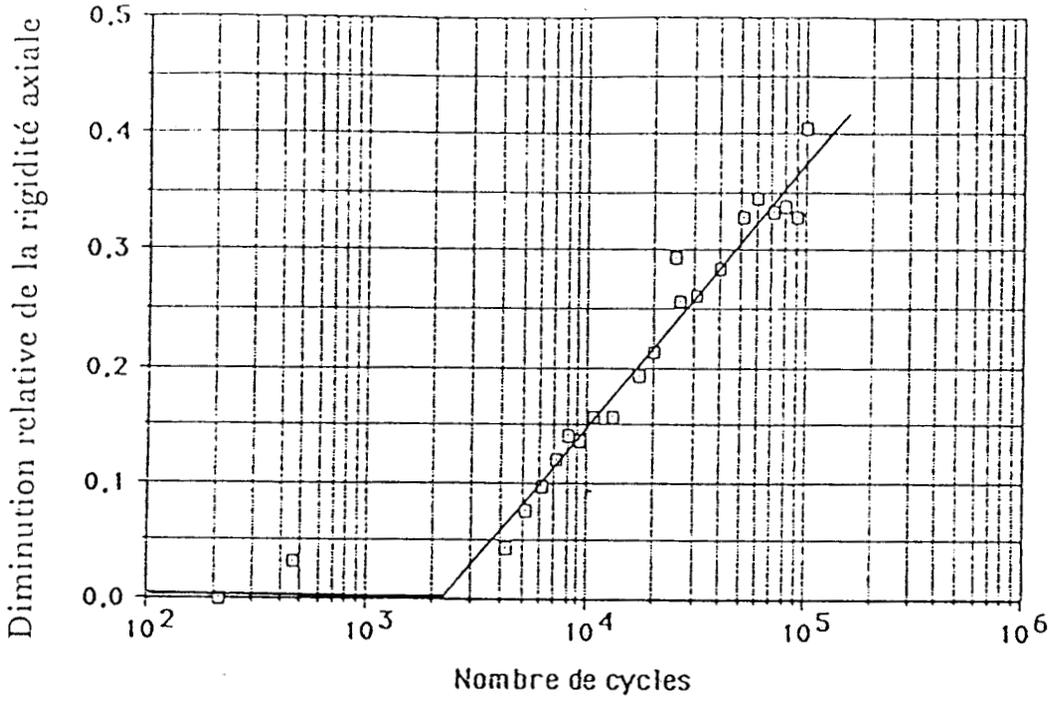


Figure V-20 : Diminution relative de la rigidité axiale - Vétrotex 5139 direct

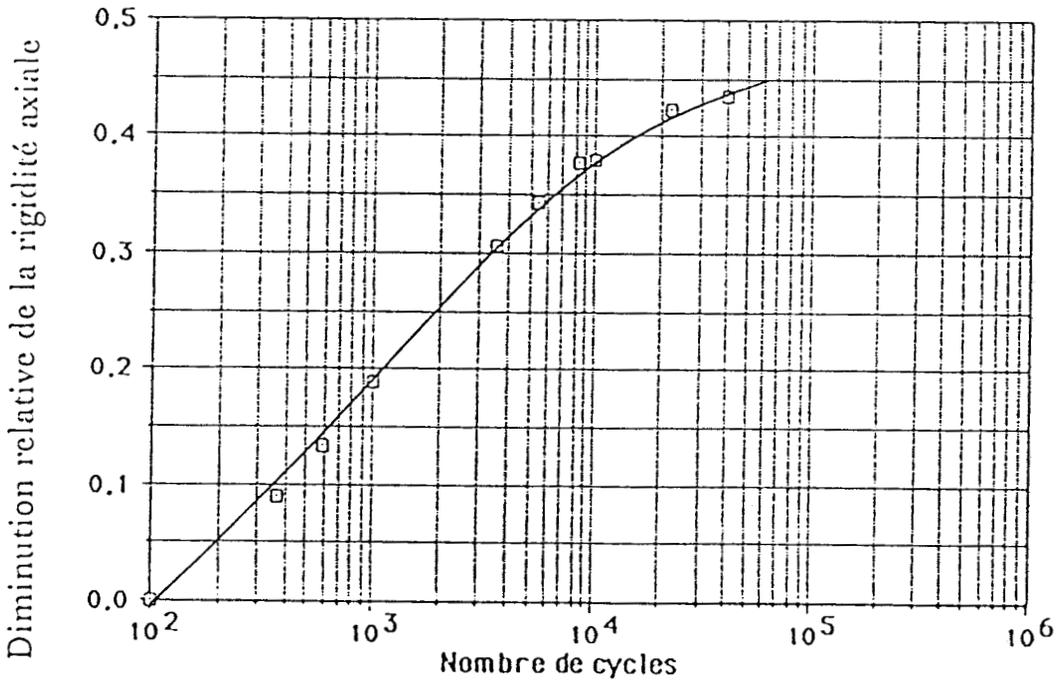


Figure V-21 : Diminution relative de la rigidité axiale - Vétrotex P103

Vetrotex 5139 direct (matériau 2) testés à 47 Bar et Vétrotex P103 (matériau 3) testés à 60 Bar.

Sur ces courbes, on observe une évolution des déformations axiale et perpendiculaire au renfort pour le matériau 3 dès le début du cyclage, alors que pour le matériau 1 il faut attendre  $10^4$  cycles pour l'observer.

Le matériau 3 a été sollicité à 60 Bar, pression supérieure à la pression correspondant à la contrainte élastique ultime de paroi (UEWS) égale à 53 Bar qui a été déterminée dans le paragraphe V-2-2. Un phénomène de propagation d'endommagement apparaît rapidement.

Par contre, les matériaux 1 et 2 ont été testés à 47 Bar, pression bien inférieure à celle correspondant à l'UEWS égale à 78 Bar et 74 Bar. Ce phénomène apparaît plus tardivement (aux environs de  $10^4$  cycles et  $3.10^3$  cycles).

L'endommagement des matériaux apparaît bien avant le perlage lui-même (changement de pente dans les directions axiale et perpendiculaire aux fibres). Il peut être relié directement à l'évolution des rigidités apparentes. Les courbes V-19, 20 et 21 montrent l'évolution des rigidités axiales apparentes en fonction du nombre de cycles pour les trois essais avec leur discontinuité, critère d'amorce d'endommagement.

Pour le matériau 3, on note une perte de rigidité axiale apparente de 38 % quand on passe de  $10^2$  cycles à  $10^4$  cycles.

Pour le matériau 1, cette chute est de 17 % entre  $10^2$  cycles et  $10^5$  cycles.

Pour le matériau 2, elle est de 40 % environ entre  $3.10^3$  et  $10^5$  cycles.

Un suivi de l'évolution des déformations des structures en fonction du nombre de cycles permet donc une caractérisation plus précise de l'endommagement qu'un simple critère de perlage.

#### V-2-4 Comportement en fluage

La structure viscoélastique des polymères rend les matériaux composites sensibles au facteur temps. Le phénomène de fluage se manifeste dans un matériau par une variation de la déformation en fonction du temps lorsqu'il est soumis à un état de contrainte constant.

L'application de différents niveaux de contrainte permet d'étudier l'évolution des déformations en fonction du temps à différentes

contraintes. De tels essais menés jusqu'à rupture permettent en outre de tracer la courbe de durée de vie statique du matériau et d'apprécier la notion de résistance associée à une durée de mise en charge.

D'une manière générale, pour juger de la tenue à long terme d'éléments en matières plastiques soumis à des charges extérieures constantes, nous disposons de faisceaux de courbes expérimentales de fluage limitées à 100 ou 1000 heures au maximum. Ces courbes sont insuffisantes pour permettre des extrapolations jusqu'à  $10^5$  heures. Il est nécessaire d'avoir une méthode plus sûre. Une telle méthode consiste en l'application du principe de superposition temps-température permettant d'étendre la courbe de durée de vie vers des temps longs à partir d'essais à différentes températures supérieures à la température d'utilisation [45]. Cette méthode suppose que le matériau soit soumis à des charges extérieures uniquement, elle est donc difficilement applicable lorsque des effets annexes tels que un milieu liquide sont superposés aux contraintes mécaniques.

Les endommagements tels que microdéfauts ou fissures sont accentués par la superposition d'une agression supplémentaire comme un milieu liquide dont la diffusion et les effets se manifestent aux endroits les plus perméables et réduisent la durée de vie.

C'est pourquoi, nous avons réalisé des essais de fluage dans des conditions proches des conditions de service, le dispositif utilisé étant décrit au chapitre IV-2-4. Compte tenu de la difficulté de réalisation de cet essai et de la durée nécessaire à l'obtention d'une courbe de durée de vie complète ( au moins 10000 heures), nous n'avons pu caractériser par cette méthode qu'un seul matériau, Vétrotex 5139 direct ensimage spécifique époxy considéré comme référence.

Cependant, comme nous l'avons vu précédemment l'influence de l'interface a pu être observée au moyen des essais dynamiques, sollicitation plus sévère que le fluage.

#### V-2-4-1 Courbe de durée de vie du matériau Vétrotex 5139 direct

La courbe de durée de vie de ce matériau est représentée sur la figure V-22. La variable indépendante est la pression ou la contrainte, le temps étant la variable dépendante. Cependant il est d'usage de représenter cette courbe de la façon suivante :  $P$  ou  $\sigma_0$  en ordonnée et  $t_R$  en abscisse.

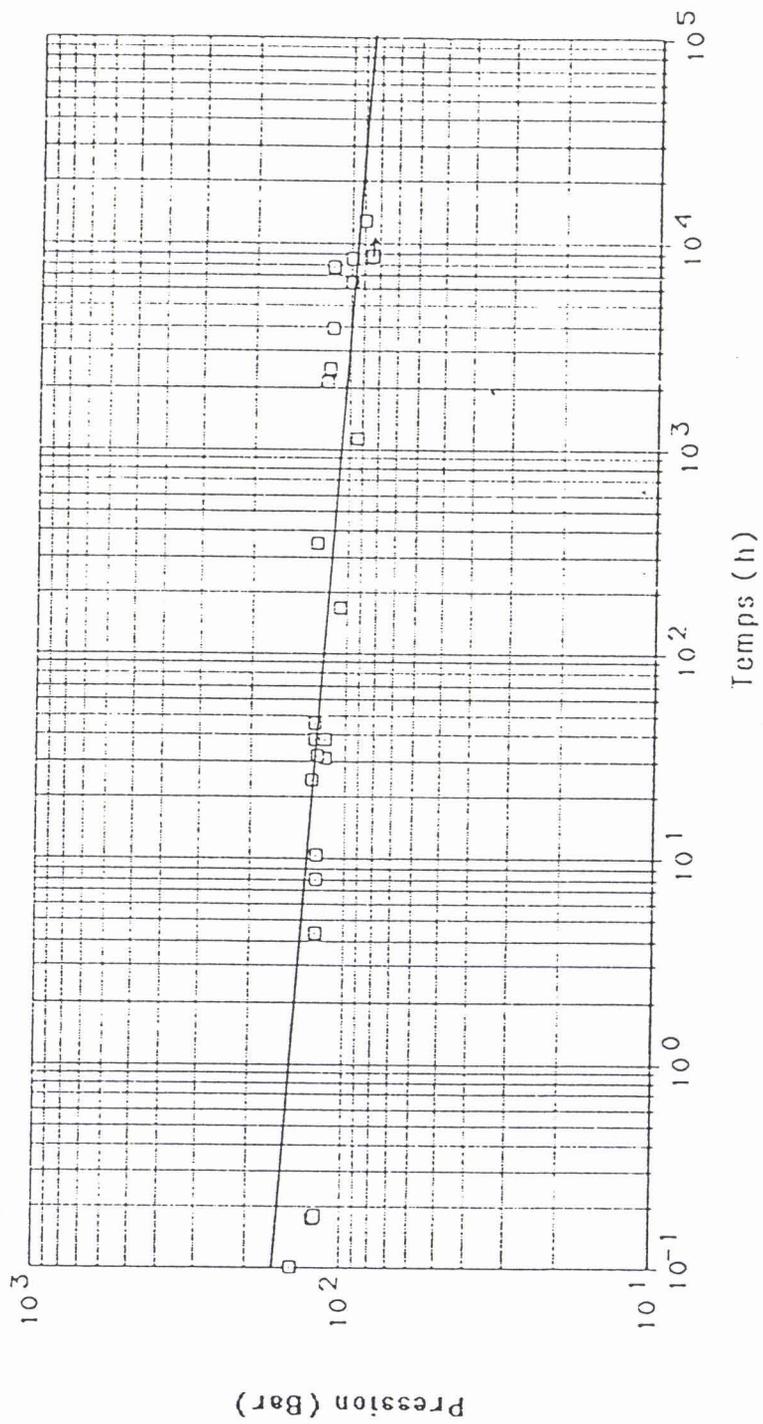


Figure V-22 : Courbe de durée de vie du matériau 2 Vetrotex 5139 direct en fluage

Une régression linéaire par la méthode des moindres carrés a été appliquée. La relation obtenue est la suivante :

$$\log (t_R) = 46,25 - 21,39 \log (P)$$

$t_R$  en heure,  $P$  en Bar

avec un coefficient de corrélation  $R$  de 0,668 et un écart type de 1,194.

On remarque la faible valeur de la pente et du coefficient de corrélation due à une dispersion relativement importante des mesures. Ceci explique la difficulté d'obtenir cette courbe de durée de vie d'un point de vue expérimental car une faible variation de pression peut conduire à une variation du temps de rupture très importante. La détermination de cette courbe conformément à la norme ASTM D 2992 procédure B a donc nécessité une quantité d'essais assez conséquente.

Une pression de 84,8 Bar conduit à une durée de vie de  $10^5$  heures. Cette pression est bien supérieure à la pression de service généralement appliquée à de telles structures qui est de l'ordre de 10 Bar.

#### V-2-4-2 Lois de fluage déformations-temps-pression

Nous avons suivi l'évolution des déformations en fonction du temps à des niveaux de pression différents. La figure V-23 représente une courbe de fluage type sur laquelle on peut distinguer trois stades :

- le stade I : fluage primaire ou transitoire,  $\dot{\epsilon}$  diminue fortement ( $\ddot{\epsilon} < 0$ )
- le stade II : fluage secondaire ou stationnaire avec  $\dot{\epsilon} = \text{Cste}$
- le stade III : fluage tertiaire ou accéléré,  $\dot{\epsilon}$  augmente ( $\ddot{\epsilon} > 0$ )

Les limites de ces différents stades évoluent en fonction de la contrainte appliquée et de la température comme le montre la figure V-23.

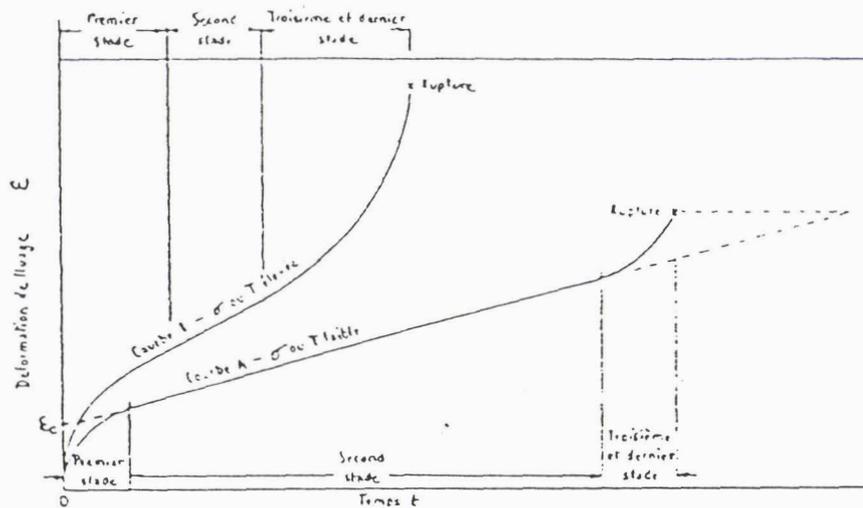


Figure V-23 : Courbe de fluage type - influence de la température et de la contrainte

Les courbes de fluage déformations-temps-pression sont présentées sur les figures V-24 à 27.

Dès la mise en charge, la structure se déforme de  $\epsilon_0$  puis les déformations évoluent en fonction du temps à une vitesse constante (fluage secondaire). On remarque sur ces courbes que quelque soit le niveau de pression appliqué aux tubes, les déformations évoluent rapidement à partir d'un temps relativement constant (environ 100 heures). Ce phénomène peut s'expliquer comme nous le verrons dans le chapitre VI-4 par la superposition de l'action de l'eau sur le composite et de l'endommagement mécanique.

L'évolution de la rigidité apparente axiale est donnée sur la figure V-28. Celle-ci diminue rapidement en fonction du temps de pressurisation et rend compte de l'endommagement du matériau.

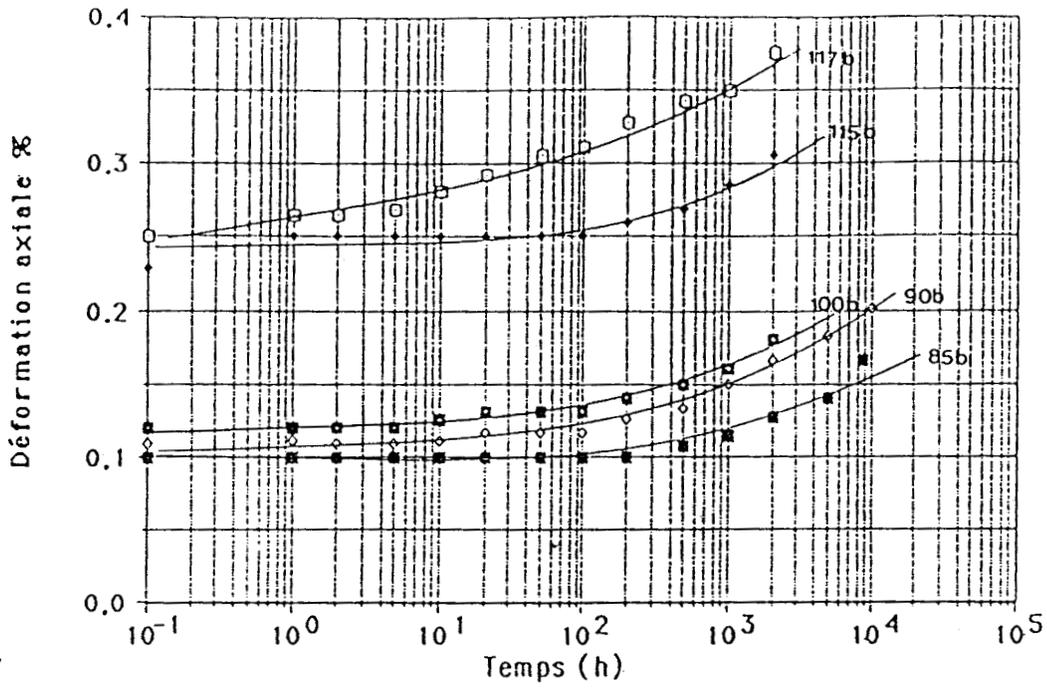


Figure V-24 : Courbes de fluage dans la direction axiale du tube

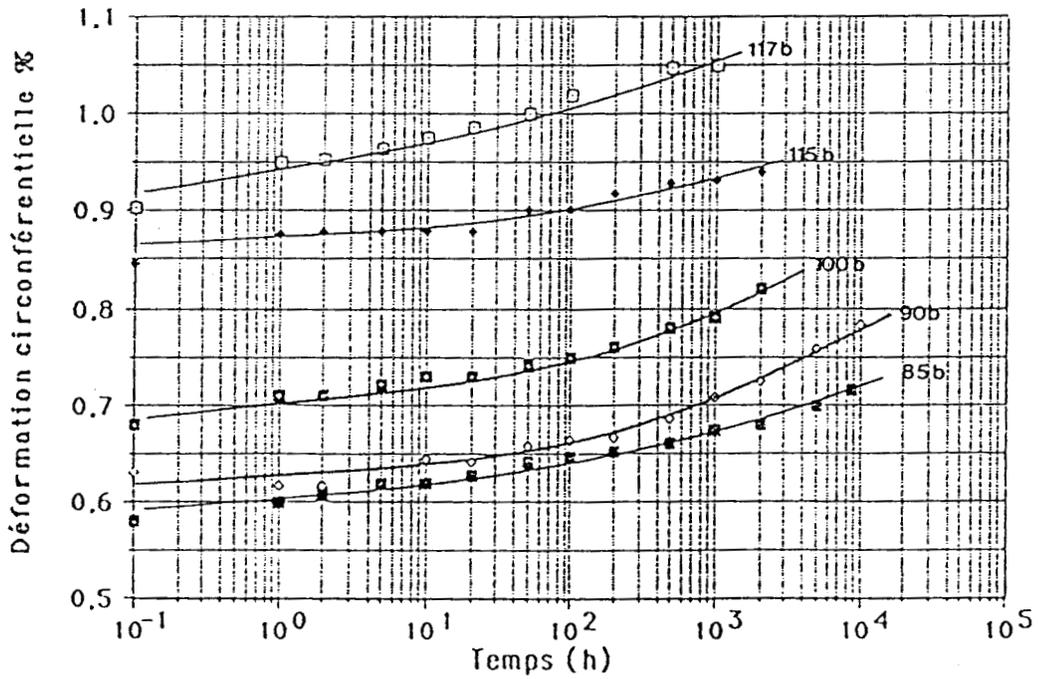


Figure V-25 : Courbes de fluage dans la direction circonférentielle du tube

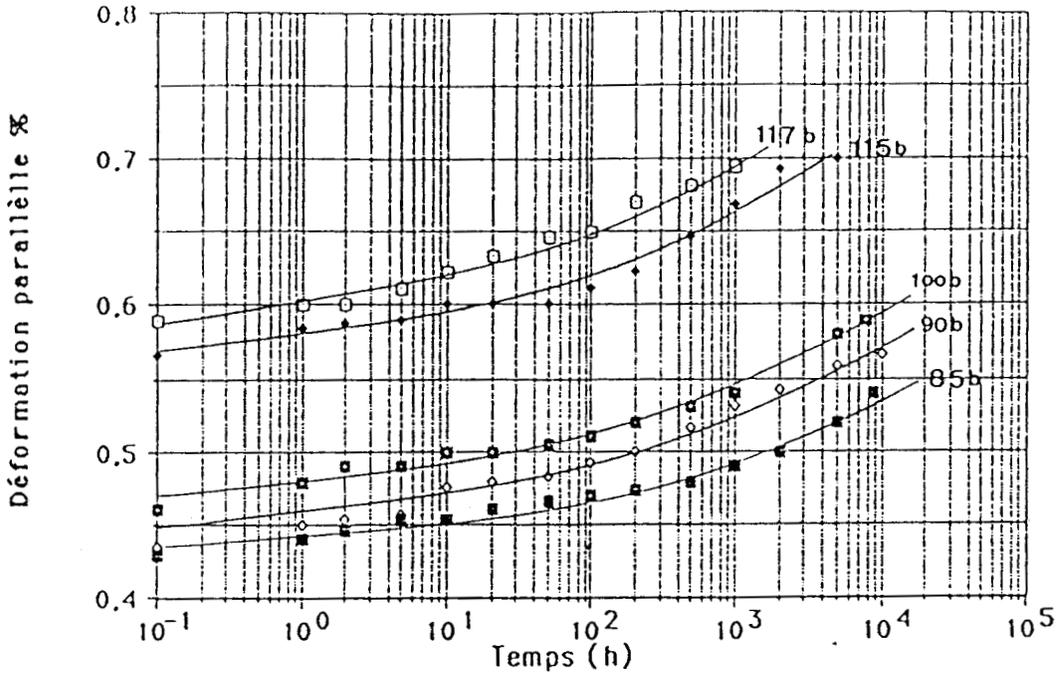


Figure V-26 : Courbes de fluage dans la direction parallèle aux fibres

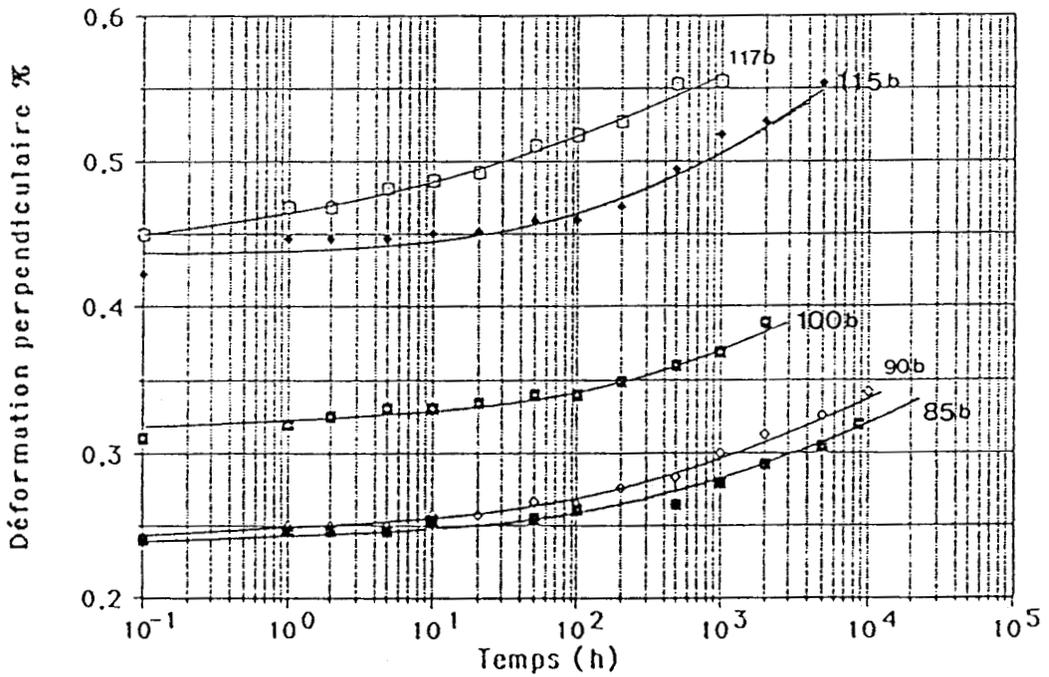


Figure V-27 : Courbes de fluage dans la direction perpendiculaire aux fibres

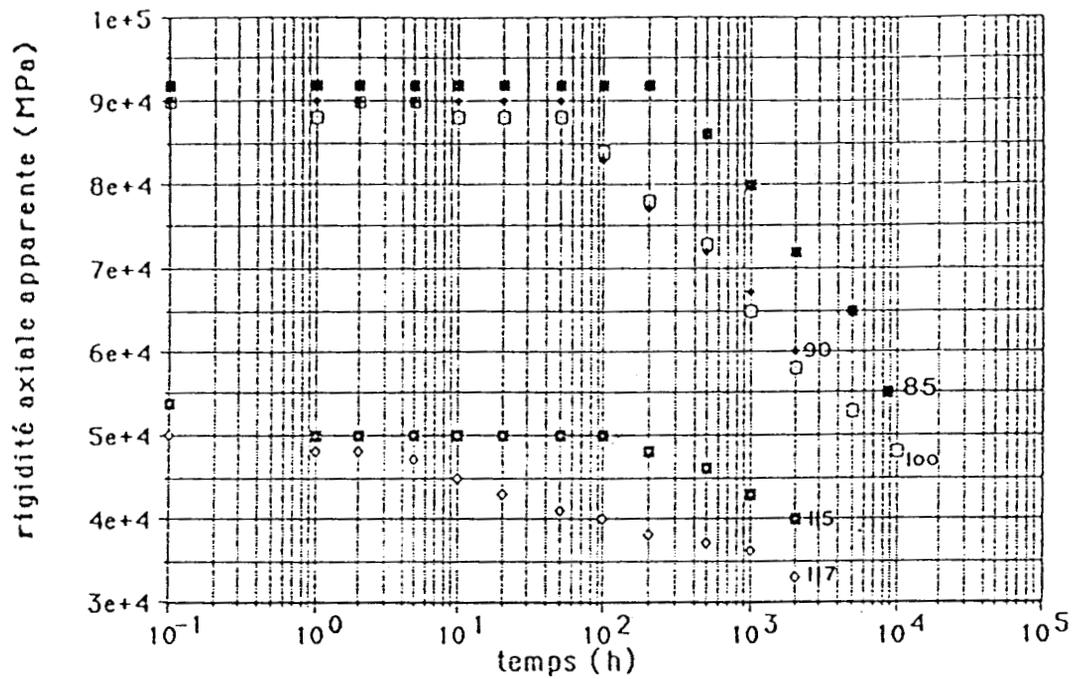


Figure V-28 : Evolution de la rigidité axiale apparente en fonction du temps

### V-2-5 Analyse fractographique de l'endommagement

Dans les matériaux composites, la rupture peut s'initier dans la matrice, à l'interface fibre/résine ou par rupture des fibres ou encore en être une combinaison comme le montre la figure V-29.

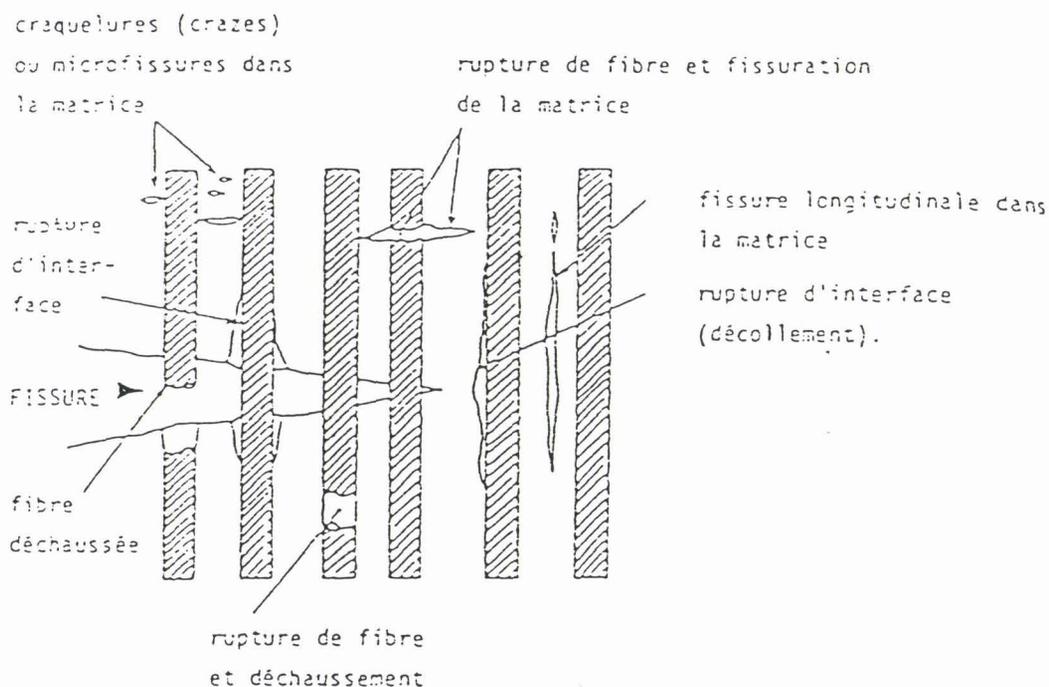


Figure V-29 : Types de rupture possibles dans un matériau composite

Pour étudier les mécanismes de rupture, nous avons employé deux méthodes d'observation; une première observation visuelle de l'extérieur du tube puis une seconde observation au microscope optique et au microscope électronique à balayage des zones endommagées de la structure.

#### V-2-5-1 Préparation des échantillons pour les observations microscopiques

Une fois les zones à étudiées choisies, les échantillons sont découpés à la scie diamantée sous une lubrification permanente à l'eau afin d'éviter l'échauffement du matériau et l'arrachement des fibres de verre. Les sections observées sont prises perpendiculairement à l'axe du tube (section 1-1') et parallèlement à l'axe (section 2-2') (figure V-30).

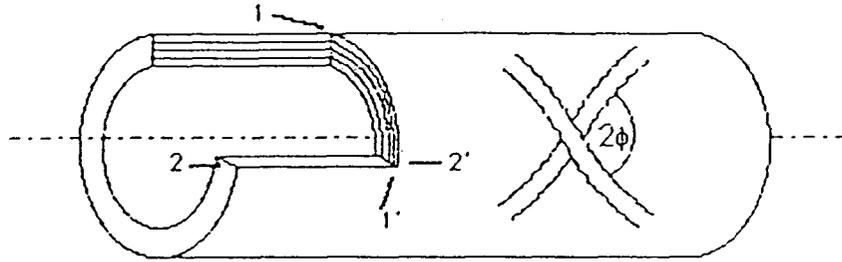


Figure V-30 : Schéma montrant les directions de prélèvement des échantillons

Ces échantillons sont enrobés dans une résine acrylique (Durofix de Struers) puis subissent les opérations de polissage suivantes :

- prépolissage à l'eau abrasif SiC - grain 320, 500, 1200, 4000
- polissage à la pâte diamantée - 6 $\mu$ m, 3 $\mu$ m
- finition à l'OPS (oxyde de silicium en suspension 0,04 $\mu$ m)

puis ils sont nettoyés dans un bain à ultrasons pendant 1 mn.  
Pour l'observation au MEB, ils sont métallisés à l'or.

#### V-2-5-2 Observation visuelle de l'extérieur des tubes

La pressurisation des tubes conduit à l'amorçage des fissures puis à leur propagation à travers l'épaisseur de la paroi. Ceci est à l'origine du perlage qui se traduit par l'apparition de gouttelettes d'eau sur la surface externe du tube.

Après essai, on constate la présence de stries parallèles à la direction des fibres dues probablement à la fissuration transverse dans les couches. De plus, on note parfois la présence de zones opaques causées par une fissuration parallèle au plan des couches (délaminage interlaminaire). Les tubes présentent également de nombreuses fissures longitudinales (dans le sens axial du tube) dans la partie externe de résine pure. Ceci indique que cette couche est en traction circonférentielle.

Après ces observations, il apparaît nécessaire de trouver le chemin par lequel le fluide traverse la paroi du tube. Les zones les plus endommagées sont donc sélectionnées pour être observées ensuite au microscope optique et au MEB.

*V-2-5-3 Observations microscopiques*

Nous avons observé différents types de fissures conduisant au phénomène de perlage.

D'une manière générale, ce sont les fissures transversales qui en se multipliant et en se propageant mènent au perlage. Ces fissures sont généralement perpendiculaires au plan des couches. Cependant nous avons également noté l'apparition de fissures traversant obliquement (figures 31 à 33).

Ce type de fissure a été observé dans les deux directions de prélèvement des échantillons et se traduit par une décohésion à l'interface fibre/matrice avec parfois rupture des fibres.

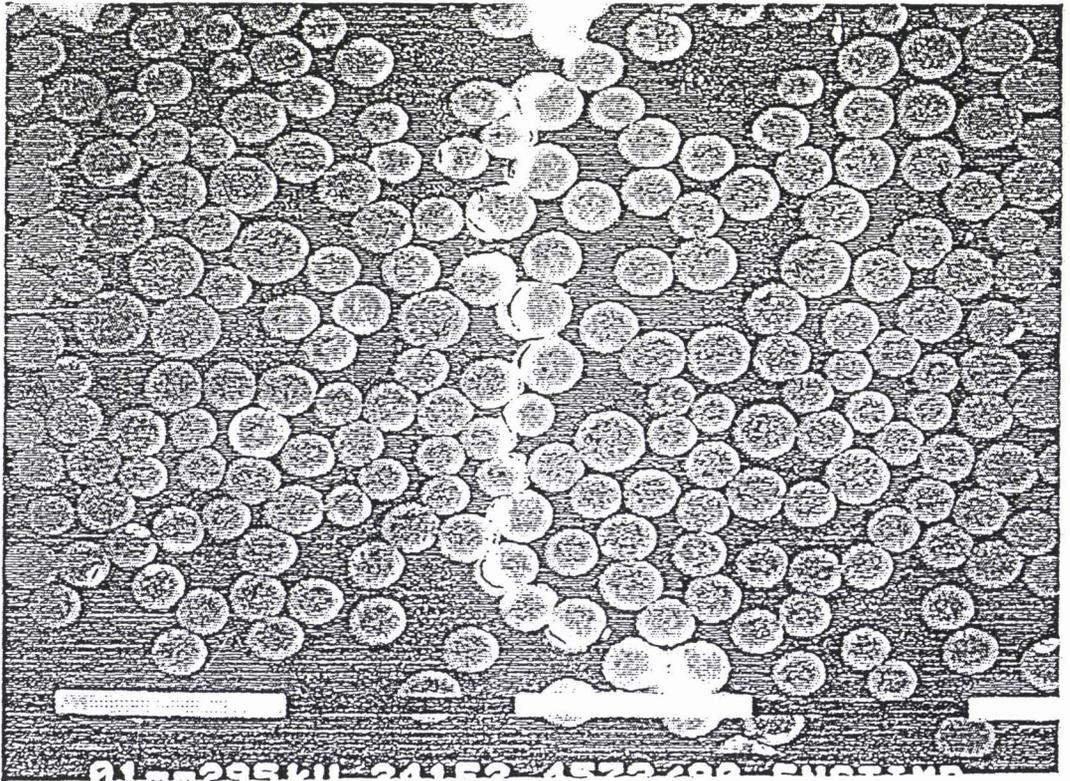


Figure V-31 : Fissure transverse avec décohésions d'interface (\*240)

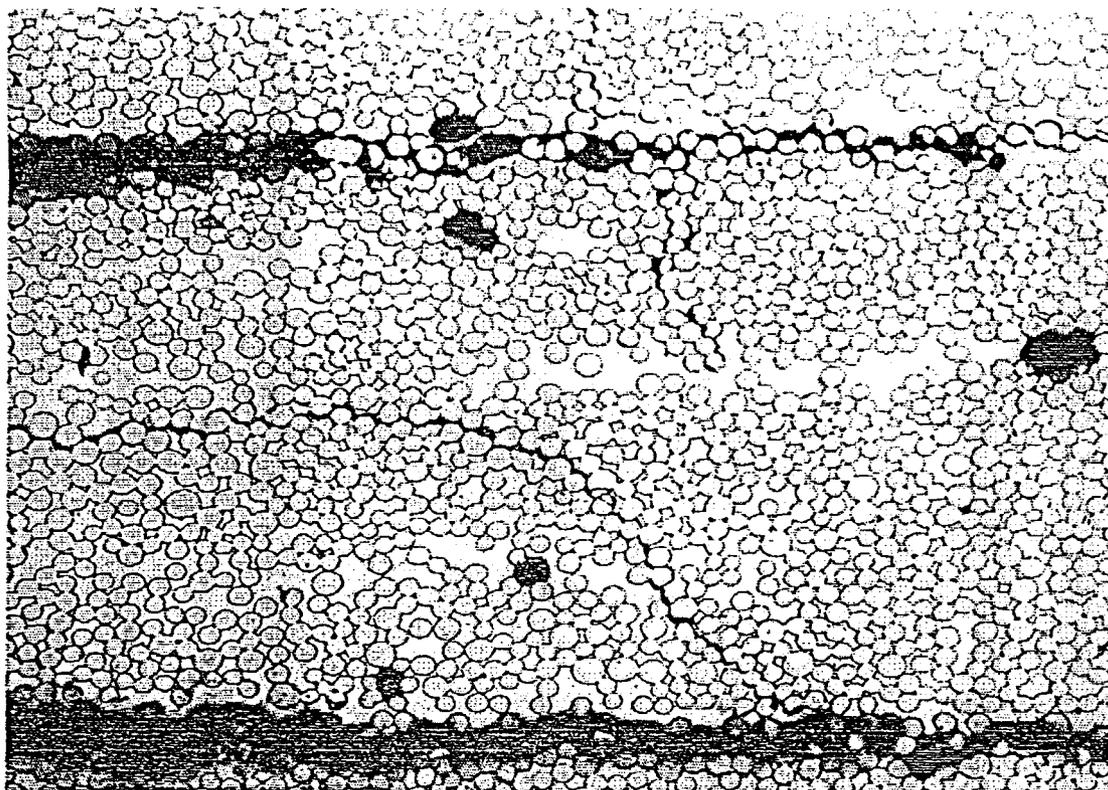


Figure V-32 : fissure transverse oblique(\*130)

Dans certains cas, il existe une répartition régulière de ces fissures comme le montre la figure V-34. Lorsque la pression augmente, l'espace entre les fissures diminue. Ces fissures transverses sont plus fréquentes dans les couches internes du stratifié que dans le premier et le dernier pli à 55°. Nous n'avons jamais pu mettre en évidence sur un seul cliché une continuité totale des fissures permettant au liquide de traverser la paroi du tube; ceci signifie que le fluide suit un chemin compliqué pour mener au perlage.

Des fissures parallèles au plan des couches ont été trouvées dans les zones interlaminaires c'est-à-dire entre deux plis et occasionnellement à l'intérieur d'une couche (fissures intralaminaires). Ces fissures résultent des décohésions de l'interface fibre/matrice (figure V-37). Ce type de fissure a été observé pour des tubes testés en pression interne cyclique et constante mais très rarement dans le cas d'essai en pression croissante (figure V-34).

Enfin, nous avons noté dans quelques cas la présence de fines fissures parallèles au plan des couches provoquant la rupture des fibres dans la première et la dernière couche du stratifié c'est-à-dire aux niveaux liner/stratifié et stratifié/topcoat en résine pure (figure V-35).

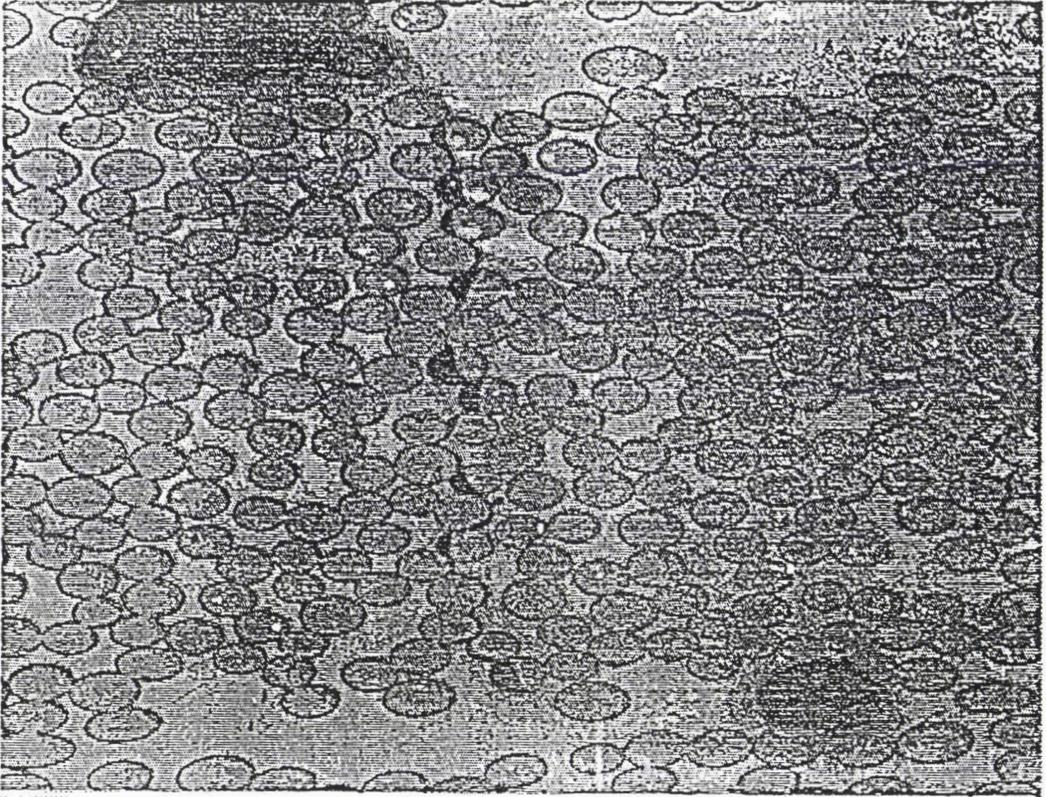


Figure V-33 : fissure transverse avec rupture de fibres(\*260)

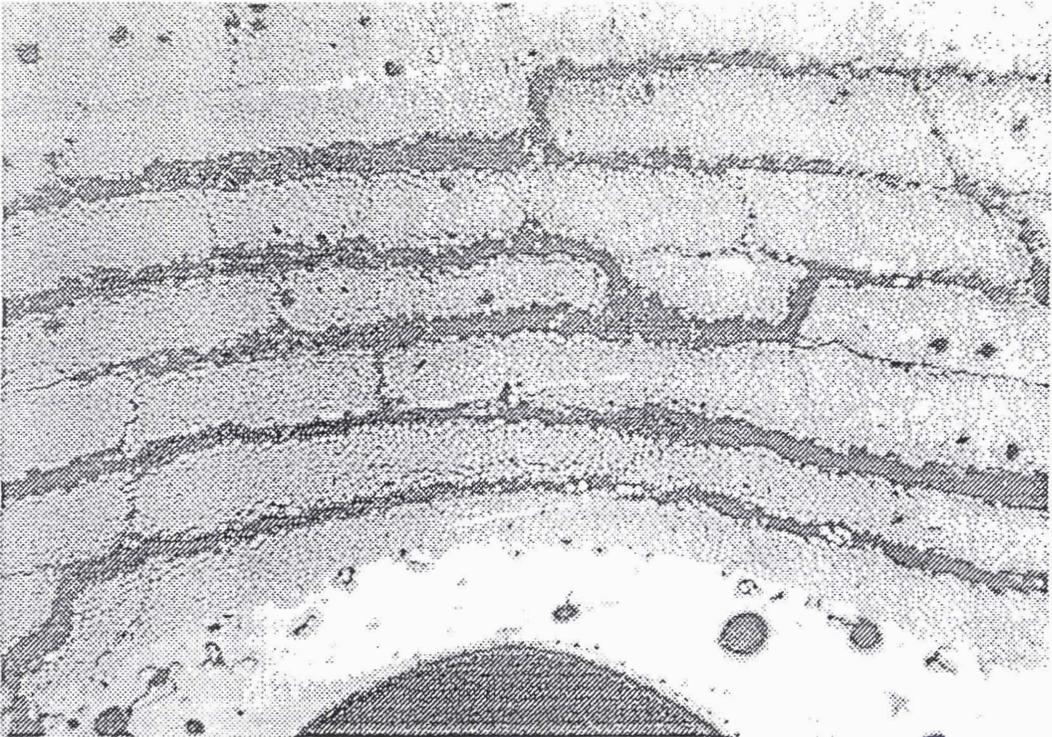


Figure V-34 : Vue générale d'une section de tube après perlage(\*50)

Les fissures interlaminaires longues sont connectées entre elles par des fissures transverses régulièrement espacées comme le montre la figure V-34 .

Une vue fortement grossie (environ 2000 fois) (figure V-36) montre nettement la décohésion à l'interface.

Cependant, à partir de toutes ces observations, nous n'avons rien décelé qui permette de distinguer des différences entre les quatre interfaces. Le mode de sollicitation (monotone, fatigue, fluage) n'engendre pas non plus des faciès très spécifiques.

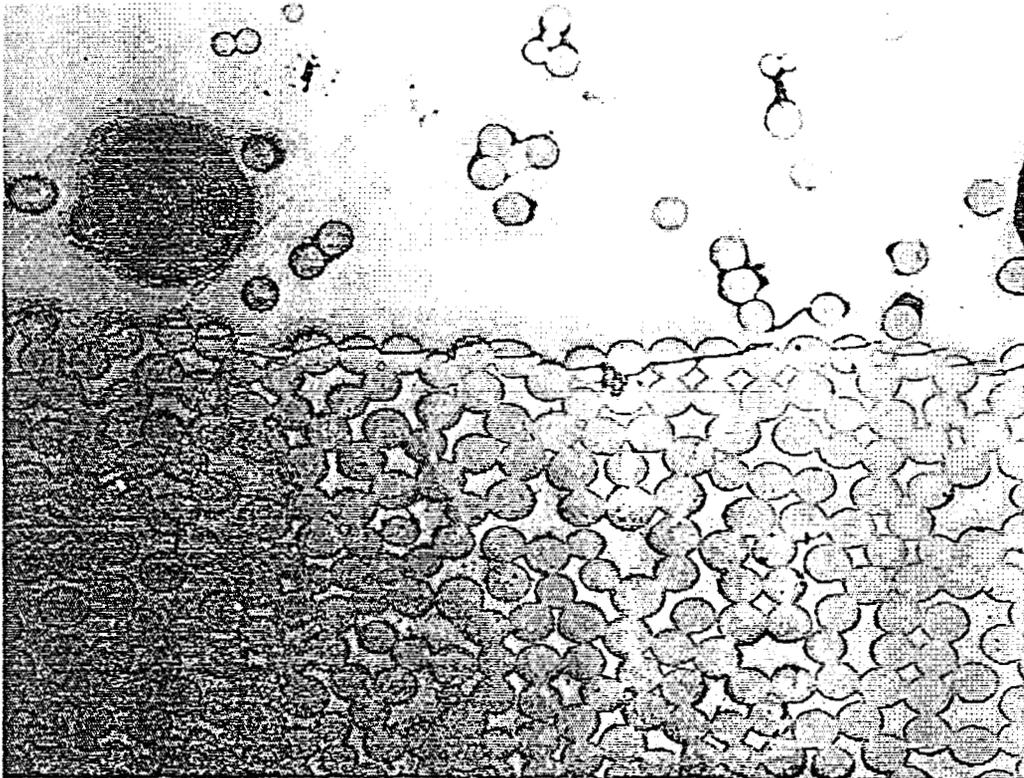


Figure V-35 : Fissure longitudinale dans la dernière couche avec rupture des fibres(\*260)

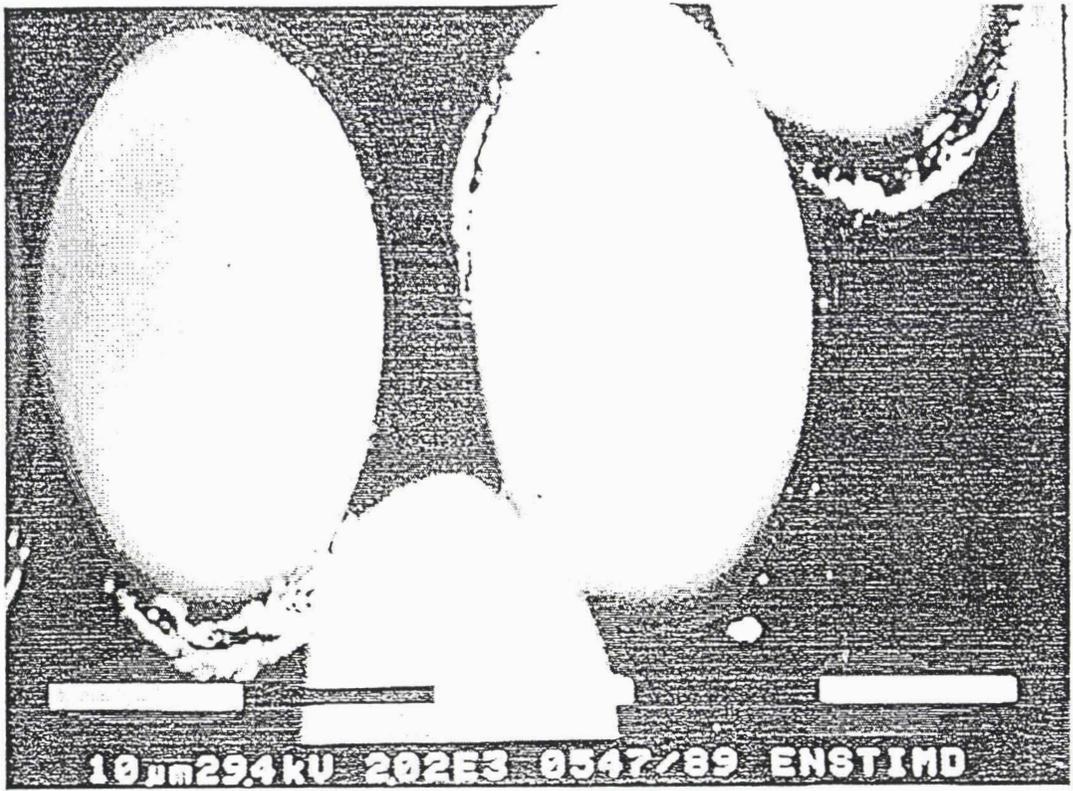


Figure V-36 : Décohésion à l'interface (\*2000)

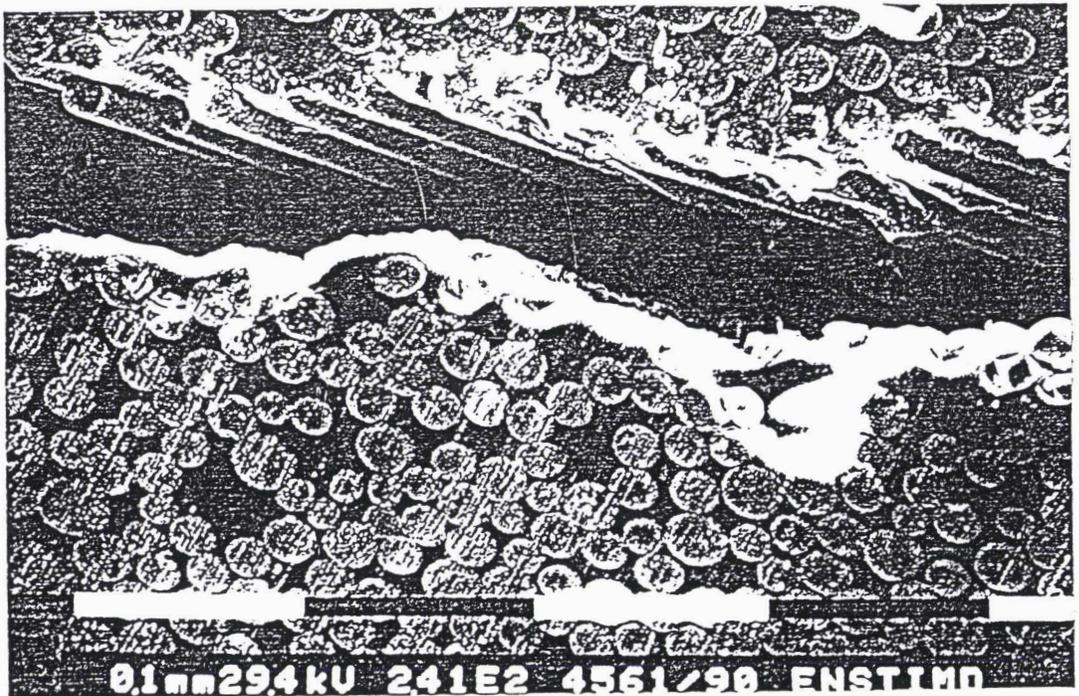


Figure V-37 : Rupture interlaminaire - décohésion à l'interface ( \* )

CHAPITRE VI :  
DISCUSSION - INTERPRETATION

## VI-1 Classification des matériaux selon les critères choisis

### VI-1-1 Essais sur plaques unidirectionnelles

Une étude préliminaire de l'influence de l'interface sur les propriétés mécaniques des stratifiés a été réalisée. A partir d'échantillons prélevés dans des plaques, cette approche a montré grâce aux essais suivants :

- flexion trois points
- traction
- propagation de fissures
- mesures viscoélastiques

que l'interface joue un rôle important dans la définition des propriétés des matériaux composites. Elle a de plus permis de qualifier la qualité des différentes interfaces.

Les histogrammes présentés sur les figures VI-1 à 8 résument les résultats obtenus pour chaque type d'essai en retenant les caractéristiques les plus vraisemblablement dépendantes de la liaison fibre/matrice.

Avec une contrainte de cisaillement élevée, une déformation à rupture de 0,38%, une énergie d'amorçage de fissure de l'ordre de 300J/m<sup>2</sup>, une faible valeur du facteur de perte liée à un haut module caoutchoutique, le matériau 1 OCF 346 se place en première position du point de vue qualité d'interface devant le matériau 2 Vétrotex 5139 direct spécifique époxy, le matériau vétrotex P103 possédant selon les mêmes critères la moins bonne interface. Cependant, on remarquera qu'il possède un module transverse plus faible ce qui peut être du à un comportement différent de la résine provoquée par une réaction entre l'ensimage et la matrice elle-même.

On remarquera en outre la très bonne concordance de classement pour les quatre matériaux avec les caractéristiques données sur les figures VI-5 à 8.

Il faut de plus souligner que le comportement des matériaux en amorçage de fissures diffère du comportement en propagation. Ceci est un point important qui permet l'explication du comportement des tubes en pression.

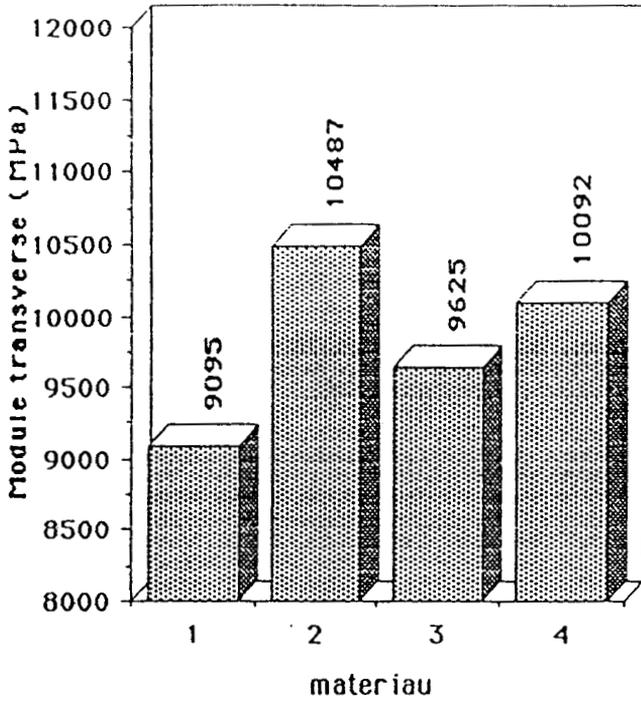


Figure VI-1 : Modules transverses

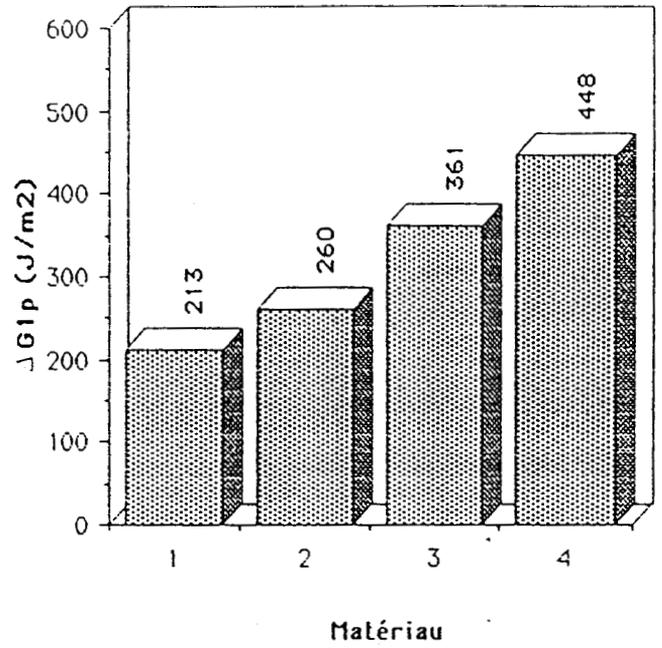
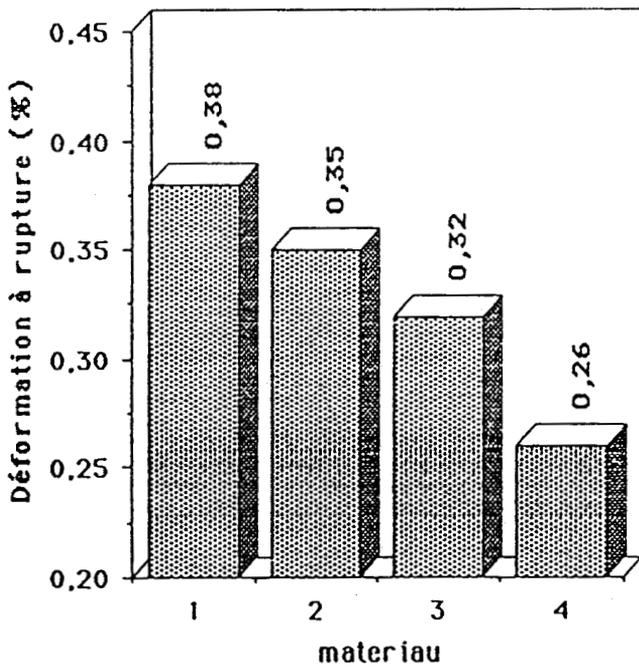
Figure VI-2 : Variation de l'énergie de rupture  $G_{Ip}$  pour  $\Delta a=15\text{mm}$ 

Figure VI-3 : Déformations transverses à la rupture

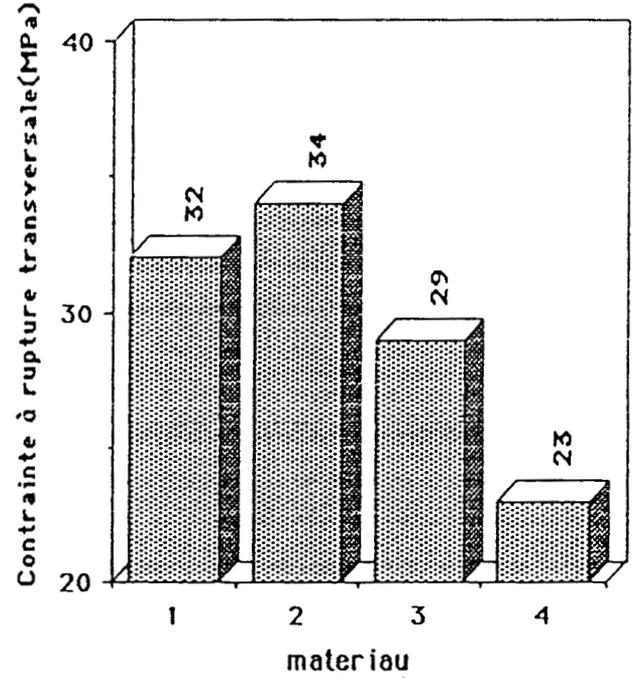


Figure VI-4 : Contraintes transverses à la rupture

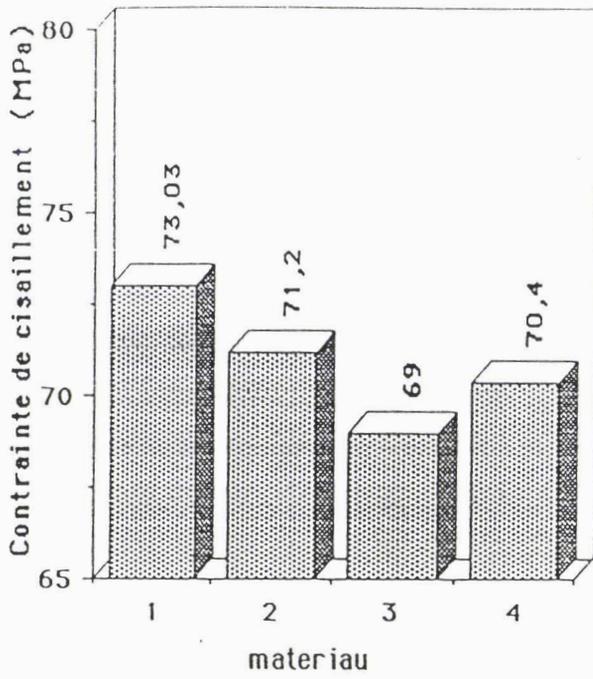


Figure VI-5 : Contraintes de cisaillement

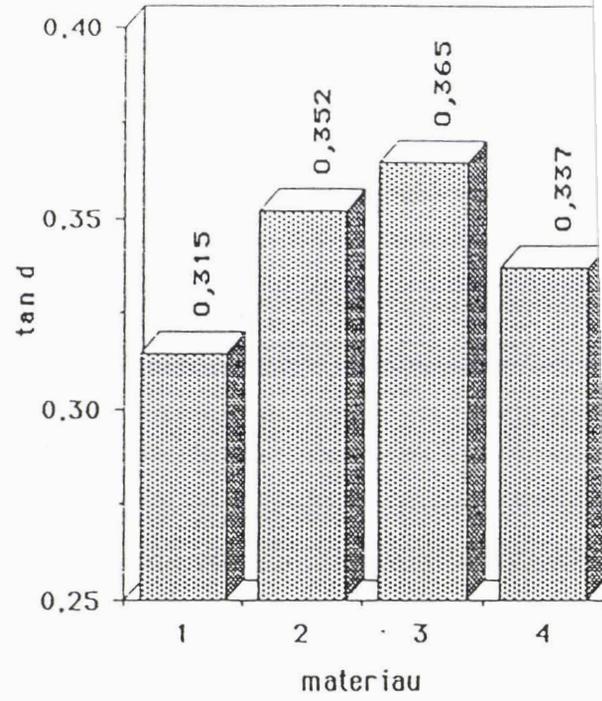


Figure VI-6 : Facteurs de perte

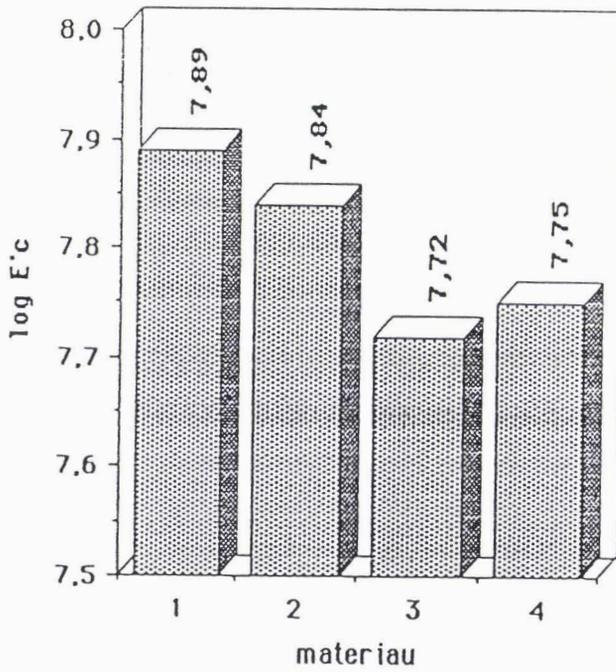


Figure VI-7 : Modules caoutchoutiques

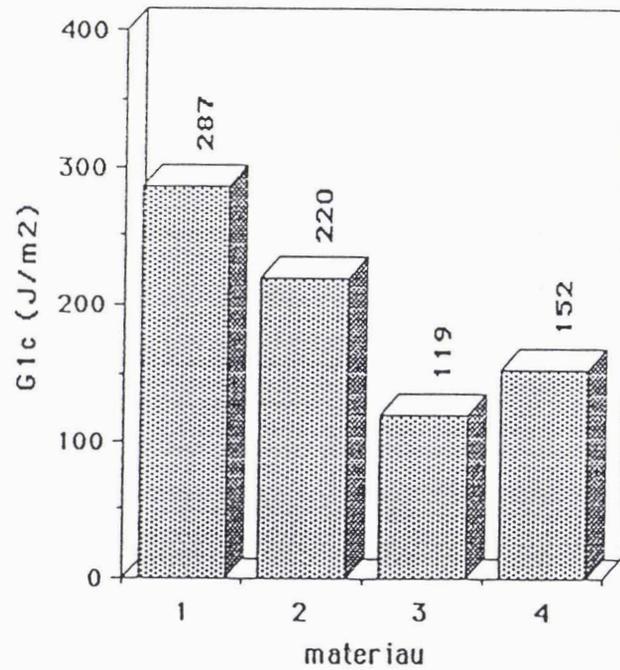


Figure VI-8 : Energies de rupture à l'amorçage

### VI-1-2 Essais des tubes

Différents tests ont été réalisés pour déterminer le comportement des tubes en pression.

Dans un premier temps, nous avons étudié leur comportement à court terme. Trois critères de fin de vie ont été utilisés. Ce sont :

- le perlage, critère industriel
- le premier endommagement
- la contrainte élastique ultime de paroi définissant la transition linéaire-non linéaire.

Les résultats issus de ces trois critères sont représentés sur les histogrammes donnés sur les figures VI-9 et 10 soit en terme de pression soit en terme de contrainte.

La comparaison en pression montre que le critère de perlage généralement utilisé dans l'industrie ne permet pas de distinguer de manière significative les quatre interfaces. Par contre, l'introduction d'un critère de 1er endommagement correspondant à une microfissuration de la résine et de l'interface fibre/matrice différencie les interfaces. Le critère UEWS donne une classification des matériaux identique à celle issue du premier endommagement. On remarque cependant que les valeurs limites sont plus faibles ce qui montre que ce dernier critère permet de déterminer l'endommagement des matériaux de manière plus précise.

La structure constituée du roving OCF 346 se caractérise par un meilleur comportement à l'endommagement, le matériau 3 Vétrotex P103 étant le moins bon.

En terme de contrainte, les écarts entre les matériaux diminuent ou s'accroissent en fonction du critère choisi. Ceci s'explique par les irrégularités importantes des épaisseurs surtout pour le matériau 1 OCF 346.

Si la quantité en masse de verre est toujours la même lors de la fabrication, une variation d'épaisseur en fonction de la nature du roving peut s'expliquer par une différence de mouillabilité des fibres sur la résine.

Des critères en contrainte il ressort que les matériaux 1-OCF 346 et 2-Vétrotex 5139 direct sont en compétition bien qu'ils n'aient pas le même comportement comme le montrent les figures V-13 a-b. Pour OCF 346, l'amorçage de la fissuration survient à un niveau de

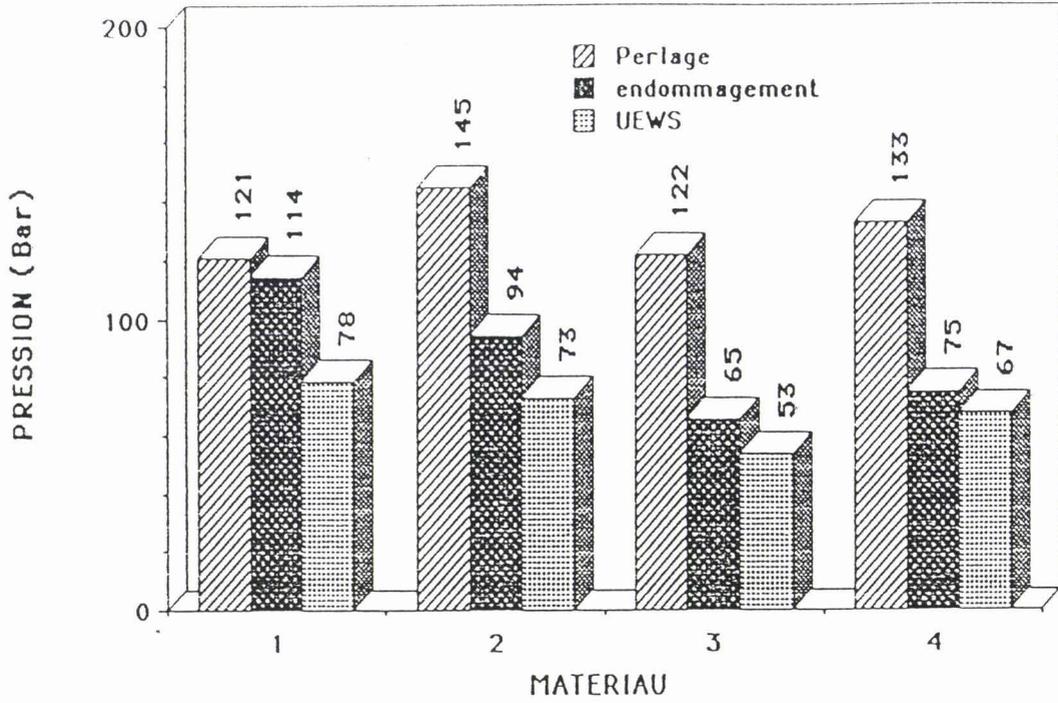


Figure VI-9 : Comparaison des matériaux selon trois critères en pression

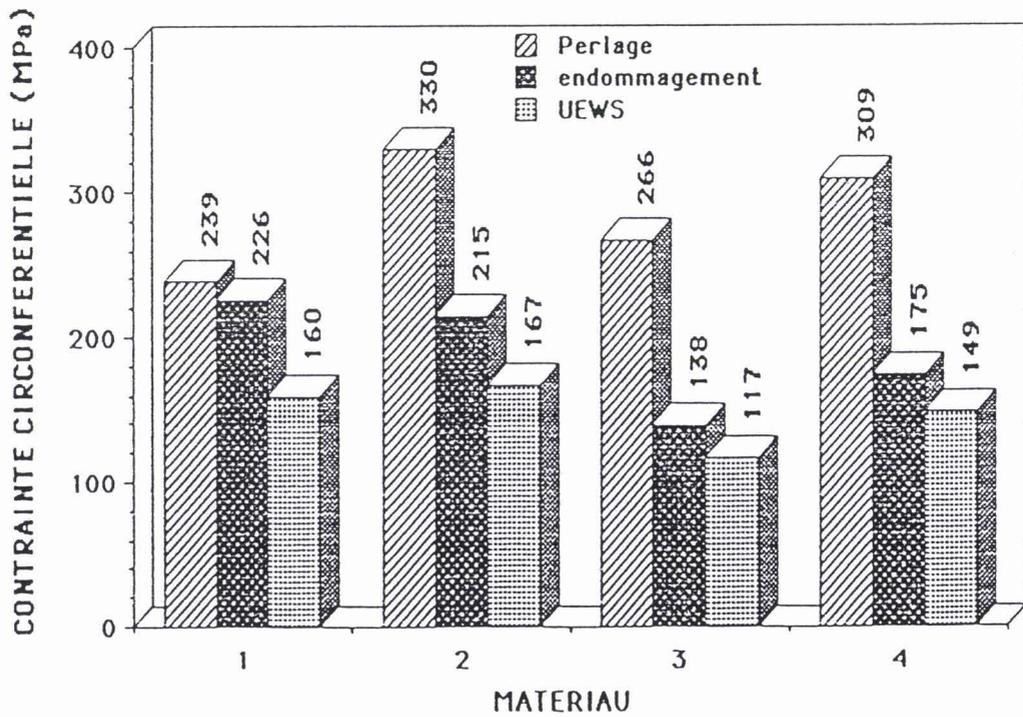


Figure VI-10 : Comparaison des matériaux selon trois critères en contrainte

contrainte élevée (226 MPa) et la propagation est rapide ce qui implique un comportement quasi-linéaire jusqu'au perlage (239 MPa). Par contre, pour Vétrotex 5139 direct, l'endommagement apparaît à une valeur moyenne de 215 MPa pour conduire à une contrainte de perlage beaucoup plus importante de 330 MPa. Ces dernières observations sont en accord avec les résultats d'amorce et de propagation de fissures obtenus sur les éprouvettes plates pour lesquels le matériau 1-OCF 346 présente le meilleur comportement à l'amorçage (énergie de rupture élevée) avec cependant une propagation rapide des fissures.

En pression interne cyclique, les résultats donnés au chapitre V-2-3 montrent que l'interface fibre/matrice joue un rôle important sur la durée de vie des matériaux. Le matériau 2 Vétrotex 5139 direct présente le meilleur comportement en fatigue.

### VI-1-3 Conclusion

La caractérisation des matériaux plans unidirectionnels a montré que le matériau 1-OCF 346 présente la meilleure qualité d'interface suivi par le matériau 2 Vétrotex 5139 direct spécifique époxy, le dernier étant le matériau 3 Vétrotex P103 à ensimage standard.

La caractérisation des tubes a montré que le matériau 2-Vétrotex 5139 roving direct possède le meilleur comportement en pression interne, le moins bon étant le matériau 3-Vétrotex P103. On remarquera que les écarts de comportement sont beaucoup plus prononcés que ceux obtenus sur les nappes unidirectionnelles.

Ces résultats montrent qu'il est difficile d'extrapoler des résultats obtenus sur éprouvettes plates au cas de structures soumises à des sollicitations biaxiales qui donnent lieu à des mécanismes de transfert de charges beaucoup plus complexes dus à l'incidence de la stratification et aux contraintes interlaminaires.

## VI-2 Comparaison des comportements en fatigue et en fluage du matériau 2

Sur la figure VI-11, nous avons reporté les courbes de durée de vie du matériau 2 Vétrotex 5139 direct obtenues pour une sollicitation en pression cyclique et constante. Les régressions obtenues sont les suivantes :

essai de fluage :  $\log(t) = 45,25 - 21,39 \log(P)$

essai de fatigue :  $\log(t) = 20,52 - 10,67 \log(P)$

Le rapport des pentes est égal à 2 environ. Ceci montre que la sollicitation en pression interne cyclique est plus faible que la sollicitation de fluage.

On remarquera notamment qu'en fluage toutes les pressions jusqu'à 10000 heures sont supérieures à la pression de premier endommagement instantané (limite de linéarité), ce qui sous-entend la présence de fissures avec une cinétique de propagation très faible.

Il est donc préférable pour les fabricants de tubes de concevoir les structures sur la base du comportement en fatigue, le cas réel du comportement des canalisations se situant souvent entre ces deux extrêmes.

### VI-3 Prévission du comportement à long terme à partir d'un essai à court terme

L'essai de chargements répétés progressifs décrit au chapitre IV-2-2 couplant à la fois une sollicitation de fatigue et de fluage peut être à la rigueur utilisé dans le but de prévoir le comportement à long terme des tubes en pression interne constante.

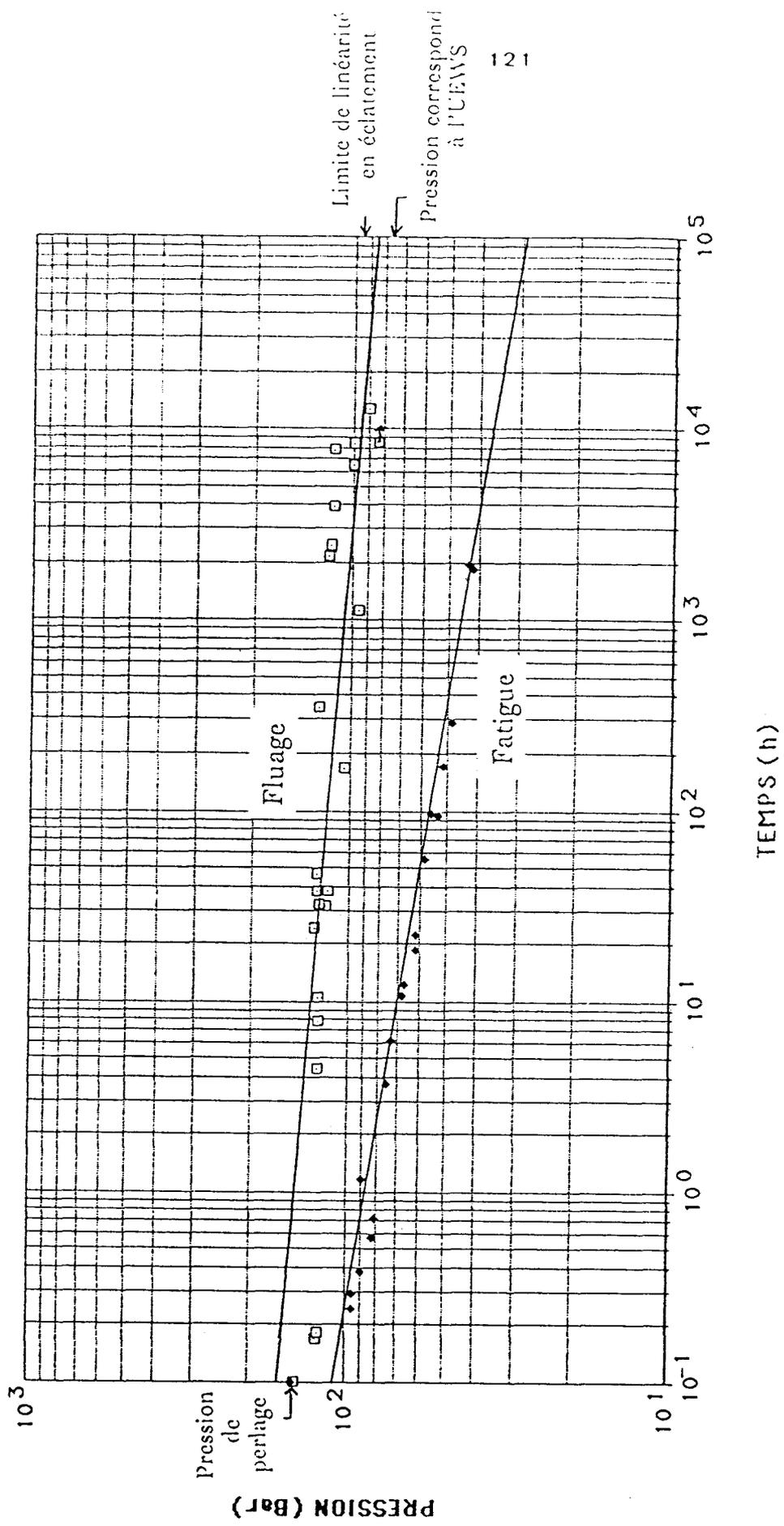
En effet, sur la courbe de durée de vie du matériau 2 présentée sur la figure VI-11, on remarque qu'une pression de 85 Bar environ engendre une durée de vie des tubes de l'ordre de  $10^5$  heures. Cette valeur limite est bien supérieure à la valeur correspondant à l'UEWS qui de 73 Bar.

En revanche, ce type d'essai ne permet pas de prévoir le comportement en fatigue des tubes. En effet, ces deux tests mettent en jeu des mécanismes différents. L'essai de chargements répétés progressifs donne lieu à un mécanisme d'amorçage de fissures alors que l'essai de fatigue engendre un mécanisme d'amorçage mais aussi de propagation rapide des fissures (figure VI-11).

### VI-4 Influence de la diffusion de l'eau sur le comportement à long terme des tubes

Dans le but d'expliquer la présence d'une transition indépendante de la charge dans le comportement au fluage du matériau 2 Vétrotex

Figure VI-11 : Courbes de durée de vie en fatigue et en fluage pour le matériau 2 Vetrotex 5139 direct



5139 direct décrit au chapitre V-2-4, nous nous sommes intéressés à l'influence possible de la diffusion de l'eau et à son effet de plastification du composite.

Nous avons rappelé au chapitre II-5 que la présence d'eau dans un composite à matrice organique contraint ou non entraîne des dégradations réversibles ou irréversibles qui affectent leurs propriétés mécaniques et physiques et réduisent leur durée de vie.

Les mécanismes de pénétration de l'eau dans les composites ont différentes origines :

- diffusion dans la résine
- les défauts présents dans le matériau ( porosités, fissures )
- capillarité le long de l'interface fibre/résine

bien souvent, il s'agit d'une combinaison de ces trois mécanismes.

Plusieurs approches ont permis de modéliser les cinétiques d'absorption d'eau dans les matériaux. Deux types de comportement ont été observés :

- le comportement de Fick, modèle à une phase faisant appel à la notion d'eau libre [47]
- le comportement de Langmuir qui a introduit la notion d'eau liée, c'est un modèle à deux phases [47].

Le but de ce travail n'étant pas l'étude des cinétiques de diffusion de l'eau dans les composites, le détail de ces théories ne sera pas développé.

#### VI-4-1 Détermination de la cinétique d'absorption d'eau du matériau 2

Pour reproduire au mieux les conditions expérimentales de diffusion d'eau lors des essais de fluage sur tubes, le dispositif suivant a été utilisé :

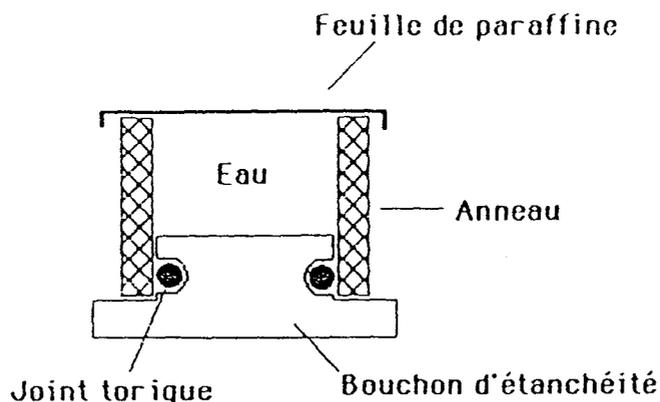


Figure VI-12 : Dispositif expérimental utilisé pour la diffusion d'eau

La diffusion de l'eau se fait par l'intérieur de l'anneau, sur une seule face, à la pression atmosphérique.

La cinétique d'absorption est établie en suivant la prise de poids de l'échantillon à 23°C en fonction du temps "d'immersion".

Nous avons utilisé une balance Mettler de précision 0,1 mg et de capacité maximale 160 g.

Les échantillons sont essuyés avec du papier absorbant avant d'être pesés. Trois anneaux ont été utilisés.

#### VI-4-2 Courbe de diffusion

La cinétique d'absorption obtenue est présentée sur la figure VI-13.

Afin de pouvoir la superposer aux courbes de fluage déformation-temps-pression (figure VI-13), nous avons choisi une représentation semi logarithmique.

On constate une évolution significative de la reprise de masse avec une amorce de saturation aux environs de 100 h que l'on peut comparer aux courbes de fluage (Figure V-24) qui présentent une transition dans les déformations vers 100 h quelque soit le niveau de pressurisation des tubes. Cette analogie permet d'expliquer l'origine de cette variation particulière de la rigidité en fluage par un mécanisme de plastification résultant de la cinétique d'absorption d'eau.

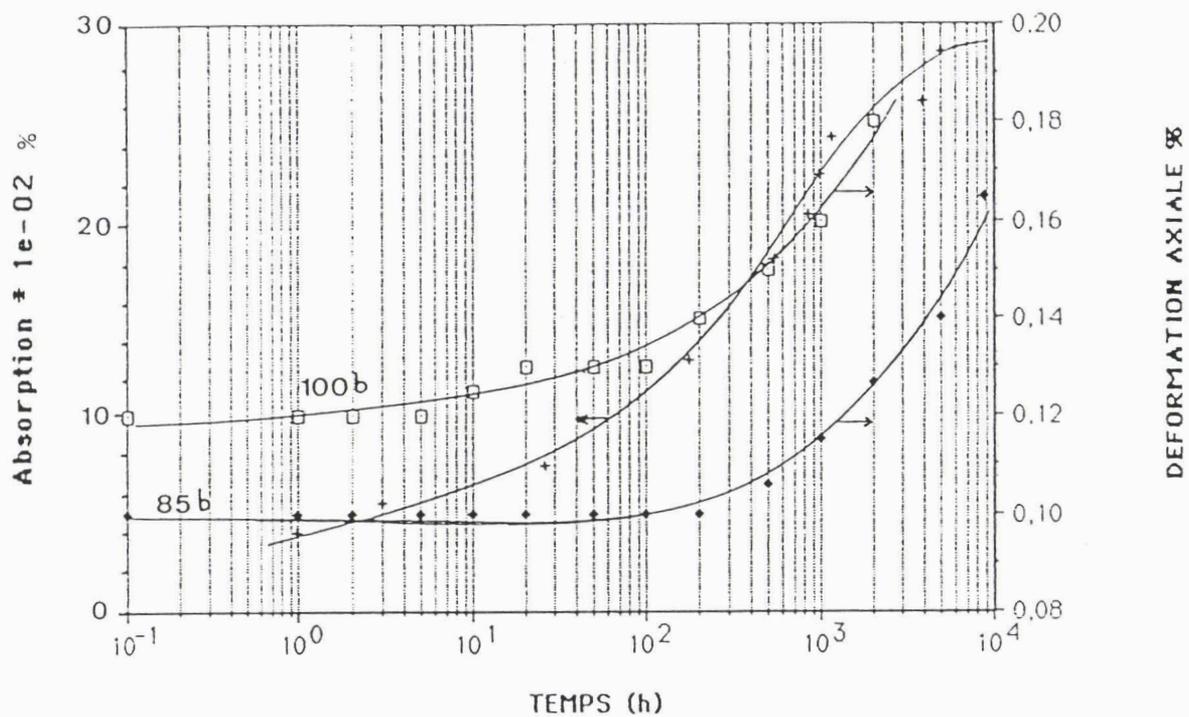


Figure VI-13 : Cinétique d'absorption du matériau 2 Vétrotex 5139 direct à 23°C

Evolution de la déformation axiale en fonction du temps à pression constante (100 bar, 85 bar)

## VI-5 Mécanismes d'endommagement et de rupture

Jones et Hull [48] qui ont étudiés les mécanismes de rupture de tubes verre/polyester avec effet de fond ont noté que les sites préférentiels d'initiation de fissures transverses sont les régions de fort taux de fibres. Une fois initiées, les fissures se dirigent vers les zones de meilleur empilement donc pas nécessairement perpendiculairement aux couches. La croissance des fissures est rapide bien qu'elle puisse être stoppée par la présence de zones riches en résine ou de fibres mésalignées.

Ils ont montré que le perlage est dû à la fissuration transverse. Pour qu'il apparaisse, il est nécessaire qu'il y ait un chemin continu à travers la paroi du tube. Un modèle a alors été proposé. La figure VI-14 donne une représentation schématique de ce modèle pour un tube composé de quatre couches.

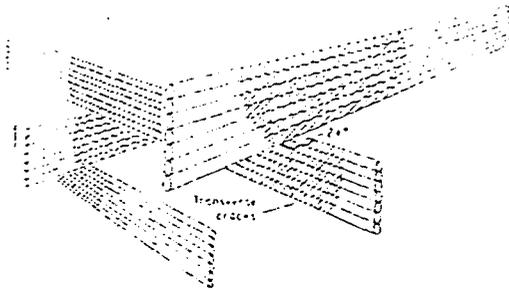


Figure VI-14 : Modèle proposé par Jones et Hull

Le perlage ne peut se produire que si une fissure transverse de la 1<sup>ère</sup> couche interne est traversée en un point par une fissure transverse de la 2<sup>ème</sup> couche et ainsi de suite. Sur le schéma, les fissures transverses sont striées et le chemin continu permettant le perlage résulte du croisement des fissures dans des couches adjacentes.

Ils ont de plus observé que les fissures interlaminaires augmentent la probabilité d'obtenir un chemin continu et donc la probabilité de perlage en accroissant la longueur de fissures traversées par d'autres.

Broutman [49] a étudié les mécanismes de rupture de composites verre/époxy en compression simple, en fatigue et en fluage. Il a montré que les mécanismes de rupture sont dus à un délaminage entre les couches ou à une décohésion à l'interface fibre/résine à des niveaux de contraintes inférieurs à la contrainte ultime. Quand le matériau est soumis à des chargements en fatigue et en fluage à 80% de la charge ultime, ces fissures se propagent pour former des fissures plus grandes

qui existent à la fois à l'interface et dans la matrice et bien avant la rupture ultime.

Afin de préciser qu'elles sont les contraintes prépondérantes induites dans une structure tubulaire sollicitée en pression interne avec effet de fond, nous avons utilisé la théorie des stratifiés décrite au chapitre II-2. Ces calculs ont été réalisés au moyen du logiciel ANASTRA du Cetim pour un tube verre/époxy ( $\pm 55^\circ$ ) d'épaisseur de paroi 2,4 mm sollicité à des niveaux de pression correspondant aux limites de linéarité instantanées expérimentales des quatre matériaux étudiés. Les caractéristiques des matériaux de base ont été choisies dans la banque de données du logiciel (verre E, résine époxy semi-rigide de module 3500 MPa). Les contraintes normales et de cisaillement appliquées dans une couche théoriques et les résistances correspondantes mesurées sont reportées dans le tableau VI-1.

Limite de linéarité (Bar)	$\sigma_x$ (MPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\tau_{xy}$ (MPa)	$\sigma_y^*$ (MPa)	$\tau_{xy}^*$ (MPa)
114 OCF346	259	104,4	36,7	32	73
94 5139direct	213,5	86,1	30,3	34	71,2
65 P103	147,6	59,5	20,9	29	69
75 5139assemblé	170,4	68,7	24,1	23	70,4

Tableau VI-1 : Valeurs théoriques et expérimentales des contraintes

avec  $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$ ,  $\tau_{xy}$  : contraintes respectivement parallèle à la fibre, perpendiculaire et de cisaillement dans la couche

$\sigma_x^*$ ,  $\tau_{xy}^*$  : résistances transverse et de cisaillement interlaminaire mesurées sur une nappe unidirectionnelle (chapitre V-1-1 et V-1-2) (figure VI-15).

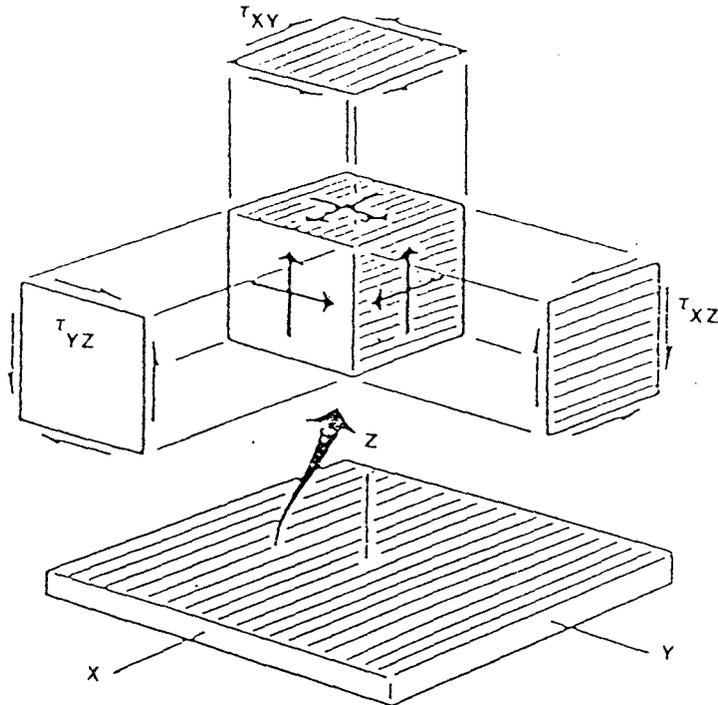


Figure VI-15 : Contraintes dans un stratifié

On remarque qu'au seuil de 1er endommagement pour les quatre matériaux, les contraintes de cisaillement sont inférieures à la résistance du matériau, alors que les contraintes perpendiculaires aux fibres sont supérieures.

L'endommagement apparaît donc d'abord préférentiellement par fissuration transverse puisqu'elle est due aux contraintes normales aux fibres et non au cisaillement. Ceci est en accord avec nos observations décrites au chapitre V-2-5-3 et les observations de Jones et Hull [48].

L'écart important entre la contrainte transverse  $\sigma_y$  au premier endommagement et la résistance  $\sigma_y^*$  mesurée sur une nappe unidirectionnelle vient du fait que dans le composite multicouche la stratification n'est pas simplement une superposition de nappes unidirectionnelles mais implique des entrecroisements de mèches qui augmentent la résistance du composite.

En fatigue et en fluage, l'endommagement apparaît à l'interface et par délaminage. Des fissures provoquant la rupture des fibres ont également été observées par Broutman [49], les fibres agissent comme des déviateurs de fissures et peuvent être rompues par l'avancement de celles-ci.

### VI-5-1 Quantification de l'endommagement

Dans le paragraphe VI-4, nous avons vu que l'eau peut pénétrer dans le composite par les porosités et fissures existant au sein du matériau. Nous avons exploité ce fait pour tenter de quantifier l'endommagement créé lors de la pressurisation des tubes jusqu'au perlage.

#### VI-5-1-1 Méthode utilisée

Une des méthodes employée pour quantifier les vides est l'absorption d'eau [50]. Elle consiste à immerger les échantillons dans l'eau et à suivre l'évolution de leur masse en fonction du temps jusqu'à saturation. Elle nécessite la connaissance de la quantité d'eau absorbée à saturation de la résine pure ainsi que taux de résine contenue dans le composite. Le taux de vide est alors exprimé par la relation :

$$V_v = A_c - A_r$$

$V_v$  : taux volumique de vide  
 $A_c$  : absorption d'eau du composite  
 $A_r$  : absorption d'eau de la résine  
 contenue dans le composite

soit encore :

$$V_v = (\Delta m_c - \Delta m_r) / (\rho_{\text{eau}} V_c)$$

avec :

$$\begin{aligned}
 V_c &= m_0 / d_c \\
 \Delta m_r &= m_0 * m_r * \Delta m_1 \\
 \Delta m_1 &= 1,2 \% \\
 \Delta m_c &= m_0 * M \%
 \end{aligned}$$

où  $m_0$ ,  $m_r$ ,  $d_c$  sont respectivement la masse initiale de l'échantillon, le pourcentage en masse de résine dans le composite, la densité initiale de l'échantillon,  $M$  % la masse d'eau absorbée du composite en %.

Cette méthode suppose que la totalité des vides soit remplie d'eau à saturation. Elle reste complexe à exploiter, la résine pouvant présenter des phénomènes de gonflement ou d'hydrolyse.

Nous supposons donc que les vides sont complètement remplis d'eau à saturation, qu'il n'y a pas de phénomène de dégradation de la résine, que le taux de porosité dues à la mise en oeuvre est identique quel que soit l'échantillon.

Des échantillons de 50\*50 mm<sup>2</sup> ont été prélevés dans des tubes testés selon différentes sollicitations (éclatement, UEWS, fatigue, fluage) jusqu'au perlage et sont immergés dans l'eau bouillante jusqu'à saturation en eau. Nous avons choisi une température de l'ordre de 100°C pour accélérer l'absorption. Dans ces conditions, le temps nécessaire à la saturation est de 200 heures environ.

Avant immersion, les densités des échantillons sont déterminées par la méthode de double pesée.

Le calcul du taux volumique de vide requiert la connaissance de l'absorption d'eau en masse d'un échantillon de résine pure. Ne disposant pas de cette valeur expérimentale, nous avons relevé une valeur moyenne dans la littérature pour une époxy réticulée avec une amine aromatique immergée dans l'eau distillée à 72°C soit 1,2 % [51].

#### *VI-5-1-2 Résultats*

Les résultats sont présentés dans les tableaux VI-2 à 5.

Tous les essais ont été menés jusqu'à saturation, les échantillons ayant été prélevés dans des tubes testés jusqu'au perlage. Les volumes de vide déterminés permettent donc de quantifier pour les quatre matériaux l'endommagement au perlage.

Dans les tableaux VI-2 et VI-3, on constate que le volume de vide correspondant à l'endommagement en instantané et en chargements répétés progressifs pour le matériau OCF 346 est le plus élevé, 1,28 % et 1,26 %, ce qui confirme un mécanisme d'endommagement particulier. En effet, sachant que le comportement de ce matériau est quasi linéaire jusqu'au perlage en éclatement avec un amorçage des fissures à pression élevée et une propagation rapide, il est probable que l'endommagement apparaisse par fissuration transverse couplée à une fissuration interlaminaire qui comme il l'a été vu précédemment augmente la probabilité de perlage. Pour les autres matériaux, un taux de vide moins important peut signifier que le chemin par lequel le liquide traverse la

paroi soit plus direct donc que l'endommagement se fasse préférentiellement par fissuration transverse.

En fatigue dynamique (tableau VI-4), on constate que pour des niveaux de pression comparables, le matériau 3-Vétrotex P103 présente un volume de vide plus important que les deux autres matériaux. Ceci implique une probabilité de perlage plus grande donc une durée de vie plus faible, ce qui est en accord avec les nombres de cycles à rupture déterminés expérimentalement aux chapitres V-2-3.

En fluage, pour le matériau 2-Vétrotex 5139 direct (tableau VI-5) on constate que le perlage apparaît, quel que soit le niveau de pression, lorsque le taux de vide est de l'ordre de 0,79 %. Les temps à rupture étant différents, ceci implique des vitesses de fissuration différentes en fonction du niveau de pression appliqué, mais un perlage à un taux d'endommagement quasi constant.

Matériau	$d_1$ (g/cm <sup>3</sup> )	$M_r$ %	M%	$V_v$ %
1	1,7575	0,367	1,1754	1,28
2	1,7339	0,349	1,0670	1,14
3	1,7710	0,339	1,0381	1,12
4	1,7130	0,356	1,1232	1,19

Tableau VI-2 : Endommagement en éclatement

Matériau	$d_1$ (g/cm <sup>3</sup> )	$M_r$ %	M%	$V_v$ %
1	1,6660	0,378	1,2107	1,26
2	1,7478	0,356	0,7946	0,63
3	1,7036	0,350	1,0490	1,07
4	1,8231	0,352	0,8440	0,77

Tableau VI-3 : Endommagement en chargements répétés progressifs

Matériau	P(Bar)	$d_1$ (g/cm <sup>3</sup> )	$M_r$ %	M%	$V_v$ %
2	48	1,8048	0,368	0,7841	0,62
3	47	1,8363	0,369	0,9433	0,92
4	47	1,8667	0,360	0,8870	0,84

Tableau VI-4 : Endommagement en fatigue dynamique

P(Bar)	$d_1$ (g/cm <sup>3</sup> )	$M_r$ %	M%	$V_v$ %
85	1,8847	0,341	0,8271	0,79
115	1,8491	0,346	0,8509	0,80
115	1,8497	0,359	0,8460	0,77
90	1,8248	0,359	0,8699	0,80

Tableau VI-5 : Endommagement en fluage

**CHAPITRE VII :**  
**CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**

A travers cette étude, nous avons mis en évidence l'influence de l'interface sur les propriétés mécaniques et le comportement de structures tubulaires en composites verre/époxy soumis à une pression interne.

La caractérisation des différents tubes a montré que le matériau 2-Vétrotex 5139 roving direct ensimage spécifique époxy possède globalement le meilleur comportement en pression.

L'incidence de l'interface est plus ou moins marquée en fonction du type de sollicitation appliquée et des critères de fin de vie choisis, les critères de perlage ou de 1er endommagement (soit en chargement monotone, soit en chargements répétés progressifs UEWS et en chargement cyclique). Notamment en chargement monotone, nous avons observé de faibles écarts en valeur de pression de perlage de 8 à 15 % (en prenant comme référence le matériau 2), ces écarts augmentent de façon importante en pression de premier endommagement et vont jusqu'à 30 %. En terme de contrainte circonférentielle ces différences sont encore plus prononcées et peuvent aller jusqu'à 37 %.

Nous avons montré que la durée de vie en fatigue des tubes est fortement affectée par la nature de l'interface fibre/matrice, en effet les performances en fatigue sont réduites de 95 % quand on passe du matériau 2-Vétrotex 5139 direct au matériau 3-Vétrotex P103 qui dans l'ensemble possède la moins bonne tenue en pression.

Les caractérisations sur éprouvettes plates unidirectionnelles ont permis de mettre en évidence l'influence de la nature de l'interface sur les propriétés mécaniques des composites mais avec cependant des écarts beaucoup plus faibles de quelques pourcents.

En chargement monotone, nous avons observé deux types de comportement ; l'un avec une transition linéaire-non linéaire survenant à un niveau de pression moyen (amorce tardive des fissures) pour conduire à une pression de perlage beaucoup plus importante (propagation lente des fissures), l'autre avec une amorce de la fissuration à un niveau élevé et une propagation rapide impliquant un comportement quasi-linéaire jusqu'au perlage. Ces résultats sont cohérents avec les résultats obtenus sur éprouvettes plates en mécanique de la rupture.

La rupture des structures tubulaires soumises à une pression interne se fait par l'apparition de liquide sur la surface externe des tubes ce qui constitue le phénomène de perlage. Une analyse fractographique associée à une analyse théorique des contraintes dans les couches a montré que l'endommagement des tubes apparaît à l'amorçage par fissuration transverse à l'interface fibre/matrice suivie dans le cas de la fatigue et du fluage d'une fissuration interlaminaire. Cependant, les mécanismes restent complexes. En effet, pour que le perlage apparaisse, il est nécessaire qu'il y ait un chemin continu à travers la paroi c'est-à-dire que la densité de fissures soit suffisamment importante pour que les probabilités de croisement entre les fissures de couches adjacentes soient élevées.

Des observations par microscopie optique et électronique à balayage n'ont pas permis de mettre en évidence de différences significatives entre les quatre interfaces. Ces techniques ne se sont pas révélées assez fines.

L'utilisation de la mécanique de la rupture par l'intermédiaire des essais de propagation de fissures en mode I ainsi que la caractérisation viscoélastique semblent être des méthodes représentatives pour qualifier et quantifier la qualité de l'adhésion fibre/matrice sur éprouvettes plates, alors que le délaminage en flexion trois points largement employé est moins sensible. Concernant l'analyse viscoélastique, on soulignera la sensibilité du palier caoutchoutique à la qualité de l'interface, phénomène qui à notre connaissance n'a pas été traité dans la littérature.

Nous avons montré que le choix du critère de perlage comme critère de fin de vie généralement utilisé dans l'industrie ne permet pas de différencier les matériaux et que les structures sont endommagées bien avant l'apparition de ce phénomène. L'introduction d'un critère de premier endommagement correspondant à la microfissuration de la résine permet quant à lui une caractérisation plus précise des structures.

La mise au point d'un essai de courte durée alliant à la fois une sollicitation de fatigue et de fluage (essai de chargements répétés progressifs) permettant une définition plus précise de la transition linéaire-non linéaire liée au premier endommagement peut conduire à la prévision du comportement des structures en fluage mais pas en fatigue.

La prévision du comportement à long terme nécessite donc la combinaison de plusieurs tests comme par exemple : des essais monotones pour la détermination de la pression de perlage, des essais de propagation de fissures pour la caractérisation des matériaux à l'amorçage et à la propagation de fissures et des essais de chargements répétés progressifs pour une détermination précise de la transition linéaire-non linéaire.

En conclusion, cette étude nous a permis de mettre en évidence un certain nombre de phénomènes physiques liés à l'interface qui montrent par leur incidence sur le comportement pratique d'une structure en composite que l'interface doit être considérée, avec le renfort et la matrice, comme un véritable troisième constituant dont on ne doit pas négliger les effets.

## BIBLIOGRAPHIE

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] S.W. TSAI - H.T. HAHN  
 "Introduction to composite materials" , (1980), Edité par Technomic Publishing Company
- [2] D. HULL  
 "An introduction to composite materials", Cambridge University Press, (1981)
- [3] M. MANERA - J.J. MASSOT - G. MOREL - G. VERCHERY  
 "Manuel de calcul des composites verre/résine" (1988), p 275, Editions Pluralis
- [4] G.R. TOOMBES - S.R. SWANSON - D.S. CAIRUS  
 "Biaxial testing of composites tubes", Experimental mechanics, (juin 1985), 186-192
- [5] T.S. GUESS  
 "Biaxial testing of composite cylinders : experimental, theoretical, comparaison", Composites, (juillet 1980), 139-148
- [6] G.C. ECKOLD - D. LEADBETTER - P.D. SODEN - P.R. GRIGGS  
 "Lamination theory in the prediction of failure envelopes for filament wound materials subjected to biaxial loading", Composites, (octobre 1978), 243-246
- [7] D. HULL - M.J.LEGG -B. SPENCER  
 " Failure of glass/polyester filament wound pipe", Composites, (janv. 1978), 17-24
- [8].M. SCHWENCKE - A.W.DE RUYTER VAN STEVENINCK  
 " The ultimate elastic wall stress - a criterion for the determination of the working pressure of GRP pipe", Proceeding of the 6th international reinforced plastics conference, (1968)
- [9] J. BAX  
 " Deformation behaviour and failure of glass fiber reinforced resin materials", Plastics and polymers, ( fev.1970), 27-30

- [10] H.J.M.A. MIERAS  
" Irreversible creep of filament wound glass reinforced resin pipes",  
Plastics and polymers, (avril 1973), 84-89
- [11] B. SPENCER - D. HULL  
" Effect of winding angle on the failure of filament wound pipe",  
Composites, (oct. 1978), 263-271
- [12] M.J. LEGG - D. HULL  
" Effect of resin flexibility on the properties of filament wound tubes",  
Composites, (oct.1982), 369-376
- [13] J.C. LENAIN - A.R. BUNSELL  
" The behaviour of GRP tubes under cyclic pressurisation", Composites,  
(avril 1978), 77-82
- [14] P.E. WOODWARD - A.M. MAY  
" Designing and specifying of fiber glass piping systems", 18ieme  
Journées d'études internationales du Verre Textile et des Plastiques  
Renforcés.- Paris 23-24 mars 1983
- [15] C.C. CHAMIS  
" Mechanics of load transfer at the interface", Composite Materials , Vol  
6, (1974), 31-77, Edited by E.D. Plueddeman  
Academics Press New York
- [16] H.L.COX  
" The elasticity and strength of paper and other fibrous materials", Br. J.  
of Applied Physics, 3, (1952), 72-79
- [17] R.D. MOONEY - F.J. MAC GARRY  
14th Ann. Tech. Conf. Reinf. Plast. Div. ,(1959),SPI Section 12E
- [18] L.J. BROUTMAN -  
" Measurement of the fiber-polymer matrix interfacial strength", ASTM  
STP 452, (1969), 27-41
- [19] M.R. PIGGOTT - P.S. CHUA - D. ANDISON  
" The interface between glass and carbon fibers and thermosetting  
polymers", Polymer Composite, 6(4), (1985), 242-248

- [20] B. MILLER - P. MURI - L. REBENFELD  
" A microbond method for determination of the shear strength of a fiber/resin interface", *Comp. Sci. and Tech.*, 28 ,(1987), 17-32
- [21] P.S. CHUA - M.R. PIGGOTT  
*Comp. Sci. and Tech.*, 22,(1985), 33-42, 107-119, 185-196
- [22] W.A. FRASER - F.H. ANCKER - A.T. DIBENEDETTO - B. ELBERLI  
" Evaluation of surface treatments for fibers in composite materials", *Polymer Composites*, 4 (4),(1983), 238-248
- [23] J.F. MANDELL - J.H. CHEM - F.J. MAC GARRY  
*Int.J. of Adhesion and Adhesive* , 1, (1980), 40-44
- [24] D.L. CALDWELL - F.M. CORTEZ  
"A new method for determining the interfacial strength of composites", *Composite Polymers*, 1, 2, (1988),138-149
- [25] J.L. THOMASON - A. NOORDAM - G. WALTON  
"Investigation of the interface in glass-reinforced epoxy resin composites", 15th Reinforced Congress Nottingham, (1986), 131-135
- [26] P.K. MALLICK - L.J. BROUTMAN  
"The influence of the interface on the fracture toughness of low aspect ratio fibre composites", *Fibre science and technology*, 8, (1975), 113-143
- [27] B. HARRIS - A.O. ANKARA  
"Cracking in composites of glass fibres and resin", *Proc. Royal Society of London*, A359, (1978), 229-250
- [28] P.S CHUA  
"Characterization of the interfacial adhesion using Tan Delta", 42ieme SPI, section 21A, 2-6 fev. (1987)
- [29] J. CINQUIN - B. CHABERT - J. CHAUCHARD - E. MOREL - J.P. TROTIGNON  
"Characterization of a thermoplastic (polyamide 66) reinforced with unidirectional glass fibres. Matrix additives and fibres surface treatment influence on the mechanical and viscoelastic properties", *Composites*, 21, 2, (mars 1990), 141-147

- [30] J. VERDU  
"Vieillissement des plastiques", Afnor Technique, Paris, (1984), Edition Eyrolles
- [31] J. PABIOT  
"Influence des contraintes mécaniques sur le vieillissement des polymères en milieu liquide", 4ieme journées d'étude du vieillissement des polymères, Bandol, (1980)
- [32] J.N. PRICE - D. HULL  
"effect of matrix toughness on crack propagation during stress corrosion of glass reinforced composites", Composites science and technology, 28, (1987), 193-210
- [33] P.J. HOGG - D. HULL  
"Corrosion and environmental deterioration in GRP", Developments in GRP Technology, vol 1, édité par B. HARRIS, Applied Science Publishers LONDON, (1983), 37-90
- [34] L.J. BROUTMAN - R.H. KROCK  
"Interface in polymer matrix composites", Composites Materials, Vol 6, Chapitre 6, (1974), 173-216, Academic Press New York
- [35] "Le plastique armé - Application au matériel tubulaire", Editions Technips, (1986)
- [36] P.J. HOGG  
"Factors affecting the stress corrosion of GRP in acid environments", Composites, (juillet 1983), 254-261
- [37] R. LABBENS  
"Introduction à la mécanique de la rupture", Editions PLURALIS, (1980)
- [38] P.E. KEARY - L.B. ILCEWICZ - C. SHAAR - J. TROSTLE  
"Mode I interlaminar fracture toughness of composites using double cantilevered beam specimens", J. of Composites Materials, 19, mars (1985), 154-177
- [39] J.P. BERRY  
J. of Applied Physics, 34, (1963), 62

[40] M. BENZEGGACH

"Application de la mécanique de la rupture aux matériaux composites : exemple de la rupture par délaminage d'un stratifié", Thèse Université de Compiègne, (1980)

[41] M. HERBEAUX - M. BENTEYN - J. PABIOT

"Techniques d'analyse expérimentale du comportement à long terme de canalisations industrielles en composite", Composites n°3 , (mai-juin 1988), 322-335

[42] A. VAUTRIN

"Caractérisation mécanique des composites - Extensométrie appliquée aux composites", Editions Pluralis, (1989), Comptes rendus des journées nationales AMAC-GAMAC, Saint-Etienne, 16-17 janv.1989

[43] D. PURSLOW

"Matrix fractography of fibre reinforced epoxy composites", Composites, 17(4), (octobre 1986), 289-303

[44] G. C. SHIH - L. J. EBERT

" The effect of the fiber/matrix interface on the flexural fatigue performance of unidirectional fiberglass composites", Composites science and technology, 28, (1987), 137-161

[45] T. MURAYAMA

"Dynamic mechanical analysis of polymeric material", Materials Science Monographs 1, (1978), Ed. Elsevier

[46] G.S. SPRINGER

"Environmental effects on epoxy matrix composites", ASTM STP 674, S.W. TSAI, (1979), 291-312

[47] J. CRANK - G.S. PARK

"Diffusion in polymers", Academic press, (1968)

[48] M.L.C. JONES - D. HULL

"Microscopy of failure mechanisms in filament wound pipe", J. of Materials Science, 14, (1979), 165-174

[49] L.J. BROUTMAN

"Failure mechanisms for filament reinforced plastics", Modern Plastics, (Avril 1965), 143-216

[50] N.C.W. JUDD - W.W. WRIGHT

"Voids and their effects on the mechanical properties of composites - an appraisal", SAMPE Journal, (Janv.-Fev. 1978), 10-14

[51] H. LEE - K. NEVILLE

"Handbook of epoxy resins", Mc Graw Hill Comp., (1982)



L'utilisation des matériaux composites verre/époxy dans la réalisation de canalisations connaît actuellement un développement important dans de nombreux secteurs d'activités. L'intérêt de ce type de canalisation réside dans une bonne tenue à la corrosion et dans la légèreté des structures. Cependant, leur emploi est freiné par une méconnaissance de leur tenue à long terme sous sollicitations mécaniques. Cette étude a pour but de fournir des éléments sur le vieillissement en pression interne de plusieurs types de tubes verre/époxy de même structure mais dont la différence réside dans la nature de l'interface fibre/matrice; cette dernière jouant un rôle essentiel dans la définition des propriétés finales des matériaux. Dans un premier temps, une caractérisation de la qualité de l'adhésion fibre/matrice a été réalisée sur des matériaux plans unidirectionnels au moyens d'essais de flexion, traction transverse, propagation de fissures et par une analyse viscoélastique. Un premier classement a été obtenu. Dans un deuxième temps, les tubes ont été soumis à des pressions internes croissantes (éclatement), cycliques avec amplitude croissante, cycliques (fatigue), et constantes (fluage) jusqu'au perlage. Les lois de comportement des structures ainsi que les durées de vie et les mécanismes d'endommagement conduisant au perlage ont été déterminés. Ainsi il apparaît que l'incidence de l'interface est plus ou moins marquée en fonction du type de sollicitation appliqué et des critères de fin de vie choisis (perlage, 1<sup>er</sup> endommagement). D'autre part, il a été constaté qu'il est difficile d'extrapoler les résultats obtenus sur éprouvettes plates au cas de structures soumises à des sollicitations biaxiales qui donnent lieu à des mécanismes physiques différents.

### Mots clés

INTERFACE VERRE/EPOXY COMPORTEMENT TUBES

LONG TERME PRESSION INTERNE PERLAGE ENDOMMAGEMENT