

UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Laboratoire de Mécanique de Lille (CNRS UMR 8107)

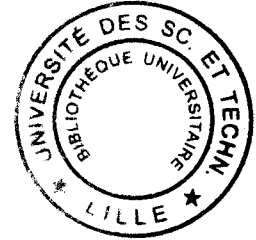
Mécanique

THÈSE DE DOCTORAT, Spécialité en Génie Civil

présentée par

**Bouchaïb MOUHMI**

Professeur certifié



# Étude de l'endommagement et de la rupture d'un polyamide 66 chargé en fibres de verre courtes

## Rapporteurs :

- Mme Michèle GUIGON, Professeur à l'Université de Technologie de Compiègne
- Mr Alain VAUTRIN, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

## Examineurs :

- Jean-Jacques BARRAU, Professeur, Université Paul Sabatier
- Salim BENMEDAKHENE, HDR, Directeur Scientifique de la société AeTech
- David LECOMPTE, Docteur, Ecole Militaire Royale de Bruxelles

## Directeur de thèse :

- Abdellatif IMAD, Professeur, Polytech'Lille, USTL

## Co-directeur de thèse :

- Noureddine BENSEDDIQ, Professeur, Ecole Nationale d'Ingénieurs (ENI Val de Loire)

Thèse soutenue le 17 décembre 2007.

# Remerciements

Cette thèse a été réalisée à l'École Polytech'Lille au sein du Laboratoire de Mécanique de Lille (LML). Elle a été dirigée par le Professeur Imad A. et codirigée par le Professeur Benseddiq N. Je leur adresse mes sincères remerciements pour avoir encadré ces travaux ainsi que pour la confiance qu'ils m'ont accordée. Les nombreuses discussions et la pertinence de leurs remarques m'ont permis de réaliser ce travail. De plus, je tiens à les remercier pour leur sympathie et pour l'agréable ambiance de travail qu'ils ont su instaurer.

Je remercie également Madame le Professeur Guigon M. et Monsieur le Professeur Vautrin pour avoir accepté d'évaluer ce travail et pour avoir participé à ma soutenance de thèse ainsi que les autres membres du jury : les professeurs Barrau J.J. et Benmedakhene S., et le Docteur Capitaine Lecompte D.

Pour finir, je tiens à remercier ma famille pour la patience et le soutien qu'elle m'a témoignés et plus particulièrement à Sara qui a contribué au traitement des données.

**À Nathalie , Adil, Sara et Jihane**

# SOMMAIRE

<b>Introduction générale</b>	7
<b>Chapitre I : Étude bibliographique</b>	11
I.1 Généralités	12
I.1.1 les polymères	12
I.1.2 les composites	14
I.2. Propriétés mécaniques des polymères	17
I.2.1 Influence du taux de charge	18
I.2.2 Influence de la température	21
I.2.3 Influence de la vitesse de déformation	23
I.3 Rupture et endommagement des polymères chargés en fibres de verre	26
I.3.1 Endommagement des composites à fibres courtes	27
I.3.2 Rupture des composites à fibres courtes	30
I.3.2.1 Rupture fragile	30
I.3.2.2 Rupture ductile	34
I.4 Conclusion	45
<b>Chapitre II : Étude du comportement mécanique du PA66</b>	46
II.1 Conditions expérimentales	48
II.1.1 Présentation du matériau et des éprouvettes	48
II.1.2 Dispositif expérimental	52

II.2 Résultats et discussions	53
II.2.1 Influence du taux de charge en fibres de verre	53
II.2.2 Modélisation viscoélastoplastique du comportement mécanique du PA66 non chargé	57
II.2.3 étude de l'influence de la température sur le PA66	59
II.2.4 Analyse des mécanismes d'endommagement par la technique d'émission acoustique	64
II.2.4.1 Généralités sur la technique d'émission acoustique	64
II.2.4.2 Exploitation des résultats	70
II.2.5 Analyse de l'endommagement par microscope électronique à balayage (MEB)	74
II.3 Conclusions	77
<b>Chapitre III : Étude de la rupture du PA66 avec et sans renfort</b>	<b>79</b>
III.1 Conditions expérimentales	82
III.1.1 Éprouvettes	82
III.1.2 Mesure des champs de déformation par CID	82
a) Principe de la technique CID	83
b) Traitement des résultats de CID	84
c) Dispositif expérimental	86
III.2 Résultats expérimentaux et discussions	88
III.2.1 Force-déplacement	88
III.2.2 Chronologie et mécanismes d'endommagement	90
III.2.2.1 Technique de corrélation d'images (CID)	90
a) Cas du PA66 non chargé	90
b) Cas du PA66 chargé en fibres de verre	91
III.2.2.2 Technique d'émission acoustique	94
III.2.3 Déchirure ductile	98
III.2.3.1 Paramètre énergétique J	99
III.2.3.2 L'écartement au fond de la fissure CTOD	101

III.2.3.3 Relation J-CTOD	103
III.2.3.4 L'angle au fond de la fissure COA	104
III.2.3.5 Analyse des champs de déformations au fond de la fissure	106
III.2.4 Rupture fragile du PA66 chargé en fibres de verre courtes	108
III.2.4.1 Étude de la ténacité	108
III.2.4.2 Analyse des champs de déformations au fond de la fissure	110
III.3 Conclusions	116
<b>Chapitre IV : Étude numérique</b>	<b>119</b>
IV.1 Introduction	120
IV.2 Maillage et conditions aux limites	120
IV.3 Simulation de la propagation de la fissure	122
IV.4 Distribution des contraintes et des déformations	125
IV.5 Discussions	127
IV.6 Conclusion	131
<b>Conclusion générale</b>	<b>132</b>
<b>Perspectives</b>	<b>135</b>
<b>Liste des publications et communications</b>	<b>136</b>
<b>Références bibliographiques</b>	<b>137</b>
<b>Annexe A : Essential Work of Fracture (EWF)</b>	<b>144</b>

# INTRDUCTION GÉNÉRALE

# INTRODUCTION GÉNÉRALE

Un matériau composite est constitué d'une ossature appelée renfort qui assure la tenue mécanique et d'une protection appelée matrice qui est généralement une matière plastique (résine thermoplastique ou thermodurcissable) et qui assure la cohésion de la structure et la retransmission des efforts vers le renfort. Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice :

- les composites à matrices organiques (CMO) qui constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle,
- les composites à matrices céramiques (CMC) réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme le spatial, le nucléaire et le militaire, ainsi que le freinage (freins carbone)
- les composites à matrices métalliques (CMM).

Au cours des cinquante dernières années, les progrès scientifiques et techniques dans le domaine de la mise en forme et de la modification des polymères ont permis d'améliorer considérablement leurs propriétés mécaniques, optiques, chimiques, etc., et de combiner ces performances à la légèreté, au faible coût et à la facilité de mise en forme.

Dans l'industrie automobile, on trouve ces matériaux autant dans les pièces de carrosserie, de l'habitacle que dans les câbles, tuyaux et réservoirs. Cette utilisation croissante des matériaux composites, appelés aussi matières plastiques, s'étend bien au-delà de l'industrie automobile pour toucher d'autres domaines tels que l'aéronautique, le génie biomédical ou encore l'équipement de loisirs (raquettes de tennis, chaussures de ski, skateboard ...). En effet, dans ces domaines d'application, la substitution des matériaux métalliques par des composites est motivée par l'allègement des structures à propriétés mécaniques égales voire supérieures.

Toutefois, l'utilisation des matériaux composites et leur tenue à long terme soulèvent un certain nombre de questions relatives à la compréhension des mécanismes d'endommagement et à sa chronologie. À cause des hétérogénéités et de l'anisotropie, la nature des endommagements ainsi que les mécanismes à l'origine de leur apparition et leur progression sont très différents des mécanismes rencontrés dans les matériaux plus conventionnels. Ainsi,

suivant l'échelle considérée, les endommagements tels que la rupture du renfort, la fissuration matricielle peuvent être à l'origine de la ruine prématurée d'une structure.

Ce travail de thèse porte principalement sur l'étude de l'endommagement et de la rupture d'un matériau composite à matrice polymère (polyamide 66 : PA66) renforcée par des fibres de verre courtes, qui est usuellement utilisé dans l'industrie automobile et aéronautique.

Le présent rapport est composé de 4 principaux chapitres :

### **Chapitre I : Étude bibliographique**

Ce chapitre présente une étude bibliographique présentant un état de l'art dans le domaine des composites à matrices polymériques renforcés par des fibres (carbone, verre, ...). On y aborde les influences de certains paramètres comme le taux de renfort, la température et la vitesse de déformation sur les caractéristiques mécaniques de cette famille des matériaux. On y aborde aussi, à travers un certain nombre de travaux, les mécanismes d'endommagement et de rupture des composites à matrice polymère.

### **Chapitre II : Étude du comportement mécanique du polyamide avec et sans renfort en fibres de verre**

Dans ce chapitre, nous présentons une étude expérimentale dont l'objectif étant la caractérisation mécanique d'un polyamide chargé en fibres de verre courtes : 0, 15, 30 et 50 %, à partir d'essais de traction monotone.

En effet, Le renforcement par des fibres de verre d'un polymère a pour effet d'augmenter la résistance mécanique du matériau d'origine (polyamide): augmentation du module d'élasticité et de la limite d'élasticité. Le comportement très fragile du verre contribue à limiter la ductilité et donc à une forte diminution de la déformation à la rupture. Ce constat peut s'expliquer par la loi des mélanges.

L'influence de la vitesse de déformation est vérifiée en effectuant des essais de traction en adoptant 3 vitesses de déformations différentes :  $\dot{\varepsilon} = 1,1 \times 10^{-3} s^{-1}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 5,6 \times 10^{-3} s^{-1}$  et  $\dot{\varepsilon} = 5,6 \times 10^{-2} s^{-1}$ . Les résultats montrent que l'augmentation de la vitesse de déformation s'accompagne d'une augmentation du module élastique et de la limite élastique.



### **Chapitre III : Étude de la rupture**

Des essais de rupture ont permis de déterminer les paramètres critiques de l'initiation de la fissure dans les différents matériaux.

Ces études expérimentales ont été appuyées par des observations de faciès par microscopie électronique à balayage (MEB), des analyses par émissions acoustiques (EA) et l'utilisation de la corrélation d'images numériques (DIC) qui nous a permis d'avoir accès aux déformations locales ainsi qu'à leur distribution et leur évolution au cours du chargement.

### **Chapitre IV : Étude numérique**

Nous avons effectué une étude numérique utilisant la méthode par éléments finis pour simuler la propagation de la fissure d'une éprouvette SENT et déterminer la distribution des déformations et des contraintes au voisinage de la fissure dans le cas du PA66 chargé en fibres de verre. Une comparaison des résultats numériques et expérimentaux, en termes de courbes « charge-déplacement », point d'amorçage de la fissure et distribution des déformations longitudinales, montre que la modélisation et le critère de rupture choisis sont satisfaisants.

# Étude bibliographique

## **I.1. Généralités**

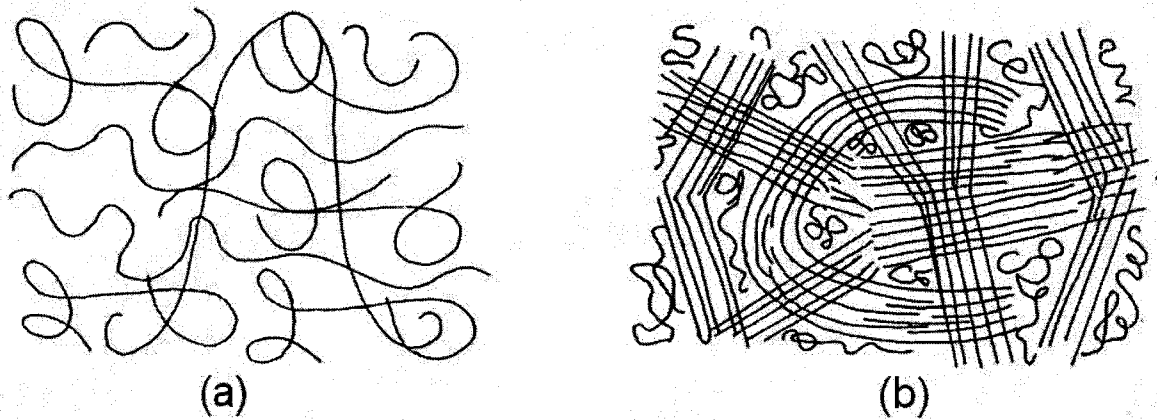
### **I.1.1 Les polymères**

Les polymères, appelés communément "matières plastiques", sont indissociables de notre environnement et de notre vie pratique. Ils se sont imposés dans tous les domaines de nos activités: des objets les plus banals jusqu'à des applications techniques sophistiquées, en passant par leur utilisation dans les produits d'hygiène ou alimentaires. Le plus souvent synthétiques, quelquefois naturels, ils doivent cet essor à leurs larges gammes de caractéristiques, durs, mous ou élastiques, transparents ou opaques, isolants et quelquefois conducteurs, plus ou moins résistants aux conditions agressives de leur usage, toujours légers. C'est la nature particulière de leurs molécules en forme de chaîne, ainsi que la variété des modes d'assemblage qu'elles adoptent, qui est à l'origine de cette diversité.

Les polymères sont des substances constituées de grandes molécules formées par la répétition d'un même motif composé d'une ou de plusieurs unités de base. Le nombre moyen de ces unités de base (monomères) dans les molécules finales (polymères) est le degré de polymérisation. Les monomères sont liés entre eux par des liaisons covalentes, caractérisées par une énergie de liaison de l'ordre de 300 kJ/mol, et des liaisons secondaires : polaires ou de Van der Waals, avec une énergie autour de 10kJ/mol

Généralement, les polymères sont classés en deux grandes familles selon l'arrangement moléculaire [Lema1996]:

- les polymères amorphes (figure I.1.a): l'arrangement moléculaire est alors totalement désordonné (ex : plexiglas, polystyrène)
- les polymères semi-cristallins (figure I.1.b): l'arrangement moléculaire est partiellement ordonné en domaines cristallins en incluant également des domaines amorphes. (ex : nylon, polythène)



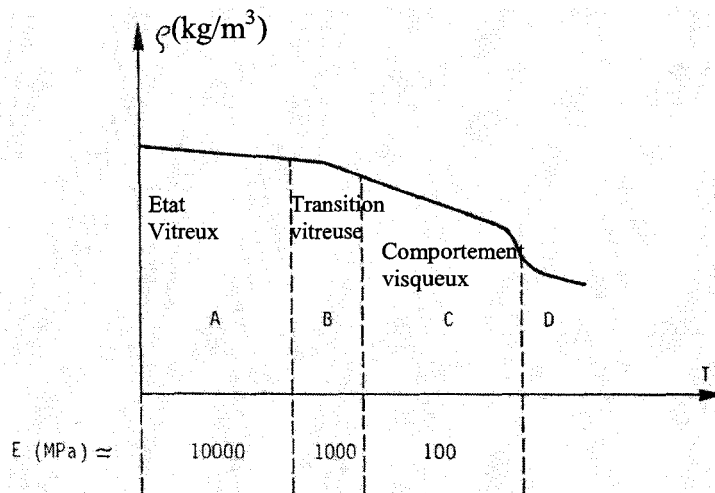
**Figure I.1** Schémas d'arrangements moléculaires des polymères. (a) amorphes, (b) semi-cristallins [LEMA1996]

Au niveau technique, les polymères sont répertoriés en trois classes [FANC1999]:

- les thermodurcissables qui ont une structure fortement réticulée, en constituant un réseau très bien ordonné dans l'espace en trois dimensions. Ainsi, le polymère ne subit plus les effets de la chaleur une fois mis en forme (mélange de résine et durcisseur)
- les thermoplastiques qui présentent une structure linéaire ou ramifiée, par de macromolécules plus petites, en général liées par des forces de liaison de type secondaire. Contrairement aux thermodurcissables, les thermoplastiques passent de l'état rigide à l'état malléable par une faible élévation de la température.
- Les élastomères qui sont caractérisés par une structure linéaire, dans laquelle les liaisons entre les unités monomères sont de type secondaire, extrêmement faibles ce qui leur confère un caractère caoutchoutique (grandes déformations).

Généralement, l'état des polymères dépend fortement de la température. Ce constat est illustré par la figure I.3 qui montre l'influence majeure de la température sur le module d'élasticité  $E$  (MPa) et la masse volumique  $\rho$  ( $\text{Kg/m}^3$ ) [LEMA1996]. Notamment dans la zone de température dite de transition vitreuse [WARD1993, EHRE2000, NPHA1995]. Lors du refroidissement de la matière liquide jusqu'à l'état solide cette zone est appelée zone de vitrification. Lors du chauffage du matériau solide jusqu'à l'état liquide, elle prend le nom de zone de ramollissement. La température va alors intervenir sur les polymères amorphes ou les zones amorphes des polymères semi-cristallins. La figure 2 donne une idée du comportement

des polymères solides en représentant la masse volumique  $\rho$  ( $\text{kg/m}^3$ ) ou le module d'élasticité  $E$  en fonction de la température  $T$  [LEMA1996].



**Figure I.2** Influence de la température sur l'état des polymères, d'après [LEMA1996]

En dessous de la température de transition vitreuse, les parties amorphes adoptent un comportement fragile et cassant. L'état A est appelé « état vitreux ».

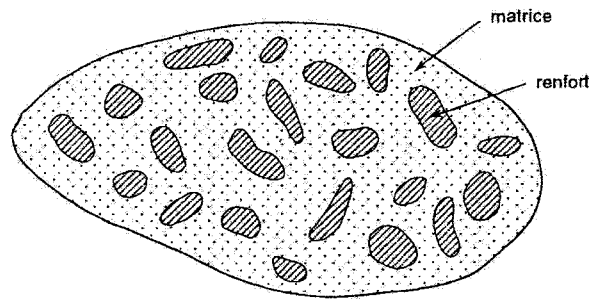
La zone B correspond à l'état de transition : cette zone encadre la température de transition vitreuse. Les polymères perdent de leur état fragile et se rapprochent d'un comportement plus visqueux. Cette température constitue une propriété physique du polymère.

Au delà, dans la zone C, les polymères adoptent un comportement visqueux voire liquide/caoutchouctique pouvant atteindre la température de fusion.

La zone D marque le passage à l'état liquide au-delà de la température de fusion.

### I.1.2. Les composites

Dans un sens large, le mot « composite » signifie « constitué de deux ou plusieurs parties différentes ». Un matériau composite consiste dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue (figure I.3). La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la matrice et la phase discontinue est appelée le renfort



**Figure I.3** Présentation schématique d'un matériau composite

Les propriétés des matériaux composites résultent :

- Des propriétés des matériaux constituants
- De leur distribution géométrique
- De leur interaction, etc.

La concentration du renfort est mesurée par la fraction volumique (ou massique). C'est un paramètre déterminant des propriétés du matériau composite. La distribution du renfort dans le volume du composite est aussi un paramètre important : une distribution uniforme assure une homogénéité du matériau et rend ses propriétés indépendantes du point de mesure.

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes : les matériaux composites à particules et les matériaux composites à fibres. Dans ces derniers, les fibres peuvent être continues ou courtes.

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale. Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche. Divers renforts sont associés à ces matrices. Parmi ces composites, nous pouvons citer :

1. Composites à matrice organique avec :
  - a. Des fibres minérales : verre, carbone, etc.
  - b. Des fibres organiques : kevlar, polyamide, etc.
  - c. Des fibres métalliques : bore, aluminium, etc.
2. Composites à matrice métallique (alliages légers et ultra-légers d'aluminium, de magnésium, de titane) avec :
  - a. Des fibres minérales : carbone, carbure de silicium (SiC).
  - b. Des fibres métalliques : bore.
  - c. Des fibres métallo-minérales : fibres de bore revêtues de carbure de silicium.

3. Composites à matrice minérale (céramique) avec :

- a. Des fibres métalliques : bore.
- b. Des particules métalliques : cermets.
- c. Des particules minérales : carbures, nitrures, etc.

Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine des températures ne dépassant pas 200 à 300°C, alors que les matériaux composites à matrice métallique ou minérale sont utilisés au-delà : jusqu'à 600°C pour une matrice métallique, jusqu'à 1000°C pour une matrice céramique.

Lors du moulage par injection d'un composite à matrice polymère chargée de fibres, les constituants sont soumis à un processus thermomécanique permettant leur liaison. Au cours de la polymérisation, la résine pure et la région entourant la fibre se développent différemment. Généralement, les fibres sont traitées ; ce qui conduit à la création d'une zone de transition entre la fibre et la matrice dont les propriétés physico-chimiques sont différentes de celles des constituants de base. Cette zone appelée interface ou interphase a pour premier rôle de transférer les contraintes de la matrice à la fibre. Sa résistance contribue donc à la résistance globale du composite.

Le traitement des fibres ne se limite pas à protéger ces dernières contre les différentes dégradations lors du moulage du composite. Il permet d'améliorer la qualité de l'adhésion entre la fibre et la matrice permettant ainsi un transfert de charge convenable.

Il est possible de décrire les processus de transfert de charge par des modèles micromécaniques simplifiés considérant, par exemple, un V.E.R. constitué d'une fibre noyée dans un cylindre de matrice sur lequel est appliquée une contrainte de traction (figure I.4).

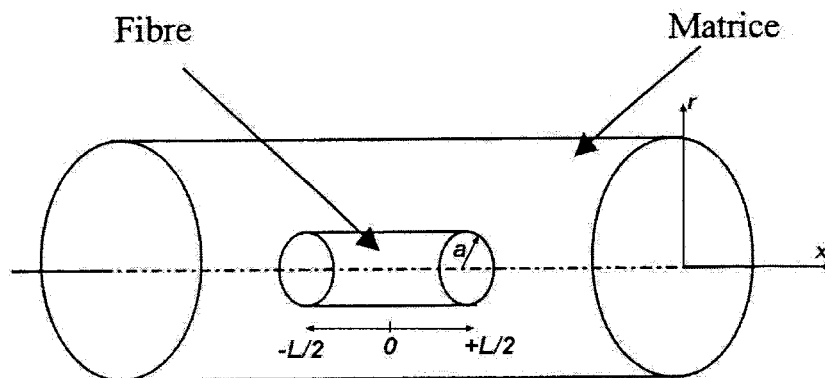


Figure I.4 Exemple de VER

L'écriture des équations d'équilibre élastique permet théoriquement de déterminer le profil de la contrainte de traction dans la fibre et celui du cisaillement à l'interface. A partir de ces données, il est possible d'évaluer la courbe contrainte-déformation du composite.

En fonction du comportement supposé de l'interface, différentes réponses peuvent être simulées. Deux modèles pionniers dans ce domaine, ceux de Cox [COX1952] et de Kelly-Tyson [KELLY1964]. Dans le modèle de Cox, la liaison entre fibre et matrice est supposée parfaite et le comportement mécanique de ces constituants élastiques. Le modèle de Kelly-Tyson a été initialement développé dans le contexte de matériaux à matrice métallique pour lesquels des mécanismes de plasticité sont activés au voisinage de l'extrémité des fibres.

## I.2. Propriétés mécaniques des polymères

Le comportement mécanique des polymères dépend des paramètres intrinsèques au matériau (structure moléculaire, type de renfort ...) et extrinsèques (température, humidité, vitesse de sollicitation ...) [WARD1993, EHRE2000, BERG2001, MOHD2000].

Schématiquement, quatre types de courbes «contrainte-déformation» peuvent caractériser les principaux comportements rencontrés comme l'indique la figure I.5 [G'sel1995] :

- rupture fragile
- en « crochet »
- en « genou »
- de type élastomère (caoutchouc)

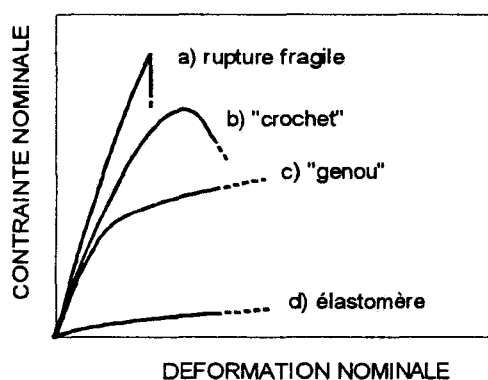
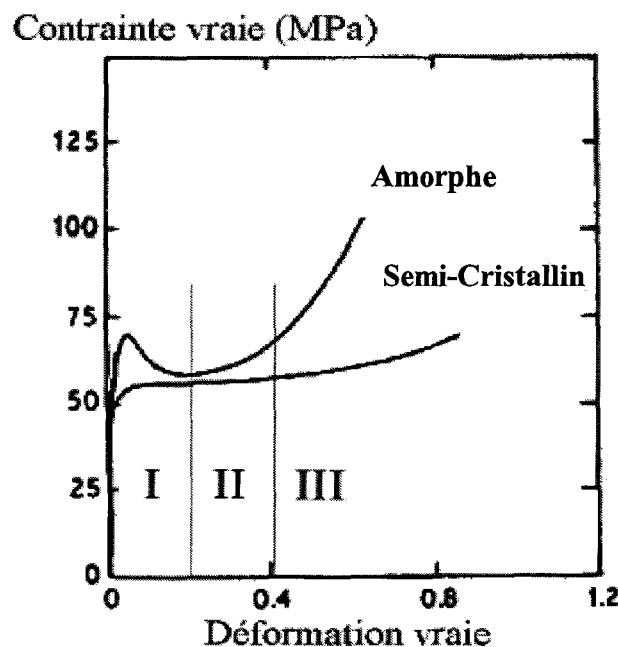


Figure I.5 Comportements typiques des polymères, d'après [G'SEL1995]

La Figure I.6 illustre respectivement le comportement typique sous sollicitation uniaxiale à température ambiante d'un polymère amorphe et celui d'un polymère semi-cristallin [G'SEL1995]. On distingue trois domaines :



- Zone I, la contrainte augmente d'abord linéairement avec la déformation, puis atteint un maximum « limite élastique ». Cette partie est appelée réponse viscoélastique. Dans le cas de certains polymères amorphes, un crochet de traction se produit fréquemment à la fin du stade viscoélastique. Cet adoucissement est généralement absent dans les polymères semi-cristallins, pour lesquels la limite élastique présente une transition arrondie progressive.
- Zone II, la déformation devient irréversible, la striction se développe et la contrainte redescend à une valeur minimum d'écoulement plastique, ce qui forme un pic de contrainte. Cette étape est associée en partie au déroulement des macromolécules sous l'effet de la déformation appliquée.
- Zone III, ce stade, qualifié de durcissement structural est vraisemblablement lié à l'orientation de chaînes selon la direction principale de déformation. Lorsque la striction s'est entièrement propagée, la déformation redevient homogène jusqu'à la rupture de l'éprouvette.



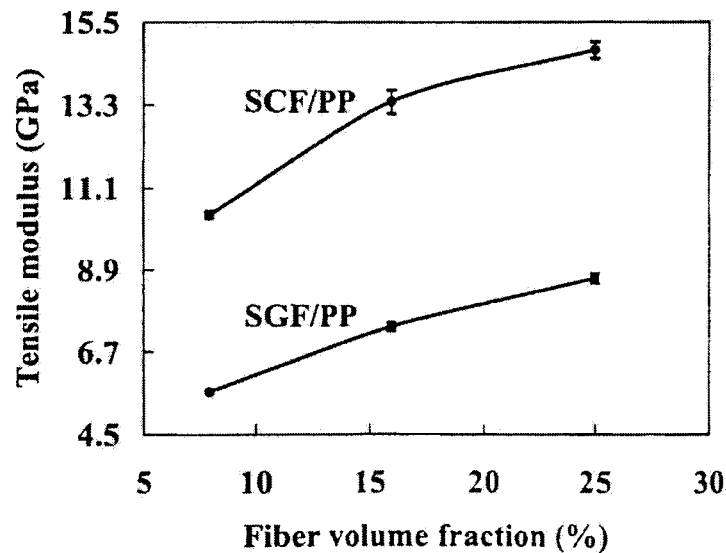
**Figure I.6** Comportement typique d'un polymère amorphe d'un polymère semi-cristallin  
[G'SEL1995]

### I.2.1 Influence du taux de charge

Le renforcement par fibres de verre des polymères a pour effet d'augmenter la résistance mécanique du matériau d'origine : augmentation du module d'élasticité et de la limite

d'élasticité [ASHB1991]. Le comportement très fragile du verre contribue à limiter la ductilité et donc à une diminution de la déformation à la rupture.

La figure I.7 montre l'influence du taux de charge en fibres de verre et de carbone sur le module d'élasticité d'un polypropylène (SGF/PP et SCF/PP).



**Figure I.7** Évolution du module d'élasticité en fonction du taux de charge [YSFU2000]

Théoriquement, le module d'élasticité  $E$  d'un polymère renforcé évolue selon la loi des mélanges. :

$$E_{11} = V_f E_f + (1 - V_f) E_m \quad (I.1)$$

Avec :

$V_f$  la fraction volumique de fibres de verre,

$E_f$  le module d'élasticité des fibres de verre,

$E_m$  le module d'élasticité de la matrice polymère.

Le module d'élasticité des fibres de verre ( $E = 76000$  MPa) est largement supérieur à celui d'un polymère (entre 1300 et 4500 MPa pour un polyester). Par conséquent, plus la fraction volumique de fibres de verre augmente, plus le module d'élasticité augmente. La même tendance est observée pour la résistance à la traction.

Le matériau étant fortement anisotrope, cette loi n'est valable que lorsque le matériau est sollicité parallèlement à l'axe des fibres. Si la sollicitation est perpendiculaire aux fibres, le module  $E$  est alors :

$$E_{22} = \left\{ \frac{V_f}{E_f} + \frac{1-V_f}{E_m} \right\}^{-1} \quad (\text{I.2})$$

Les propriétés mécaniques d'un thermoplastique chargé en fibres de verre résultent d'une combinaison des propriétés de la matrice, des fibres et de la capacité à transférer la charge via l'interface fibre/matrice. Des variables comme le taux de charge, la longueur, le diamètre et l'orientation des fibres sont d'une grande importance quant aux propriétés finales du composite [YSFU2000, THOM2001]. Le diamètre des fibres ne semble pas avoir une influence sur le module du PA66 chargé en fibres de verre courtes [THOM1999]. La loi des mélanges modifiée permet d'exprimer la contrainte à la rupture et le module du composite [YSFU2000]:

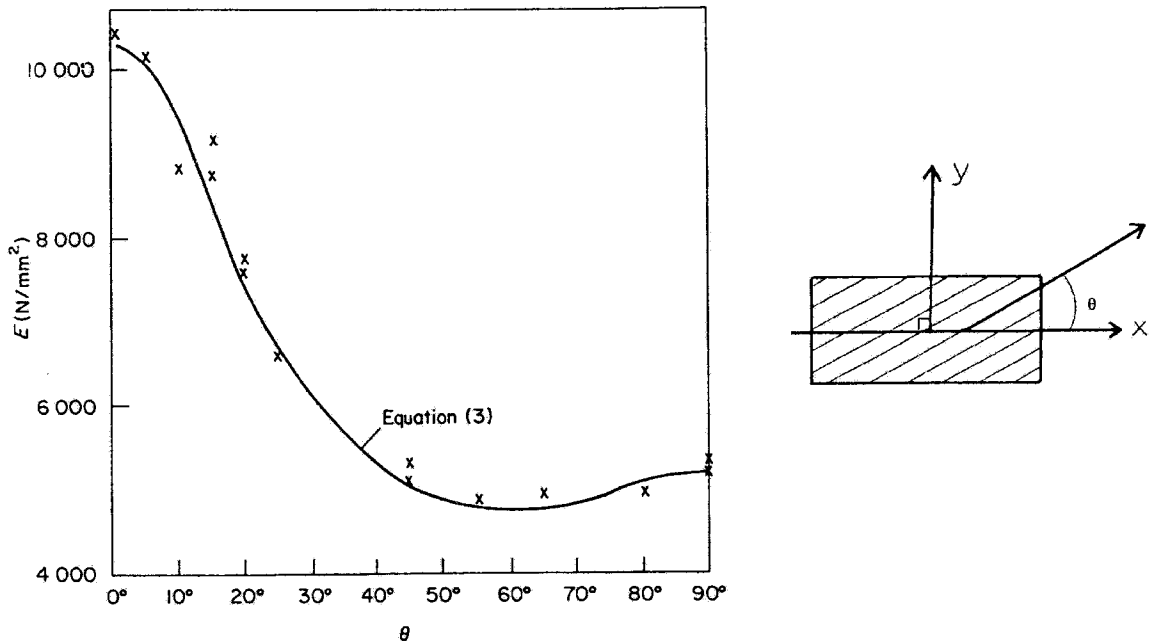
$$\sigma_c = \lambda_\sigma \sigma_{fu} V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (\text{I.3})$$

$$E_c = \lambda_E E_f V_f + E_m (1 - V_f) \quad (\text{I.4})$$

où  $\sigma_c$ ,  $\sigma_m$  et  $\sigma_{fu}$  sont les contraintes à la rupture du composite, la matrice et la fibre respectivement,  $\lambda_\sigma$  et  $\lambda_E$  sont des coefficients de rendement dépendant de l'orientation des fibres et  $V_f$  la fraction volumique des fibres.

Ramsteiner [RAMS1979], dans une étude consacrée au comportement mécanique des thermoplastiques chargés en fibres de verre courtes, a montré l'influence de l'orientation des fibres  $\theta$  sur le module d'élasticité dans le cas du polyoxyméthylène chargé à 32%wt en fibres de verre courtes (figure I.8).  $\theta$  est l'angle formé par la direction des fibres et la direction de la traction uniaxiale.

L'efficacité du renforcement par fibres de verre dépend également de la qualité de l'adhésion fibres/matrice qui est conditionnée par le traitement des fibres (ensimage).



**Figure I.8** Influence de l'orientation des fibres sur le module d'élasticité [RAMS1979]

### I.2.2. Influence de la température

Le comportement mécanique des polymères est fortement influencé par la température. La figure 5 représente les courbes contrainte-déformation d'un polyamide 6,6 à des températures allant de  $-40^{\circ}\text{C}$  à  $180^{\circ}\text{C}$  et à une vitesse de sollicitation constante fixée à 1 mm/min [EHRE2000].

Ces courbes montrent qu'une augmentation de la température s'accompagne d'une baisse de la contrainte à la rupture et du module, et d'une augmentation de la déformation à la rupture : passage d'un comportement fragile à un comportement ductile. Ceci s'explique par un phénomène moléculaire. En effet, à partir de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ), les liaisons faibles ou secondaires qui lient les chaînes entre elles commencent à fondre et les segments de chaînes glissent les uns sur les autres donnant ainsi au matériau une certaine ductilité [ASHB1991].

La figure I.9 met clairement en évidence la différence de comportement à partir de la température de transition vitreuse  $T_g$  du matériau.

En effet, toutes les courbes au-delà de  $50^{\circ}\text{C}$ ,  $T_g$  du polyamide 6,6, sont caractérisées par une ductilité matérialisée par un plateau au-delà de la partie viscoélastique non linéaire.

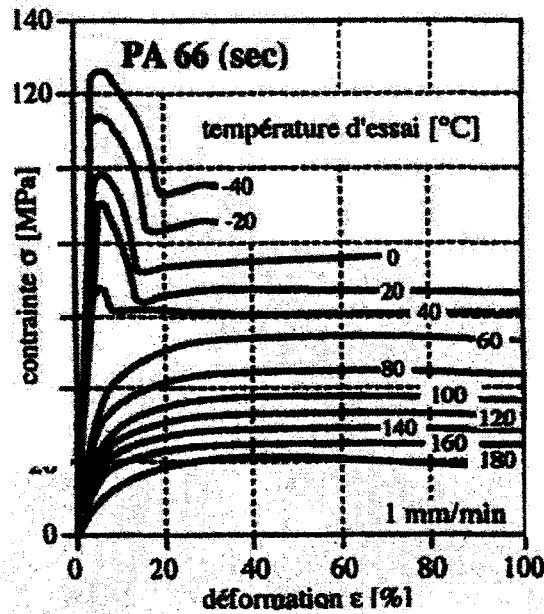


Figure I.9 Influence de la température (°C) sur le comportement mécanique d'un polyamide sec [EHRE2000]

les travaux de Zhen Wang [ZHEN2002] portant sur un polyamide 6 chargé en fibres de verre courtes sollicité en traction uniaxiale, montrent la sensibilité d'un tel composite à la température (figure I.10). On y observe aussi que le changement de comportement s'opère de manière significative au voisinage de la température de transition vitreuse du polyamide 6 qui se situe entre 40°C et 50°C.

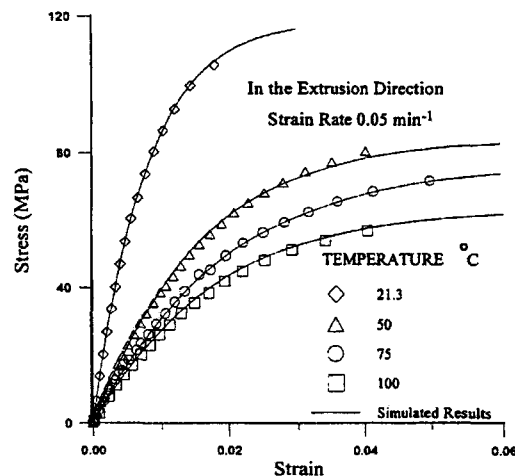


Figure I.10 Effet de la température sur les courbes contrainte-déformation d'un polyamide 6 chargé en fibres de verre courtes (a) [ZHEN2002]

Une autre étude conduite par Mano J.F. [MANO2001] sur le même matériau permet de faire le même constat.

Nanying et al [NANY1998] ont analysé les performances mécaniques (contrainte à la rupture, résistance à la fatigue, durée de vie) à court et à long termes des polyamides 6 et 6,6 chargés en fibres de verre courtes (33 wt%) [Nany1998] en effectuant des essais de traction et de fatigue à des températures allant de  $-40^{\circ}\text{C}$  à  $121^{\circ}\text{C}$ .

Zhen et al [ZHEN2002] a proposé une modélisation de l'évolution du module d'élasticité et de la contrainte à la rupture dans le cas d'un polyamide 6 chargé en fibres de verre courtes en fonction de la température et de la vitesse de déformation :

$$E = E_0 \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\epsilon_0} \right)^{m1} \exp[-\lambda_1(T - T_0)] \quad (\text{I.5})$$

$$\sigma_R = \sigma_{R0} \left( \frac{\dot{\epsilon}}{\epsilon_0} \right)^{m2} \exp[-\lambda_2(T - T_0)] \quad (\text{I.6})$$

où  $E_0$ ,  $\sigma_{R0}$ ,  $\epsilon_0$  et  $T_0$  sont respectivement le module élastique, la contrainte à la rupture, la vitesse de déformation et la température de référence.  $m$  et  $\lambda$  sont deux paramètres qui représentent respectivement le durcissement dû à la vitesses de déformation et l'adoucissement thermique. [ZHEN2002]

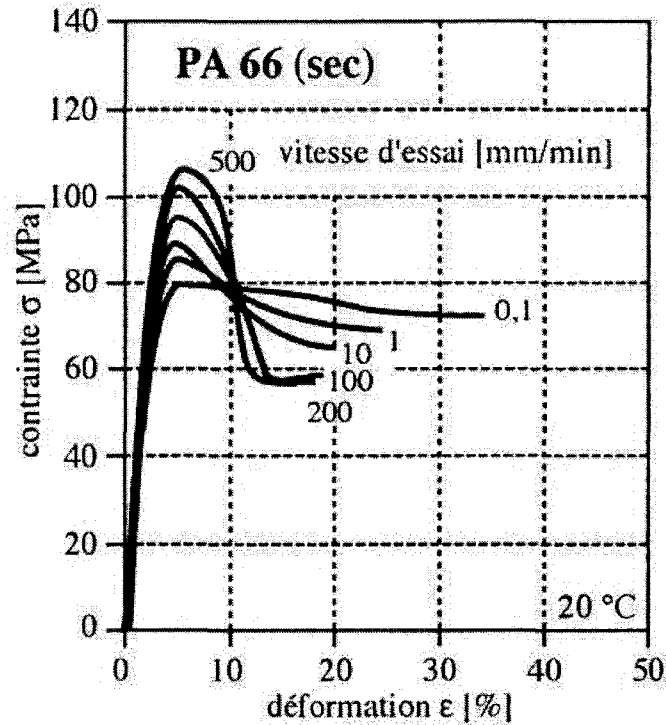
### I.2.3 Influence de la vitesse de déformation

La figure I.11 représente les courbes contrainte-déformation à  $20^{\circ}\text{C}$  pour différentes vitesses de déplacement dans le cas d'un polyamide 66 sec. Six valeurs de la vitesse de déplacement ont été choisies variant de 0,1 à 500 mm/min.

La déformation à la rupture passe de 35% pour une vitesse de 0,1 mm/min à 15% pour 500 mm/min. La contrainte à la rupture décroît de 75 à 60 MPa pour la même évolution de vitesse d'essai. La limite d'élasticité augmente de 30 MPa pour une augmentation de vitesse de 500 mm/min.

Une augmentation de la vitesse d'essai augmente la limite d'élasticité et diminue la déformation à la rupture ce qui se traduit par une augmentation de la résistance mécanique et une diminution de la ductilité.

Certaines familles de polymères présentent une sensibilité à la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  ce qui leur confère un comportement visqueux. En effet, l'influence de la vitesse de déformation s'explique par un phénomène moléculaire. La vitesse de déformation influe sur le temps de réarrangement des macromolécules. Si celles-ci ont le temps de retrouver un état d'équilibre, le polymère se comportera de manière ductile. Sinon, le comportement sera de type fragile [EHRE2000].



**Figure I.11** Influence de la vitesse d'essai (mm/min) sur le comportement mécanique d'un polyamide 6,6 sec

Plusieurs travaux dans la littérature ont été consacrés à l'étude de la sensibilité des polymères chargés ou non à la vitesse de déformation permettant de développer des modèles qui prennent en compte le phénomène de viscosité [ZHEN2002, YUAN2005, MANO2001, MITS1999, SRIK2001].

Mitsugu et al [MITS1999] ont réalisé une étude expérimentale portant sur le comportement mécanique d'un polyamide 6 chargé en fibres de verre (GF-PA6) et de carbone (CF-PA6) pour différentes valeurs de  $\dot{\epsilon}$  (de  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  à  $4.10^1 \text{ s}^{-1}$ ). Les auteurs ont proposé deux expressions corrélant  $E$  et  $\sigma_R$  à  $\dot{\epsilon}$  :

$$E = \alpha \text{Ln} \left( \dot{\varepsilon} \right) + \beta \quad (\text{I.7})$$

$$\sigma_R = \alpha' \text{Ln} \left( \dot{\varepsilon} \right) + \beta' \quad (\text{I.8})$$

où  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\alpha'$  et  $\beta'$  sont des constantes déterminées expérimentalement et dont les valeurs sont données par le tableau I.1 :

		CF-PA6	GF-PA6
Module d'élasticité E	$\alpha$ (GPa/Lns <sup>-1</sup> )	1.8	1.25
	$\beta$ (GPa)	60.9	27.1
Contrainte à la rupture $\sigma_R$	$\alpha'$ (MPa/Lns <sup>-1</sup> )	35.8	66.1
	$\beta'$ (MPa)	53.8	560

**Tableau I.1** Valeurs expérimentales de  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\alpha'$  et  $\beta'$

Yuanxin et al [YUAN2005] ont proposé deux expressions normalisées de E et  $\sigma_R$  en fonction de  $\dot{\varepsilon}$  dans le cas d'un polyamide 66 chargé en fibres de verre (GF-PA66) pour des vitesses de déformation variant entre  $8.10^{-4}$  et  $8.10^{-2}$  qui s'écrivent sous la forme suivante :

$$\frac{E}{E_0} = 1 + m_1 \text{Ln} \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \quad (\text{I.9})$$

$$\frac{\sigma_R}{\sigma_{R0}} = 1 + m_2 \text{Ln} \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \quad (\text{I.10})$$

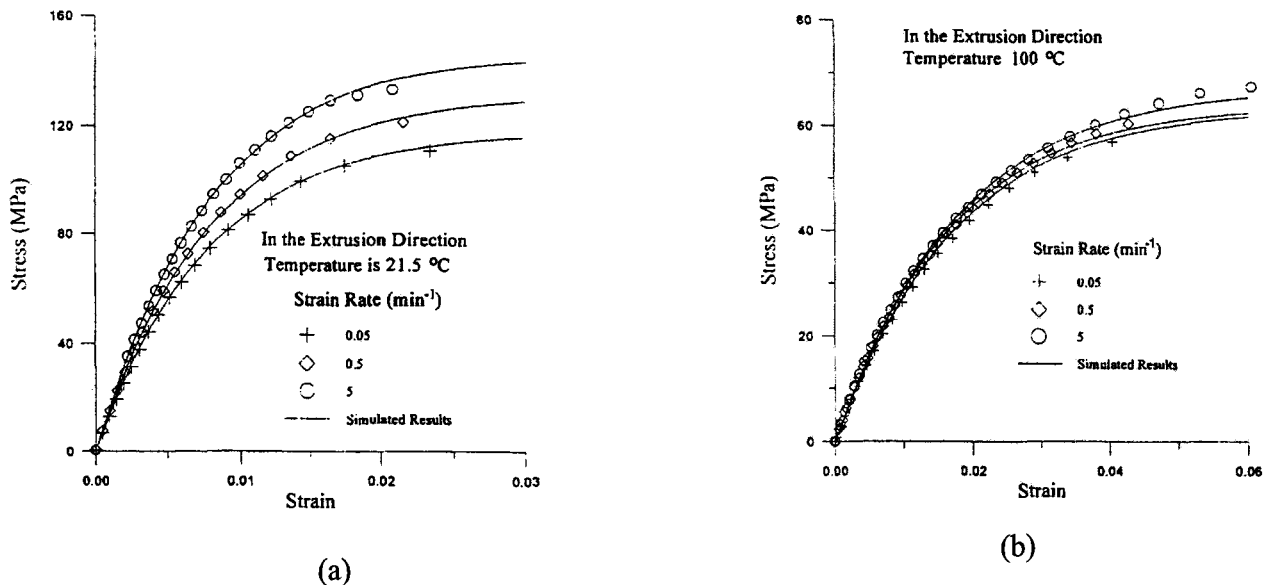
où  $E_0$ ,  $\sigma_{R0}$  et  $\dot{\varepsilon}_0$  sont respectivement le module, la contrainte à la rupture et la vitesse de déformation de référence. L'expression mathématique des constantes  $m_1$  et  $m_2$  est  $m_{1,2} = \frac{\partial(E, \sigma_R)}{\partial \text{Ln} \left( \dot{\varepsilon} \right)}$ . On les détermine en utilisant la méthode des moindres carrés :  $m_1=0.22$

GPa et  $m_2=5.54$  MPa.

La figure I.12, montre que dans l'exemple du polyamide 6, l'influence de la vitesse de déformation sur le module d'élasticité et sur la contrainte à la rupture est plus importante à



des températures inférieures à  $T_g$ . Ceci peut expliquer les modélisations exprimées par les équations (3) et (4), en  $e^{-\lambda T}$ .



**Figure I.12** Influence de la vitesse de déformation (a) à 21.5°C et (b) à 100°C [ZHEN2002]

### I.3. Rupture et endommagement des polymères chargés en fibres de verre

Les mécanismes qui conduisent à la rupture d'un composite peuvent intervenir à différents niveaux :

- fissuration de la matrice,
- rupture de l'interface fibre-matrice,
- déchaussement des fibres.

La combinaison et l'interaction de ces mécanismes restent très difficiles à cerner et leur contribution dépend de plusieurs paramètres :

- les propriétés de chaque constituant,
- la fraction volumique du renfort,
- l'état de chargement,
- les conditions d'environnement telles que la température et le taux d'humidité,
- des conditions d'élaboration et de mise en forme,

ce qui rend difficile la compréhension des mécanismes de la rupture d'un polymère chargé en fibres de verre courtes.

L'influence de ces différents paramètres sur la ténacité et sur le comportement à la rupture des matériaux composites à matrice polymérique chargée en fibres de verre a fait l'objet d'un

grand nombre d'études antérieures [LEAC1981, AKAY1994, AKAY1995, TANC1995, ZEBA2002].

### **I.3.1 Endommagement des composites à fibres courtes**

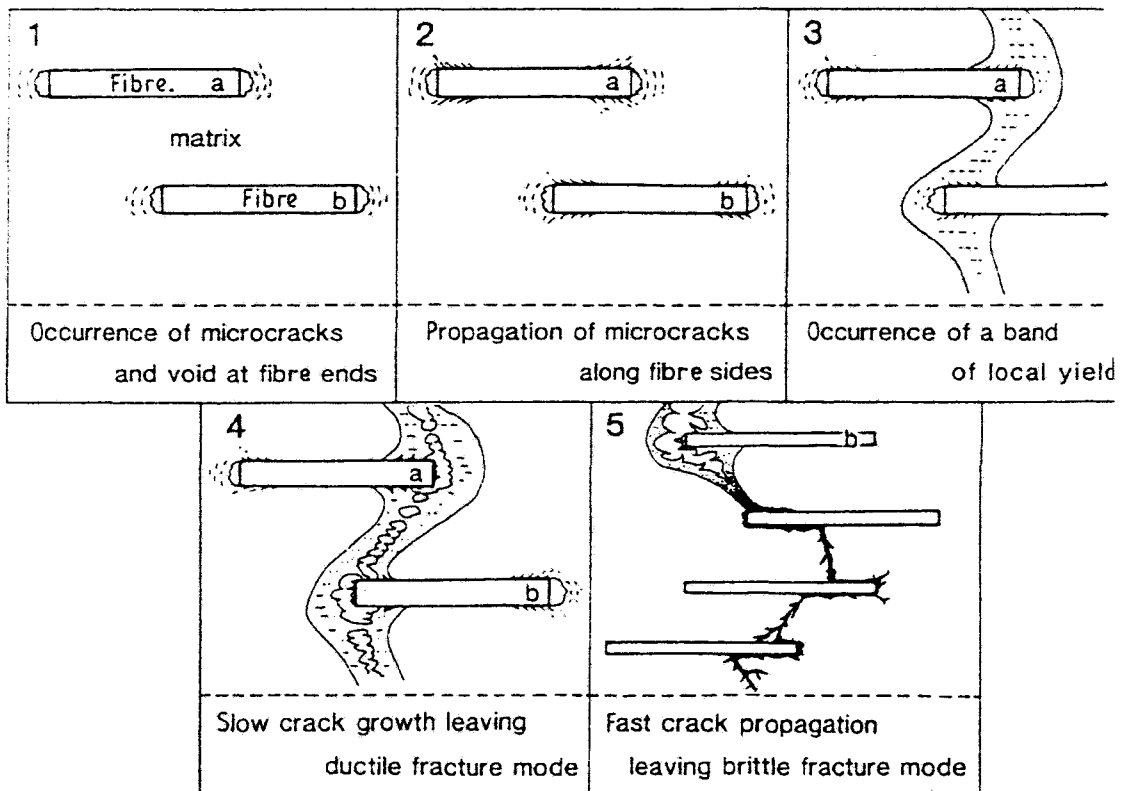
Plusieurs schémas sont proposés dans la littérature pour décrire le processus d'endommagement et de rupture des thermoplastiques chargés en fibres de verre courtes.

Mandell [MAND1982] distingue le cas d'une matrice fragile et celui d'une matrice ductile :

- dans le cas d'une matrice fragile, deux cas de figure se présentent :
  - si l'adhésion fibre-matrice est faible, alors il y a propagation de la fissure suivant l'interface, suivie d'un déchaussement complet des fibres,
  - si l'adhésion fibre-matrice est forte, alors il y a apparition de micro-fissures aux extrémités des fibres.
- dans le cas d'une matrice ductile, les extrémités des fibres sont des sites de concentration de contraintes qui engendrent une plastification locale de la matrice et entraîne une propagation de la fissure principale.

Sato [SATO1984, SATO1991] a étudié les mécanismes de rupture d'un polyamide 6,6 chargé en fibres de verre courtes en utilisant un suivi par la technique d'émission acoustique et des observations par microscope électronique à balayage (MEB). Il a établi une chronologie schématique pour décrire l'endommagement et la rupture du matériau étudié en cinq étapes (figure I.13) :

1. initiation des fissures aux extrémités des fibres,
2. propagation des fissures le long de l'interface sous l'effet de la contrainte de cisaillement,
3. apparition d'une bande de déformation plastique dans la matrice,
4. la bande de déformation plastique conduit à la formation de macro-fissures,
5. propagation des macro-fissures, accompagnée d'un déchaussement des fibres.



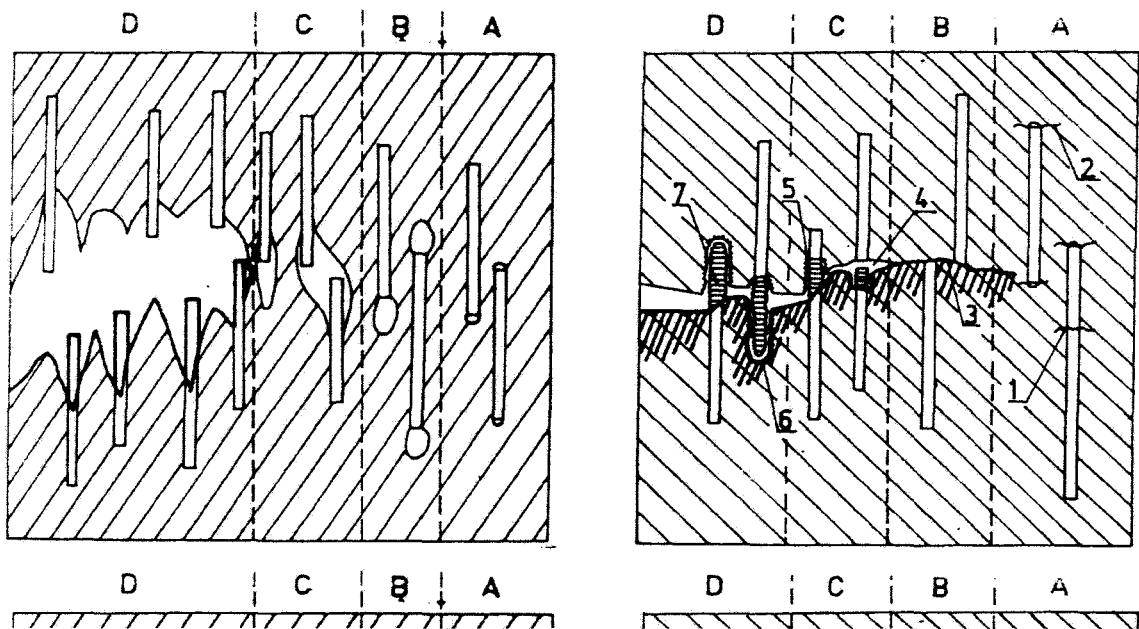
**Figure I.13** Modèle de l'endommagement d'un PA66 chargé en fibres de verre courtes  
[SATO1991]

Ce constat confirme les travaux de Lhymn [LHYM1985], portant sur l'endommagement d'un polyéthylène téréphtalate (PET) chargé en fibres de verre, qui propose une description en quatre étapes:

1. apparition de micro-cavités sous l'effet de la contrainte de cisaillement,
2. croissance des micro-cavités par craquelures,
3. formation d'une macro-fissure,
4. déchaussement des fibres avec arrachement de fragments de fissures.

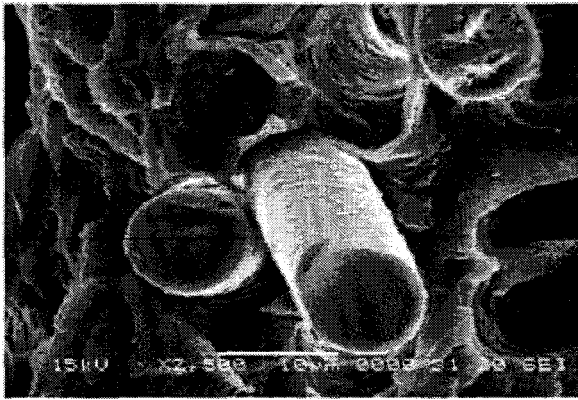
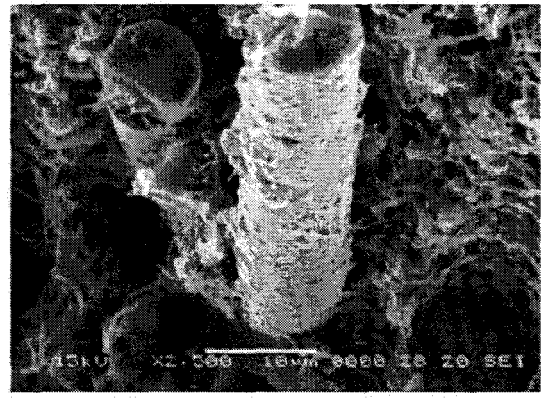
Dans son étude sur le polypropylène chargé en fibres de verre, Sova [SOVA1989] a mené une étude sur l'influence de la nature de la liaison fibre-matrice. Il distingue deux cas :

- si l'adhésion est faible, la ruine du matériau composite est due au cisaillement de la matrice et à sa déformation plastique,
- si l'adhésion est forte, les mécanismes d'endommagement sont plus complexes et les extrémités des fibres sont déterminantes dans le processus de rupture dans la mesure où elles sont des zones de faiblesse (figure I.14) :



**Figure I.14** Mécanismes de rupture d'un composite à fibres de verre [SOVA1989]

Une étude récente montre que la morphologie des surfaces de rupture des thermoplastiques chargés en fibres de verre courtes ne peut pas être facilement corrélée à la qualité de l'interface fibre-matrice [SYFU2004]. Souvent, par des observations MEB, des fibres lisses témoignent d'une faible adhésion fibre-matrice alors que des fibres entourées de fragments de matrice sont synonymes d'une bonne qualité d'interface. (C'est-à-dire, d'une contrainte de cisaillement interfaciale  $\tau_i$  assez élevée). L'auteur montre que  $\tau_i$  maximale ne correspond pas au cas où les fibres déchaussées sont entourées de plus de matière polymère. Les cas où il y a plus de matière polymère autour des fibres déchaussées sont ceux où la contrainte limite de cisaillement  $\tau_y$  est inférieure à la contrainte de cisaillement  $\tau_i$  (figure I.15). Il en résulte d'après cette étude, que la morphologie post-mortem des fibres déchaussées dépend de la qualité de l'interface fibre-matrice et de la contrainte limite de cisaillement  $\tau_y$  de la matrice.

(a)  $\tau_i=38.43$  MPa(b)  $\tau_i=23.25$  MPa

**Figure I.15** Surfaces de rupture (a) : bonne adhésion, (b) moins bonne adhésion  
[SYFU2004]

### I.3.2 Rupture des composites à fibres de verre courtes

La mécanique de la rupture permet de prévoir l'initiation, la propagation d'une fissure et la taille critique du défaut pouvant entraîner une rupture brutale. L'approche globale est souvent utilisée pour caractériser la ténacité des matériaux et la fiabilité des structures. Cette approche a été étendue à l'étude du comportement à la rupture des polymères chargés en fibres de verre.

Dans le cas de rupture fragile, la théorie de la mécanique linéaire élastique de la rupture est utilisée. En effet, dans ce cas la ténacité des matériaux peut être caractérisée par le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{Ic}$  et/ou le taux de restitution d'énergie critique  $G_{Ic}$ .

Dans le cas d'un comportement élasto-plastique, la ténacité des matériaux est caractérisée par le paramètre énergétique critique  $J_{Ic}$  et/ou la valeur critique de l'ouverture en fond de fissure (CTOD : Crack Tip Opening Displacement)  $\delta_c$ .

Le concept du travail essentiel de rupture (EWF : Essential Work of Fracture) est également utilisé pour quantifier la ténacité des polymères ductiles.

#### I.3.2.1 Rupture fragile

Dans une structure élastique chargée contenant une fissure de surface  $A$ , le taux d'énergie disponible, appelé encore le taux de restitution d'énergie  $G$ , est défini par :

$$G = \frac{dP}{dA} \quad (I.11)$$

où  $P$  est l'énergie potentielle totale de la structure fissurée. Si  $G$  devient supérieur à une valeur critique  $G_c$ , la propagation de la fissure se produit.

Une autre approche consiste à étudier l'état des contraintes dans une zone proche de l'extrémité de la fissure. Les contraintes  $y$  varient comme  $r^{-1/2}$  où  $r$  est la distance à

l'extrémité de la fissure. La zone où domine le terme en  $r^{-1/2}$  est dénommée zone de singularité élastique. Les contraintes y sont sous la forme :

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) + o(r) \quad (I.12)$$

où  $f_{ij}(\theta)$  est une fonction de l'angle à l'extrémité de la fissure et  $K$  le facteur d'intensité des contraintes.

Le facteur  $K$  rassemble à la fois l'influence de la dimension de la fissure, des forces appliquées et de la géométrie de la pièce fissurée.

Il existe une relation entre le taux de restitution d'énergie  $G$  et le facteur d'intensité des contraintes  $K$  qui s'écrit en mode ouverture :

$$K_I^2 = E'G_I$$

$$\text{où } \begin{cases} E' = E & \text{en contraintes planes} \\ E' = \frac{E}{1-\nu^2} & \text{en déformations planes} \end{cases}$$

Les courbes charge-déplacement présentent souvent une non linéarité due à l'existence d'une déformation plastique à l'extrémité de la fissure. Différents cas peuvent se présenter comme le montre la figure I.16 :

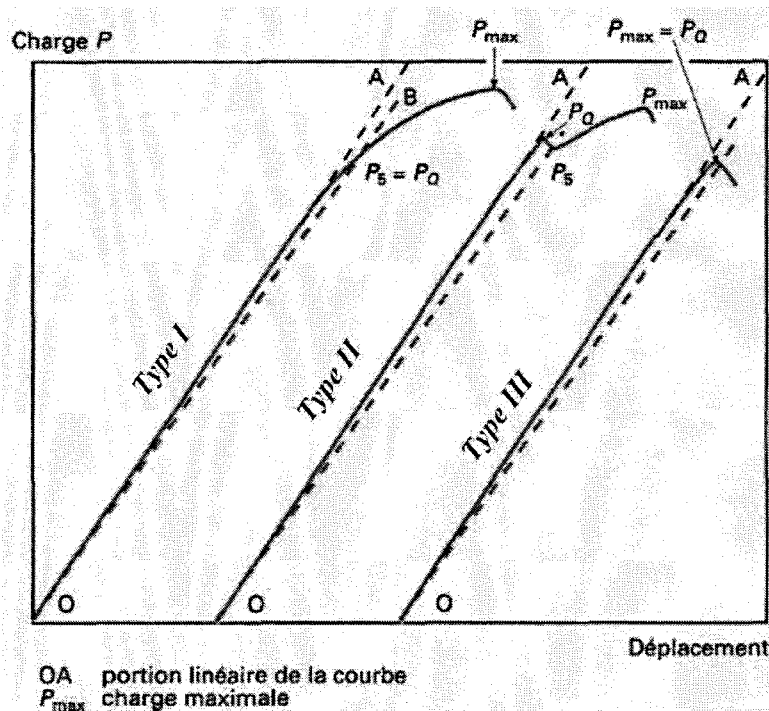


Figure I.16 Les principaux types de courbes charge-déplacement

La charge critique  $P_Q$  est définie selon le type de courbe obtenu. On trace une droite (OB) dont la pente est 5% inférieure à celle de la portion rectiligne (OA) et qui coupe la courbe charge-déplacement en un point d'ordonnée  $P_5$ .

Dans le cas d'une courbe de type I,  $P_Q=P_5$ . Si la courbe charge-déplacement présente un « pop-in » (une très légère croissance instable de la fissure), là encore  $P_Q=P_5$ . Enfin, si la rupture a lieu durant la phase linéaire de la courbe charge-déplacement, cas type III,  $P_Q=P_{max}$ .

Selon la norme ASTM D 5045 [ASTM1999], le facteur d'intensité de contraintes critique  $K_{Ic}$  est déterminé à partir de la courbe charge-déplacement par :

$$K_{Ic} = \frac{P_Q}{B\sqrt{w}} f\left(\frac{a}{w}\right) \quad (I.13)$$

où  $a$  est la longueur initiale de la fissure,  $w$  est la largeur de l'éprouvette et

$$f(\alpha) = \frac{5\sqrt{\pi\alpha}}{\sqrt{20-13\alpha-7\alpha^2}} \quad (I.14)$$

dans le cas d'une éprouvette SENT.

Dans l'étude du comportement des matériaux composites, l'évolution de la ténacité, et donc l'intégrité des structures, en fonction de certains paramètres tels que la température, la vitesse de sollicitation ou encore le taux de renfort est d'une importance capitale.

Dans le cadre d'une étude de l'amorçage et de la propagation de la fissure dans le PA66 chargé en fibres de verre courtes, Leach et Moor [LEAC1985] ont montré, entre autres, l'évolution de  $K_{Ic}$  en fonction du taux de charge en fibres de verre par des essais d'impact. La figure I.17 met en évidence une croissance de la ténacité jusqu'à atteindre une valeur maximale à un taux de charge voisinant 33%.

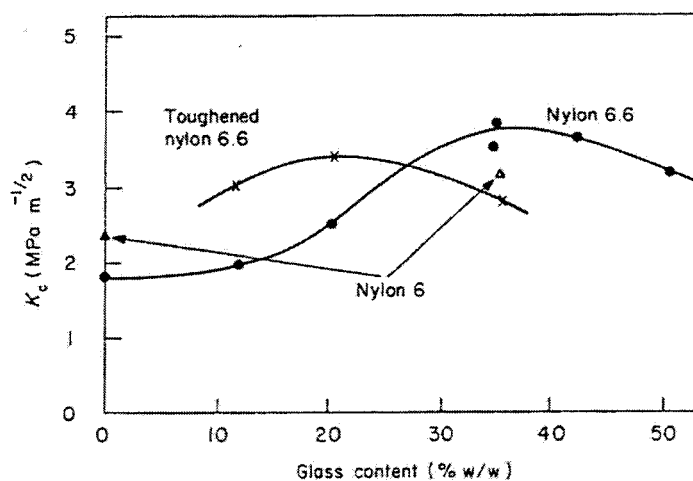


Figure I.17 Évolution de la ténacité du PA66 en fonction du taux de charge

Harmia et Friedrich [HARM1995], dans une étude consacrée à la ténacité du mélange PA66/PP chargé ou non en fibres de verre longues, montrent une augmentation de la ténacité avec le taux de charge sur des éprouvettes CT découpées dans le sens des fibres (direction – L : figure I.18).

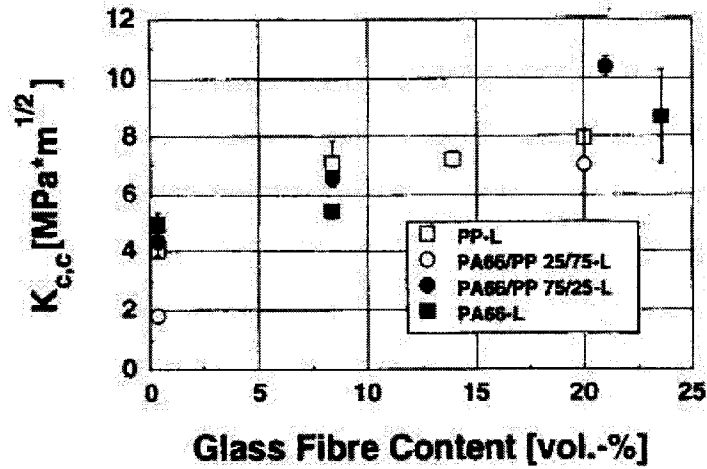


Figure I.18 Évolution de la ténacité en fonction du taux de charge [HARM1995]

Les travaux de Karger-Kocsis sur l'influence de la température T, le taux de charge en fibres de verre  $V_f$  et la vitesse de sollicitation  $v$  [KARG1988] sont illustrés par les figures I.19 et I.20.

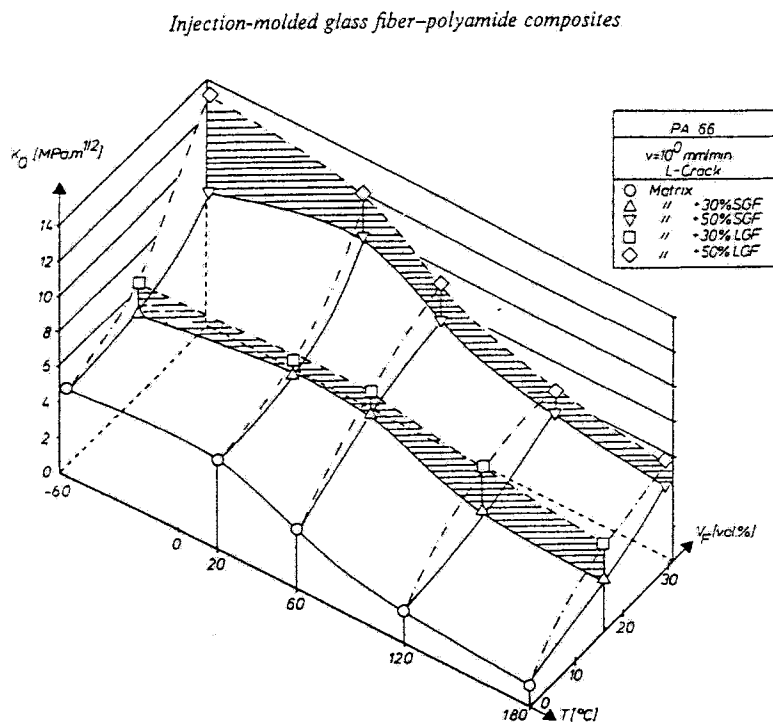


Figure I.19  $K_0 = f(T, V_f)$  à  $v=1\text{mm/min}$



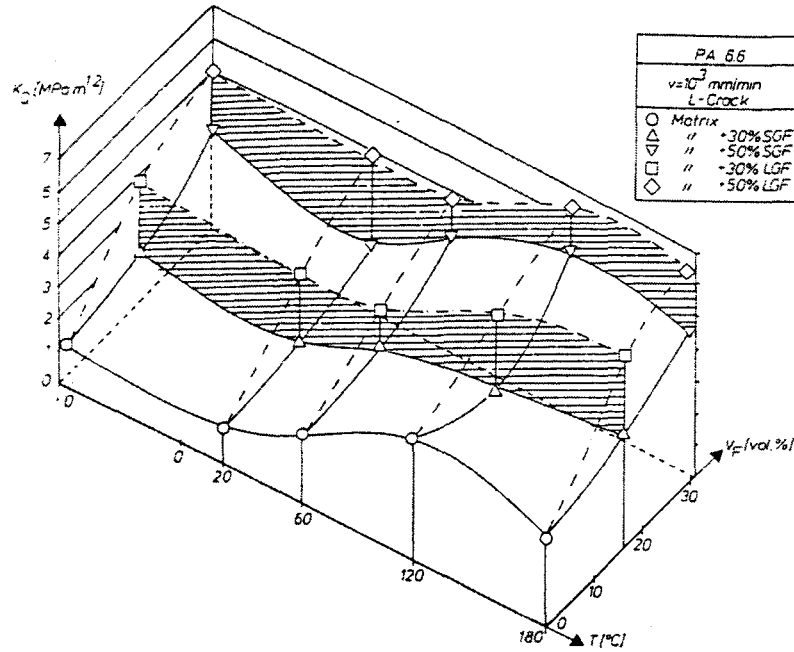


Figure I.20  $K_Q = f(T, V_f)$  à  $v=10^3$  mm/min

À  $v=1$  mm/min, la ténacité de la matrice PA66 diminue doucement avec la température, puis de façon plus accrue au voisinage  $60^\circ\text{C}$  ( $\approx T_g$ ). Ceci s'explique par une plus grande mobilité moléculaire et par conséquent une plus grande ductilité du matériau. Cette diminution de la ténacité  $K_Q$  avec la température est également observée pour les PA66 chargés en fibres de verre.

À  $v=10^3$  mm/min, la tendance de  $K_Q$  est différente de celle constatée précédemment. Aux basses températures,  $K_Q$  prend des valeurs peu élevées, puis croît de manière significative au voisinage de  $60^\circ\text{C}$  pour atteindre des valeurs maximales à  $120^\circ\text{C}$ .

### I.3.2.2 Rupture ductile

Rice [RICE1968], en utilisant les résultats des travaux de Cherepanov [CHER1967], a défini une intégrale de contour appelée intégrale  $J$ , caractérisant le taux de restitution d'énergie d'une structure contenant une fissure, lors de l'avancée de celle-ci. Dans le cas d'un problème plan (figure I.21) l'intégrale  $J$  est définie pour un contour  $\Gamma$  orienté, par la relation suivante :

$$J = \int_{\Gamma} \left[ W \cdot dx_2 - T_i \frac{du_i}{dx_i} \cdot ds \right] \quad (\text{I.15})$$

où :  $ds$  est l'élément curviligne en  $M$  du contour,

$W = \int_0^e \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}$  est la densité d'énergie de déformation,

$\vec{T}$  est le vecteur force agissant sur  $ds$  en  $M$ ,

$\vec{n}$  est le vecteur unitaire normal au contour  $\Gamma$  dirigé vers l'extérieur en  $M$ ,

$\vec{u}$  est le vecteur déplacement du point d'application de  $\vec{T}$  en  $M$ .

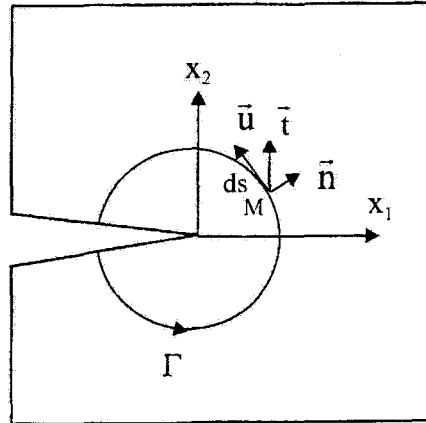


Figure I.21 Définition de l'intégrale de contour  $J$

Cette intégrale est indépendante du contour dans le cas d'un comportement élastique ou le cas d'une plasticité suffisamment confinée, et on a :

$$J_I = G_I = \frac{K_I^2}{E'}. \quad (\text{I.16})$$

Expérimentalement, c'est le paramètre énergétique  $J$ , s'identifiant à l'intégrale  $J$ , qui est déterminé à partir de l'énergie dépensée  $U$  (aire sous la courbe charge-déplacement) par :

$$J = \eta \frac{U}{B(W - a)} \quad (\text{I.17})$$

où  $\eta$  est un facteur de proportionnalité qui dépend de  $\frac{a}{w}$ .

La courbe de résistance, encore appelée courbe  $J_R$ , exprime l'évolution de  $J$  en fonction de l'avancement de la fissure  $\Delta a$  (figure I.22).

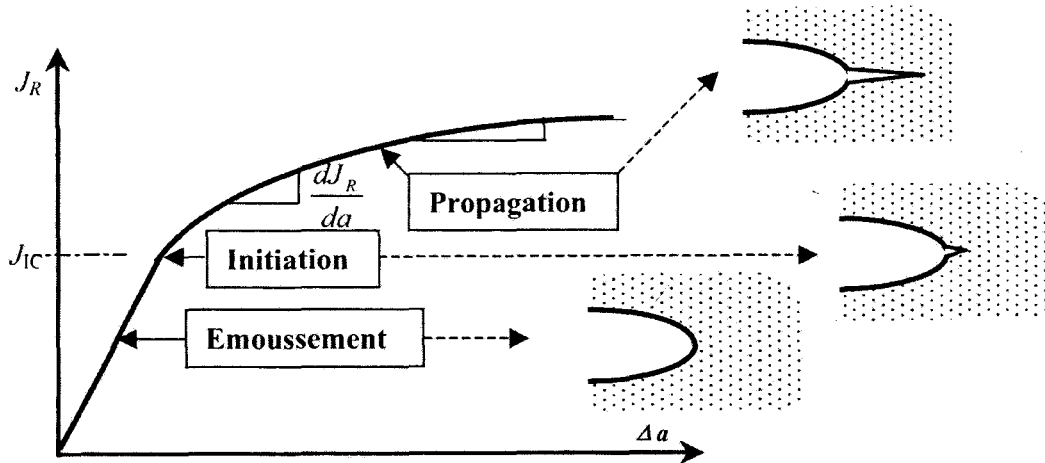


Figure I.22 Courbe de résistance à la fissuration dans un matériau ductile

Laura et al [LAUR2003] ont mené des travaux sur l'étude de la ténacité de plusieurs matériaux polymères chargés ou non comme le polypropylène, le polyéthylène, le polyéthylène haute densité non chargé, le polyéthylène haute densité chargé en fibres de verre courte ... Le paramètre  $J_{Ic}$  a été calculé au point d'instabilité de chargement (figure I.23) à partir de l'énergie de rupture  $U$  selon la formule :

$$J_c = \frac{2U}{B(w-a)} \quad (I.18)$$

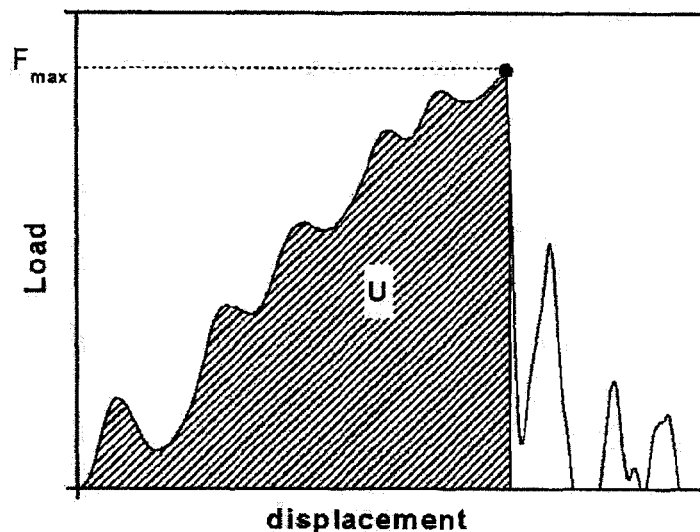


Figure I.23 Énergie de rupture [LAUR2003]

D'autres études portant sur la ténacité des polymères ont utilisé la technique de l'intégrale  $J$  [JING1996, SHIN1999, ARKH2001]. La figure I.24 illustre une courbe de résistance à la rupture d'un mélange de polybuthylène téréphtalate et de polycarbonate.

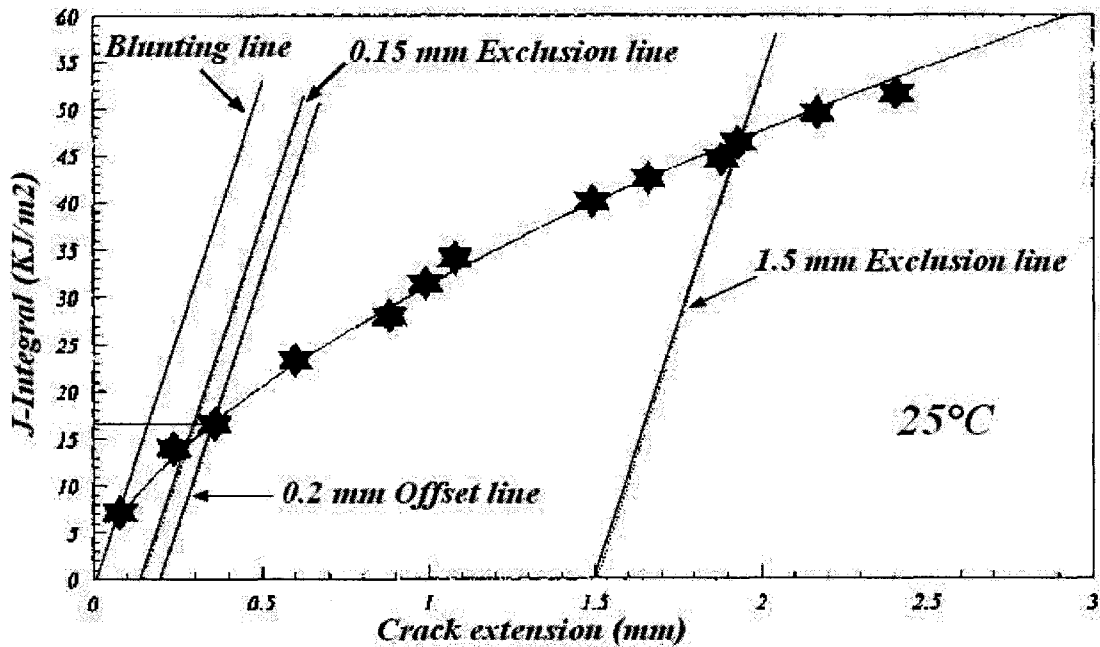


Figure I.24 Courbe J-R [Jing1996]

Wells [Well1963] a constaté que, pour les matériaux ayant un comportement élasto-plastique, l'émoussement des extrémités des fissures augmentait avec la ténacité. Il a proposé alors l'écartement à fond de fissure, le CTOD (Crack Tip Opening Displacement), comme mesure de la ténacité.

La définition la plus communément utilisée est celle proposée par Rice et présentée sur la figure I.25.

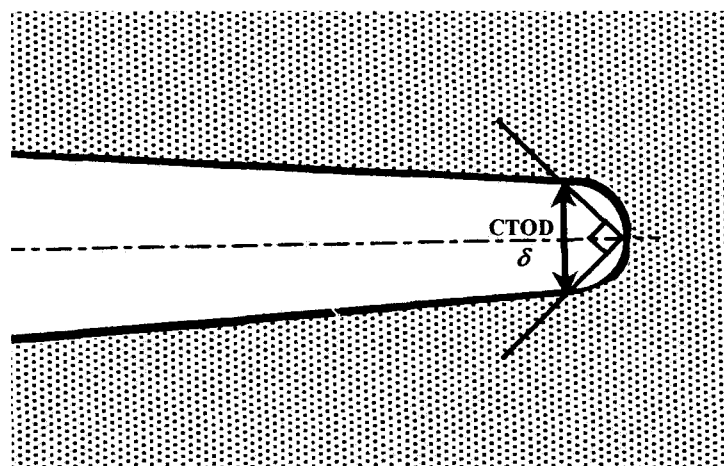


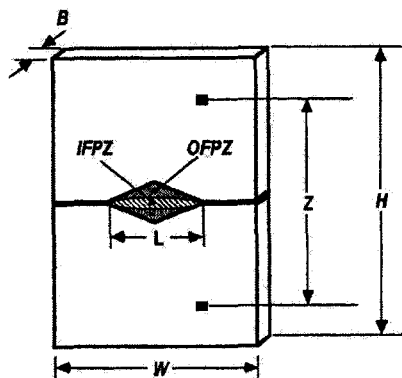
Figure I.25 Procédure de détermination du CTOD

Elle considère le déplacement à l'intersection des deux côtés d'un angle droit issu du fond de la fissure émoussée.

Il existe une relation entre l'intégrale  $J$  et le CTOD  $\delta$  de la forme  $J = m\sigma_y\delta$  où  $m$  est une constante et  $\sigma_y$  la limite élastique du matériau, ce qui montre bien l'équivalence de ces deux quantités. Ainsi, la ténacité d'un matériau ductile peut être quantifiée à partir d'une valeur critique de l'intégrale  $J$  ( $J_{Ic}$ ) ou du CTOD ( $\delta_c$ ).

Une autre méthode expérimentale, appelée travail essentiel de rupture (EWF), développée par Mai et Cotterell [MAIY1986, MAIY1987] et basée sur une idée théorique de Broberg [BROB1968] est de plus en plus utilisée pour la détermination de la ténacité à l'amorçage pour les films et les plaques polymères.

Broberg affirmait que, dans le cas de rupture d'éprouvettes entaillées précédées par une plasticité étendue et d'une propagation lente de la fissure, on pouvait évaluer un paramètre de ténacité à l'amorçage appelé travail essentiel de rupture spécifique ( $w_e$ ). C'est un paramètre du matériau indépendant de la géométrie de l'éprouvette pour une épaisseur donnée. Mai et Cotterell proposent de diviser la région non élastique en tête de fissure en deux zones distinctes comme l'indique la figure I.26 :



**Figure I.26** Représentation schématique de l'IFPZ et l'OPDZ

- Une zone de déformation interne où se produit effectivement la rupture (IFPZ : Inner Fracture Process Zone)
- Une zone de déformation plastique pure externe, cernant la précédente et où interviennent les processus de cisaillement et de microcavitation (OPDZ : Outer Plastic Deformation Zone).

En se basant sur ce concept, le travail total de rupture,  $W_t$ , donné par l'aire sous la courbe charge-déplacement ( $P-\delta$ ), est composé de deux termes :

○ Le travail essentiel de rupture (EWF),  $W_e$ , dépensé dans l'IFPZ par la striction et la déchirure.  $W_e$  est un terme d'énergie de surface dont la valeur est proportionnelle à l'aire du ligament  $BL$ , c'est-à-dire :

$$W_e = w_e BL \quad (I.19)$$

où  $w_e$  est le travail essentiel de rupture spécifique,  $L$  la longueur du ligament et  $B$  l'épaisseur de l'éprouvette.

○ Le travail non essentiel de rupture (NEWF),  $W_p$ , dissipé dans l'OPDZ où interviennent les déformations par cisaillement et microcavitation.  $W_p$  est un terme d'énergie de volume dont la valeur est proportionnelle au volume de la zone plastique  $V_p(B, L)$ , c'est-à-dire :

$$W_p = w_p V_p(B, L) \quad (I.20)$$

où  $w_p$  est le travail non essentiel de rupture spécifique. On suppose que  $V_p(B, L)$  est proportionnel à  $BL^2$  avec un coefficient de proportionnalité  $\beta$  indépendant de la longueur du ligament. D'où :

$$W_p = w_p BL^2. \quad (I.21)$$

$$W_t = W_e + W_p = BL(w_e + \beta w_p L). \quad (I.22)$$

Soit en posant  $W_t = w_t BL$  où  $w_t$  est le travail total de rupture spécifique :

$$w_t = w_e + \beta w_p L \quad (I.23)$$

( $w_t$  est fonction affine de  $L$  : voir figure I.27).

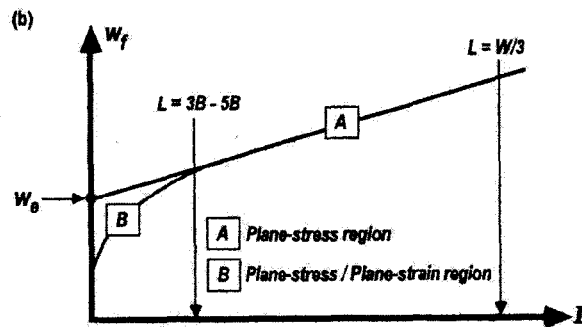


Figure I.27 Représentation schématique de  $w_t$  en fonction de  $L$ .

En principe, les essais peuvent être conduits en traction sur des éprouvettes CT, SENT, DENT (figure I.28) ou en flexion trois points sur des éprouvettes SENB [CHAN1994, LEVI1996, WUJ1996]. Les éprouvettes utilisées pour les essais ont des longueurs de ligaments  $L$  telles que :

$$3B < L < \frac{w}{3} \quad (I.24)$$

Ou encore

$$3 \text{ à } 5B < L < \min\left(\frac{w}{3}, 2R_p\right) \quad (I.25)$$

où  $R_p$  est la dimension de la zone plastique [CHAN1994]. Ces conditions d'essai garantissent un état de contrainte plane (ligament suffisamment long) et un écoulement complet du ligament avant rupture (ligament suffisamment court pour confiner la déformation plastique en son sein)

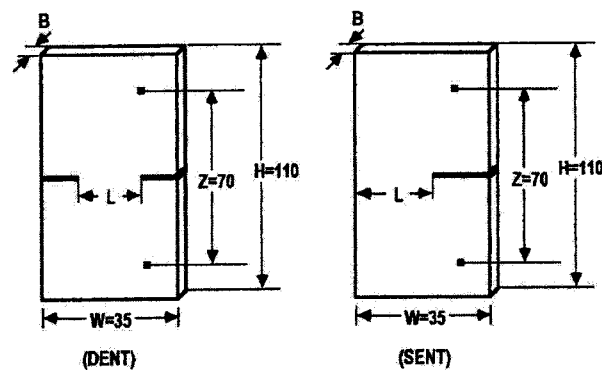
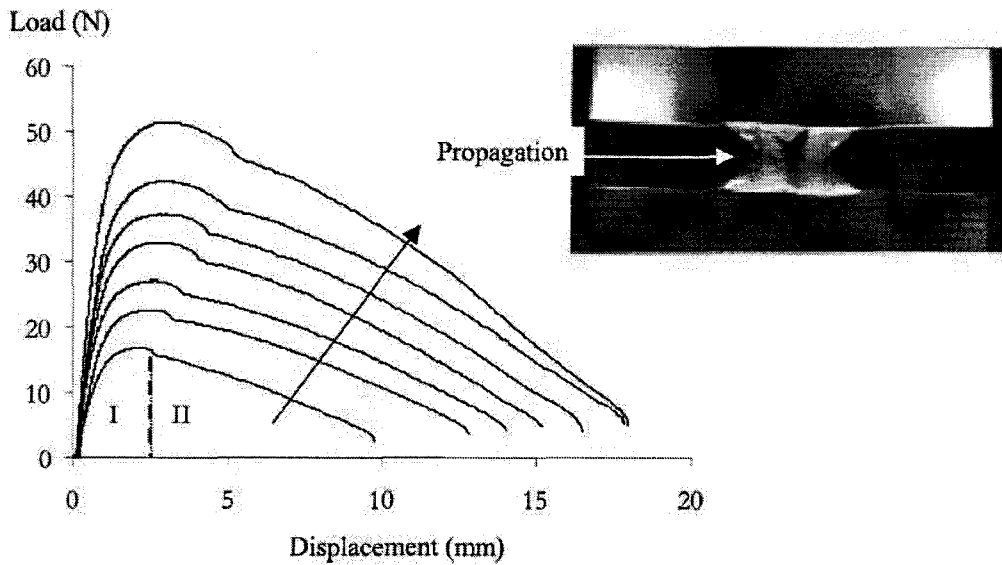


Figure I.28 Éprouvettes SENT et DENT.

Des travaux sur les copolymères PS/HDPE/SEBS [TJONG2000] ont abordé l'influence de la vitesse de sollicitation sur le travail essentiel de rupture spécifique. Il a procédé à des essais de traction sur des éprouvettes SENT et DENT de dimensions (en mm) 200x25x3.2, avec des longueurs de ligaments comprises entre 12.96mm et 15.83mm, à une température de 22°C et des vitesses de sollicitation de 1, 10, 20, 30, 50 et 100mm/min. On obtient des courbes « charge-déplacement » typiques correspondant chacune à une longueur du ligament restant [FAYO2004] (figure. I.29) où on distingue deux zones :



**Figure I.29** Courbes charge-déplacement pour des ligaments variant de 6 à 18 mm

[FAYO2004]

Une zone de plastification du ligament et d'éroussement (zone I) et une deuxième de propagation de la fissure (zone II).

V (mm/min)	Régression linéaire	$w_e$ (KJ/m <sup>2</sup> )	$\beta w_p$ (KJ/m <sup>3</sup> )
1	$w_f = 33.62 + 19.62L$	33.62	19.62
10	$w_f = 28.45 + 19.24L$	28.45	19.24
20	$w_f = 30.16 + 19.83L$	30.16	19.83
30	$w_f = 30.29 + 19.17L$	30.29	19.17
50	$w_f = 21.85 + 18.79L$	21.85	18.79
100	$w_f = 22.10 + 17.74L$	22.10	17.74

**Tableau I.2** Effet de la vitesse de sollicitation sur le travail essentiel de rupture spécifique du mélange PS/HDPE/SEBS [TJON2000]

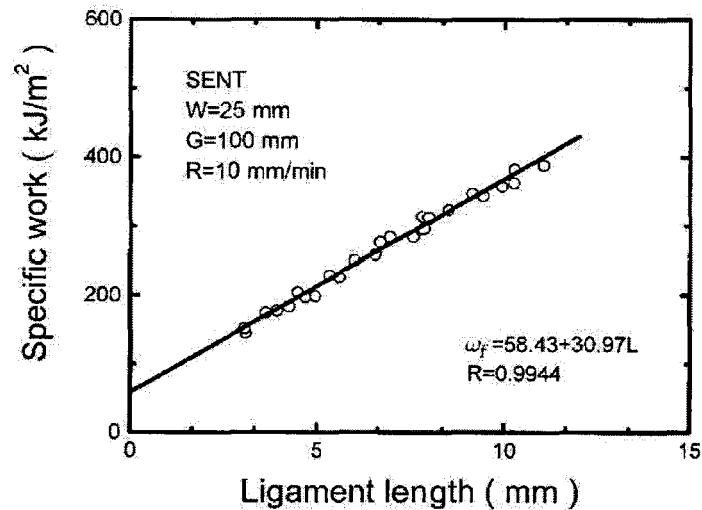
Il s'en dégage d'après cette étude que :

- Le travail total de rupture spécifique  $w_f$  est indépendant de la vitesse de sollicitation dans l'intervalle [1, 30] mm/min,



- Le travail essentiel de rupture spécifique  $w_e$  augmente quand la vitesse de sollicitation dépasse 50 mm/min,
- La pente (le travail non essentiel de rupture spécifique  $\beta w_p$  est quasi indépendante de la vitesse de sollicitation.

Un exemple de courbe d'évolution de  $w_e$  en fonction de la longueur du ligament est donné par la figure I.30 [TJON2000] :



**Figure I.30** Évolution de  $w_e$  en fonction de la longueur du ligament [TJON2000]

Fayolle [FAYO2004] a étudié l'influence de la température sur le travail essentiel de rupture spécifique en travaillant sur des films de polypropylène. Il a effectué des essais de traction sur des éprouvettes DENT avec une vitesse de sollicitation de 5mm/min et des températures allant de 0°C à 100°C. Les évolutions de  $w_e$  et  $\beta w_p$  sont données par les figures I.31 et I.32.

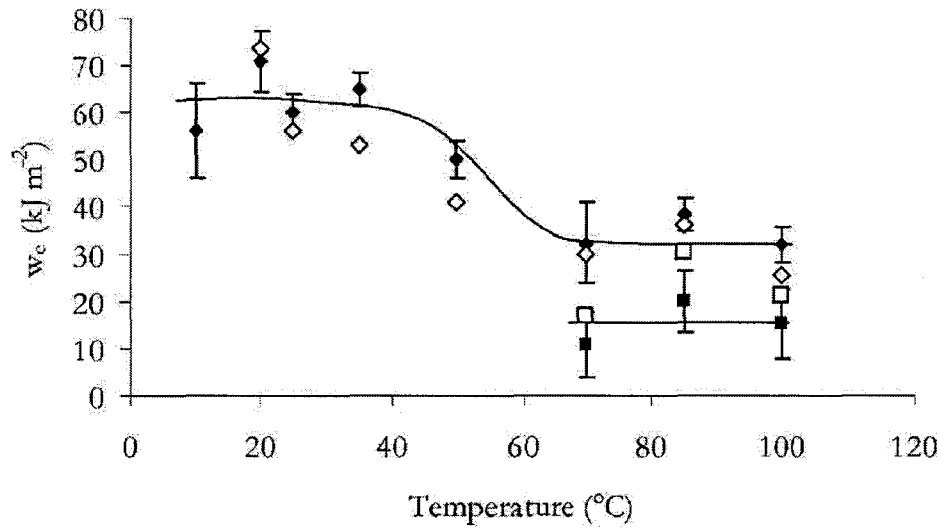


Figure I.31 Évolution de  $w_c$  en fonction de la température [FAYO2004]

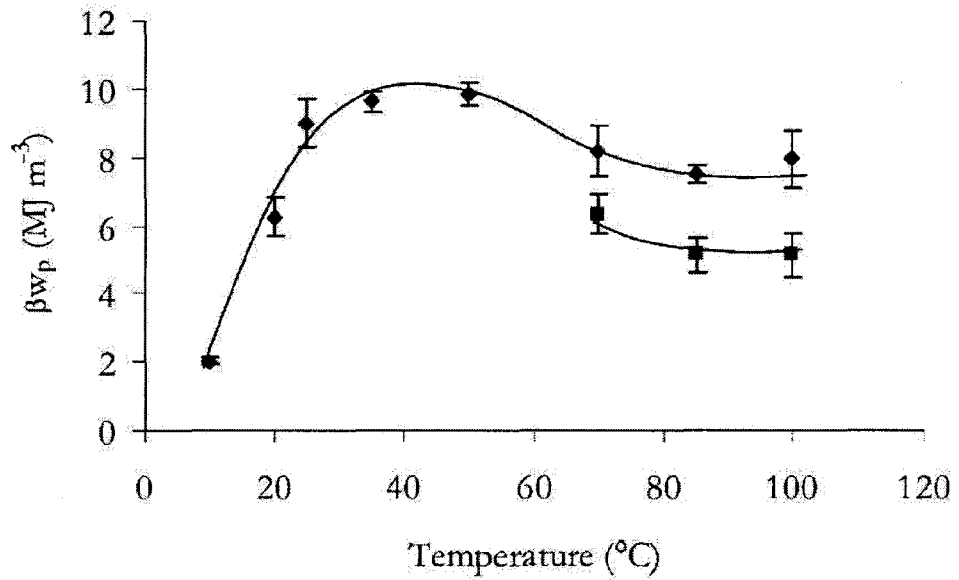


Figure I.32 Évolution de  $\beta_{w_p}$  en fonction de la température [FAYO2004]

La méthodologie EWF ne peut pas s'appliquer dans le cas des polymères où le travail total spécifique de rupture décroît avec la longueur du ligament. (cas où la pente  $\beta w_p$  est négative) (figure I.33)

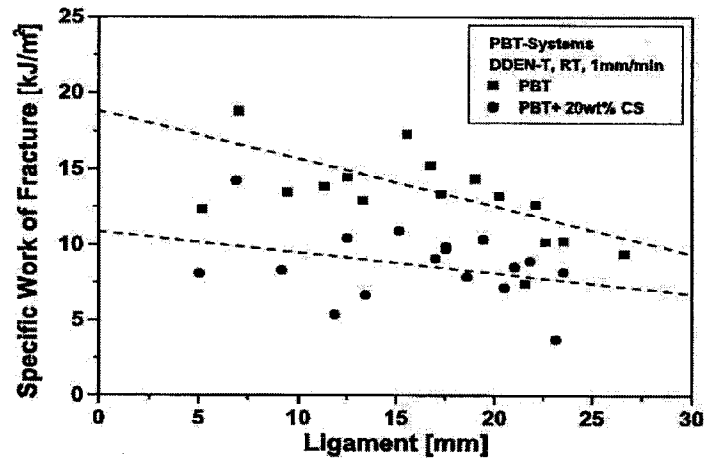


Figure I.33 Évolution de  $w_f$  en fonction de  $L$  [MOUZ1999]

Ce phénomène a été reporté dans les travaux de certains auteurs sur des matériaux tels que le polyamide 6,6 renforcé par des particules caoutchouc, polystyrène de choc et le mélange PA6/ABS [MAMA1997, VUKH1994, VUKH1997]. Ces auteurs ont conclu que la méthode EWF était inappropriée pour la détermination de la ténacité de tels matériaux. En effet,  $\beta w_p < 0 \Rightarrow w_e > w_f$ , ce qui est impossible.

Une hypothèse de travail concernant cette pente  $\beta w_p$  négative est due à la transition ductile-fragile (DBT : Ductile-Brittle Transition) liée au changement de conditions contraintes planes/déformations planes [MOUZ1999]. On peut distinguer sur le faciès de rupture, traité pour une meilleure visibilité, d'une éprouvette DENT de PBT/CS une zone centrale claire témoignant d'une rupture fragile et deux zones latérales sombres synonymes d'une déchirure ductile (figure I.34).

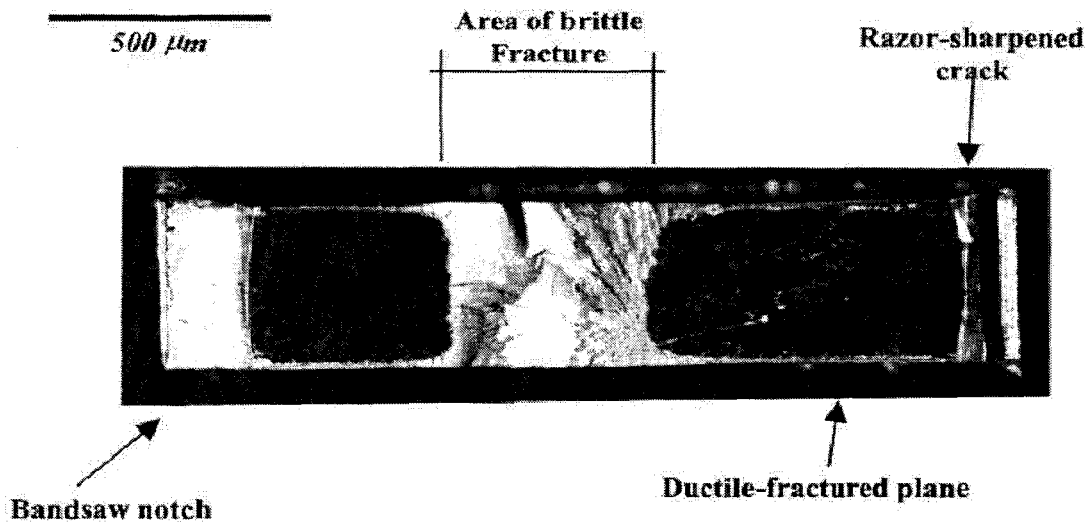


Figure I.34 Faciès de rupture d'une éprouvette DENT [MOUZ1999]

#### I.4 Conclusion

Cette étude bibliographique présente un certain nombre de travaux concernant le comportement mécaniques des polymères et composites fibreux à matrice polymère. On y étudie l'influence de certains paramètres sur le comportement mécanique de ces matériaux comme la température, la vitesse de déformation, le taux de renfort en fibres, la qualité de l'interface fibre-matrice, etc.

On y aborde aussi quelques schémas de mécanismes d'endommagement des composites fibreux selon la nature de la matrice polymère (fragile ou ductile) et la qualité de l'adhésion fibre-matrice (forte ou faible).

On y fait état de quelques travaux appliquant la mécanique de la rupture aux matériaux composites à fibres et étudier l'influence de certains paramètres comme la température, la vitesse de déformation, le taux de charge sur leur ténacité  $KIc$ ,  $JIc$  ou  $EWf$  selon le comportement des matériaux étudiés.

# Étude du comportement mécanique du PA66

## **RÉSUMÉ**

Ce chapitre porte sur une étude expérimentale dont le but est de caractériser le comportement mécanique du PA66 avec et sans renfort en fibres de verre courtes. Nous examinons l'influence du taux de charge  $\Phi_v$ , la température T et la vitesse de déformation sur le module d'élasticité, la limite élastique et la déformation à la rupture du composite en procédant à des essais de traction uniaxiale sur des éprouvettes "haltère".

Les résultats expérimentaux montrent que le renforcement du polyamide 6,6 par des fibres de verre courtes contribue à lui conférer un comportement mécanique fragile avec une augmentation de la contrainte à la rupture, quel que soit le taux de charge (15, 30 et 50%). Cette fragilité est traduite par une limitation de la déformation à la rupture (environ 5%). Quant au polyamide non chargé (PA66-0%), il présente un comportement ductile caractérisé par un plateau de déformation plastique donnant lieu à une déformation à la rupture importante (environ 25%).

Le comportement viscoélastoplastique du PA66-0% a été modélisé en utilisant une modification du modèle de Johnson et Cook qui propose une description de la contrainte équivalente sous forme multiplicative de la contribution des parties plastique et visqueuse.

Certains essais ont été conduits avec un suivi par émission acoustique afin d'étudier les différents mécanismes d'endommagement se produisant au sein des matériaux.

Les surfaces de rupture ont été analysées par microscopie électronique à balayage pour visualiser le processus de rupture. La morphologie de ces surfaces donne des informations supplémentaires sur les mécanismes d'endommagement et la qualité d'interface fibre/matrice.

## II.1. Conditions expérimentales

### II.1.1. Présentation du matériau et des éprouvettes

Le matériau étudié est un composite constitué de polyamide 66 (PA66) chargé de fibres de verre courtes de type E.

Les polyamides sont souvent connus sous le nom de « Nylon » et les chiffres indiquent le nombre d'atomes de carbone dans l'unité de base de la molécule. Le PA66 est le plus répandu, à la fois sous forme de fibres ou sous forme massive. Sa structure moléculaire est  $[-\text{NH}-(\text{CH}_2)_6-\text{NH}-(\text{CO})-(\text{CH}_2)_4-\text{CO}-]_n-$

Le PA66 est souvent renforcé par les fibres de verre courtes. Ce composite, en raison de son excellente résistance à l'huile, trouve par exemple des applications sous le capot des voitures. Quelques caractéristiques du PA66 sont données dans le tableau Tab II.1 :

PROPRIÉTÉS DU PA66	
Densité	1,14 g/cm <sup>3</sup>
Température à fusion	264°C
Module élastique	1,5-2,5 Gpa
Limite d'élasticité	60-75 Mpa
Déformation à la rupture	40-80%
Coefficient de dilatation	90x10 <sup>-6</sup> °C <sup>-1</sup>
Température de mise en forme	260-325°C

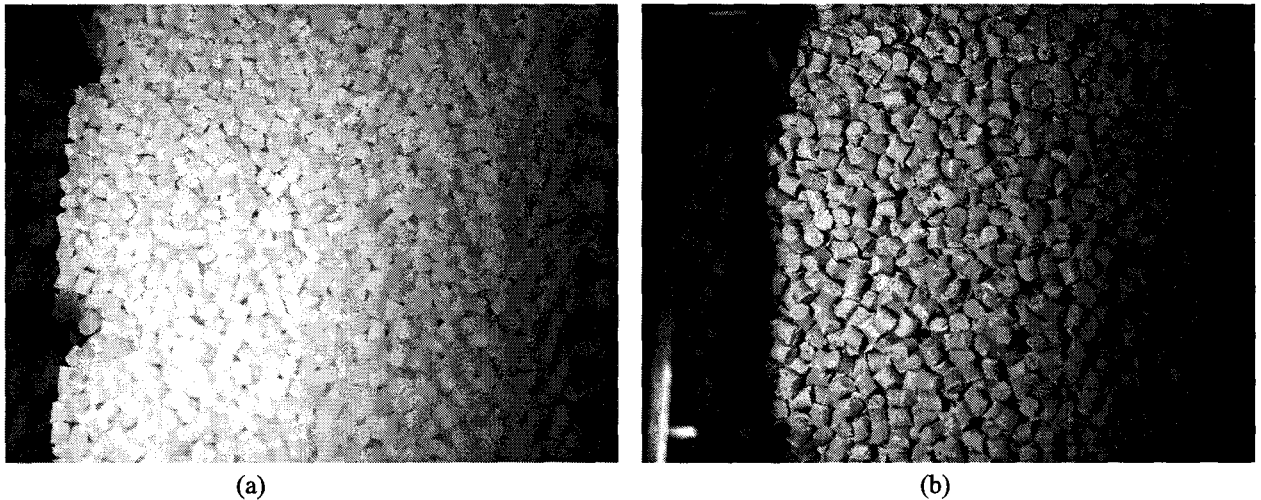
*Tableau II.1 Propriétés du PA66*

Le tableau II.2 donne quelques propriétés de la fibre de verre de type E.

PROPRIÉTÉS DES FIBRES DE VERRE E	
Densité	2,54 g/cm <sup>3</sup>
Module élastique	3,5 Gpa
Résistance	60-75 Mpa
Déformation à la rupture	4,5%

*Tableau II.2 Propriétés des fibres de verre de type E*

Dans notre étude, le PA66 utilisé a été fourni, sous forme de granulés (Fig II.1 (a) et (b)), par la société Addiplast à l'état non chargé et avec trois taux de charge en fibres de verre : 15, 30 et 50%.



*Figure.II.1 Granulés de PA66 renforcé à 15% (a) et 30% (b) par fibres de verre*

Deux types d'éprouvettes ont été réalisés :

- éprouvettes de traction haltère aux normes ISO pour des essais de traction uniaxiale
- plaques rectangulaires pour les essais de rupture

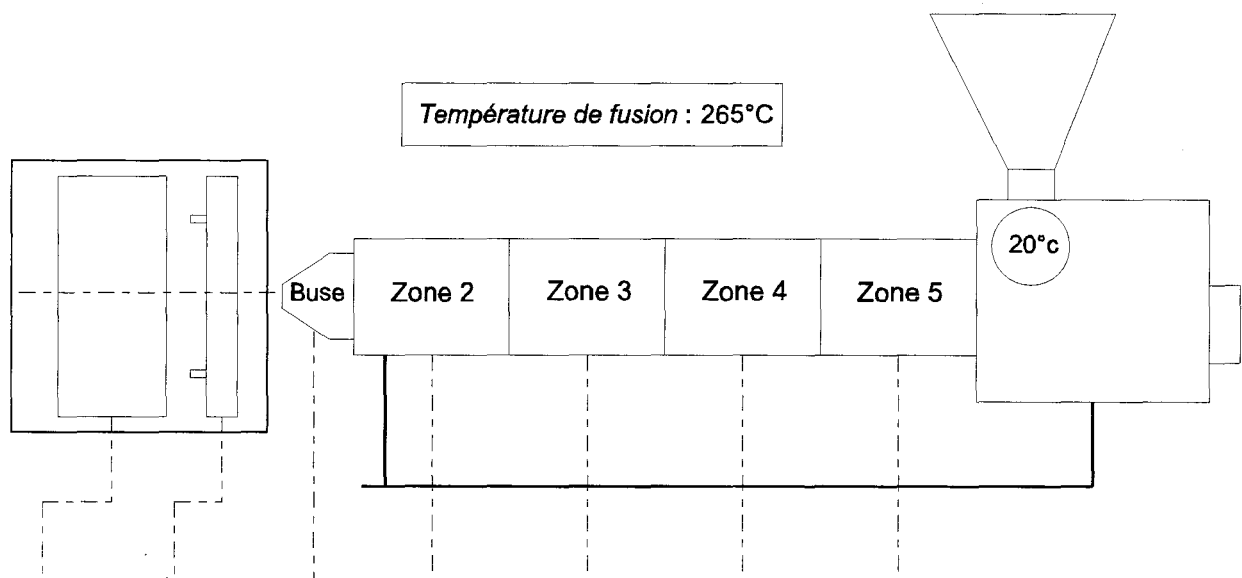
Les éprouvettes ont été obtenues par moulage à partir de matière première sous forme de granulés. Le procédé utilisé (injection molding) a nécessité une presse à injecter de 80 tonnes.

Le principe :

- La trémie de la presse est alimentée en granulés.



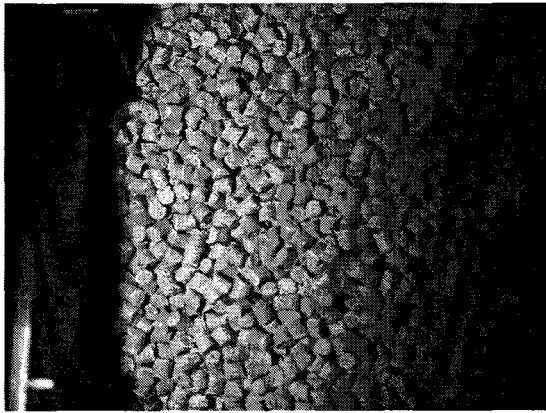
- Les granulés passent de la trémie à un ensemble vis fourreau qui malaxe, plastifie et homogénéise le matériau. La vis à diamètre interne croissant transporte la matière au travers de plusieurs zones de température (figure II.2) jusqu'à l'obtention d'une matière visqueuse qui s'accumule au niveau d'une buse.
- La matière est injectée dans le moule à l'image d'une seringue une fois la buse placée au point d'alimentation du moule. Les conditions de pression et de température à l'intérieur du moule sont contrôlées à l'aide du panneau numérique. Ce moule est tout d'abord fermé puis verrouillé par un système hydraulique. La pression maximale pouvant être supportée par cette partie est de 80 tonnes. Un pic de pression intervient une fois l'empreinte pleine.
- Le moule est refroidi. Une certaine pression est maintenue pendant une dizaine de secondes pour limiter le retrait de la matière.
- Les pièces sont retirées du moule.



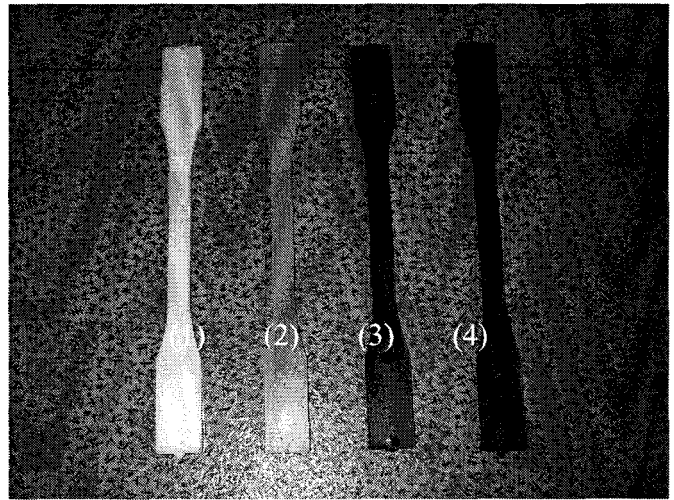
*Figure. II.2 Processus de moulage par injection*

Les moules disponibles ont permis d'obtenir directement les éprouvettes de traction de type « haltère » et des plaques de 80 mm \* 80 mm \* 2 mm.

Les photographies suivantes présentent les granulés de matières premières (figure II.3 (a)) et les éprouvettes de traction obtenues (figure II.3 (b)):



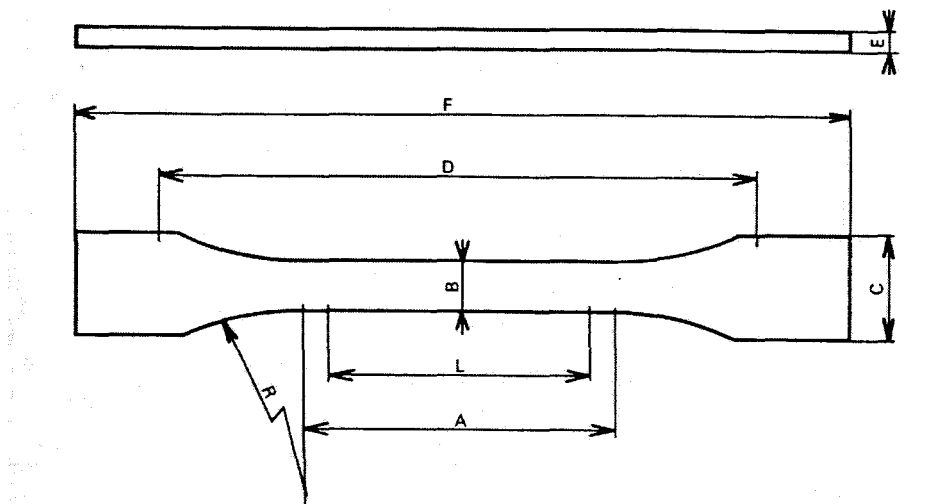
(a) PA66-30% en granulé



- (b). Éprouvettes de traction après moulage :
- (1) PA 66 à 15% de fibres de verre
  - (2) (2) PA 66 à 30% de fibres de verre
  - (3) PA 66 naturel
  - (4) (4) PA 66 à 50% de fibres de verre

**Figure.II.3:** (a) Granulés de PA66 à 30% de fibres de verre (b) éprouvettes haltère

Les éprouvettes de traction directement obtenues suite au moulage par injection présentent les dimensions indiquées sur la figure II.4. Les dimensions conseillées par la norme sont indiquées à titre de comparaison. Un écart de 0,2 mm sur l'épaisseur est à noter et s'explique par le retrait du matériau lors de la dernière phase de la mise en forme. L'intervalle de tolérance est cependant respecté.



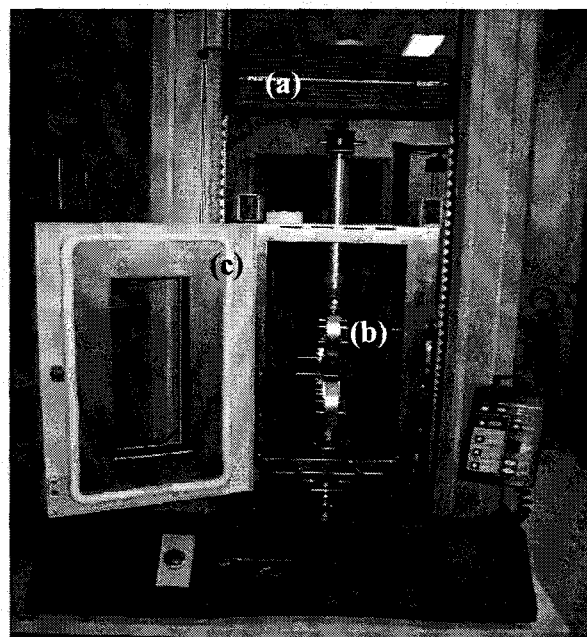
Dimensions (mm)	L	A	B	E	F	C	D	R
Réelles	50	60	10,00	3,8	200	20	117	75
Selon ISO527	$50 \pm 0,5$	$60 \pm 0,5$	$10 \pm 0,5$	$4 \pm 0,4$	150 min	$20 \pm 0,5$	$115 \pm 0,3$	60 min

*Figure II.4 Géométrie et dimensions (mm) réelles et prescrites par la norme ISO pour les éprouvettes de traction*

### **II.1.1. Dispositif expérimental**

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine INSTRON de capacité 10 KN (Fig III.5) à des vitesses de sollicitation fixées à 1, 5 et 50 mm/min. La machine d'essai est reliée à un ordinateur pour l'acquisition des données en utilisant un logiciel commercial (MERLIN).

Une enceinte thermique a été utilisée pour la réalisation à différentes températures.- Dans notre cas, trois températures ont été fixées : 20, 50 et 80°C.



*Figure II.5 Dispositif expérimental (a) traverse mobile (b) fixation des éprouvettes (c) enceinte thermique.*

## **II.2. Résultats et discussions**

### **II.2.1 L'influence du taux de charge par fibres de verre**

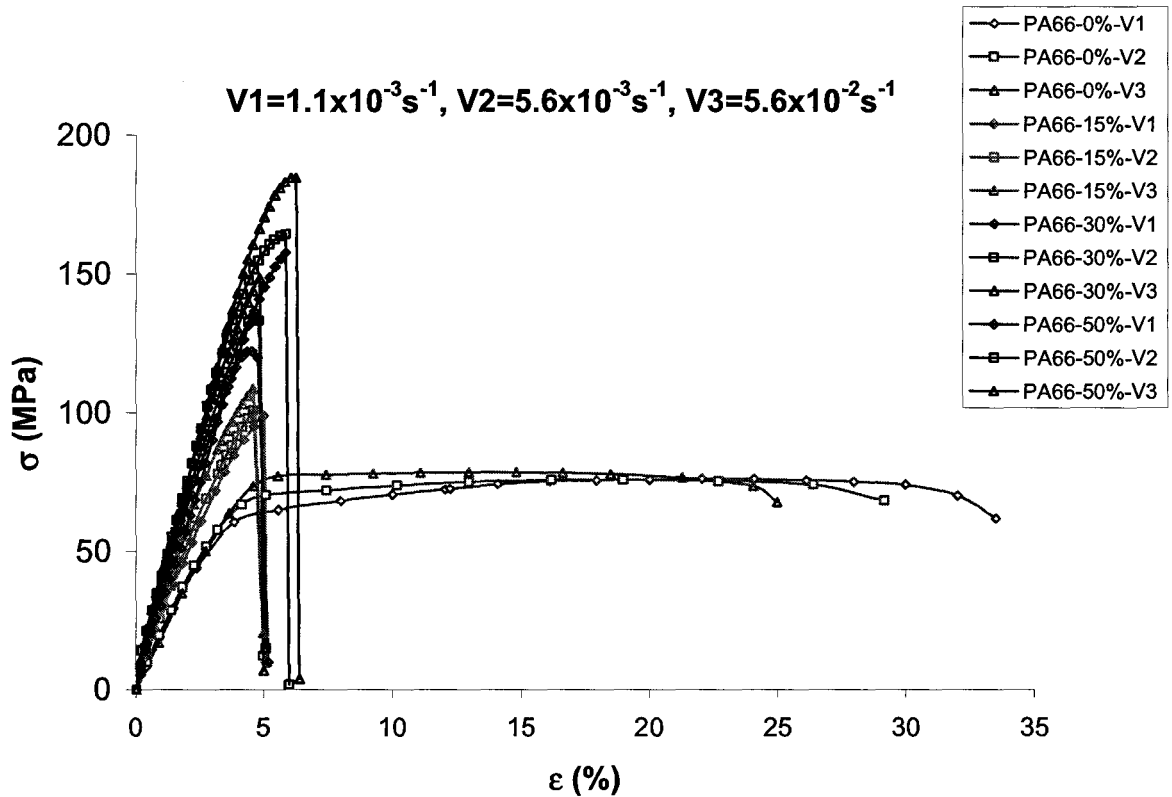
La figure II.6 illustre les courbes contrainte-déformation pour les différents taux de charge pour trois vitesses de déformation :  $\dot{\epsilon} = 1.1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  ,  $5.6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  ,  $5.6 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Dans le cas du polyamide non chargé, l'augmentation de la vitesse de déformation entraîne une baisse de la déformation à la rupture et une augmentation de la contrainte à la rupture. Le module d'élasticité est insensible à la vitesse de déformation dans l'intervalle des vitesses considérées. Nous constatons que l'augmentation de la vitesse de déformation réduit la ductilité du polyamide non chargé. En effet, une augmentation de la vitesse laisse moins de temps pour un réarrangement des macromolécules polymères.

Pour le polyamide chargé de fibres de verre, le comportement mécanique n'est pas affecté de manière significative par le paramètre vitesse de déformation dans le cadre des vitesses considérées dans notre étude, et ce quel que soit le taux de charge (15, 30 et 50%). Les fibres de verre se présentent par conséquent comme un facteur limitant l'effet de la vitesse de déformation. Ce constat peut s'expliquer par le caractère très fragile prédominant des fibres de verre courtes qui réduit le caractère visqueux de la matrice polyamide.

Ces courbes montrent que le polyamide non chargé présente un comportement ductile, caractérisé par un taux de déformation à la rupture élevé :  $\epsilon_r \approx 29 \%$ . Pour les différents taux de charge étudiés (15, 30 et 50%), les comportements sont de type fragile où la déformation à la rupture  $\epsilon_r \approx 6 \%$  quel que soit le taux de renfort utilisé.

L'ajout des fibres de verre conduit à réduire de manière significative la déformation à la rupture du fait du caractère fragile des fibres de verre. Ceci s'accompagne d'une augmentation de la résistance des polyamides chargés se traduisant par une augmentation simultanée du module d'élasticité  $E$  et de la contrainte à la rupture  $\sigma_r$ .



**Figure.II.6** Courbe contrainte-déformation du PA66 naturel et chargé à 15, 30 et 50% pour trois vitesses de déformation de 5 mm/min

L'augmentation de la fragilité et de la résistance due à une augmentation du taux de charge s'explique par le fait que les fibres de verre jouent un rôle prédominant. En effet, plus la teneur en fibres de verre augmente plus le matériau composite est influencé par les caractéristiques mécaniques des fibres de verre. L'augmentation du module d'élasticité  $E$  et de la contrainte à la rupture  $\sigma_r$  avec le taux de fibres de verre peut trouver son explication à partir de la loi des mélanges modifiée qui peut s'écrire :

$$E = \alpha_E V_f E_f + (1 - V_f) E_m \quad (\text{II.1})$$

$$\sigma_r = \alpha_\sigma V_f \sigma_f + (1 - V_f) \sigma_m \quad (\text{II.2})$$

où  $V_f$  la fraction volumique de fibres de verre,  $E_f$  et  $\sigma_f$  le module d'élasticité et la contrainte à la rupture des fibres de verre,  $E_m$  et  $\sigma_m$  ceux de la matrice polyamide 6,6,  $\alpha_E$  et  $\alpha_\sigma$  sont deux coefficients correctifs de la contribution des fibres qui prennent en compte la longueur et l'orientation de ces dernières.

En effet, lors d'un essai de traction uniaxiale, une partie des fibres ne contribue pas à la modification du comportement du composite. Dans notre cas, les deux équations (1) et (2) ont été vérifiées pour les taux de charge étudiés.

La figure II.7 montre que les coefficients  $\alpha_E$  et  $\alpha_\sigma$  ne sont pas très sensibles au taux de charge et qu'ils peuvent donc être considérés comme constantes.

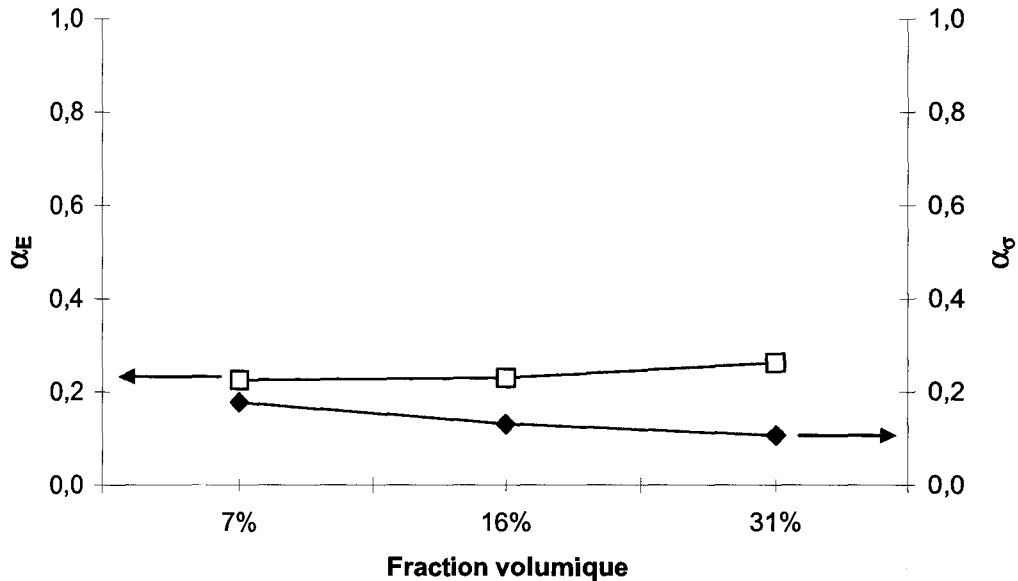


Figure II.7 Évolution de  $\alpha_\sigma$  et de  $\alpha_E$  en fonction de la fraction volumique

Nous constatons que la contribution des fibres à la contrainte à la rupture ( $\alpha_\sigma=0.14$ ) est nettement inférieure à celle pour le module ( $\alpha_E=0.24$ ).

La faible contribution des fibres à la contrainte à la rupture  $\sigma_r$  peut s'expliquer par la sensibilité de cette caractéristique mécanique ( $\sigma_r$ ) à l'orientation et la longueur des fibres d'une part et la qualité de l'interface fibre-matrice d'autre part. Ces paramètres influent moins sur le module d'élasticité du composite qui est déterminé dans le domaine des petites déformations.

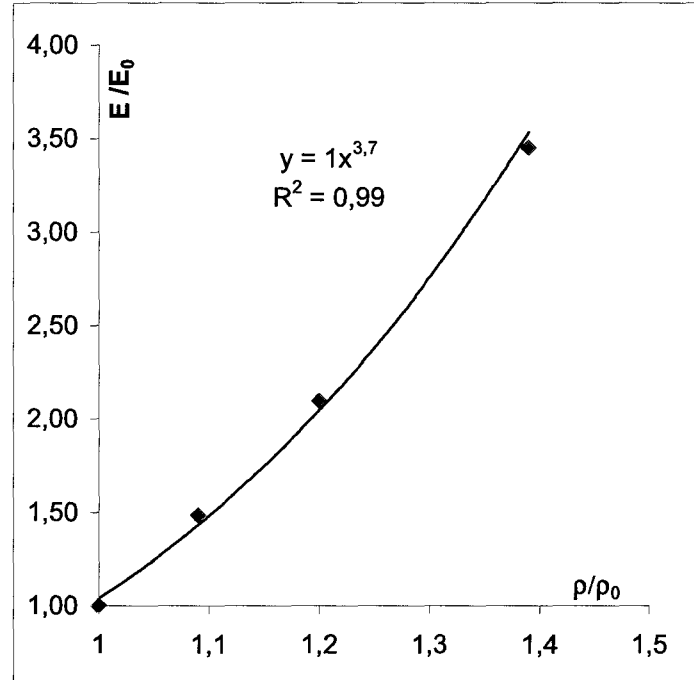
À partir des résultats expérimentaux, nous avons proposé une modélisation phénoménologique pour décrire les évolutions du module d'élasticité relatif et de la contrainte à la rupture relative en fonction de la densité relative des fibres.

Les figures II.8 et II.9 montrent des évolutions suivant des lois puissance qui peuvent s'écrire sous la forme :

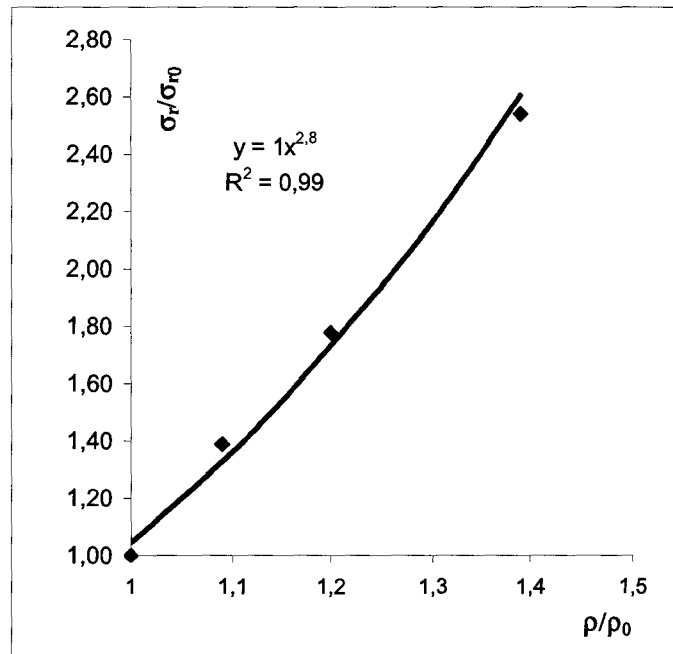
$$\frac{E}{E_m} = \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right)^{3.7} \quad (\text{II.3})$$

$$\frac{\sigma_r}{\sigma_{rm}} = \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right)^{2.8} \quad (\text{II.4})$$

Ces évolutions sont en accord avec des résultats issus de la littérature [LAKS2000].



**Figure II.8** Variation du module relatif en fonction de la densité relative



**Figure II.9** Variation de la contrainte à la rupture relative en fonction de la densité relative

### II.2.2 Modélisation viscoélastoplastique du comportement mécanique du PA66-0%

Parmi les modèles, couramment utilisés dans la littérature, pour décrire le comportement viscoplastique d'un matériau nous avons choisi celui de Johnson et Cook (J-C) [JOHN1983] basé sur un modèle élastoplastique permettant de prendre en compte l'influence de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement du matériau. Johnson Cook propose un modèle du type multiplicatif des tous les effets et qui s'écrit sous la forme suivante :

$$\sigma_{eq} = (A + K(\epsilon_p)^n) \left( 1 + C \cdot \ln \left( \frac{\dot{\epsilon}_p}{\dot{\epsilon}_{p0}} \right) \right) \left( 1 - \left( \frac{T - T_a}{T_f - T_a} \right)^m \right) \quad (II.5)$$

où A est la limite élastique du matériau, K et n paramètres d'écroutissement du matériau,  $\epsilon_p$  est la déformation plastique;  $\dot{\epsilon}_p$  et  $\dot{\epsilon}_{p0}$  sont respectivement la vitesse de déformation équivalente et le seuil à partir duquel la vitesse de déformation est prise en

compte;  $\frac{T - T_a}{T_f - T_a}$  est une température adimensionnée avec  $T_f$  est la température de fusion et

$T_a$  est la température ambiante.



Le premier terme suit une loi du type puissance classique fonction de la déformation plastique. Les termes suivants font respectivement référence aux influences de la vitesse de déformation et de la température de déformation et de la température

Nous avons vérifié ce modèle pour la description du comportement mécanique dans le cas du PA66-0% pour trois vitesses de déformations en négligeant les effets de la température :

$$\sigma_{eq} = \left( A + K(\varepsilon_p)^n \right) \left( 1 + C \cdot \text{Ln} \left( \frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{p0}} \right) \right) \quad (\text{II.6})$$

Les résultats obtenus montrent que le modèle ne décrit pas correctement l'influence de la vitesse de déformation, dans notre cas (Fig. II.10) (avec  $K=4\text{MPa}$  et  $n=0.49$ ). Ceci est dû à la rigidité du modèle au niveau de la phase d'écroutissage, décrite par l'exposant  $n$ , qui se traduit par une représentation homothétique de l'écroutissage par rapport au taux de déformation. Ceci limite l'utilisation de ce type de modèles.

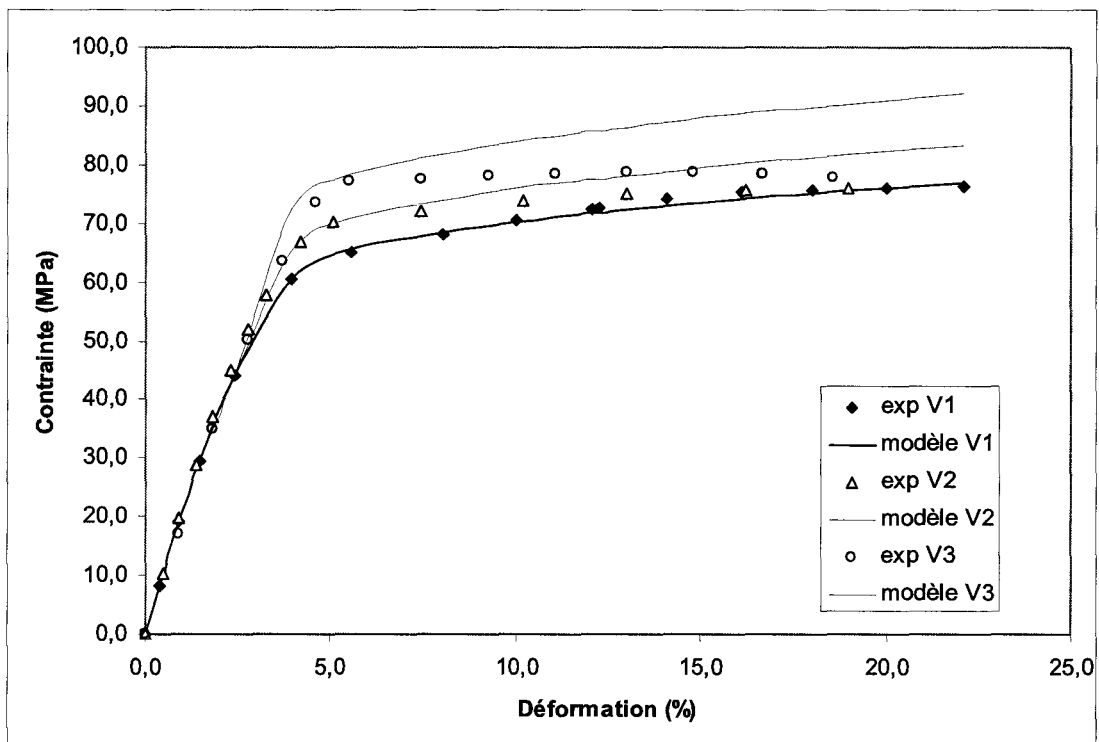


Figure II.10 : Vérification du modèle J-C

Pour adapter ce modèle à la description du comportement mécanique d'un matériau ne présentant pas d'homothétie de l'écroutissage par rapport à la vitesse, nous proposons une

modification de la formulation de ce modèle en introduisant une évolution de l'exposant de l'érouissage en fonction de du taux de déformation, qui s'écrit sous la forme suivante :

$$n = n_0 \left( 1 - m \cdot \text{Ln} \left( \frac{\dot{\epsilon}_p}{\dot{\epsilon}_{p0}} \right) \right) \quad (\text{II.7})$$

avec  $n_0=0.49$  correspondant à la valeur de l'exposant d'érouissage pour une vitesse de déformation quasi-statique,  $K=4\text{MPa}$  et le coefficient correctif de l'effet vitesse  $m=0.2$ .

La figure II.11 montre une bonne corrélation entre les résultats donnés par le modèle et ceux obtenus expérimentalement dans le cas du PA66-%.

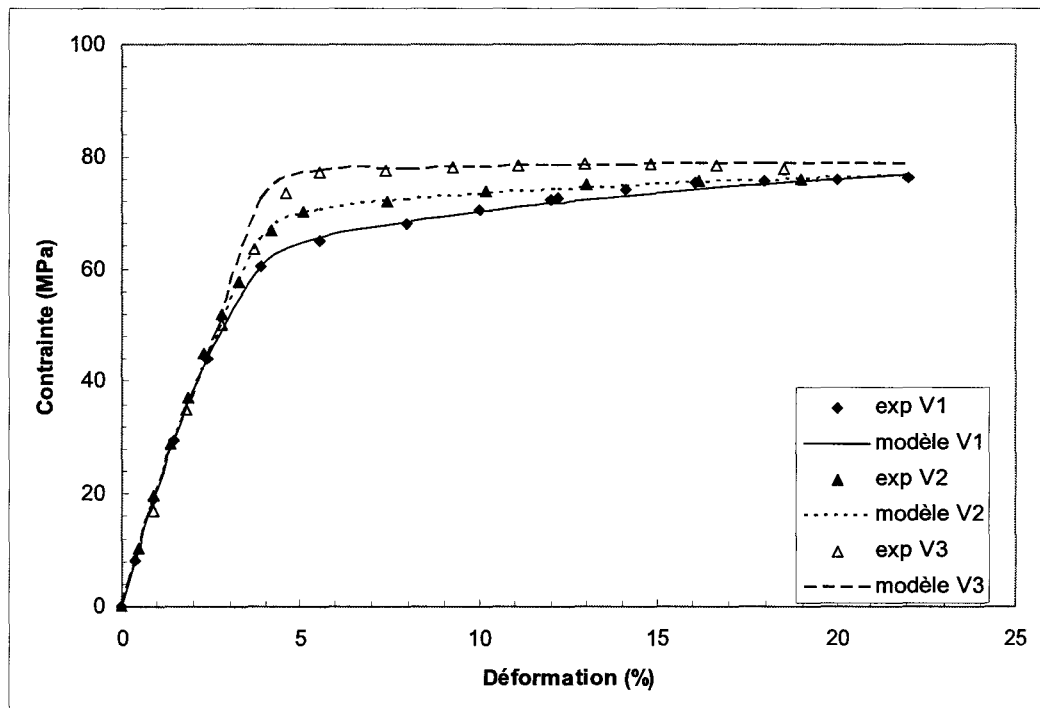


Figure II.11 : Validation du modèle J-C modifié

### II.2.3 Étude de l'influence de la température sur le PA66

Trois températures ont été choisies pour tester :  $T_1 = 20^\circ\text{C}$  (ambiante),  $T_2 = 50^\circ\text{C}$ ,  $T_3 = 80^\circ\text{C}$ . Les figures II.12 à II.15 présentent l'effet de la température sur les différentes qualités de PA66 testées à 5 mm/min.

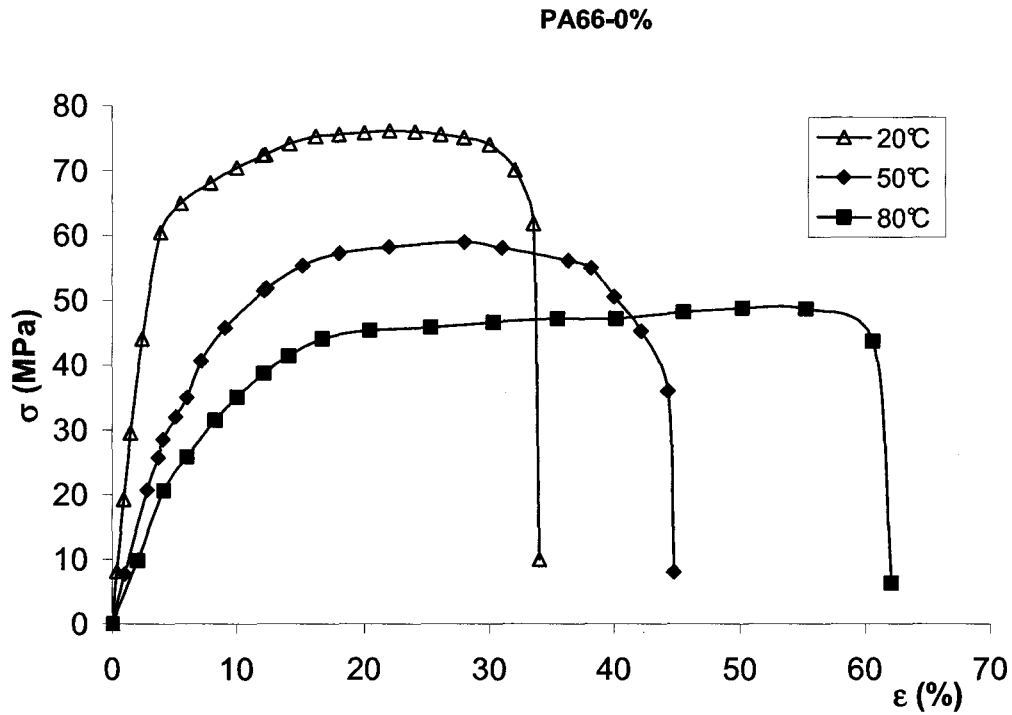


Figure II.12 Courbes contrainte – déformation pour le PA66 non chargé testé à 5 mm/min à 20°C, 50°C et 80°C.

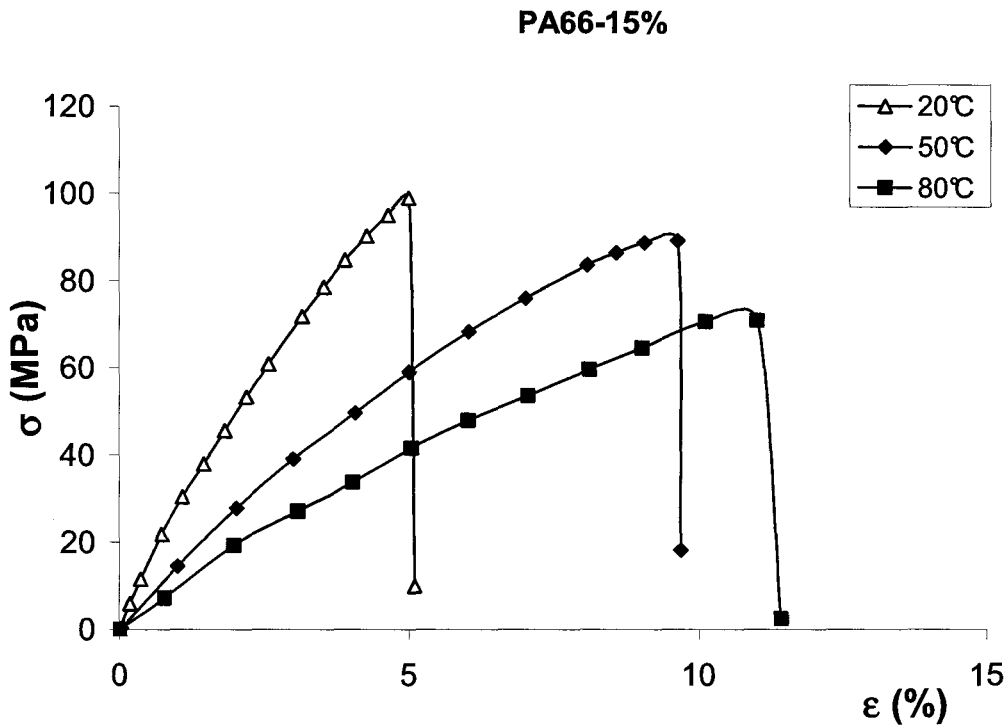


Figure II.13 Courbes contrainte – déformation pour le PA66 chargé à 15% de fibres de verre testé à 5 mm/min à 20°C, 50°C et 80°C.

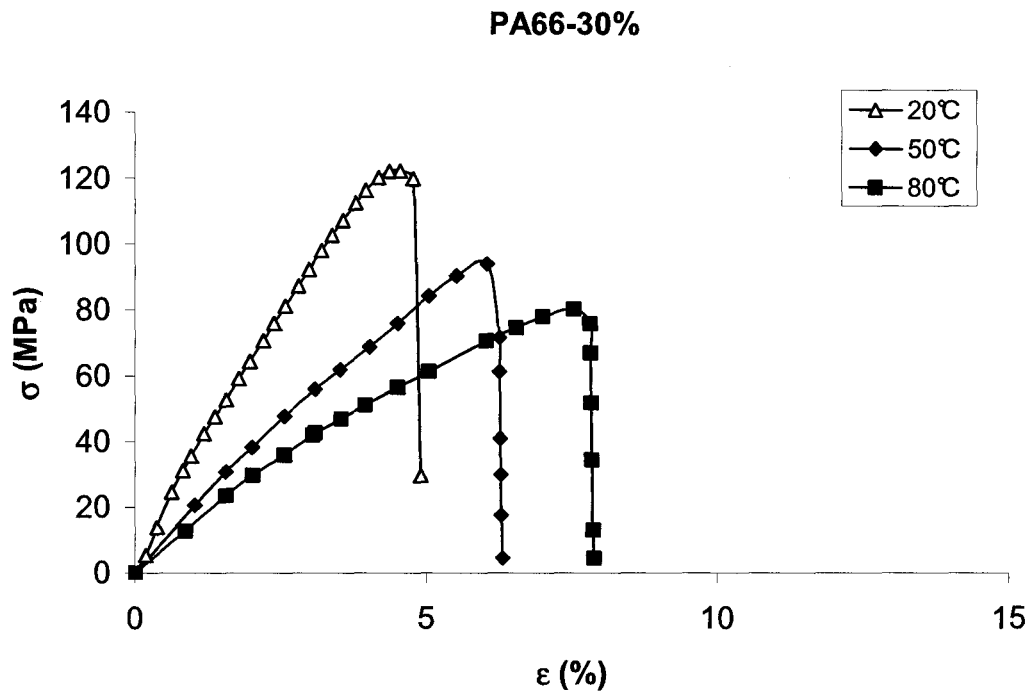


Figure II.14 Courbes contrainte – déformation pour le PA66 chargé à 30% de fibres de verre testé à 5 mm/min à 20°C, 50°C et 80°C

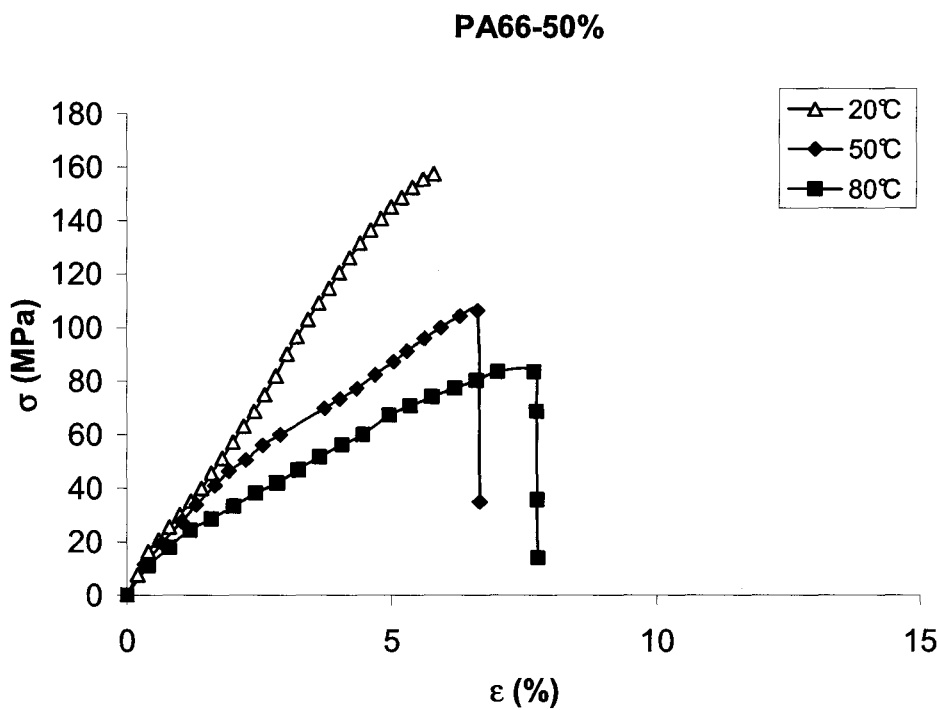


Figure II.15 Courbes contrainte – déformation pour le PA66 chargé à 50% de fibres de verre testé à 5 mm/min à 20°C, 50°C et 80°C.

Dans tous les cas, les mêmes tendances sont constatées : l'augmentation de la température provoque une diminution de la contrainte à la rupture (Fig.II.16), du module d'élasticité (Fig.II.17) et une augmentation de la déformation à la rupture (Fig.II.18). Ce qui se traduit par une baisse de la résistance mécanique et une augmentation de la ductilité. L'augmentation de la déformation à la rupture est plus marquée dans le cas du PA66 non chargé (Fig.II.19) que dans le cas des polymères chargés. En effet, ceci est dû au caractère fragile apporté par les fibres de verre. L'évolution du module d'élasticité en fonction de la température est en accord global avec les résultats de la littérature (Fig.I.17) par [NPHA1995].

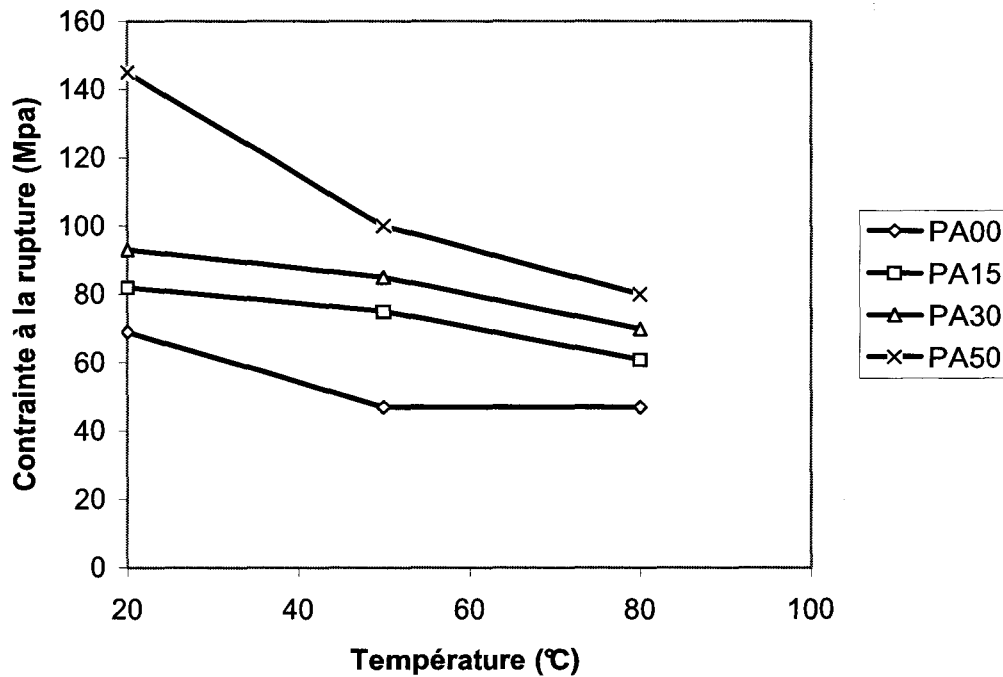


Figure II.16 Évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la température pour un PA66 non chargé et chargé à 15, 30, 50% testé à 5mm/min

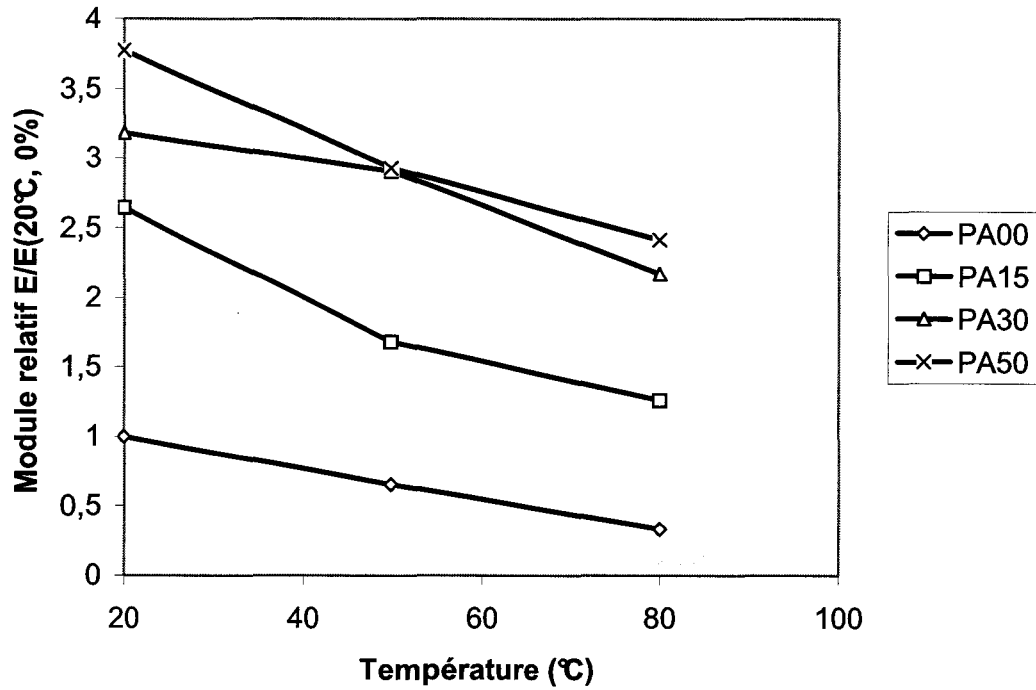


Figure II.17 Évolution du module d'élasticité relatif  $E/E(20^\circ\text{C}, 0\%)$  en fonction de la température pour un PA66 non chargé et chargé à 15, 30, 50% testé à 5mm/min

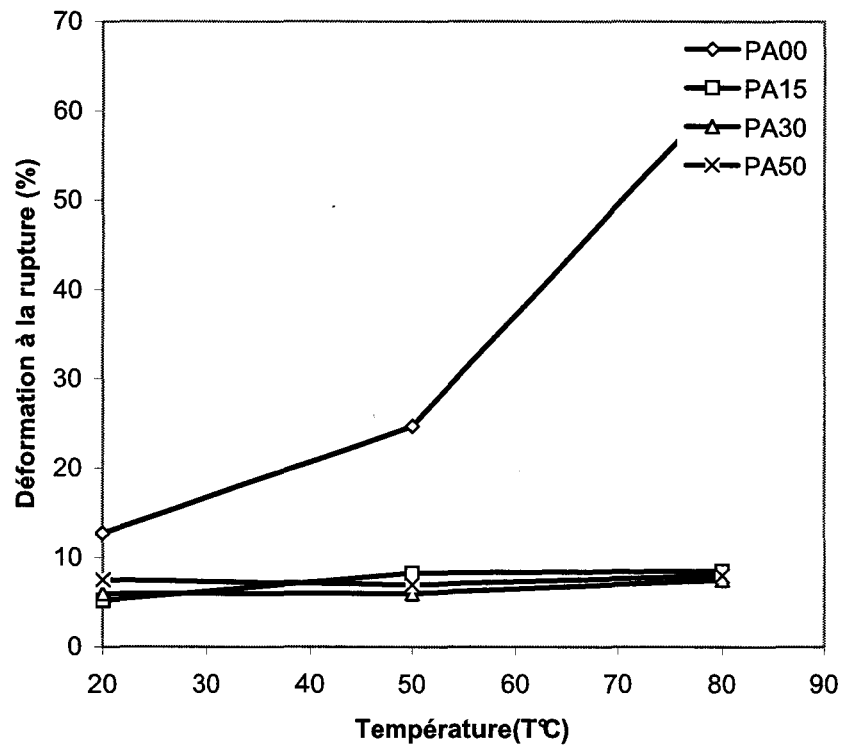
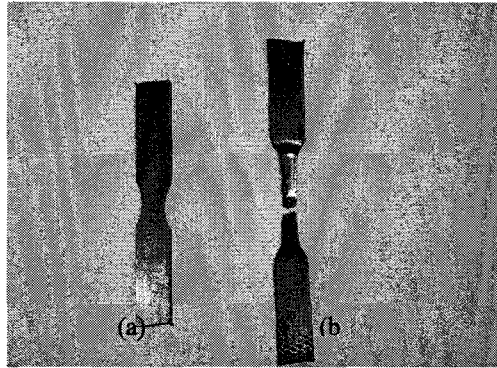


Figure II.18 Évolution de la déformation à la rupture en fonction de la température pour un PA66 non chargé et chargé à 15, 30, 50% testé à 5mm/min

Dans le cas du PA66 non chargé, le phénomène de « necking » est observé pour une température de 80°C (Fig II.19). Une striction se développe mais ne débouche pas immédiatement sur la rupture. Le « cou » formé se propage sur la longueur utile de l'éprouvette accompagné d'un amincissement de l'épaisseur pendant une phase de durcissement suite à laquelle la rupture intervient.



*Figure II.19* Éprouvettes de PA66 naturel avant (a) et après rupture suite à un phénomène de necking (b)

Le dépassement de la température de transition vitreuse semble une explication à ce changement de tendance. Les liaisons secondaires ont plus de facilité pour casser pour des températures de l'ordre de 50°C ou 80°C qu'à 20°C. Il s'ensuit un glissement des chaînes moléculaires du matériau non chargé et donc une tendance à se rapprocher d'un comportement caoutchoutique. Dans le cas où le PA66 est chargé de fibres de verre, le comportement du composite adopte un compromis entre le comportement de la matrice et celui des fibres.

#### **II.2.4. Analyse des mécanismes d'endommagement par la technique d'émission acoustique**

##### **II.2.4.1. Généralités sur la technique d'émission acoustique**

L'émission acoustique est un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires résultant de micro-déplacements au sein d'un matériau soumis à une sollicitation. Les champs d'application de la technique d'émission acoustique sont très variés. La sismologie en fut le premier domaine d'application mais son utilisation n'a cessé de s'étendre dans l'étude et le suivi de l'endommagement de divers matériaux : roches, métaux, composites.

De nombreux mécanismes physiques peuvent donner naissance à une émission acoustique : mouvement de dislocation, amorçage et propagation de fissure, décohésion et rupture dans les matériaux composites, etc. Elle est détectée par des récepteurs spéciaux, mis en contact avec le matériau sollicité.

L'onde générée au sein du matériau est à priori sphérique, car elle part d'un point du matériau et se propage dans toutes les directions au sein de ce dernier. Lorsque l'onde atteint la surface de la pièce, où le capteur de détection est en contact avec celle-ci, elle se transforme en onde de surface. Le capteur dont l'élément actif est une céramique piézoélectrique transforme l'onde de contrainte en un signal électrique qu'on assimile, en première approximation, à un signal sinusoïdal amorti (Fig. II.20).

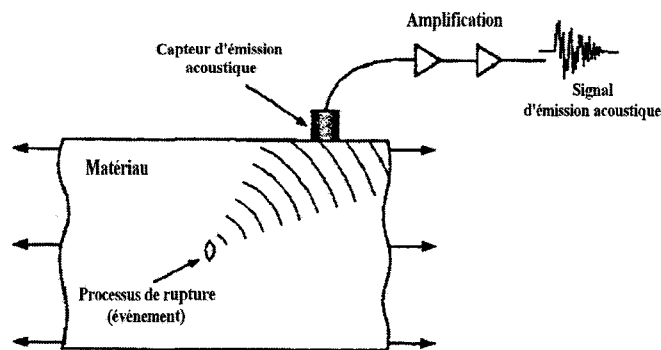


Figure II.20 Principe physique de l'émission acoustique

On peut rencontrer deux types d'émissions acoustiques : une émission continue due en général à un nombre très important de petits mécanismes très rapprochés dans le temps ou une émission discrète constituée d'évènements aléatoires, transitoires [BOUN2001]. Les signaux délivrés par les capteurs dans le cas d'une émission discrète se présentent sous deux formes possibles :

- sous forme d'ondes sinusoïdales amorties appelées salves (Fig. II.21)



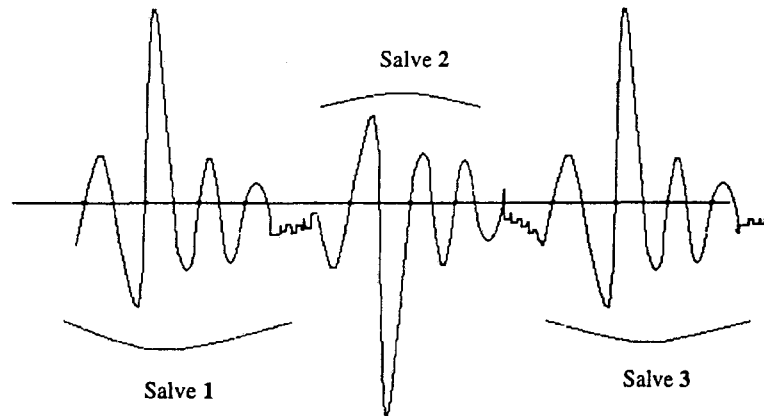


Figure II. 21 Représentation d'un signal à trois salves

- sous forme d'impulsions très courtes (Fig.II.23)



Figure II.23 Signal composé d'impulsions

Une émission acoustique dépend de quatre facteurs essentiels :

La source de l'émission acoustique, le milieu de propagation des ondes acoustiques, le type d'onde générée et le capteur qui détecte l'émission acoustique (en général on utilise un transducteur piézoélectrique).

Dans le cas des matériaux composites, nous pouvons distinguer trois sites d'initiation de l'activité acoustique lors de l'endommagement :

- la matrice
- la fibre
- l'interface fibre-matrice

Les signaux détectés peuvent provenir des microfissurations, des déformations plastiques ou de la formation de craquelures dans la matrice, de la rupture des fibres ou encore de la décohésion et du déchaussement au niveau de l'interface fibre/matrice.

La rupture des fibres génère un événement de grandes amplitudes, comparées à ceux générés par des mécanismes de décohésion d'interface ou de microfissuration.

Un atout majeur de l'émission acoustique est de permettre de rendre compte en temps réel de la naissance et de l'évolution de l'anomalie au sein de la pièce ou de la structure sous sollicitation.

La détection du signal a lieu à partir d'une contrainte seuil  $V_s$ , supérieure au bruit de fond. Chaque alternance détectée est appelée coup. Le temps entre deux coups successifs est mesuré en permanence. Dès que ce temps est supérieur à un temps mort fixé à l'avance, un événement est défini.

Les principales caractéristiques mesurées sur un signal sont (Fig. II.24):

- l'amplitude maximale (A)
- le nombre de coups (N) = nombre d'alternances au dessus du seuil
- la durée du signal (D)
- le temps de montée du signal (R)
- le début du signal (T)
- l'énergie E
- la fréquence

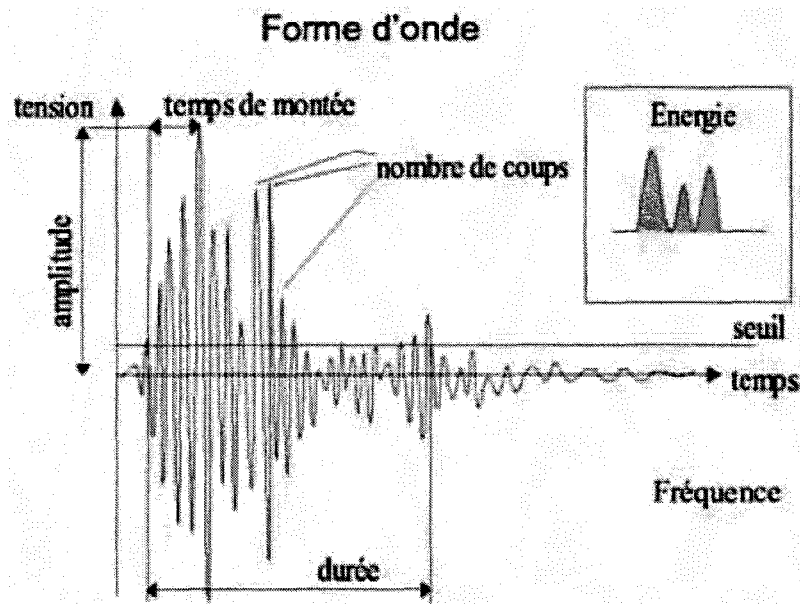


Figure II.24 Les principales caractéristiques d'un signal d'émission acoustique

L'amplitude maximale est la tension crête  $V_c$ .

La durée de l'événement (ou durée du signal) est le temps mesuré entre la première et la dernière alternance du même événement.

Le temps de montée est représenté par le temps qui sépare la première alternance détectée et la tension crête.

Différents types d'analyses sont possibles pour donner une signature acoustique :

- le comptage du nombre de coups ou d'évènements qui rend compte de l'activité acoustique et de son évolution au cours du temps (méthode de comptage).
- La distribution de l'ensemble d'évènement par rapport aux autres paramètres tels que l'amplitude, le temps, etc. (méthodes complémentaires)

### a) Méthode de comptage

C'est une méthode très simple à mettre en œuvre. Elle est basée sur le comptage du nombre de coups ou d'évènements (alternance au dessus du seuil).

Un seuil de détection est fixé pour éliminer le bruit de fond. Seuls sont pris en compte les signaux dont le niveau dépasse la limite fixée par le seuil. Ces dépassements sont appelés coups ou alternances (Fig.II.25).

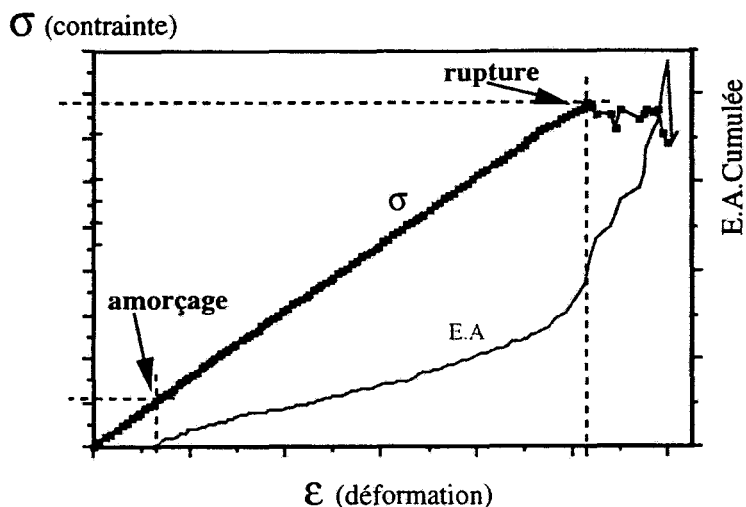


Figure II.25 émission acoustique cumulée en fonction de la déformation [BOUN2001]

Un dispositif de comptage est déclenché à chaque fois que l'amplitude du signal dépasse la valeur du seuil.

On distingue deux types de comptage :

- o Le comptage cumulé qui représente la somme totale des coups, enregistrés pendant l'essai en fonction de différents paramètres.
- o Le taux de comptage qui représente le nombre de coups par unité de temps.

L'émission acoustique permet de distinguer l'amorçage et la propagation d'une fissure en mode I.

### **b) Méthodes complémentaires**

Deux paramètres sont généralement utilisés pour interpréter les phénomènes qui sont à l'origine des émissions acoustiques :

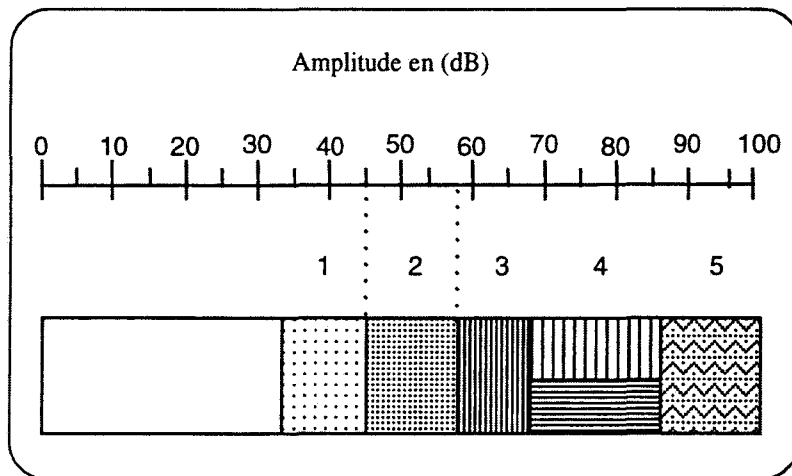
- L'énergie du signal :

L'énergie du signal est un paramètre physique défini par  $E(t) = \int_0^t V^2(\tau) d\tau$ . Cette grandeur physique est intéressante si on peut la relier à l'énergie du phénomène source. De nombreuses tentatives faites dans ce sens ont montré qu'il était difficile de s'affranchir des pertes dues à la propagation du signal de la source au capteur et au rendement de la conversion mécanique-électrique.

- L'amplitude du signal:

L'amplitude est un paramètre facile à mesurer, et supposée être liée à l'énergie mise en jeu lors des phénomènes de rupture. À la différence du comptage cumulé ou du taux de comptage, l'amplitude a l'avantage d'être indépendante du seuil de contrôle. La distribution des amplitudes des signaux détectés pendant la sollicitation du matériau permet d'avoir une idée sur l'avènement de l'endommagement dans le temps. La forme normale de la distribution d'amplitude (histogramme) consiste à classer les événements d'émission acoustique selon des plages d'amplitude comprises entre 0 et 100 dB.

Des travaux concernant les thermoplastiques renforcés par des fibres de verre courtes (essais de traction monotones, charge-décharge, fatigue) [BARR1994, BENZ1995] ont permis d'associer des plages d'amplitudes à différents mécanismes d'endommagement (Fig. II.26).



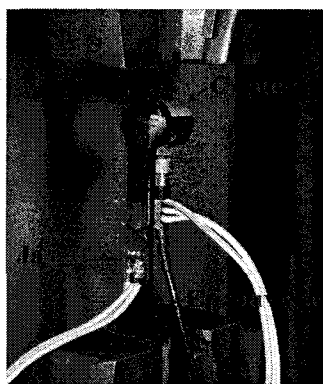
**Figure II.26** Modèle schématique d'émission acoustique pour identifier l'endommagement  
[BARR1994]

Les mécanismes d'endommagement sont définis comme suit :

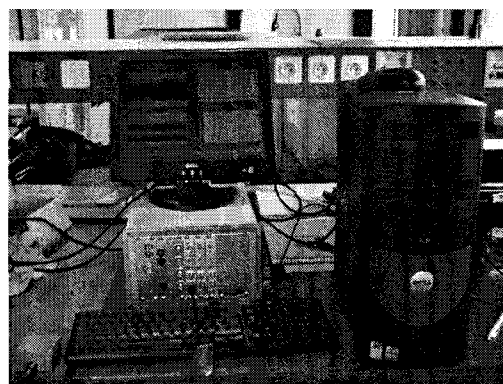
- 33-45 dB, microfissuration de la matrice
- 46-58 dB, coalescence des microfissures
- 59-68 dB, rupture de l'interface
- 69-86 dB, frottement fibre/matrice, déchaussement des fibres
- 87-100 dB, rupture des fibres.

#### II.2.4.2 Exploitation des résultats

Une série d'essais de traction sur des éprouvettes haltère a été menée en utilisant un dispositif de suivi d'émission acoustique. Des jauges extensométriques ont été disposées sur les éprouvettes pour mesurer les déformations (Fig.II.27).



(a) Montage du capteur



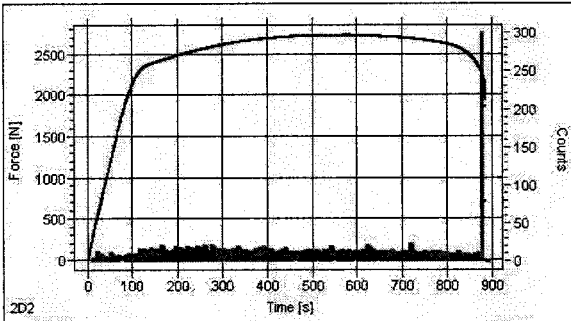
(b) Acquisition et traitement des données  
des émissions acoustiques

**Figure II.27** Dispositif expérimental

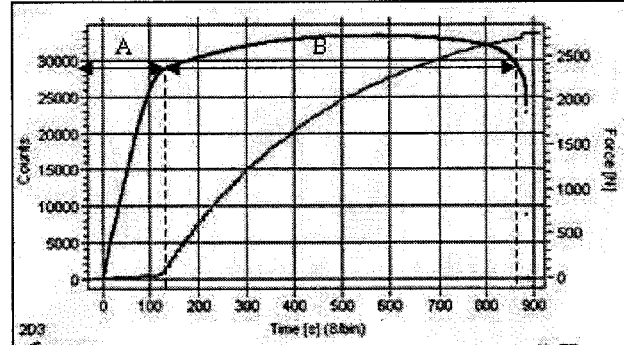
Ces essais ont permis de déterminer le seuil d'endommagement pour les matériaux composites ainsi que les mécanismes d'endommagement et leur chronologie.

Les résultats des émissions acoustiques sont présentés par (Fig. II.28 à II.31) :

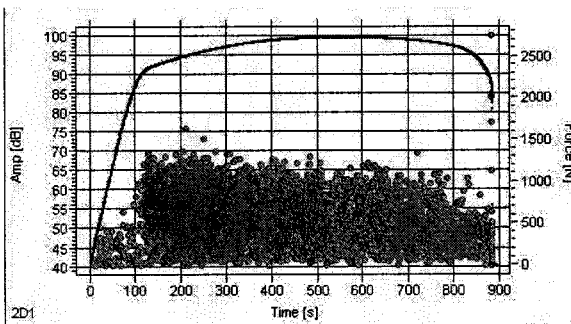
- L'évolution du nombre d'événements (ou de coups) (a)
- L'évolution du nombre d'événements cumulés (b)
- L'amplitude du signal (c)
- L'évolution du nombre de coups et de l'amplitude en fonction de la force (d).



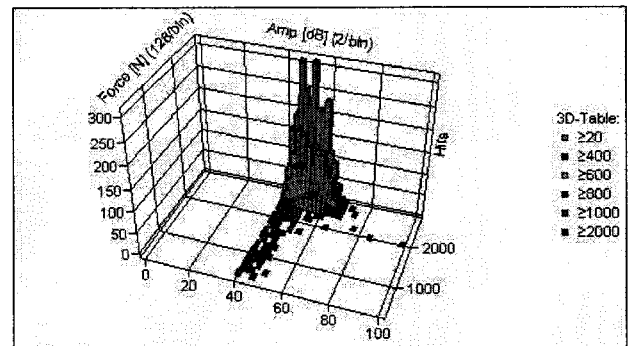
(a)



(b)

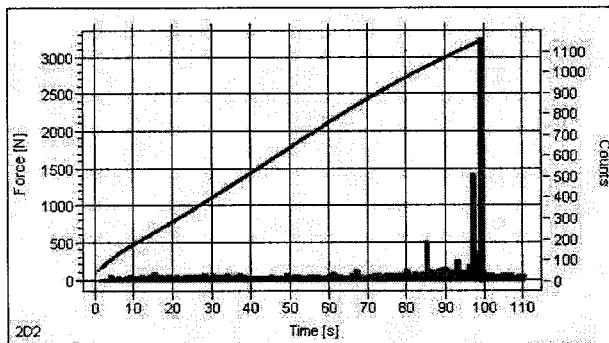


(c)

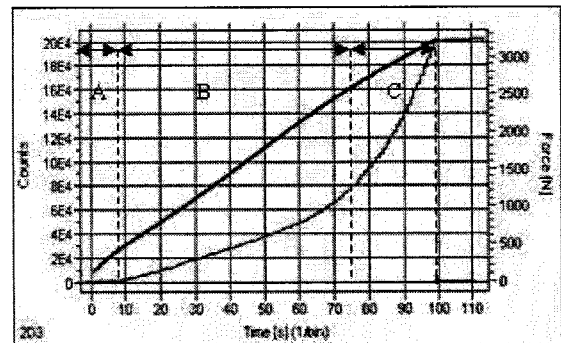


(d)

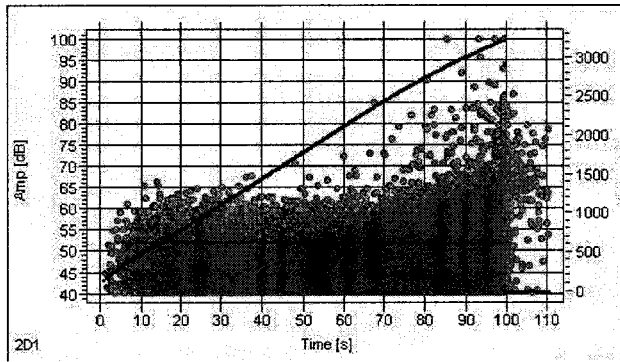
Figure II.28. Résultats des émissions acoustiques du PA66-0%



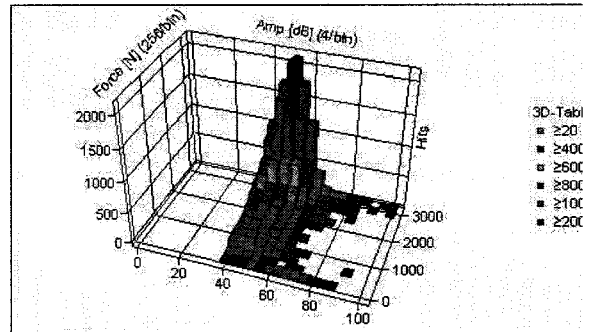
(a)



(b)

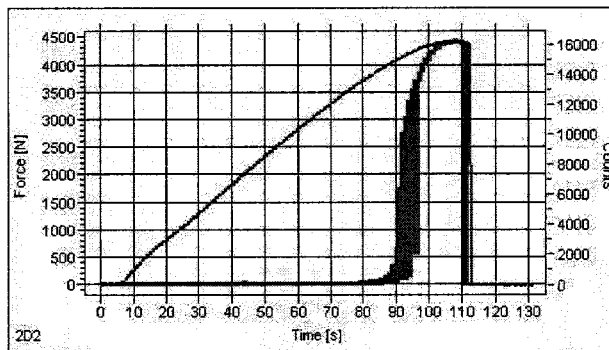


(c)

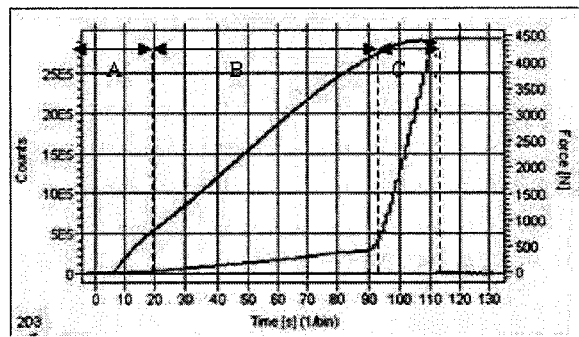


(d)

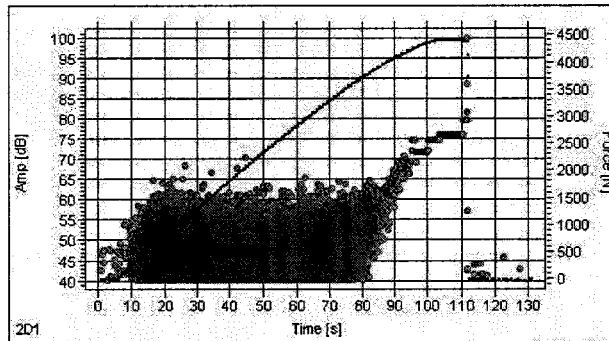
Figure II.29. Résultats des émissions acoustiques du PA66-15%



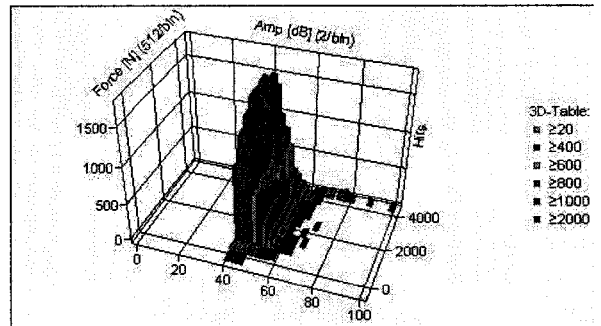
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure II.30. Résultats des émissions acoustiques du PA66-30%

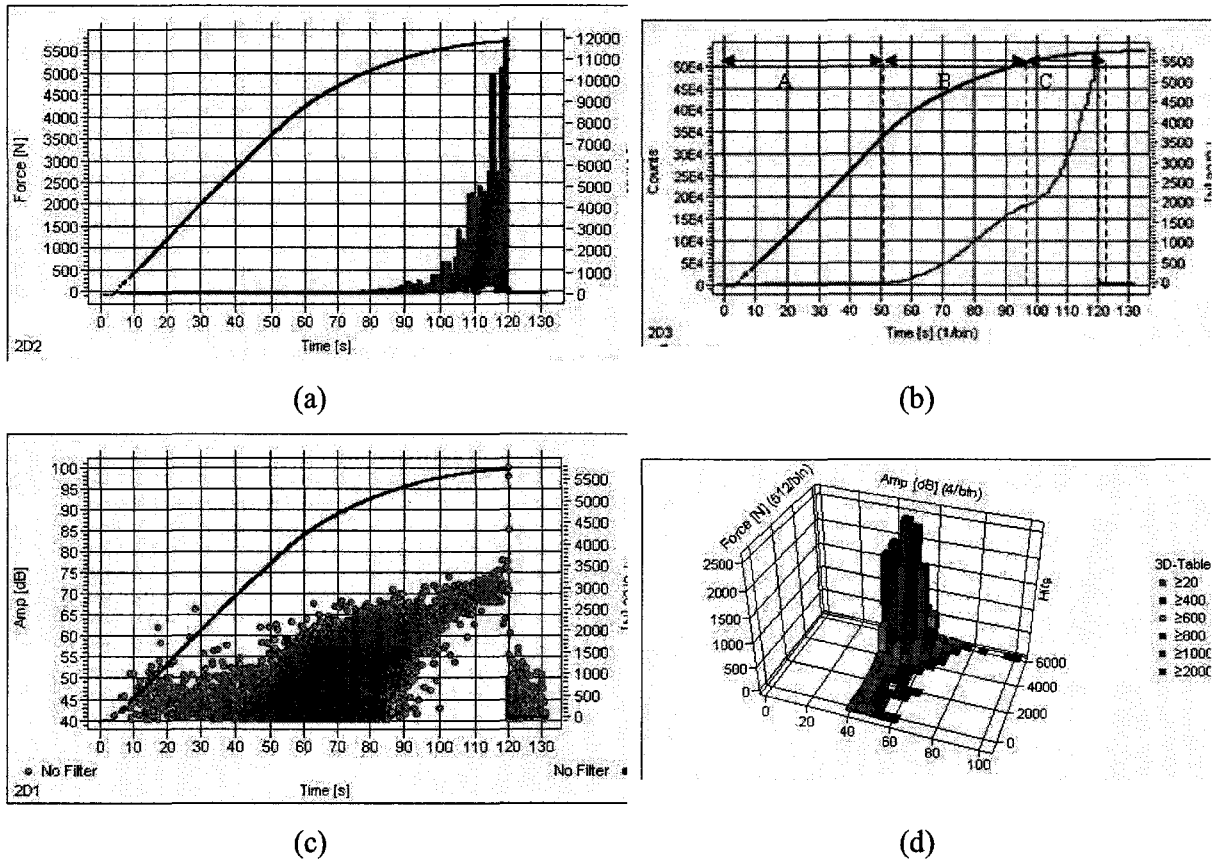


Figure II.31. Résultats des émissions acoustiques du PA66-50%

Les courbes (b) dans les figure II.29, II.30 et II.31 illustrent l'évolution du cumul des alternances des salves d'émissions acoustiques au cours du chargement pour le PA66 chargé respectivement à 15, 30 et 50%. Ces courbes présentent trois principales phases de comportement mécanique endommageable de ce composite :

- une première phase élastique avec une activité d'EA non significative ( zone A).
- une deuxième phase correspondant à un comportement non linéaire sur la courbe de charge. Cette phase est principalement contrôlée par des phénomènes de plastification de la matrice et de microfissurations de la matrice (amplitude entre 40 et 60 dB) (zone B).
- une phase de fort endommagement représenté par une activité relativement importante (exponentielle sur le cumul de Count). C'est la phase qui précède la rupture de la structure composite (zone C).

Dans le cas du PA66-0%, l'activité acoustique est relativement faible (Fig. II.28). Elle montre une première zone élastique sans émission acoustique significative (zone A) suivie d'une zone active à la rupture entre 40 et 65 dB (zone B), principalement liée à la présence de craquelure et au phénomène de fissuration fragile dans le PA66.



La délimitation des différentes phases de l'endommagement nous a permis de déterminer le seuil d'endommagement de chaque composite. Approximativement,

$$\sigma_s = \frac{F_e}{S_0}$$

Avec  $\sigma_s$  le seuil d'endommagement

$F_e$  la force correspondant à la fin de la zone élastique (fin de zone A)

$S_0$  la section initiale : 39,52 mm<sup>2</sup>

Les résultats obtenus sont réunis dans le tableau donné par la figure 57. Le seuil d'endommagement augmente avec le taux de charge et présente une valeur importante pour le PA66 chargé à 50%.

Matériau	PA66-15%	PA66-30%	PA66-50%
Seuil d'endommagement (Mpa)	12,7	20,3	93,7

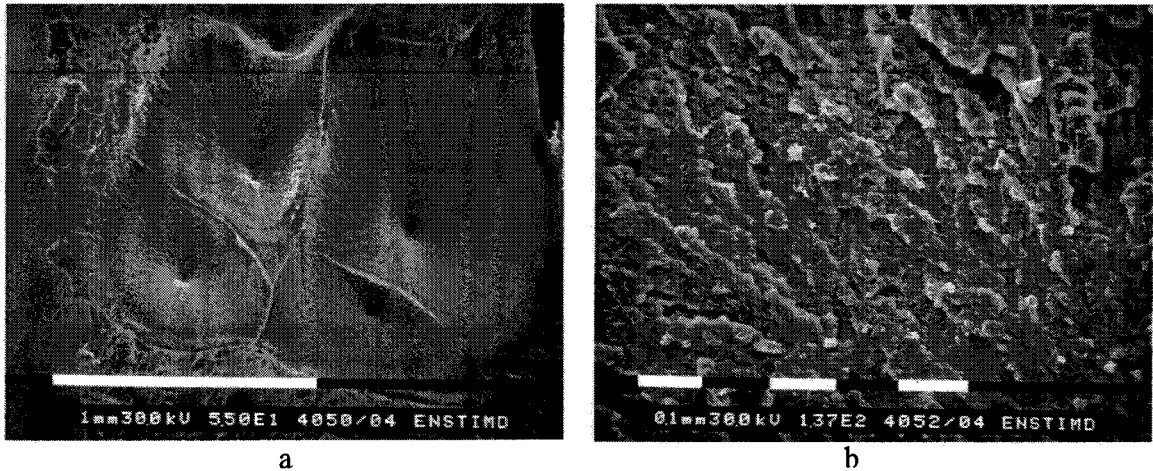
**Tableau II.3** Valeurs de la limite élastique pour un polyamide naturel et chargé à 15, 30 et 50% testé à 2 mm/min

### II.2.5 Analyse de l'endommagement par microscope électronique à balayage (MEB)

Des observations des faciès de rupture ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) dans le cas des quatre matériaux testé à température ambiante et à une vitesse de déplacement de la traverse de 5 mm/min. Les surfaces de rupture ont été métallisées au préalable.

Les figures II.33.a et II.33.b représentent les surfaces de rupture du PA66-0% pour des grossissements respectifs de 50 et 200. La première photographie semble indiquer la présence de cratères (a) alors que la seconde (b) montre une surface de rupture plus plane. La présence des cratères peut s'expliquer de la façon suivante : lors de la sollicitation, le matériau peut avoir subi une cavitation donnant naissance à une ou plusieurs craquelures de tailles importantes. Il se peut également que les craquelures soient apparues et concentrées au niveau d'un défaut ou d'un vide initial introduit lors du moulage. La présence de sphérolites, défaut cristallin et zone de fragilisation, est cependant l'hypothèse la plus probable au vu de la forme en puit des cratères. Ces craquelures se sont ensuite propagées jusqu'à ce qu'elles se rejoignent créant ainsi une fissure. Toute cette phase est à relier avec le comportement ductile du PA66 naturel. La fissure, une fois créée, fragilise considérablement le matériau et amorce

la rupture brutale du ligament restant de l'éprouvette. C'est ce que semble indiquer la deuxième photo sur laquelle la surface est beaucoup plus plane et caractérise une rupture fragile.



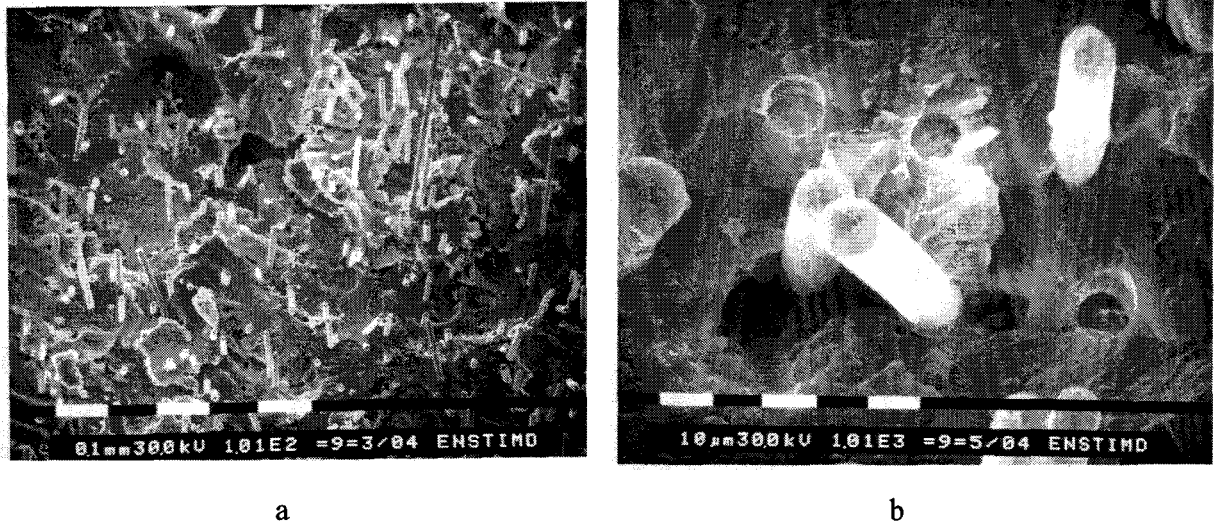
**Figure II.33** Deux parties distinctes du faciès de rupture du PA66 non chargé : cratères (a) grossis 50 fois et surface plane type rupture fragile (b) grossie 150 fois.

Les faciès du PA66 chargé à 15% en fibres de verre s'éloigne de celui du polyamide naturel. La figure II.34.a représente la surface de rupture pour un grossissement de 100 fois. On observe des fibres de verre qui ressortent de la structure ainsi que des petits trous qui correspondent à l'emplacement des fibres. L'allure générale du faciès est relativement plane, sans cratère. La présence de fibres a donc contrecarré les mécanismes d'endommagement présents dans le matériau naturel. L'apparition des craquelures ainsi que leur propagation, qui a servi d'explication pour la ductilité dans le cas précédent, n'est pas visible pour le PA66 chargé à 15% ce qui semble confirmer le passage à un comportement fragile.

La majorité des fibres semblent être orientées dans la direction de la sollicitation. Certaines, en faible quantité, sont inclinées ou se trouvent dans le plan de rupture. Le fait que le moulage par injection favorise l'orientation des fibres selon l'écoulement est confirmé. La fraction des fibres qui n'est pas « bien » orientée reste difficile à évaluer. Elle demeure cependant une des explications à l'écart observé entre le module d'élasticité tangent déterminé expérimentalement et celui calculé par la loi des mélanges.

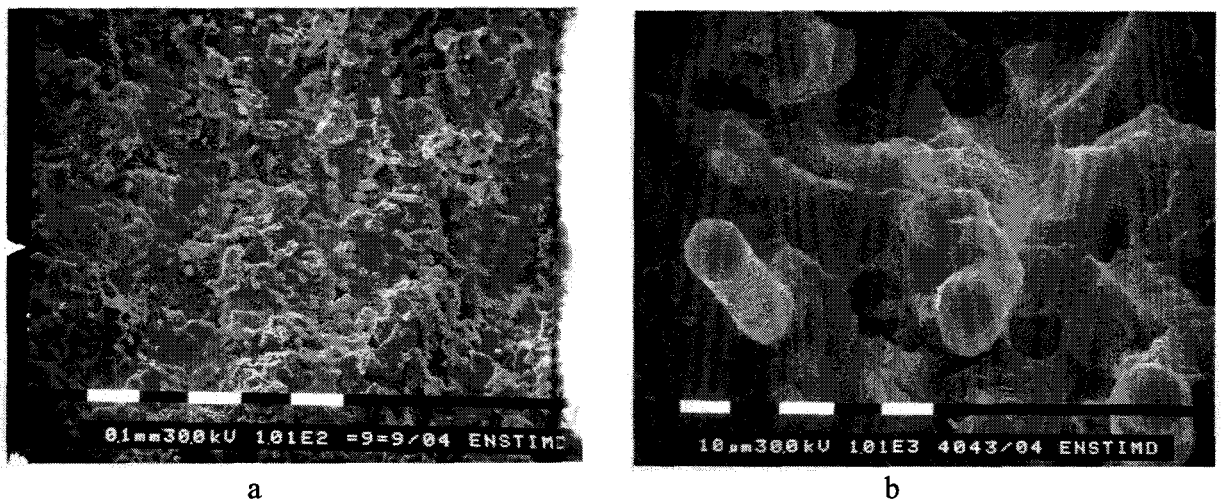
Une explication complémentaire peut être apportée par la figure II.34.b représentant la surface de rupture pour un grossissement de 1000 fois. Les longueurs de fibres en surface ainsi que les trous indiquent qu'elles ont quitté leur emplacement. Elles ont été « arrachées » ou déchaussées (ce qui correspond au terme anglais « pull-out »). L'état de surface du renforcement semble lisse et sans présence de matrice résiduelle ce qui indique que l'adhésion

entre les deux parties du composite est faible (même si sur la figure b, on remarque quelques amas de matrice sur une fibre). La rupture a eu lieu à l'interface fibre-matrice. On trouve encore ici une explication probable aux écarts sur l'évaluation du module d'élasticité tangent. La loi des mélanges, de par sa structure théorique, considère une parfaite adhésion entre les constituants du composite ce qui n'est pas respecté dans le cas pratique étudié.



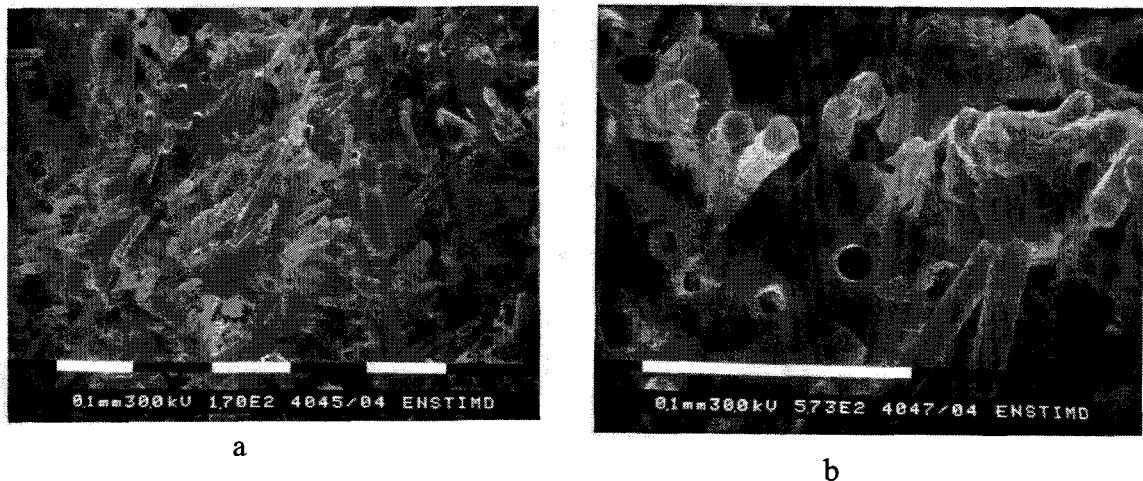
*Figure II.34 Surface de rupture d'un PA66 chargé à 15% par fibres de verre pour un grossissement de 100 (a) et 1000 (b).*

Les mêmes remarques découlent des figures II.35.a et II.35.b représentant les faciès de rupture du PA66 chargé à 30% pour un grossissement respectif de 100 et 1000 fois. Les fibres sont bien sûr plus présentes et réparties de façon homogène sur l'ensemble de la surface. Les fibres et les trous sur la figure b confirment que l'adhésion entre la matrice et son renforcement est de qualité faible.



*Figure II.35 Surface de rupture d'un PA66 chargé à 30% par fibres de verre pour un grossissement de 100 (a) et 1000 (b).*

Par contre, sur les figures II.36.a et II.36.b qui correspondent à la surface des éprouvettes de PA66 chargé à 50% pour un grossissement de 100 et 1000, les fibres sont réunies en blocs et forment des amas. A côté de ces amas, des surfaces de matrice très peu chargées se distinguent. La répartition n'est donc pas homogène : ceci est probablement une conséquence du procédé de moulage et notamment d'une durée de malaxage trop courte dans le système vis-fourreau. Nous retrouvons globalement le phénomène de déchaussement observé pour les autres taux de charges. Néanmoins, le fort taux de charge contribue à fragiliser la matrice.



*Figure II.36 Surface de rupture d'un PA66 chargé à 50% par fibres de verre pour un grossissement de 100 (a) et 1000 (b).*

### II.3 Conclusions

Les essais de traction monotone à différentes températures, différentes vitesses de déformation et différent taux de charge ont permis de dégager les conclusions suivantes :

- l'augmentation de la température provoque une diminution de la contrainte à la rupture, du module d'élasticité et une augmentation de la déformation à la rupture. Ce qui se traduit par une baisse de la résistance mécanique et une augmentation de la ductilité. L'augmentation de la déformation à la rupture est plus marquée dans le cas du PA66 non chargé que dans le cas des polymères chargés,
- l'augmentation de la vitesse de déformation réduit la ductilité du polyamide non chargé. Pour le polyamide chargé de fibres de verre, le comportement mécanique n'est

pas affecté de manière significative par le paramètre vitesse de déformation dans le cadre des vitesses considérées dans notre étude, et ce quel que soit le taux de charge (15, 30 et 50%). Les fibres de verre se présentent par conséquent comme un facteur limitant l'effet de la vitesse de déformation.

- L'ajout des fibres de verre conduit à réduire de manière significative la déformation à la rupture du fait du caractère fragile des fibres de verre. Ceci s'accompagne d'une augmentation de la résistance des polyamides chargés se traduisant par une augmentation simultanée du module d'élasticité  $E$  et de la contrainte à la rupture  $\sigma_r$ .

À partir des résultats expérimentaux, nous avons proposé une modélisation phénoménologique pour décrire les évolutions du module d'élasticité relatif et de la contrainte à la rupture relative en fonction de la densité relative des fibres sous la

$$\text{forme : } \frac{E}{E_m} = \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right)^{3.7} \quad \frac{\sigma_r}{\sigma_{rm}} = \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right)^{2.8} .$$

Pour le PA66 non chargé nous avons modélisé son comportement mécanique viscoélastoplastique par le modèle Johnson cook modifié et obtenu une bonne corrélation entre les résultats du modèle et ceux issus des essais de traction.

La technique d'émission acoustique et les observations MEB constituent deux éléments précieux pour la compréhension des mécanismes d'endommagement et leur chronologie.

Étude de la rupture du PA66  
avec et sans renfort

## RÉSUMÉ

Ce chapitre est consacré à l'étude du comportement à la rupture du polyamide 6,6 avec et sans renforts de fibres de verre courtes.

Dans un premier temps, nous présentons les conditions expérimentales utilisées pour la conduite des essais de rupture. En particulier, le principe et les considérations théoriques de la technique de corrélation d'images digitales (CID) sont brièvement développés. Cette technique nous a permis de suivre l'évolution de plusieurs paramètres au cours des essais de rupture et en temps réel :

- Les champs de déplacements au voisinage du fond de la fissure et d'en déduire les champs de déformations,
- L'amorçage et la progression de la fissure, ainsi que la géométrie de la fissure (émoussement, ouverture, angle)

Ces éléments permettent de mieux cerner les mécanismes et la chronologie de l'endommagement des éprouvettes testées. En effet, trois phases de rupture sont mises en évidence : phase élastique jusqu'à l'amorçage de la fissure, phase de propagation stable et phase d'instabilité. Les zones endommagées au voisinage du fond de la fissure sont aisément mesurées à partir des isovaleurs des déformations. Il ressort que le polyamide sans renforts (PA66-0%) présente un comportement ductile caractérisé par l'existence d'une large phase de déformation plastique avant la rupture finale ce qui justifie le choix de caractériser sa ténacité en utilisant la mécanique élastoplastique de la rupture. Le paramètre énergétique  $J$  (intégrale  $J$  de Rice), le CTOD (Crack Tip Opening Displacement) et le COA (Crack Opening Angle) sont déterminés en vue d'en déduire leurs valeurs critiques.

Concernant le polyamide 66 chargé en fibres de verre courtes (3 taux de renforts : 15, 30 et 50%), le comportement en rupture est de caractère fragile : les courbes « charge-déplacement » présente une phase linéaire jusqu'au point d'amorçage suivie d'une phase courte de propagation stable limitée par une charge maximale  $F_{\max}$  à partir de laquelle la rupture est instable. C'est pour cette raison que la ténacité est caractérisée par le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ .

Par ailleurs, la technique d'émission acoustique a été utilisée pour la compréhension des mécanismes de la rupture des éprouvettes au cours de essais ce qui permet de compléter les indications données par la technique de CID.

Les faciès de rupture ont été observés à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) en vue d'évaluer les mécanismes d'endommagement locaux : rupture de la matrice, déchaussements des fibres, rupture des fibres, ...



### III.1. Conditions expérimentales

#### III.1.1. Éprouvettes

Pour effectuer des essais de rupture, des éprouvettes SENT (Single Edge Notched Tension) ont été réalisées à partir de plaques de 80 mm \* 80 mm et d'épaisseur  $B=2,4$  mm, obtenues par moulage par injection (Fig. III.1.a) dont les dimensions sont données par la figure III.1.b, l'entaille mécanique en V est égale à 4 mm. La préffissuration est réalisée à l'aide d'une lamme très fine.

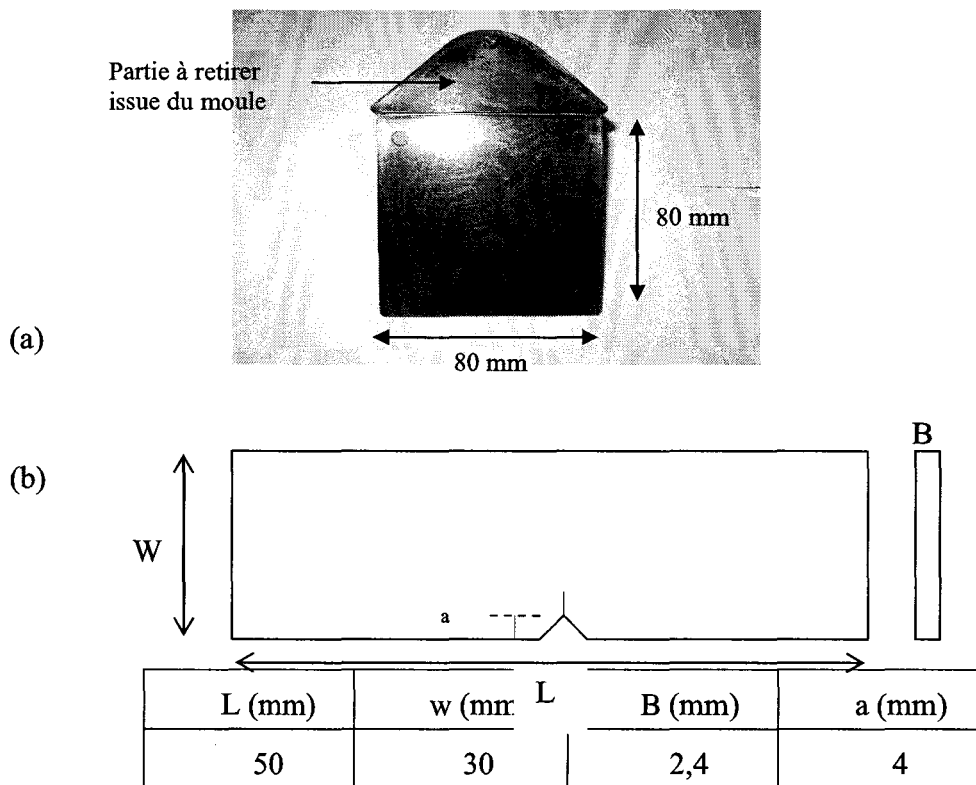


Figure III.1. (a) plaques de polyamide obtenues par moulage par injection (b) Géométrie et dimensions en mm des éprouvettes SENT.

Les essais de rupture ont été réalisés à l'aide d'une machine de traction, décrite dans le chapitre II. (§ I.1.1.4), avec une vitesse de déplacement de la traverse mobile égale à 0,5 mm/min. La technique de corrélation d'images digitales (CID) a été utilisée pour la mesure des champs de déformations au cours des essais de rupture.

#### III.1.2. Mesure des champs de déformation par la technique de corrélation d'image digitale (CID)

**a) Principe de la technique CID**

La connaissance des champs locaux de déformations dans les matériaux hétérogènes est une information utile pour l'investigation des mécanismes microscopiques de déformation et d'endommagement gouvernant le comportement macroscopique mécanique. Depuis le début des années 1990, l'analyse des déformations des microgrilles entre deux états de déformations par traitement d'images donne accès à une évaluation quantitative de ces mécanismes locaux [DOUM2000]. Elle rend possible la détermination de critères physiques locaux pour l'activation de ces mécanismes, comme la nucléation de l'endommagement, l'apparition de bandes de cisaillement ou de décohésion.

La corrélation d'images digitales (CID) est une technologie relativement récente pour la mesure des déformations sans contact et de la profilométrie des surfaces. Cette technique expérimentale fait appel à des caméras à haute résolution pour saisir l'image et suivre le mouvement des caractéristiques de la surface sur une éprouvette pendant que celles-ci se déforment sous l'effet d'un chargement. La corrélation des images n'exigeant qu'un simple revêtement, cette technique convient très bien pour la mesure des déformations sur les éprouvettes d'essai minces ou sur les éprouvettes soumises à des déformations extrêmement fortes qui risquent de faire décoller ou d'endommager les revêtements photoélastiques ou d'endommager les jauges de déformations.

Généralement, le dispositif expérimental est constitué de (Fig. III.2):

- une caméra à corrélation d'images digitales (CID) pour le suivi des champs de déplacements en temps réel,
- une éprouvette avec une surface revêtue avec un mouchetis qui servira de base pour la mesure des déplacements entre les points initiaux,
- un système informatique pour l'acquisition des données,
- un système informatique pour le traitement des résultats afin d'obtenir les champs des déplacements et ceux des déformations.

Le logiciel fonctionne selon le principe de l'intercorrélation d'images numériques qui consiste à décomposer l'image en zones d'étude élémentaires (ZOI : Zone Of Interest). Le centre de la ZOI est associé au déplacement moyen de la ZOI.

Le principe de la corrélation est de retrouver « la représentation » de cette zone dans deux images différentes : l'image de référence et celle déformée. Le décalage entre deux représentations identiques se traduit par un décalage des signaux numériques qui représentent la répartition de l'intensité lumineuse. Pour chaque zone, le décalage du signal conduit à la

détermination du déplacement. De cette manière, on obtient les champs des déplacements et on peut en déduire les champs de déformations correspondants.

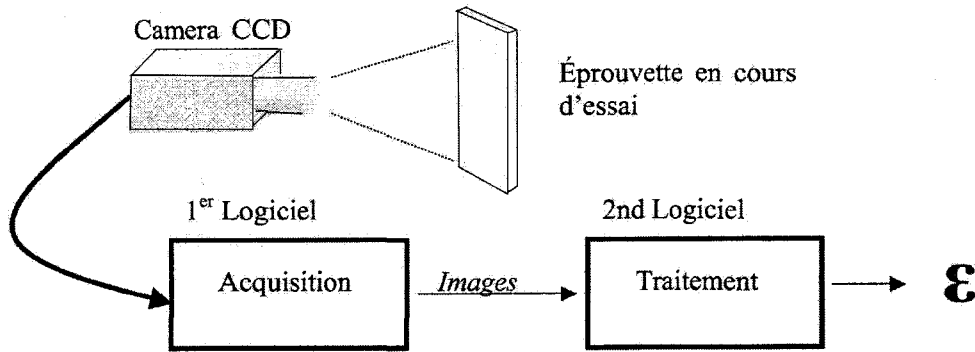


Figure III.2. Schématisation d'un système CID

### b) Traitement des résultats de CID

Une image numérisée est un enregistrement (sous forme matricielle) de niveaux d'intensité lumineuse (ou niveaux de gris) présents à différents états de chargement. Un objet typique de motif aléatoire est montré et l'enregistrement de ce même motif est montré en figure III.3.



Image de référence

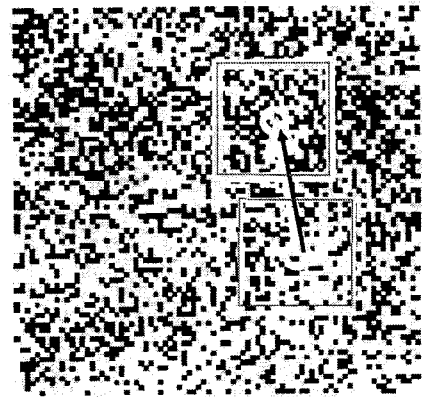


Image de déformée

Figure III.3. Zones d'étude sur une image de référence et une image déformée

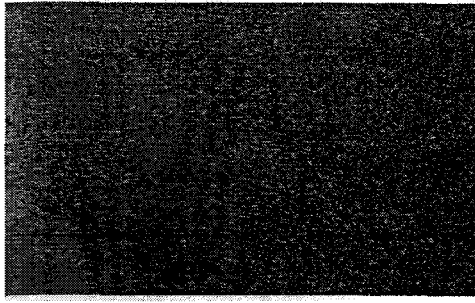


Figure III.4.a : Motif aléatoire

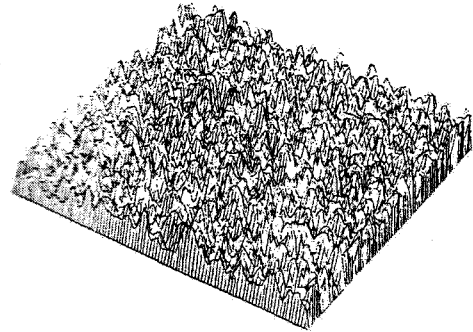


Figure III.4.b : Motif numérisé

Si on suppose qu'il existe une relation entre l'intensité du motif après déformation et celle du motif avant déformation à travers tout le corps alors cela suggère une corrélation entre les deux images et en détecter les différences, c'est-à-dire la déformation du corps [PETE1983].

Soient  $f(x,y)$  et  $f^*(x^*,y^*)$  les niveaux de gris aux points  $P$  et  $P^*$  (figure 5).

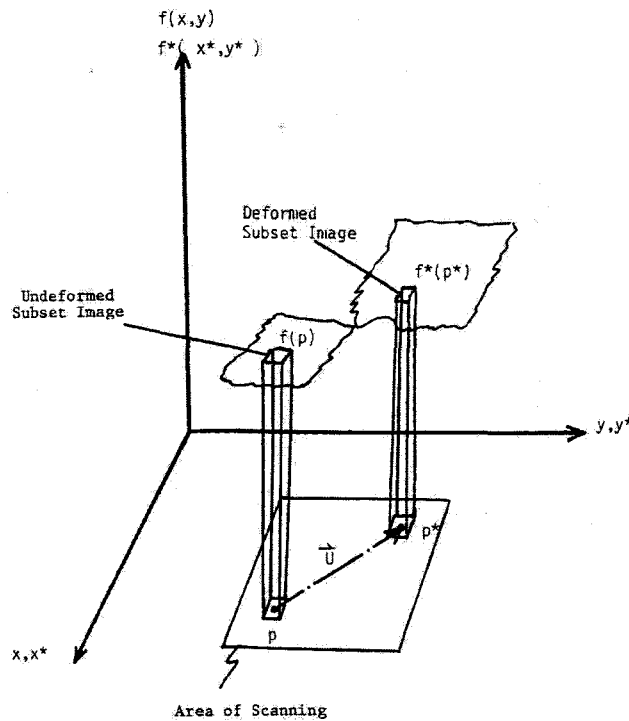


Figure III.5. Mouvement local et distorsion d'une ZOI

D'après la théorie de la déformation linéaire, on a [PETE1983, SUTT1986]:

$$x_i^* = x_i + U_i + \frac{\partial U_i}{\partial x_1} dx_1 + \frac{\partial U_i}{\partial x_2} dx_2, \quad i = 1, 2.$$

$$f^*(x^*, y^*) = f\left(x_1 + U_1 + \frac{\partial U_1}{\partial x_1} dx_1 + \frac{\partial U_1}{\partial x_2} dx_2, x_2 + U_2 + \frac{\partial U_2}{\partial x_1} dx_1 + \frac{\partial U_2}{\partial x_2} dx_2\right)$$

La méthode choisie pour la corrélation d'images est celle des moindres carrés :

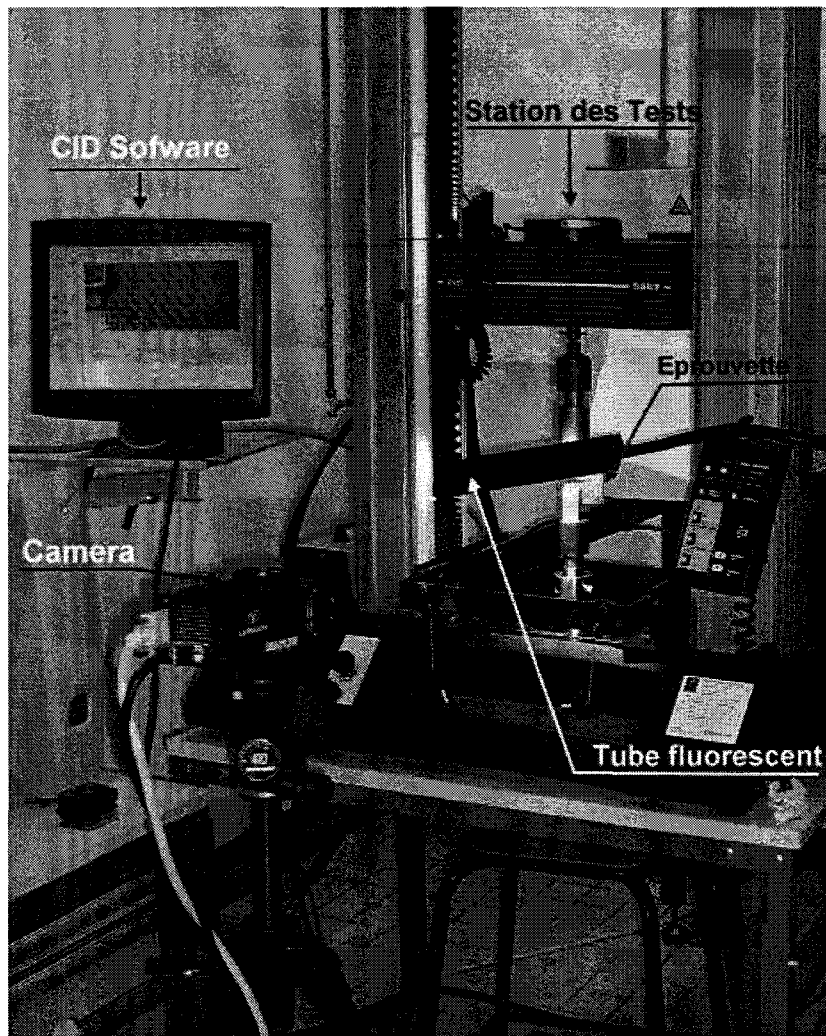
$$C\left(U_i, \frac{\partial U_i}{\partial x_j}\right) = \sum_{\Delta M} (f^*(x^*, y^*) - f(x, y))^2 \quad \text{Où } \Delta M \text{ est la ZOI. Les valeurs recherchées des six}$$

paramètres  $U_i, \frac{\partial U_i}{\partial x_j}$  sont celles qui minimisent  $C\left(U_i, \frac{\partial U_i}{\partial x_j}\right)$ .

Il est à noter que la méthode de corrélation d'images est basée sur une théorie linéarisée et par conséquent les résultats peuvent diverger dans le cas des grandes déformations et quand les effets de rotation sont significatifs. Néanmoins, les résultats restent corrects jusqu'à 20% des déformations [JORG2001].

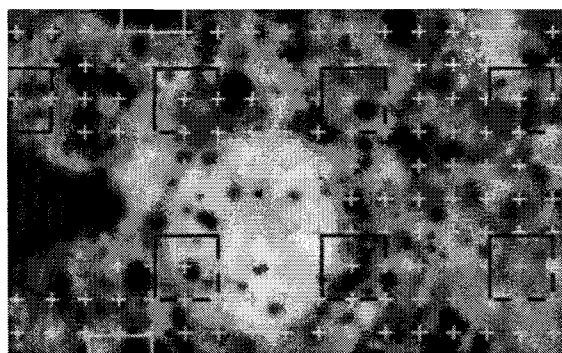
### c) Dispositif expérimental

La figure III.6 représente une photo illustrant le dispositif de corrélation d'images digitales qui est utilisé pour nos essais de rupture. Il est constitué d'une caméra reliée à un ordinateur équipé d'un logiciel de traitement d'images.



**Figure III.6.** Dispositif expérimental d'essai de rupture avec le système de CID

Pour effectuer les mesures des champs de déplacements, la caméra est focalisée sur la partie centrale de l'éprouvette qui est couramment appelée zone d'intérêt ou encore ZOI (Zone Of Interest) (zone rectangulaire) comme l'indique la figure III.7. Cette zone est centrée par rapport au fond d'entaille mécanique de l'éprouvette SENT.



**Figure.III.7 :** Une partie de la zone d'intérêt

Le traitement des images, obtenues à différents stades de chargement, donne des fichiers permettant de déterminer les déformations longitudinales et transverses en tous points de mesure de la ZOI.

## **III.2. Résultats expérimentaux et discussions**

Dans cette partie, nous présentons l'ensemble des résultats expérimentaux des essais de la rupture effectués sur des éprouvettes SENT, dans le cas des différentes configurations des matériaux.

Les courbes « charge-déplacement » du PA66 chargé en fibres de verre courtes sont analysées. Nous développons ensuite la chronologie et les mécanismes d'endommagement en nous basant sur les séquences mesurées par la technique de corrélation d'images digitales (CDI). Cette analyse est complétée par un suivi de l'endommagement par la technique d'émission acoustique (EA).

Deux approches de la mécanique de la rupture sont appliquées pour caractériser la ténacité des matériaux étudiés :

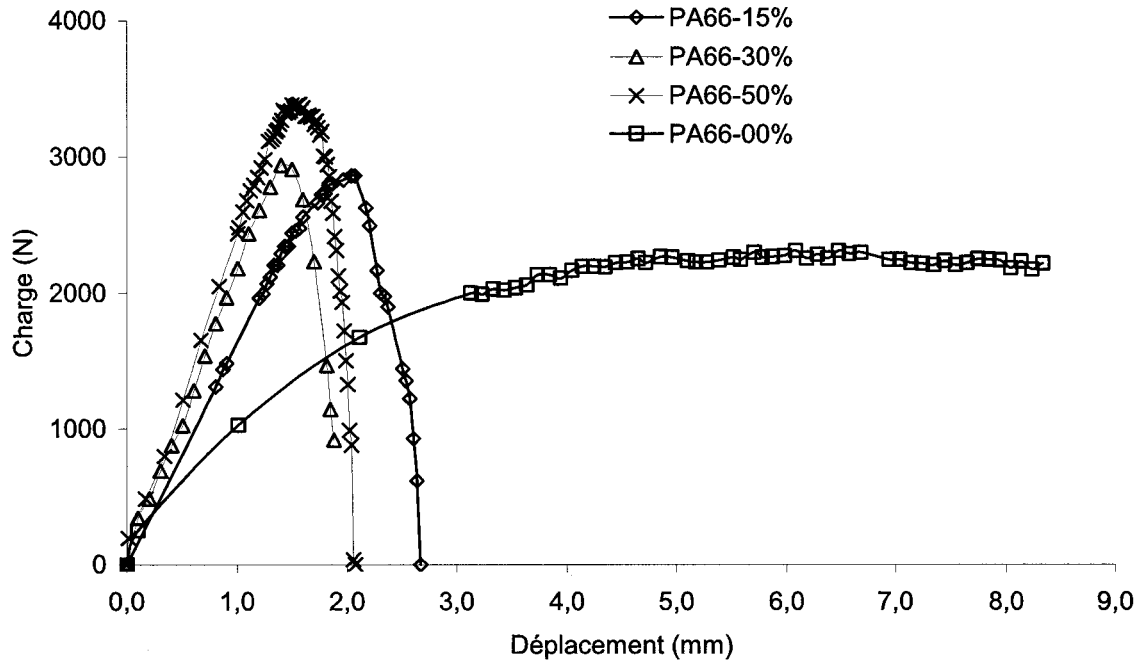
- déchirure ductile du PA66 non chargé, du fait de son caractère ductile mis en évidence par son comportement élasto-plastique,
- rupture fragile des PA66 chargés en fibres de verre courtes, du fait de leur comportement fragile.

Nous avons aussi analysé les champs des déformations ainsi que les étendues des zones plastiques au voisinage du fond de la fissure à l'aide des séquences de CID.

Enfin, l'analyse micrographique des faciès de rupture a été réalisée à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB).

### **III.2.1. Force-déplacement**

La figure 6 donne l'évolution de la charge (N) en fonction du déplacement (mm) pour les quatre configurations du matériau étudiées.



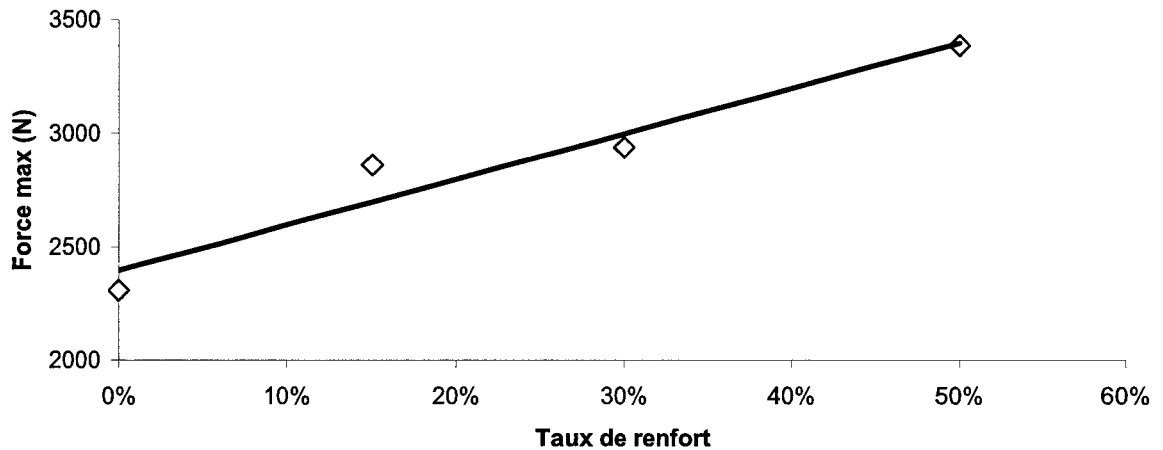
**Figure III.8.** Courbes charge-déplacement des quatre matériaux étudiés

Cette figure montre deux types de comportements :

- le PA66-0% présente un comportement ductile caractérisé par un palier de déformation plastique important avant le point de rupture finale de l'éprouvette. Cette caractéristique a été confirmée par la courbe du comportement mécanique « contrainte-déformation » (figure II.6) où la déformation à la rupture est de l'ordre de 25%.

- Quel que soit le taux de charge en fibres de verre courtes, les courbes présentent la même allure en forme de « cloche » avec la présence d'un point singulier correspondant à la force maximale  $F_{max}$ . Cette force maximale augmente avec le taux de charge en fibres de verre (figure 7) ce qui explique le caractère fragile du comportement, ceci confirme les conclusions tirées à partir des courbes «contrainte-déformation» (chapitre II).





*Figure III.9. Évolution de la charge maximale en fonction du taux de charge en fibres de verre*

### III.2.2. Chronologie et mécanismes d'endommagement

Dans cette partie, nous nous intéressons à la compréhension et à la chronologie des mécanismes d'endommagement du polyamide avec et sans renforts en fibres de verre courtes.

Pour y parvenir, nous avons utilisé 2 techniques complémentaires :

- la technique de corrélation d'images digitales (CID) (principe développé ci-dessus)
- la technique d'émission acoustique (principe développé au chapitre II.xx)

#### III.2.2.1. Technique de corrélation d'images digitales (CID)

Nous avons établi une chronologie de la rupture des différents matériaux à partir des courbes «charge-déplacement» et en utilisant les résultats obtenus par la technique de corrélation d'images au voisinage de la pointe de la fissure.

##### a) Cas du PA66 sans renforts

La figure III.10 met en évidence trois phases essentielles du comportement à la rupture du PA66 non chargé :

- Phase 1 : phase élastique non linéaire présentant l'émoussement du fond de la fissure, (portion OA) où le point A correspond au point d'amorçage de la fissure,
- Phase 2 : phase de propagation stable où les déformations plastiques se développent au voisinage de la fissure au fur et à mesure que la fissure avance (portion AB). Cette phase correspond à un processus de rupture ductile du matériau accompagnée de création de micro vides et de

microfissures, illustrée par la morphologie de la fissure, ce qui explique l'existence de quelques irrégularités au niveau de la courbe.

- Phase 3 : phase de propagation instable de la fissure avec baisse de la charge appliquée, l'éprouvette perd sa rigidité.

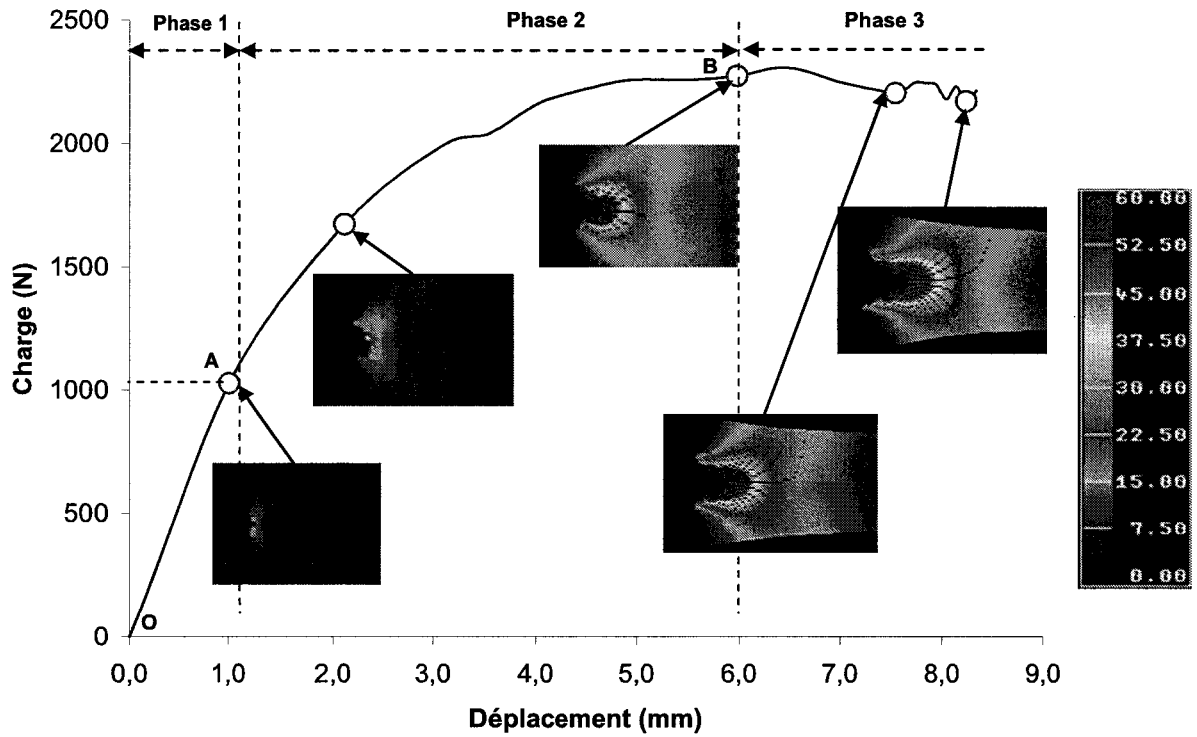
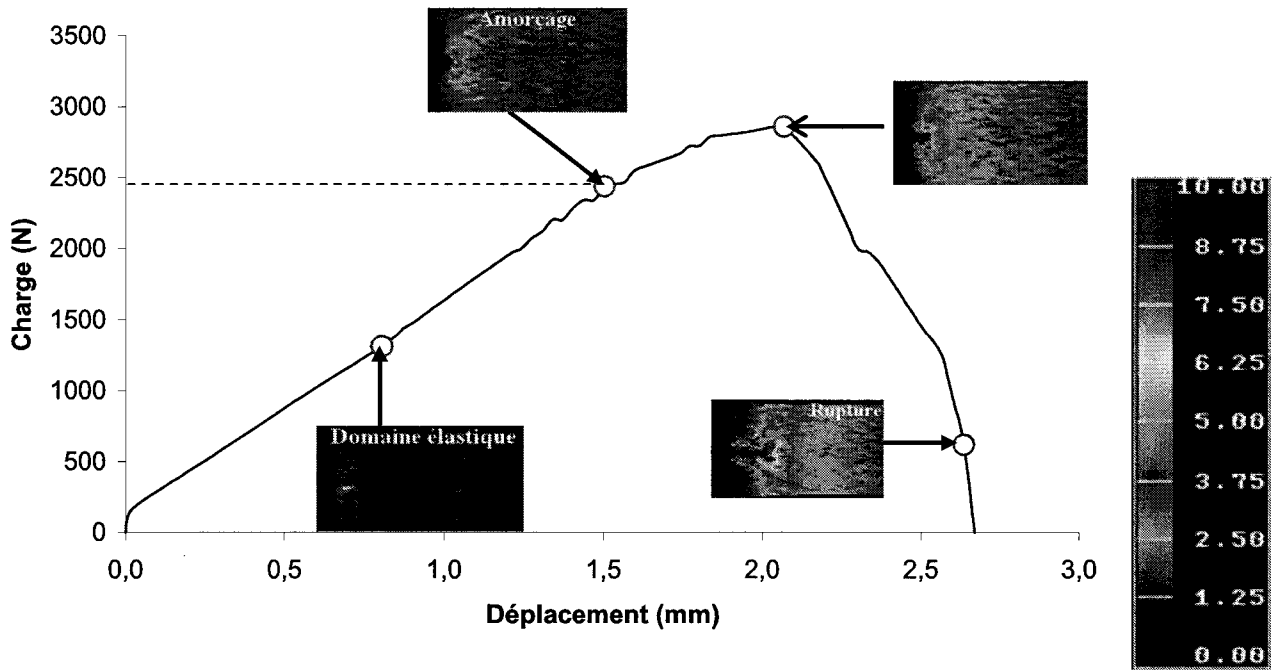


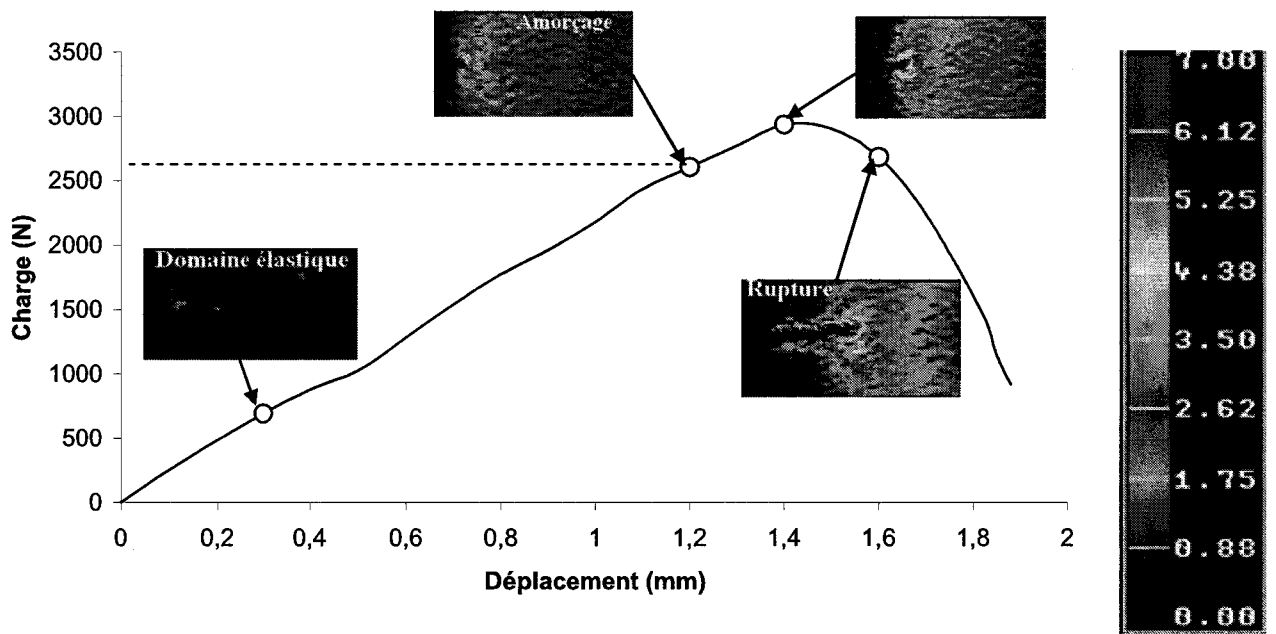
Figure III.10. Chronologie de la rupture du PA66 non chargé

#### b. Cas du PA66 chargé en fibres de verre

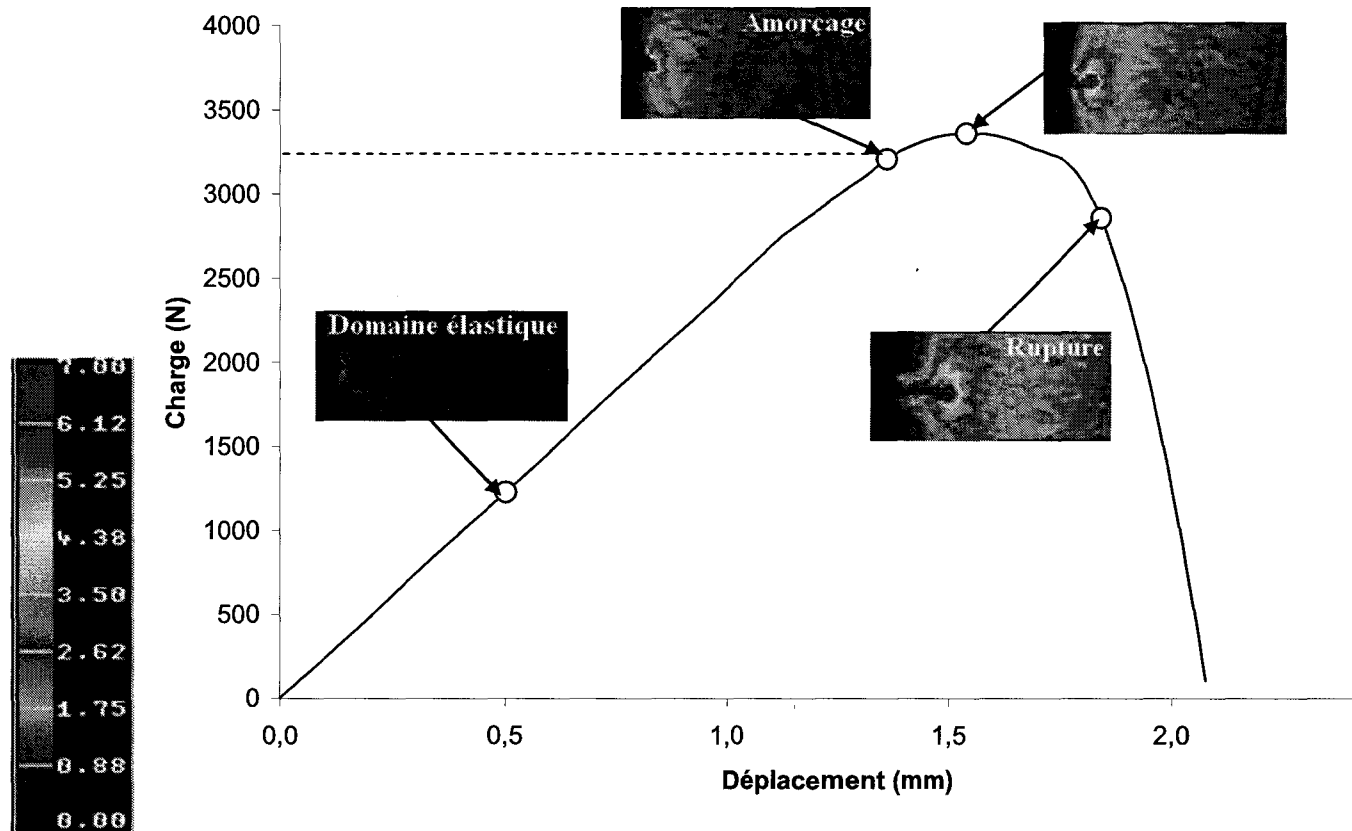
Le renfort en fibres de verre tend à augmenter la résistance à la rupture des composites avec une chronologie de rupture similaire, quel que soit le taux appliqué, comme le montre les 3 courbes de la figure III.11 pour les taux de renforts de 15, 30 et 50%.



(a) PA66-15%



(b) PA66-30%



c) PA66-50%

Figure III. 11. Chronologie de la rupture, (a) PA66-15%, (b) PA66-30%,  
(c) PA66-50%,

Le suivi par la technique CID a permis de mettre en évidence 3 phases principales d'endommagement dans le cas du polyamide chargé en fibres de verre :

- Phase 1 : phase élastique linéaire où le fond de fissure s'émousse légèrement par rapport à un polyamide non chargé (voir figure III.10) ce qui s'explique par le rôle des fibres qui tendent à rigidifier la structure du matériau composite. La fin de cette phase est matérialisée le point d'amorçage de la fissure.

- Phase 2 : phase de propagation stable où la charge augmente d'une façon non linéaire jusqu'à atteindre sa valeur maximale  $F_{max}$ . La zone plastique se développe d'une façon restreinte contrairement aux observations faites en l'absence de renforts. Ceci montre que le rôle important des fibres de verre à partir du taux de 15% qui tendent à contenir

la plastification du fond de la fissure du fait du caractère fragile des fibres de verre.

- Phase 3 : phase de propagation instable accompagnée par une chute de la charge jusqu'à la ruine finale de l'éprouvette.

### **III.2.2.2. Technique d'émission acoustique**

Nous avons utilisé la technique d'émission acoustique pour compléter la compréhension des mécanismes d'endommagement, en particulier dans le cas des polyamides renforcés en fibres de verre courtes.

En effet, les émissions acoustiques enregistrées lors des essais de rupture révèlent sur les courbes (Figure III.12) plusieurs informations intéressantes sur le comportement mécanique du matériau, à savoir :

- Le seuil d'endommagement correspondant à l'amorçage de fissure au sein du matériau est obtenu à une charge d'environ 2600 N. Les émissions acoustiques détectées avant cette charge correspondent à des micros endommagements locaux non significatifs ne remettant pas en cause l'intégrité de la structure du composite. L'émission acoustique montre qu'au delà de la valeur de 2600 N pour que le seuil soit intrinsèque au matériau, le risque d'amorçage de fissure macroscopique est relativement important.

- Lors des applications des charges sur la structure, l'émission acoustique du matériau présente un comportement évolutif avec une présence d'endommagement de plus en plus important. Cela jusqu'au seuil de 2940 N où il apparaît une propagation instable de la fissure menant directement à la ruine totale de la structure.

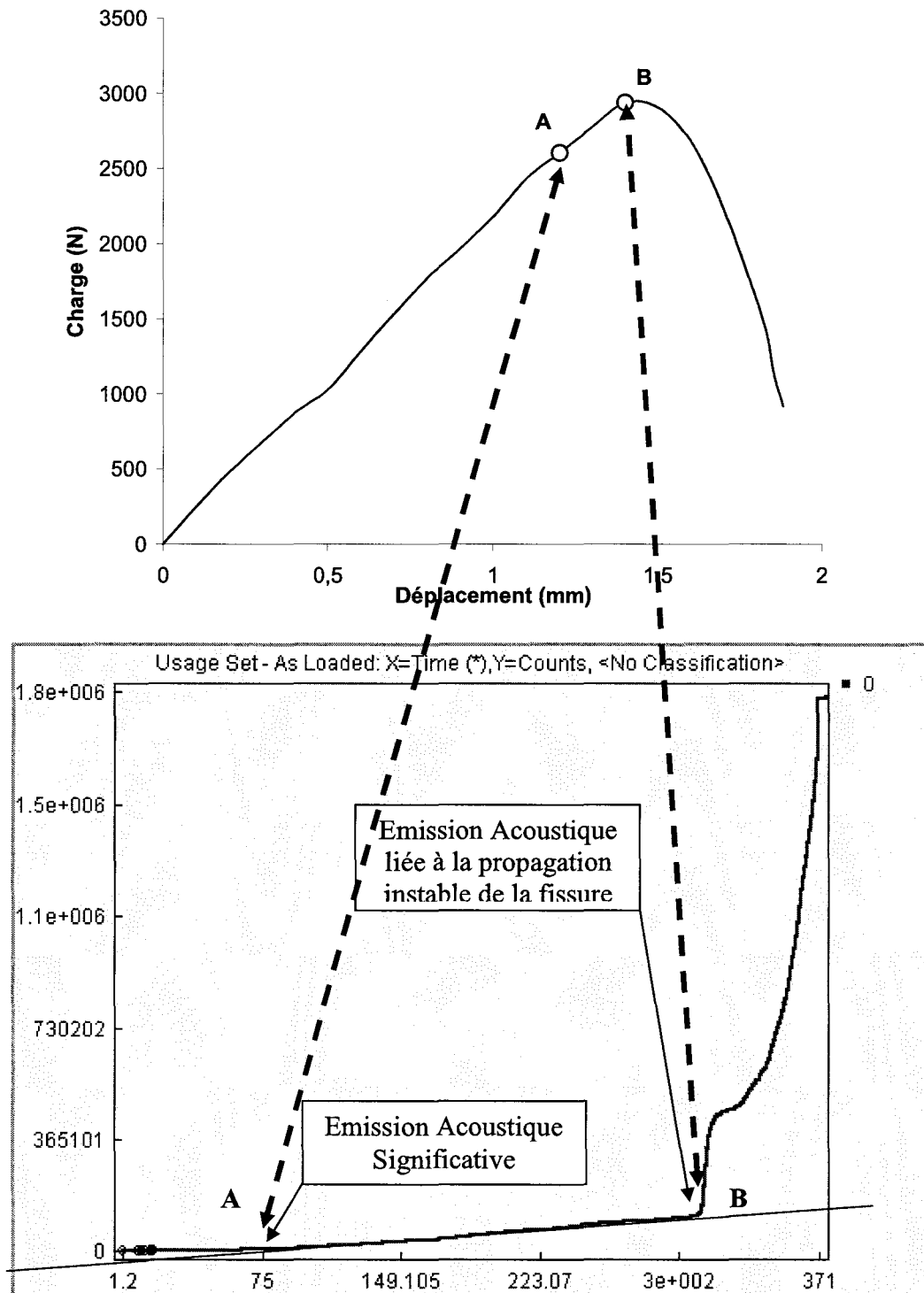
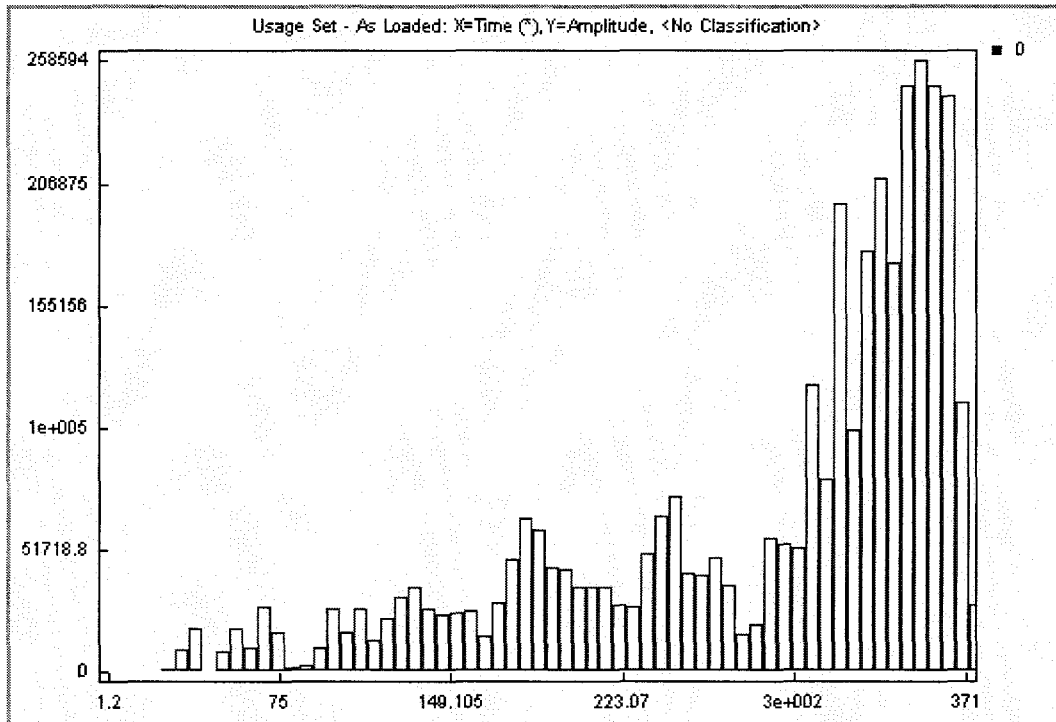
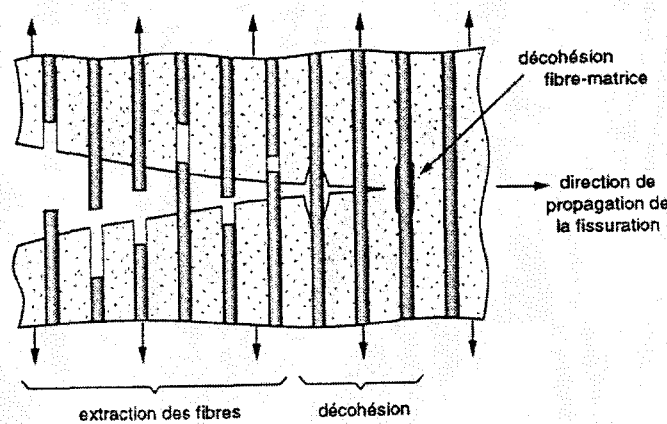


Figure III.12 Résultats de l'émission acoustique pour le PA66-30% : Nombre de coups en fonction du temps



**Figure III.13** Résultats de l'émission acoustique pour le PA66-30% : Amplitude d'EA en fonction du temps

La courbe III.13 confirme l'évolution des modes d'endommagement à travers l'obtention d'amplitudes d'émission acoustique plus importante indiquant l'apparition de phénomènes de ruptures d'interfaces et de déchaussements de fibres lors des propagations instables des fissures macroscopiques et ce à partir de 2900 N.



**Figure III.14** Schéma des mécanismes de rupture d'interface et de déchaussement de fibres

La figure III.15 présente l'attribution des phénomènes d'endommagements en fonctions des amplitudes d'émission acoustique :

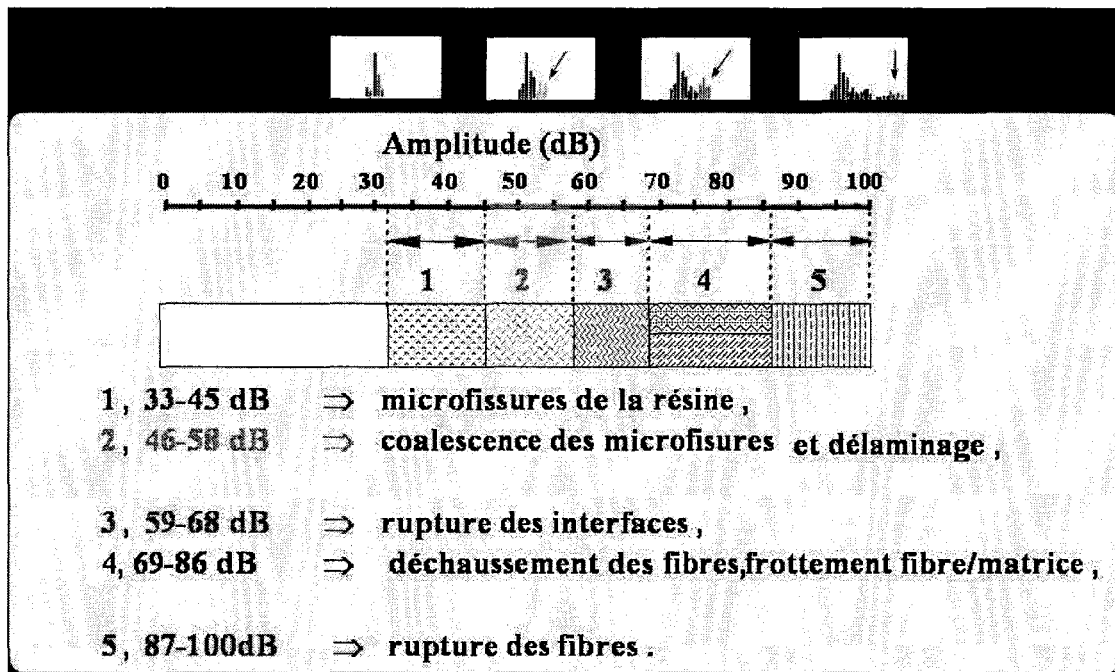


Figure III.15 Corrélation entre amplitude d'EA et mécanismes d'endommagement [BARR1994]

Ces différents mécanismes d'endommagement sont illustrés par les micrographies des figures III.16, III.17 et III.18.



Figure III.16 Fissuration de la matrice dans le PA66-15%



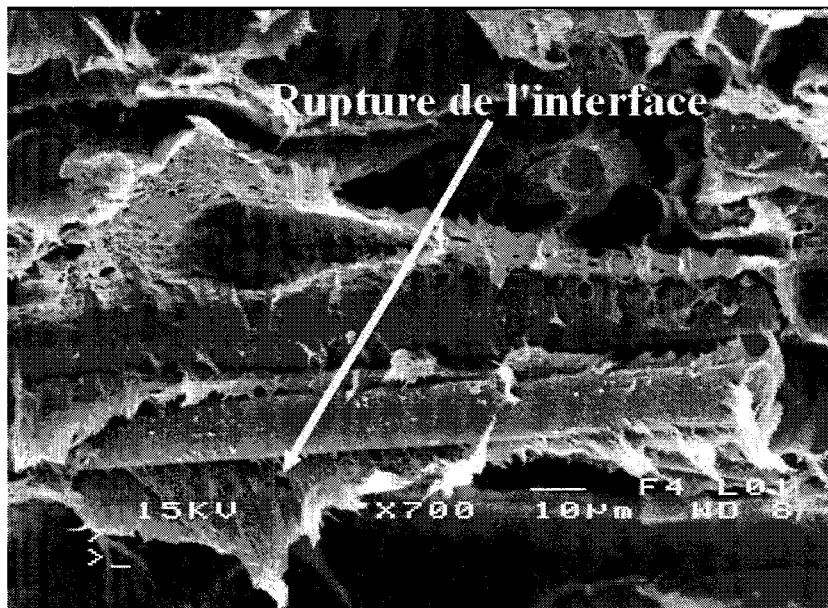


Figure III.17 Rupture de l'interface dans le PA66-50%

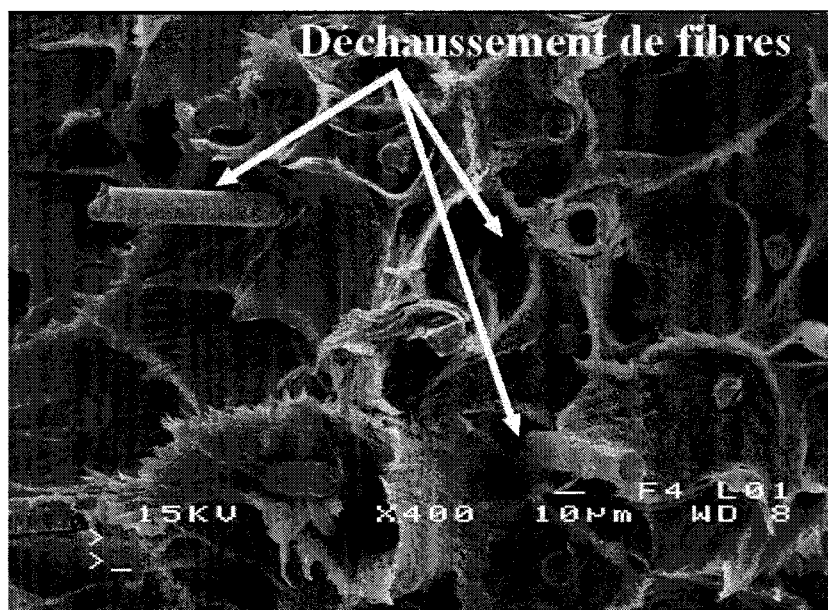


Figure III.18 Déchaussement des fibres dans le PA66-15%

### III.2.3. Déchirure ductile du PA66 non chargé (PA66-0%)

Les résultats des essais de rupture montrent que le polyamide sans renforts (PA66-0%) présente un comportement ductile caractérisé par l'existence d'une large phase de déformation plastique avant la rupture finale ce qui justifie le choix de caractériser sa ténacité en utilisant la mécanique élastoplastique de la rupture. Le paramètre énergétique J (intégrale J

de Rice), le CTOD (Crack Tip Opening Displacement) et le COA (Crack Opening Angle) sont déterminés en vue de décrire la déchirure ductile de ce matériau.

### III.2.3.1. Paramètre énergétique J

La détermination de la courbe de résistance à la rupture J-R dans le cas des matériaux plastiques se fait selon les recommandations de la norme ASTM D6068-96 [ASTM2002]. Le paramètre énergétique J est déterminé à partir de l'aire sous la courbe «charge-déplacement» (Fig.III.19).

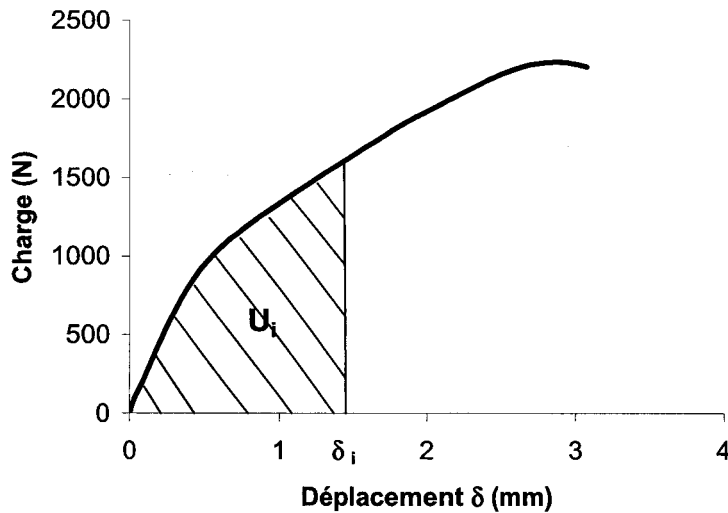


Figure III.19. Courbe charge-déplacement du PA66 non chargé

À chaque instant  $t_i$ , on considère le déplacement  $\delta_i$  correspondant à une énergie  $U_i$  nécessaire pour faire avancer la fissure d'une longueur  $\Delta a_i (=a_i - a_0)$ . Le paramètre J est calculé, à différents stades, selon la formule :

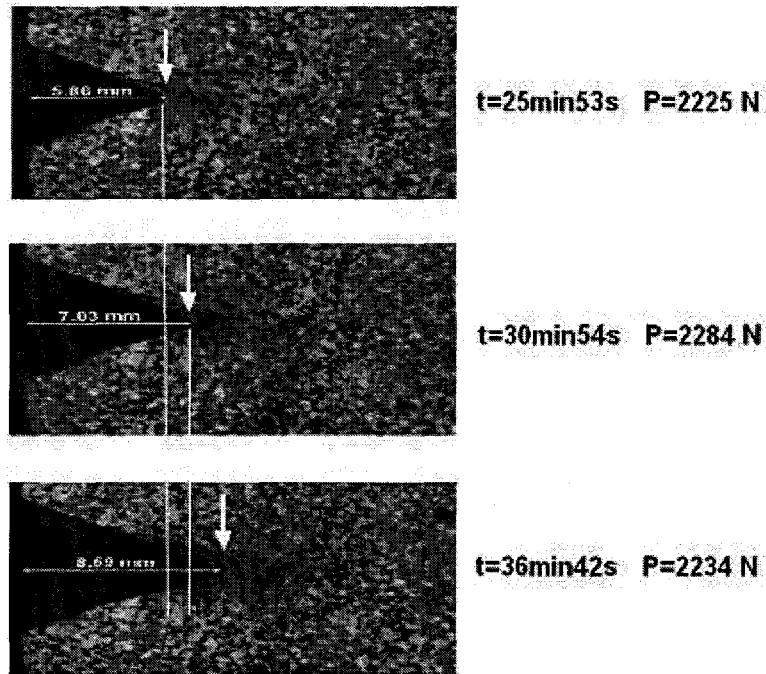
$$J_i = \eta \frac{U_i}{B(W - a_i)} \quad (\text{III.1})$$

où  $U_i = \int_0^{\delta_i} P(\delta) d\delta$  et  $\eta$  est un facteur de proportionnalité dépendant du type d'éprouvette :

$$\eta = \sqrt{1 + \left(\frac{a}{w-a}\right)^2} - \frac{a}{w-a} \quad (\text{III.2})$$

dans le cas d'une éprouvette SENT avec  $a$  et  $w$  qui sont respectivement la longueur de la fissure et la largeur de l'éprouvette. L'avancée de la fissure  $\Delta a$  est mesurée à partir des images numérisées prises à l'aide du système de corrélation d'images digitales (CID). La

figure III.20 montre une séquence de 3 images permettant d'en déduire les valeurs de l'avancée de la fissure correspondant à différents stades de chargement.



**Figure III.20** Séquence d'images illustrant l'avancement de la fissure dans du PA66-0%

La figure III.21 donne la courbe de résistance représentant l'évolution du paramètre énergétique  $J$  en fonction de l'avancée de la fissure  $\Delta a$  (mm). La zone d'émoussement du fond de la fissure est délimitée par la droite d'émoussement dont la pente est  $2\sigma_y$  et passant par  $\Delta a=0.2\text{mm}$ .

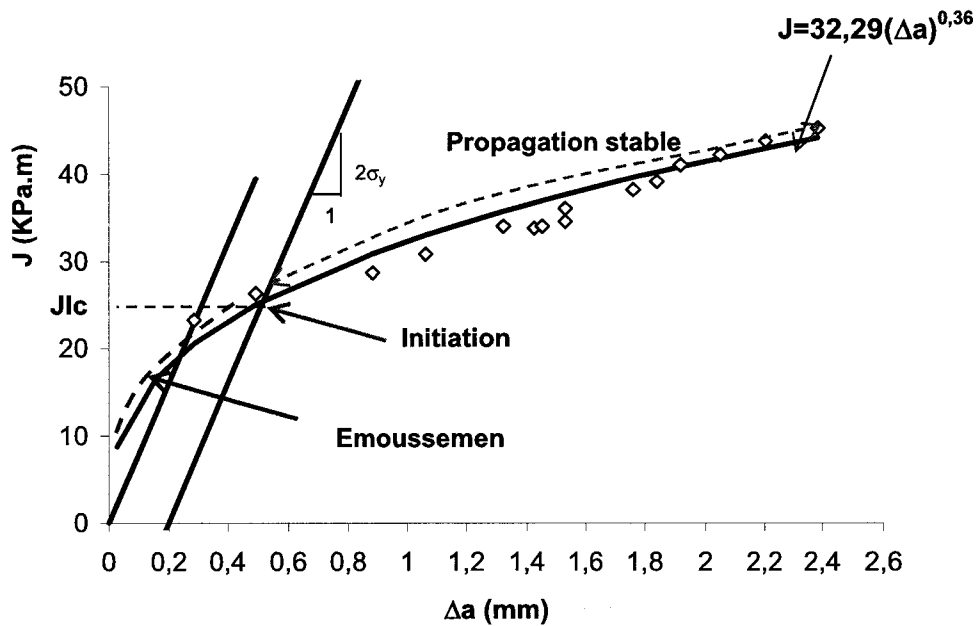


Figure III.21 : Courbe J- $\Delta a$  du PA66 non chargé

La déchirure stable peut être décrite selon une fonction puissance qui s'écrit sous la forme suivante :

$$J = 32,29 \cdot (\Delta a)^{0,36} \quad (\text{III.3})$$

L'intersection de la droite d'émoussement avec la courbe J-R donne la valeur critique de  $J$  qui est égale à :  $J_{Ic} = 26$  KPa.m.

### III.2.3.2. L'écartement au fond de fissure CTOD

La définition du CTOD est celle proposée par Rice, illustrée sur la figure III.22, et qui considère le déplacement à l'intersection des deux côtés d'un angle droit centré au fond émoussé de la fissure. Pour les matériaux ductiles, l'écartement au fond de fissure (CTOD) constitue un paramètre qui peut caractériser la ténacité. Ce paramètre fait l'objet d'une norme spécifique et peut être corrélé au paramètre énergétique  $J$ .

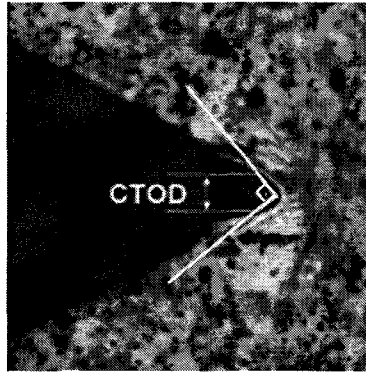


Figure III.22 : Méthode de mesure du CTOD

A partir des enregistrements des séquences prises par la technique de CID durant les essais de rupture, les images agrandies des éprouvettes, à différents stades du chargement, ont permis une évaluation aisée du CTOD. La figure III.23 donne une illustration de séquences montrant l'évolution du CTOD au cours de l'avancée de la fissure.

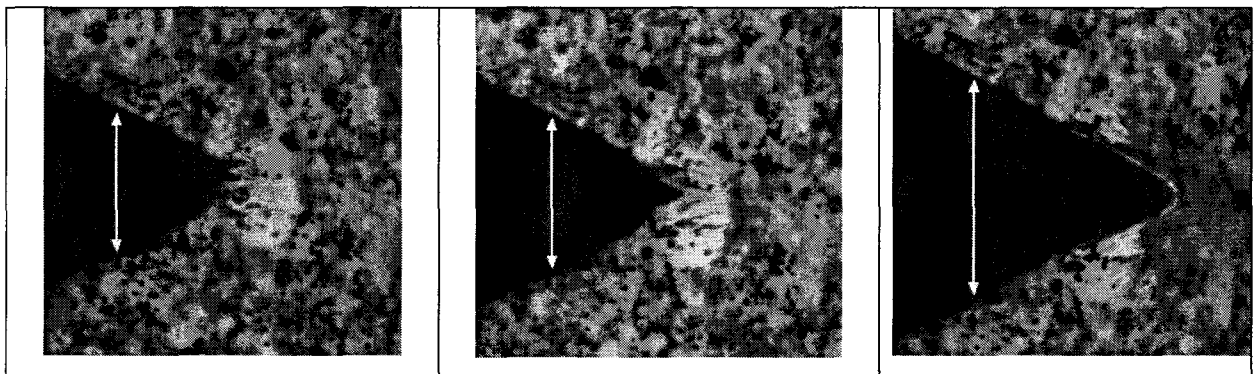


Figure III.23 : Évolution du CTOD au cours de chargement

La figure III.24 présente l'évolution du CTOD (mm) en fonction de l'avancée de la fissure  $\Delta a$  (mm). Connaissant le point d'amorçage de la fissure à partir des données de la technique CID, nous pouvons déduire la valeur critique du CTOD :  $\delta_c = 2.3$  mm.

Cette courbe met en évidence la phase de propagation stable de la fissure, qui se présente d'une façon similaire que celle observée pour la courbe J-R. L'évolution de  $\delta$  en fonction de  $\Delta a$  peut être décrite par une fonction puissance :  $\delta = 3 \Delta a^{0.52}$ .

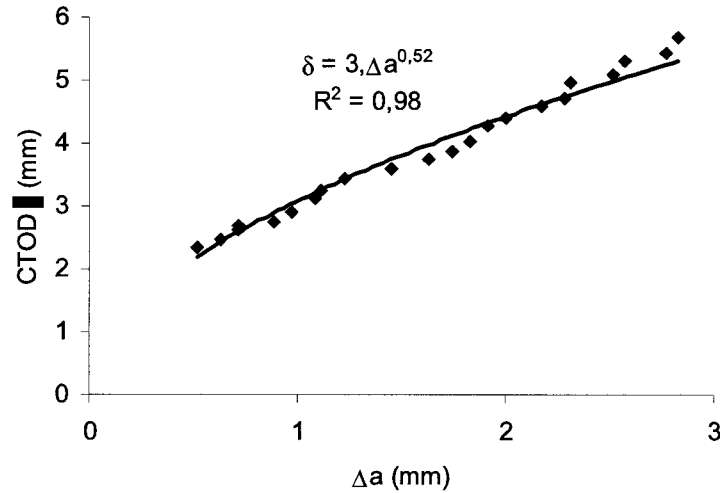


Figure III.24 . Evolution de  $\delta$  en fonction de  $\Delta a$  (cas PA66-0%)

### III.2.3.3. Relation $J$ - $CTOD$

Il est bien établi dans plusieurs travaux relatifs à la déchirure ductile l'existence d'une relation entre le paramètre énergétique  $J$  et l'ouverture du fond de fissure  $\delta$ , qui s'écrit sous la forme suivante :

$$J = m \sigma_y \delta \quad (III.4)$$

où  $m$  est une constante et  $\sigma_y$  est la limite élastique du matériau.

Dans le cas du PA66-0%, nous avons vérifié l'évolution des valeurs expérimentales de  $J$  en fonction de  $\delta$ , qui est illustrée par la figure III.25. Les résultats expérimentaux montrent qu'une relation linéaire entre  $J$  et  $\delta$  peut être admise avec un coefficient de corrélation satisfaisant :  $J=11.7\delta$

$$(III.5)$$

pour notre matériau  $m \approx 0,2$ .

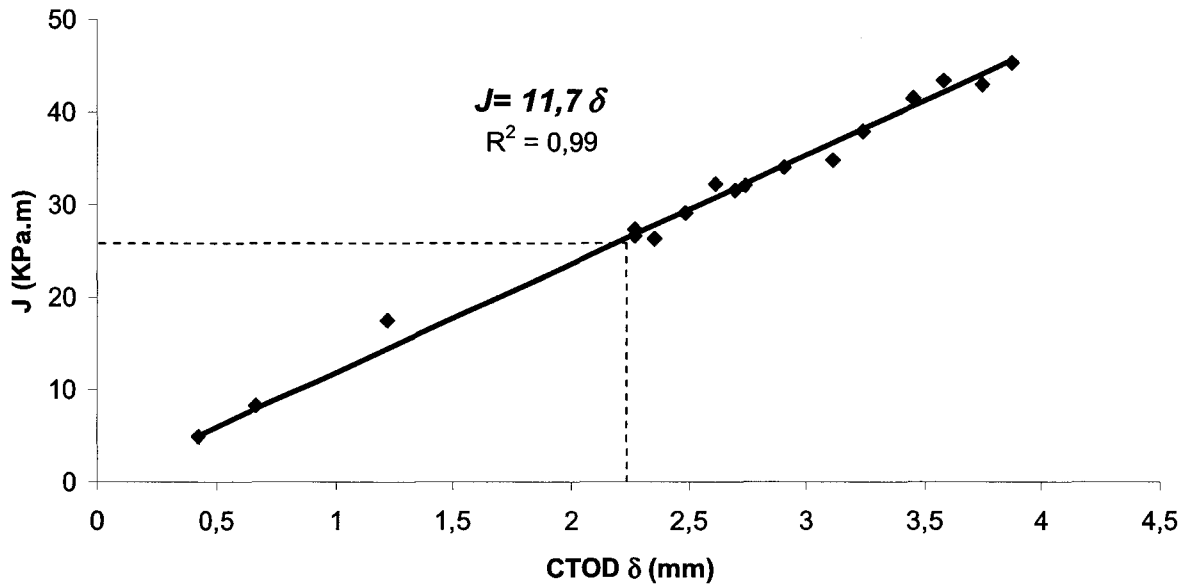


Figure III.25 Relation entre  $J$  et le CTOD

Il existe par ailleurs une autre relation de linéarité entre  $J$  et  $\delta$  faisant intervenir le module d'élasticité et la limite élastique du matériau :

$$J = \frac{8\sigma_y^2}{\pi E} \delta. \quad (\text{III.6})$$

Le coefficient de proportionnalité  $\frac{8\sigma_y^2}{\pi E} = 10,4$  est comparable à celui déterminé expérimentalement, dans le cas du PA66 non chargé utilisé dans cette étude, et qui est égal à 11,7.

Le paramètre EWF (Essential Work of Fracture) caractérisant aussi la ténacité des matériaux présentant un comportement ductile a été déterminé et comparé à  $J_{Ic}$ . Cette partie se trouve en annexe A.

#### III.2.3.4. L'angle au fond de fissure COA

Le traitement des images a permis également de mesurer l'angle d'ouverture de l'entaille (COA) en fonction du temps et de la charge appliquée.

La figure III.26 illustre cette ouverture de l'entaille au cours du chargement. On y remarque également l'émoussement du fond :

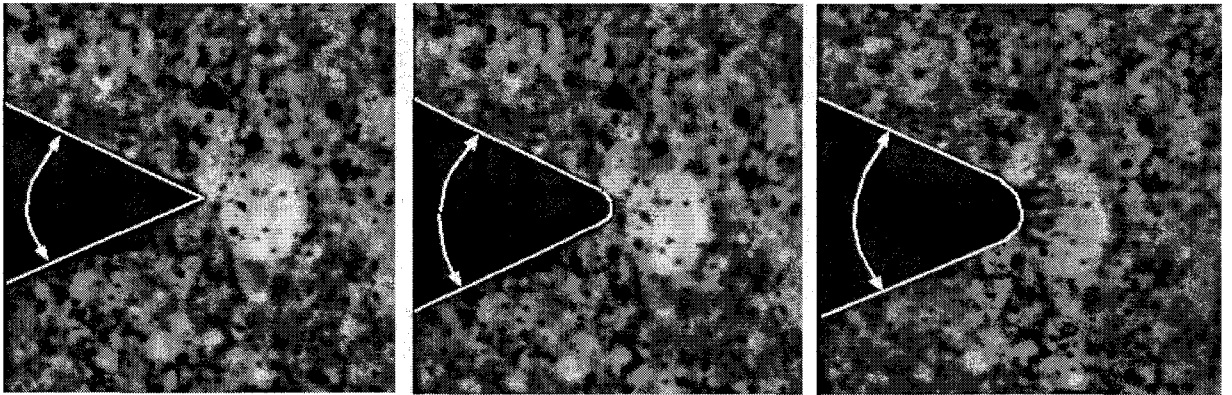


Figure III.26 : Évolution du COA

Une représentation de l'évolution du COA en fonction de la charge appliquée est donnée dans la figure III.27 :

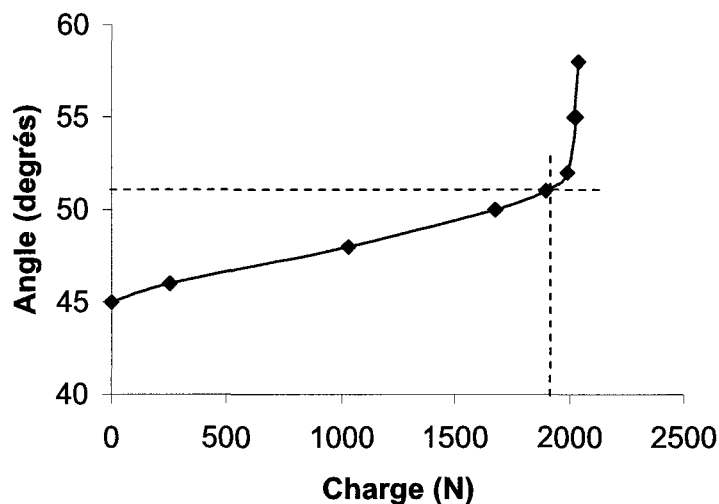


Figure III.27 Évolution de l'angle d'ouverture en fonction de la charge

La figure III.27 montre une légère augmentation du COA en début de chargement jusqu'à une valeur critique de la charge,  $P_c=1900\text{N}$ , correspondant une valeur du COA voisine de  $51^\circ$  à partir de laquelle la croissance du COA est forte et brutale. Nous en déduisons une valeur critique du COA,  $\theta_c$ , qui marque la fin de l'émoussement et qui correspond à l'initiation de la fissure qui sera suivie d'une propagation stable.

En effet, la figure III.28, qui illustre l'évolution de  $J_I$  en fonction du COA, montre bien que  $J_{Ic}$  est atteint pour une valeur du COA proche de  $51^\circ$ . Au-delà de ce point, l'énergie dépensée



pour faire avancer la fissure se stabilise comme cela a été observé sur la courbe de résistance J-R de la figure 9

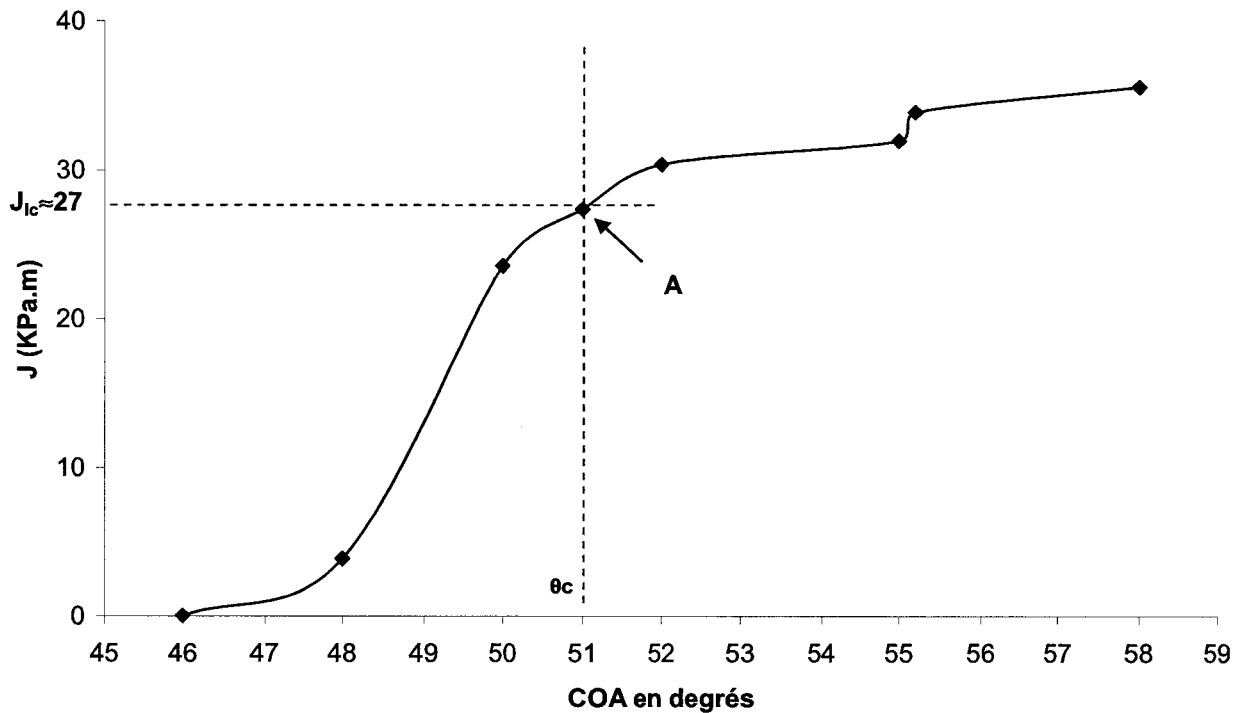


Figure III.28 Évolution de J en fonction du COA

Il ressort de cette partie de l'étude que la caractérisation de la déchirure ductile du PA66-0% peut être évaluée par :

- le paramètre énergétique J, calculé à partir de l'aire sous la courbe « charge-déplacement »
- des paramètres géométriques : CTOD et COA, qui sont directement mesurés à l'aide du dispositif de corrélation d'images digitales.

Ces paramètres peuvent être nécessaires pour la validation des calculs numériques.

Quant aux matériaux chargés en fibres de verre courtes, ils présentent un comportement fragile et nécessitent le recours à la mécanique élastique linéaire de la rupture.

### III.2.3.5 Analyse des champs de déformation au fond de la fissure

La technique de corrélation d'images numériques a permis la détermination de la distribution des déformations locales.

La figure III.29 montre bien qu'à un chargement donné, les déformations sont importantes au voisinage de la pointe de la fissure. Plus les valeurs de  $y$  sont grandes, c'est-à-dire plus on s'éloigne de la ligne de fissure, plus les déformations sont petites. Il en est de même quand on s'éloigne de la pointe de la fissure sur une même ligne parallèle à la ligne de la fissure, pour des valeurs de  $x$  de plus en plus grandes.

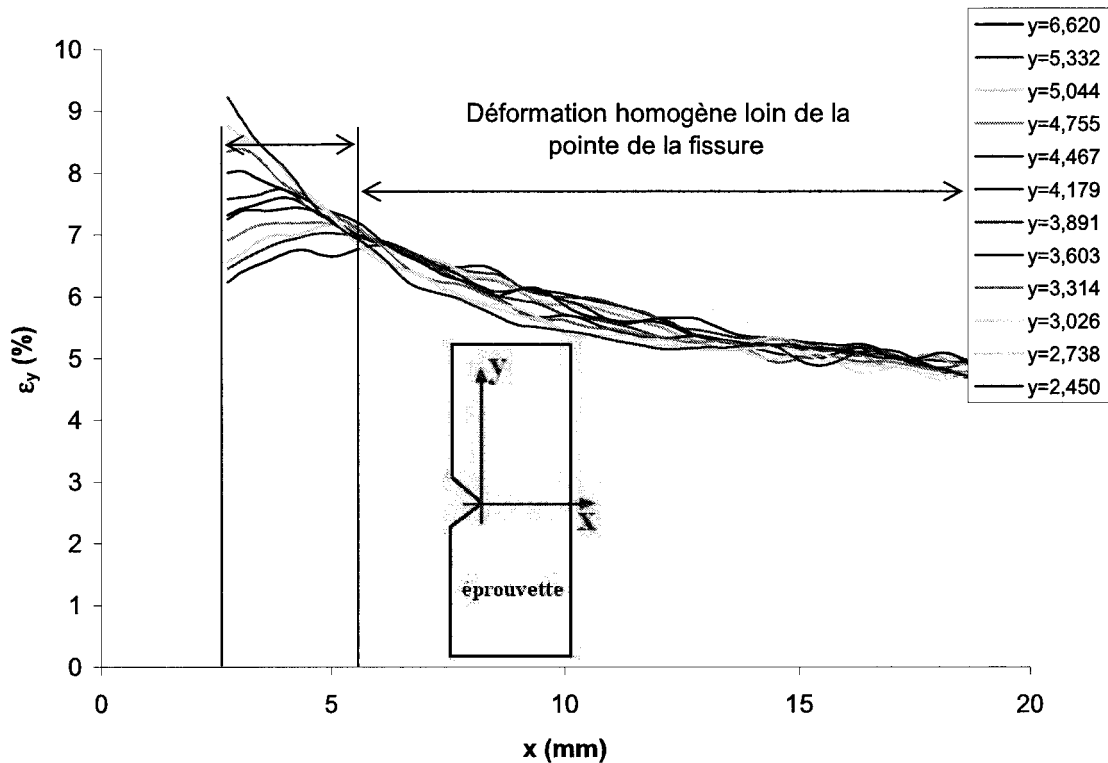
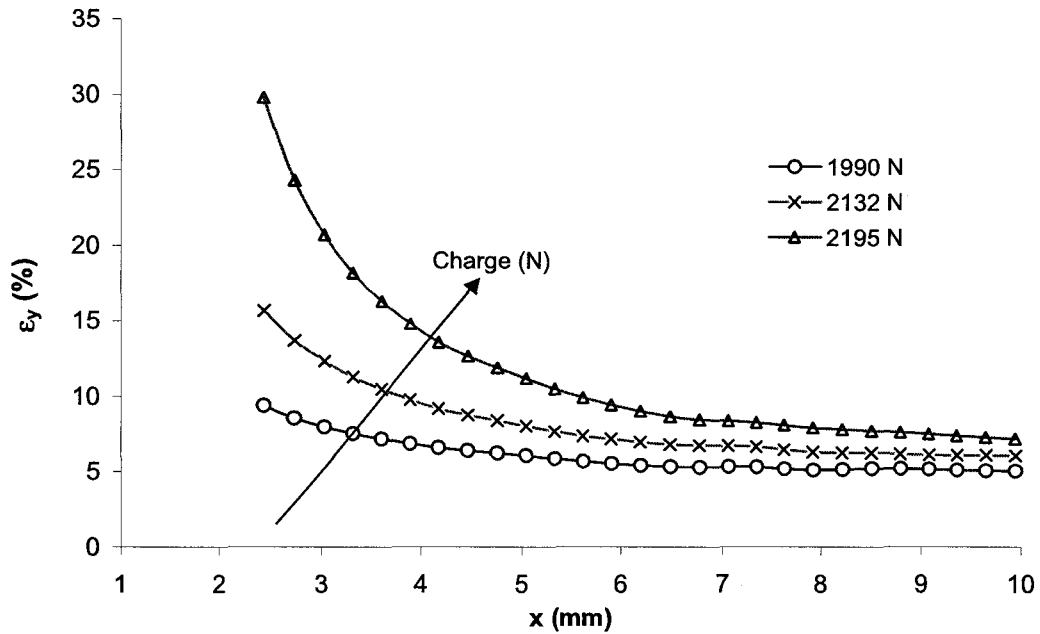


Fig.III.29 Distribution des déformations en fonction de  $x$  et  $y$  dans le PA66-0%

Nous constatons que, dans cet état de chargement et à plus de 10 mm du fond de la fissure, les déformations sont plutôt homogènes et comprises entre 5 et 6%. Cela correspond à un niveau de contrainte voisin de la limite d'élasticité  $\sigma_y$  du polyamide 6,6 non chargé :  $\sigma_y = E\epsilon_0$ , où  $\epsilon_0$  est la déformation correspondant à la limite élastique. En effet, le voisinage de la ligne de la fissure entame le stade de la plastification à ce niveau de chargement.

L'évolution des déformations sur la ligne de la fissure en fonction de la charge est illustrée par la figure III.30. Nous constatons une grande sensibilité à la charge appliquée au voisinage de la pointe de la fissure. Les déformations peuvent y atteindre des valeurs de l'ordre de 80%.



**Fig.III.30** Évolution des déformations en fonction de la charge le long de la ligne de fissure

Ce phénomène n'est autre que la concentration de contraintes en pointe de fissure traduite en termes de déformations. Loin de la singularité, les déformations se stabilisent entre 5 et 6% indiquant une certaine homogénéité dans le matériau.

### III.2.4. Rupture fragile du PA66 chargé en fibres de verre courtes

#### III.2.4.1 Étude de la ténacité

Nous avons étudié dans cette partie la sensibilité de la ténacité du PA66 chargé en fibres de verre courtes à la température et au taux de renfort. Ces matériaux ont un comportement fragile et il convient donc de caractériser leur ténacité par le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{Ic}$ . La figure III.31 met bien en évidence le caractère de rupture fragile du PA66 chargé en fibres de verre.

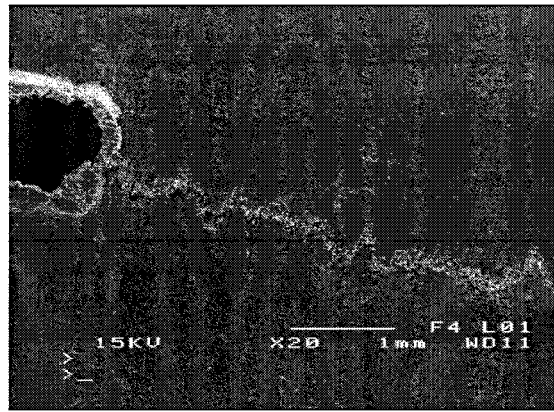


Figure III.31 Rupture fragile du PA66-50%

La courbe III.32 montre clairement que cette ténacité baisse avec la température quel que soit le taux de charge. Nous constatons un adoucissement de cette baisse à partir de 50°C, marquée par un changement de pente. Ce changement de comportement est observé au voisinage de la température de transition vitreuse,  $T_g$ , du PA66.

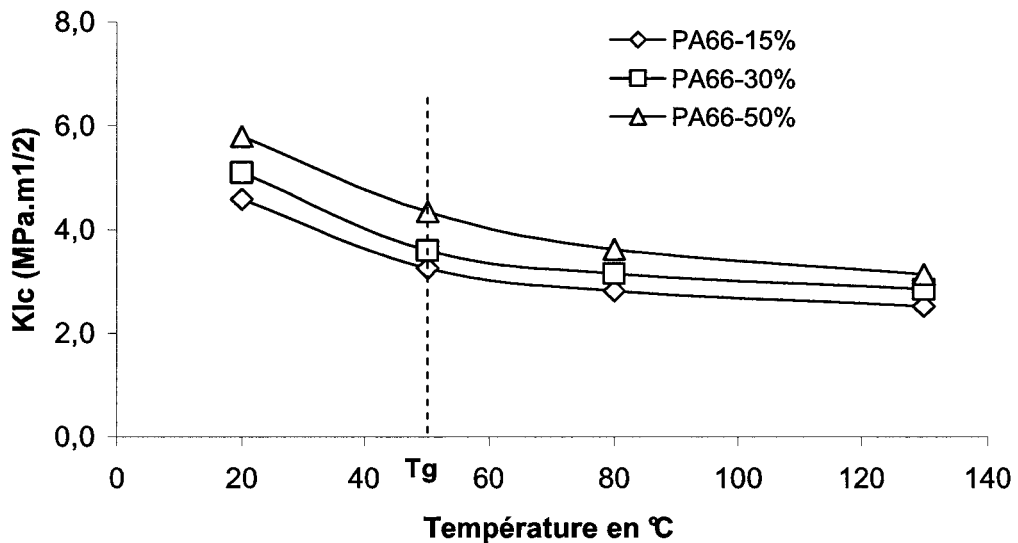
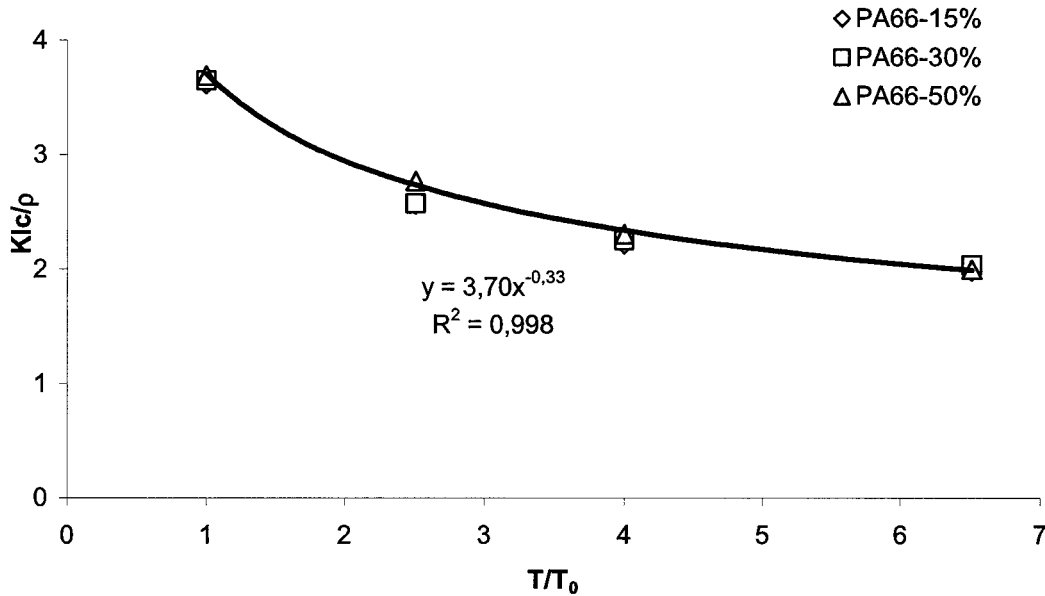


Figure III.32 Évolution de la ténacité  $K_{Ic}$  en fonction de la température pour les différents matériaux

Nous avons représenté l'évolution de la ténacité rapportée à la densité  $\frac{K_{Ic}}{\rho}$  en fonction de la température relative  $\frac{T}{T_0}$  où  $T_0$  est une température de référence ( $T_0=20^\circ\text{C}$  dans notre cas)

(Fig III.33)



**Figure III.33** Évolution de la ténacité rapportée à la densité en fonction de la température relative

Cette représentation permet de dégager une courbe maîtresse décrivant l'influence de la température sur la ténacité en prenant en compte le taux de renfort. L'équation de cette courbe maîtresse peut s'écrire sous la forme d'une fonction puissance :

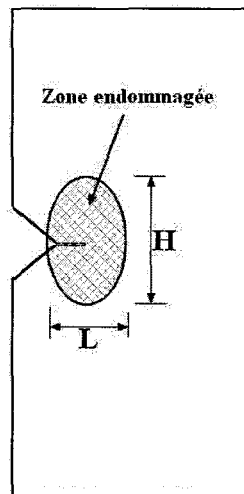
$$\frac{K_{Ic}}{\rho} = \frac{C}{\sqrt[3]{\frac{T}{T_0}}} = C \cdot \left(\frac{T}{T_0}\right)^{-\frac{1}{3}}$$

(III.8)

où  $C$  est une constante du matériau. Pour le PA66 renforcé par des fibres de verre, nous avons trouvé  $C=3,7$ .

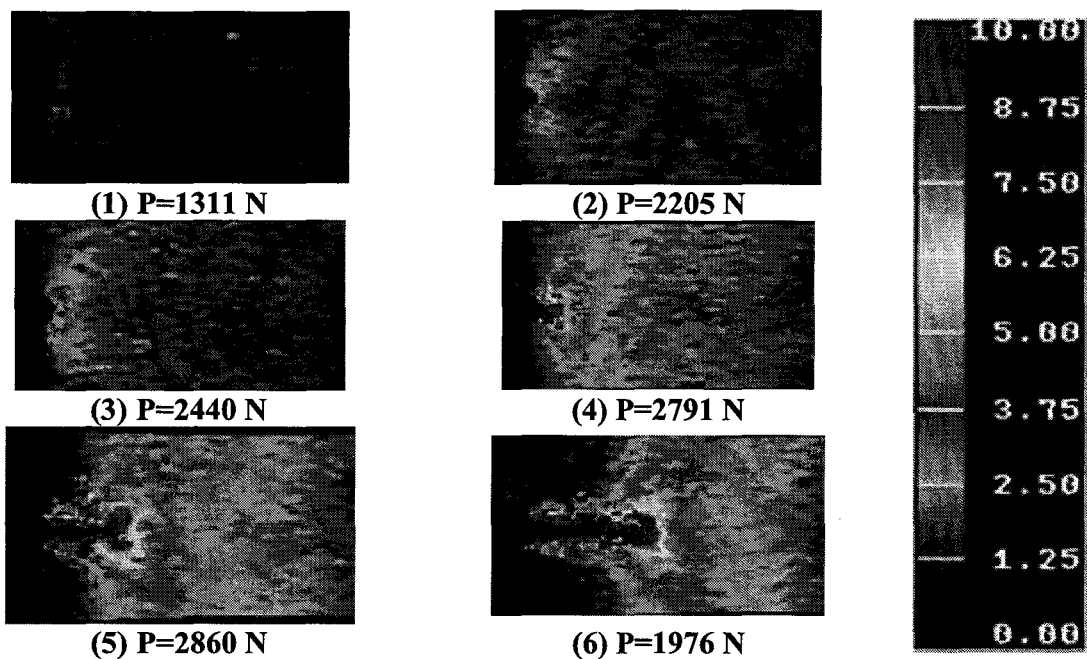
#### III.2.4.2. Analyse des champs des déformations au voisinage du fond de la fissure

Nous avons également effectué un suivi, par la technique de CID, de l'évolution de la taille des zones endommagées au voisinage de la fissure (Fig. III.34).



**Figure III.34** Paramétrage de la zone endommagée au voisinage de la pointe de la fissure

À chaque point de la courbe charge-déplacement, correspond une distribution des déformations au voisinage de la pointe de la fissure. La figure III.35 illustre cette évolution dans le cas du PA66-15%.



**Figure III.35** Évolution de la zone endommagée au voisinage de la fissure (cas du PA66-15%)

Les dimensions de la zone endommagée ont été mesurées dès leur apparition pour les différents états de chargement.

La figure III.36 montre la croissance de la zone plastique dans les deux directions du plan de l'éprouvette avec la croissance de la fissure.

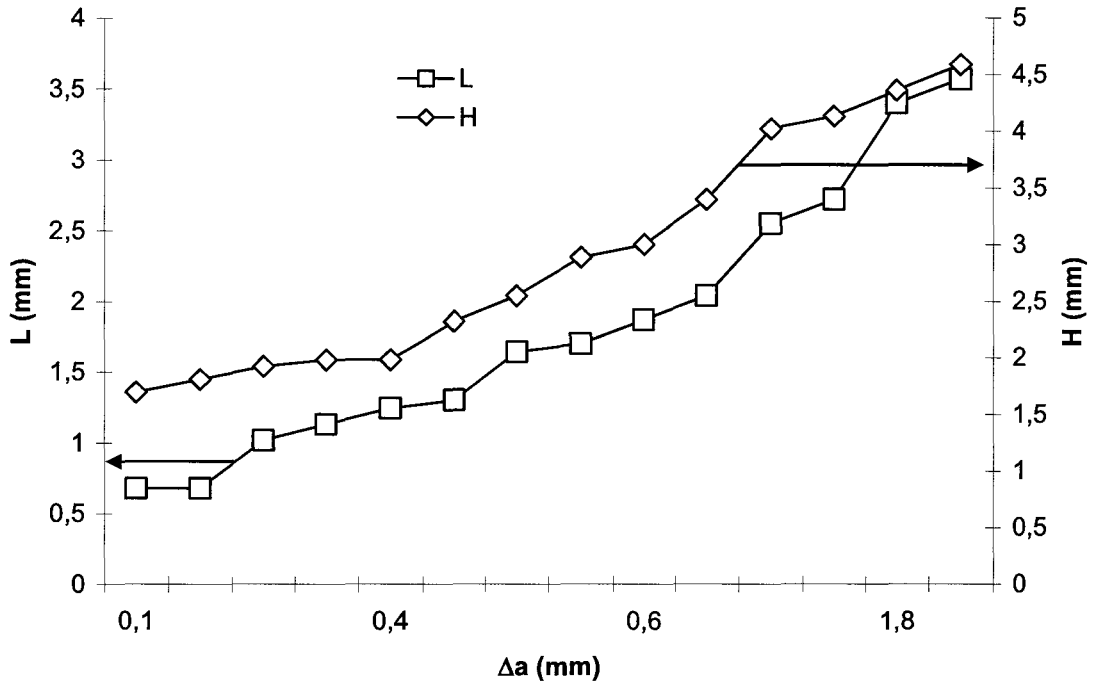


Figure III.36 Évolution des dimensions de la zone plastique en fonction de l'avancée de la fissure  $\Delta a$  pour le PA66-15%

Quant à l'aspect géométrique de la zone plastique, nous avons représenté la variation du rapport de forme H/L en fonction de l'avancée de la fissure  $\Delta a$  pour les trois matériaux chargés : PA66-15%, PA66-30% et PA66-50% (Fig III.37 à III.39) dans le cas du PA66-15%, ce rapport diminue avec  $\Delta a$  pour se stabiliser autour de 1,5.

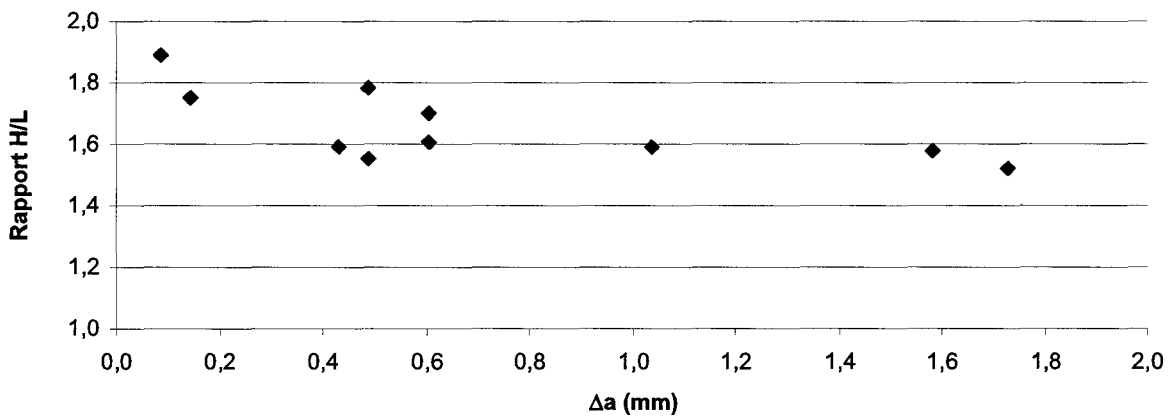


Figure III.37 Variation du rapport de forme H/L pour le PA66-15%

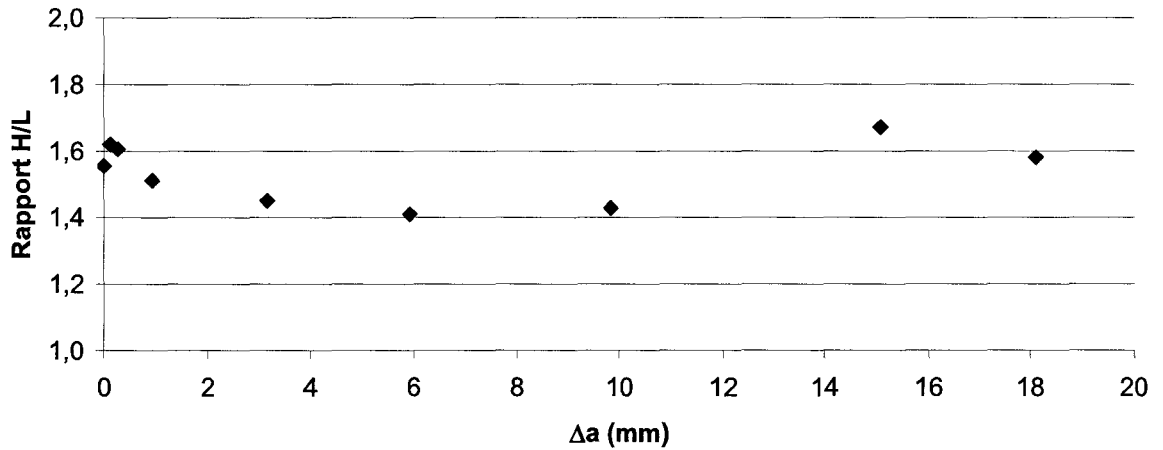


Figure III.38 Variation du rapport H/L pour le PA66-30%

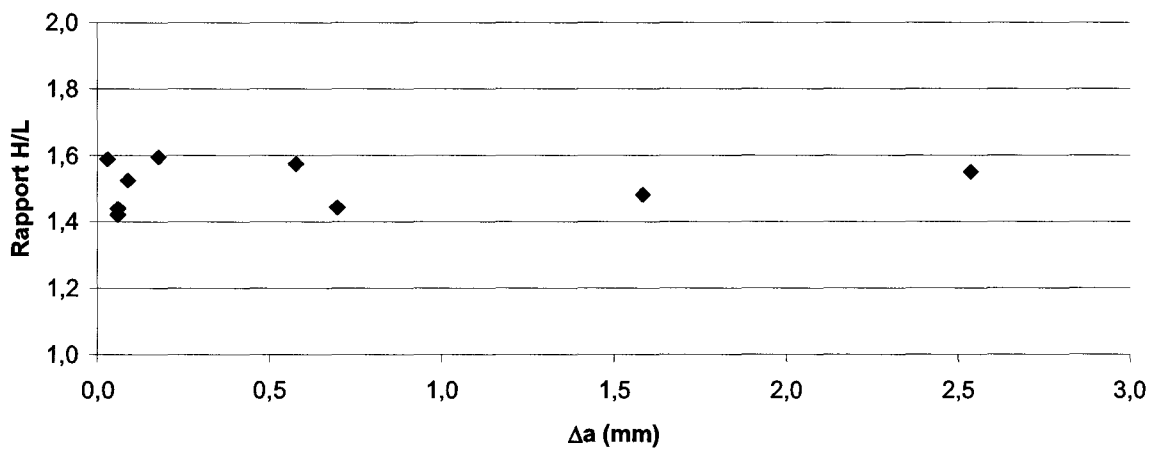


Figure III.39 Variation du rapport H/L pour le PA66-50%

Dans les trois cas de figure, nous constatons que le rapport H/L reste proche de 1,5 donnant ainsi à la zone endommagée au voisinage de la fissure un aspect elliptique.

La technique de corrélation d'images nous a permis de déterminer les déformations  $\varepsilon_y$  dans le sens de la traction uniaxiale tous les 0,258 mm aussi bien dans la direction verticale qu'horizontale. À l'amorçage de la fissure, la répartition des déformations longitudinales le long de ligne de fissure est représentée par les figures III.40, III.41 et III.42 pour les différents matériaux.



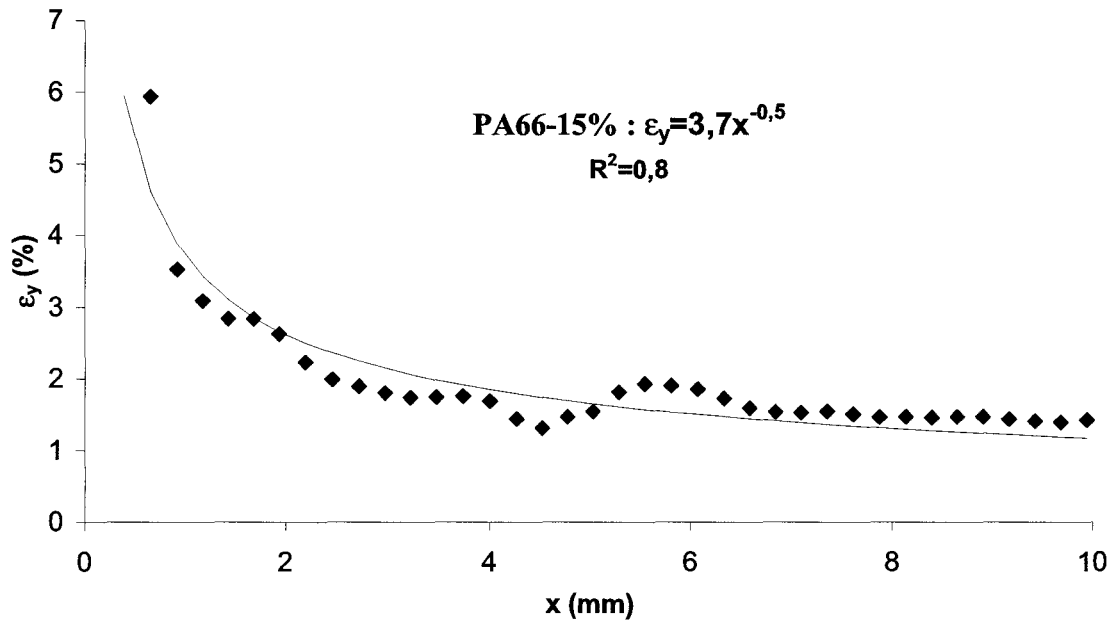


Figure III.40 Répartition des déformations sur la ligne de fissure dans le PA66-15%

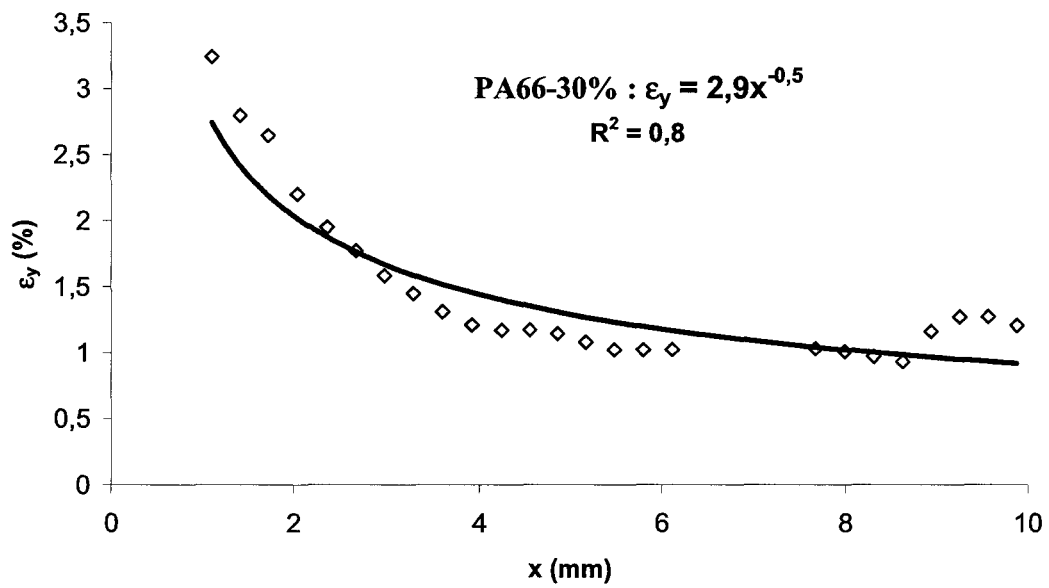
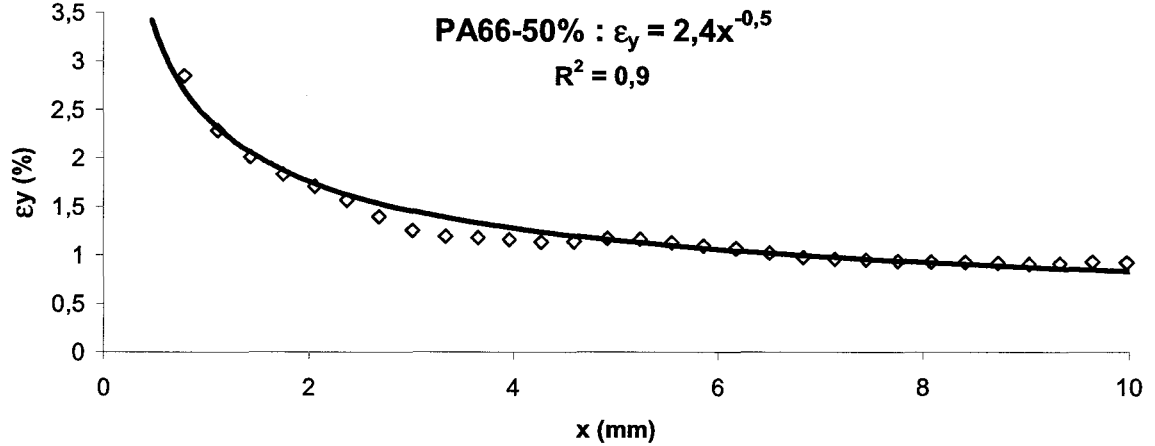


Figure III.41 Répartition des déformations sur la ligne de fissure dans le PA66-15%



**Figure III.42** Répartition des déformations sur la ligne de fissure dans le PA66-50%

Les déformations dans le PA66-15% sont, en moyenne, 30% plus élevées que celles dans le PA66-30% et dans les deux cas, les déformations au voisinage du fond de la fissure sont beaucoup plus importantes qu'ailleurs sur la ligne de la fissure.

L'évolution de ces déformations en fonction de la distance à la pointe de la fissure se prêtent à une modélisation de type puissance et plus précisément de la forme :

$$\varepsilon_y = \frac{\alpha}{\sqrt{x}}$$

(III.1)

où  $\alpha = 3.7 \times 10^{-2} \sqrt{mm}$  pour le PA66-15% et  $\alpha = 2.9 \times 10^{-2} \sqrt{mm}$  pour le PA66-30%.

Loin de la pointe de la fissure, c'est-à-dire pour des valeurs de  $x \geq 4 \text{ mm}$ , les déformations se stabilisent autour de 1.5% pour le PA66-15% et de 1% pour le PA66-30%.

Nous savons que l'état local des contraintes en fond de fissure est relié aux efforts extérieurs et à la géométrie du corps fissuré et que la distribution de ces contraintes peut être représentée par une distribution en  $\frac{1}{\sqrt{x}}$ .

Irwin a établi la relation suivante :

$$\sigma_y = \frac{K}{\sqrt{2\pi x}}$$

(III.2)

où  $\sigma_y$  est la contrainte globale et K, le facteur d'intensité de contrainte.

Notre modélisation de la distribution des déformations n'est autre que la traduction de la relation d'Irwin en termes de déformations. En effet, la relation linéaire entre contraintes et

déformations est bien justifiée dans le cas de nos matériaux chargés en fibres de verres. La plasticité est très confinée en pointe de fissure comme le montre la figure 22.

En combinant les relations (III.1) et (III.2), et en remplaçant respectivement  $\sigma_y$  et  $K$  par  $E \cdot \varepsilon_y$  et  $K_{Ic}$ , nous avons déterminé des valeurs de  $\alpha$  très proches de celles trouvées expérimentalement comme le montre le tableau III.1 :

	PA66-15%	PA66-30%	PA66-50%
Expérimentales	$3,7 \times 10^{-2}$	$2,9 \times 10^{-2}$	$2,4 \times 10^{-2}$
Théoriques	$3,3 \times 10^{-2}$	$2,8 \times 10^{-2}$	$2,3 \times 10^{-2}$

**Tableau III.1** Valeurs théoriques et expérimentales de  $\alpha$

### III.3 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons étudié le comportement à la rupture du polyamide 6,6 avec et sans renforts de fibres de verre courtes.

La technique de corrélation d'images digitales (CID) nous a permis de suivre l'évolution de plusieurs paramètres au cours des essais de rupture et en temps réel :

- Les champs de déplacements au voisinage du fond de la fissure et d'en déduire les champs de déformations,
- L'amorçage et la progression de la fissure, ainsi que la géométrie de la fissure (émoussement, ouverture, angle)

Les résultats mettent en évidence le comportement ductile du PA66-0% caractérisé par l'existence d'une large phase de déformation plastique avant la rupture finale ce qui justifie le choix de caractériser sa ténacité en utilisant la mécanique élastoplastique de la rupture. Nous avons vérifié la validité de la relation linéaire entre  $J$  et le CTOD  $\delta$  : pour le PA66-0% étudié :  $J=11.7\delta$ .

Le PA66 chargé en fibres de verre courtes (3 taux de renforts : 15, 30 et 50%), présente un comportement fragile en rupture ce qui justifie l'utilisation du facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{Ic}$  pour caractériser la ténacité de ces matériaux.

L'apport de l'émission acoustique est considérable dans la compréhension des mécanismes d'endommagement et leur chronologie. L'amplitude de ces émission est corrélée au type d'endommagement dans le composite : rupture de la matrice, déchaussements des fibres, d'interface fibre-matrice.

La corrélation d'images digitales a donné accès aux champs de déformations locales et notamment au voisinage de la singularité. Nous avons établi, pour le PA66 chargé en fibres de

verre, une évolution des déformations en fonction de la distance à la pointe de la fissure sous

la forme  $\varepsilon_y = \frac{\alpha}{\sqrt{x}}$ .

# Étude numérique

## **RÉSUMÉ**

Dans ce chapitre, nous avons effectué une modélisation numérique utilisant la technique des éléments finis en vue de simuler la rupture du polyamide 6,6, à l'aide du code de calcul Ansys. Les calculs ont été menés en 2D sur une éprouvette SENT. Le long du trajet de la fissure (trajet rectiligne), les nœuds sont couplés. L'avancée de la fissure est simulée par une technique de relâchement des nœuds qui s'effectue à chaque fois que le critère de rupture retenu est atteint.

La valeur critique du facteur d'intensité de contrainte  $K_{Ic}$  est retenue comme critère de rupture dans le cas du PA66 chargé en fibres de verre.

Les résultats numériques ont été confrontés à ceux déterminés expérimentalement en termes de courbes « charge-déplacement ». De même, nous avons comparé les distributions des contraintes et des déformations au voisinage de la fissure obtenues par les calculs numériques et celles mesurées par la technique de corrélation d'images digitales (CID).

## **IV.1. Introduction**

Cette partie de l'étude est consacrée à une modélisation numérique de la rupture d'une éprouvette SENT en vue de simuler la propagation de la fissure et l'évolution de la distribution des déformations dans le cas des différentes configurations de PA66 chargé en fibres de verre..

L'étude expérimentale a permis de déterminer le paramètre critique  $KIc$  décrivant l'amorçage d'une fissure qui servira comme critères d'amorçage dans cette étude numérique.

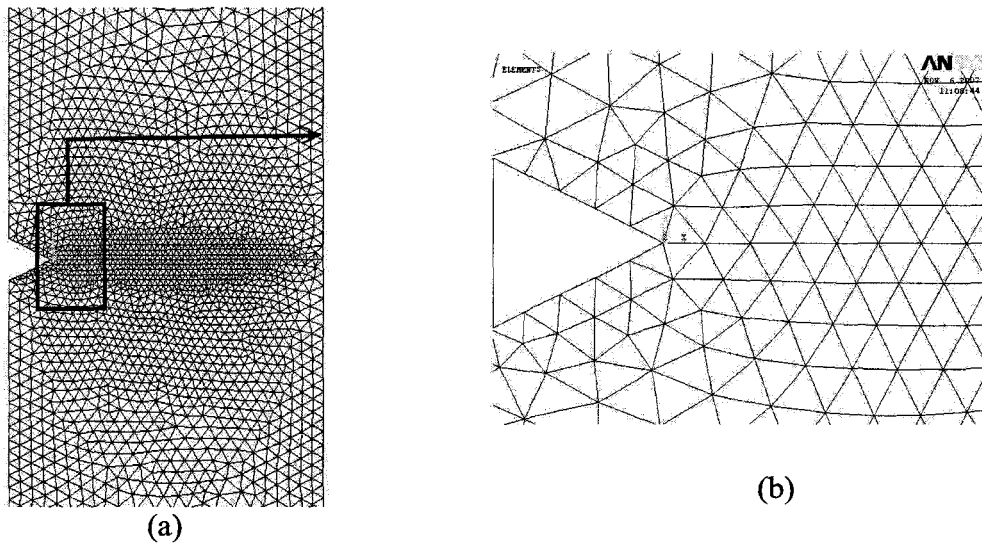
Nous avons implémenté la technique de relâchement des nœuds dans le code de calcul par Elément Fini (ANSYS). Ceci nous a permis de prédire le comportement à la rupture des polyamides chargés, dans le cas des éprouvettes SENT, en prenant en compte une loi de comportement macroscopique correspondant à chacun des taux de chargement.

La technique de corrélation d'image nous a permis de déterminer de manière assez précise le début de l'amorçage ainsi que l'évolution des déformations au cours de la propagation de la fissure. La comparaison des résultats expérimentaux à ceux issus du calcul numérique nous a permis de valider l'algorithme proposé.

## **IV.2. Maillage et conditions aux limites**

Les calculs numériques ont été réalisés sur une configuration de l'éprouvette SENT. Nous avons procédé à un maillage de l'éprouvette entière en utilisant des éléments triangulaires, largement utilisé pour la modélisation 2D des structures, (Fig. IV.1a). Le choix de modéliser l'éprouvette entière est justifié par la détermination de l'étendue complète de la zone plastique d'une part et par l'utilisation éventuelle de modèles d'endommagement, d'autre part. Sachant que, dans notre cas, l'analyse de la moitié de l'éprouvette suffisait du fait de la symétrie de l'éprouvette. Ce choix nous a permis d'effectuer une comparaison plus facile et plus directe avec les résultats expérimentaux issus de la corrélation d'image.

Dans la zone centrale au voisinage de l'entaille mécanique, nous avons affecté un maillage régulier dont les mailles sont de longueur  $Le=0.5mm$  (Fig. IV.1b).



**Figure IV.1.** (a) Maillage d'une éprouvette SENT (b) aperçu du maillage autour de la pointe de la fissure

Les conditions aux limites sont schématisées par la figure IV.2, sont :

- Un déplacement nul dans les directions  $x$  et  $y$  sur le bord inférieur de l'éprouvette :

$$u_x = u_y = 0 \text{ pour } y = -\frac{H_0}{2}$$

- Un chargement en déplacement effectué sur le bord supérieur de l'éprouvette :

$$u_x = 0 \text{ et } u_y = d_i \text{ pour } y = \frac{H_0}{2} \text{ où } d_i \text{ est le déplacement à l'étape } i.$$

Les calculs numériques sont effectués avec des déplacements  $u_y$  imposés, les charges qui y correspondent sont calculées à chaque incrément.



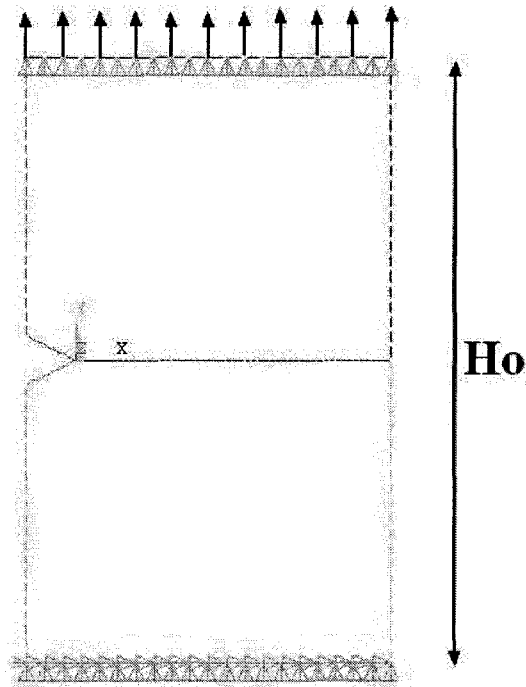


Figure IV.2. Conditions aux limites

### IV.3. Simulation de la propagation de la fissure

Le long du trajet prévisible de la fissure (trajet rectiligne, dans notre cas), les nœuds sont couplés. L'avancée de la fissure est simulée par la technique de relâchement des nœuds qui est déclenchée à chaque fois que le critère de rupture retenu est atteint dans la maille située au fond de la fissure ( $\Delta a$  est égale à la taille de la maille au fond de la fissure choisie soit 0.5 mm).

Nous supposons, dans cette partie, que la fissure se propage selon l'axe de symétrie de l'éprouvette. Tous les nœuds de la ligne de fissure sont couplés dans les deux directions  $U_x$  et  $U_y$  sauf les quatre premiers en partant de la pointe de la fissure, ce qui correspond à une pré-fissure de 2 mm comme le montre la figure IV.3.

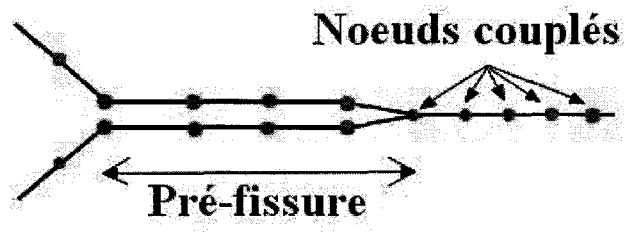


Figure IV.3. Schéma de la pré-fissure et des nœuds couplés

Nous avons incorporé dans le code de calcul ANSYS une procédure spéciale qui permet de déterminer la valeur du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ , dans le cas du PA66 chargé en fibres de verre. Le choix du facteur d'intensité de contrainte comme critère d'amorçage est justifié par le caractère fragile mis en évidence dans l'étude expérimentale

Le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  a été calculé à partir des valeurs des déplacements des nœuds au voisinage du fond de fissure déterminés par les calculs numériques, en utilisant l'expression suivante de la Mécanique Élastique Linéaire de la Rupture :

$$u = \frac{K_I}{4G} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left( (2\kappa - 1) \cos \frac{\theta}{2} - \cos \frac{3\theta}{2} \right) - \frac{K_{II}}{4G} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left( (2\kappa + 3) \sin \frac{\theta}{2} + \sin \frac{3\theta}{2} \right)$$

$$v = \frac{K_I}{4G} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left( (2\kappa - 1) \sin \frac{\theta}{2} - \sin \frac{3\theta}{2} \right) - \frac{K_{II}}{4G} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left( (2\kappa + 3) \cos \frac{\theta}{2} + \cos \frac{3\theta}{2} \right)$$

$$w = \frac{2K_{III}}{4G} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \left( \sin \frac{\theta}{2} \right)$$

$u, v, w$  : déplacements dans un système local en coordonnées cartésiennes.

$r, \theta$  : coordonnées dans un système local en coordonnées cylindriques

$G$  : module de cisaillement

$K_I, K_{II}, K_{III}$  : facteurs d'intensité de contraintes en modes I, II et III

$\kappa = 3 - 4\nu$  : en déformation plane

$= 3\nu / (1 + \nu)$  : en contrainte plane

$\nu$  : coefficient de Poisson

Les critères de rupture correspondent aux valeurs critiques des 2 paramètres:  $K_{Ic}$  ou  $J_{Ic}$ , dont les valeurs ont été déterminées dans le chapitre III consacré à la rupture. Une fois le critère atteint, on découple les nœuds (relâchement des nœuds), géométriquement confondus, correspondant à la pointe de la fissure courante et faisant ainsi avancer la fissure horizontalement. L'algorithme utilisé est illustré par la figure IV.4 :

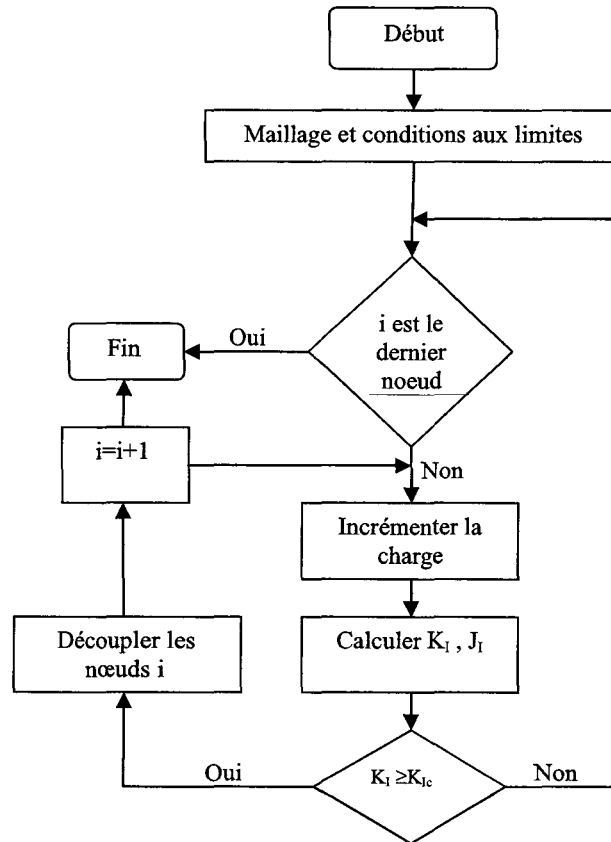
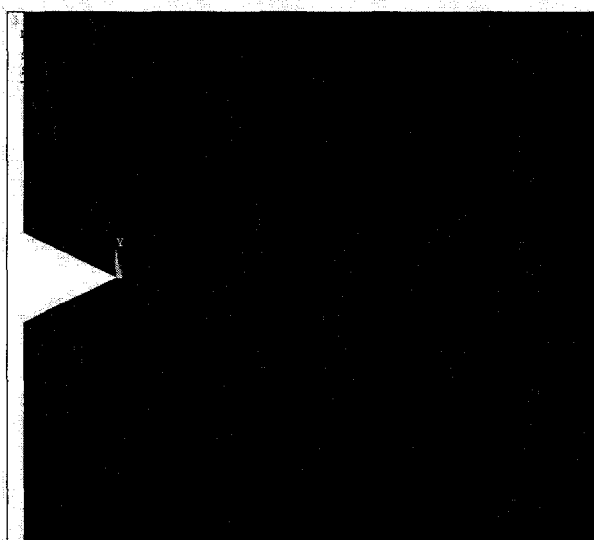
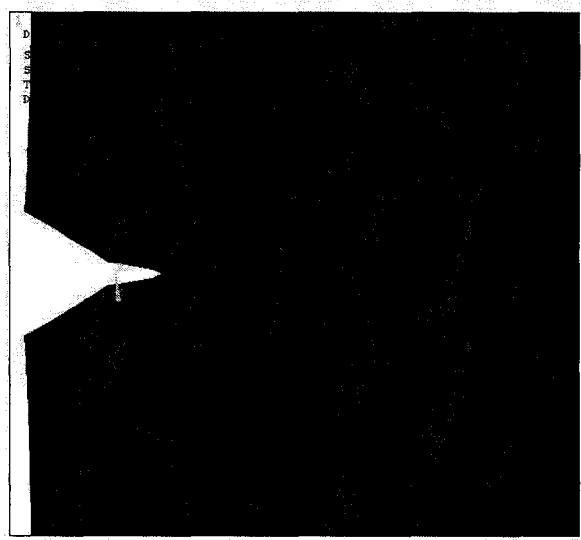


Figure IV.4. Algorithme de découplage des noeuds

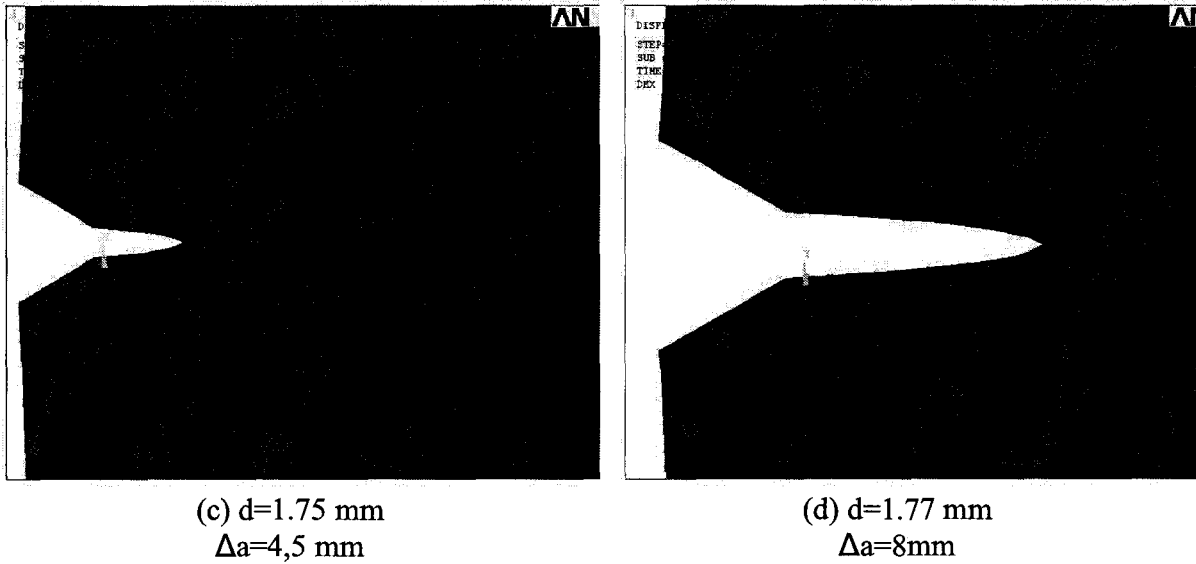
La figure 5 montre, dans le cas du PA66-15%, la progression de la fissure en utilisant l'algorithme ci-dessus :



(a) état initial :  $d=0$  mm  
 $\Delta a=0$



(b)  $d=0.25$  mm  
 $\Delta a=3$ mm (pré-fissure)



**Figure IV.5.** Séquence de déformées à différents états de charge du PA66-15%

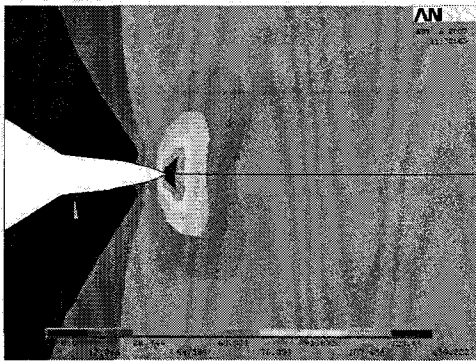
#### IV. 4. Distribution des contraintes et des déformations

Le calcul par éléments finis nous a permis de déterminer la distribution des contraintes et des déformations, notamment au voisinage de la pointe de la fissure, à différents stades du chargement pour les différents matériaux chargés à 15, 30 et 50% en fibres de verre.

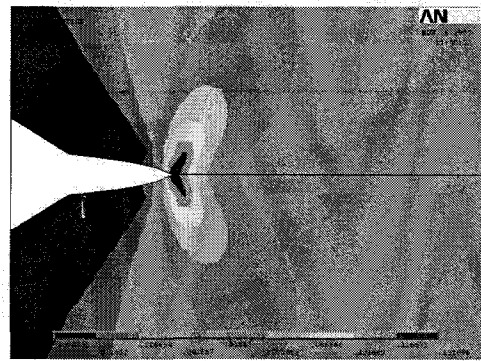
La figure 6 montre une séquence de distribution des contraintes (1, 2 et 3) et des déformations correspondantes (4,5 et 6) à un état donné de chargement.

Cette figure met en évidence la concentration des contraintes et des déformations au fond de la fissure. Par exemple, pour un déplacement de 2,25 mm, les contraintes atteignent un maximum de 140 MPa et des déformations de 13% dans le cas du PA66-15%.

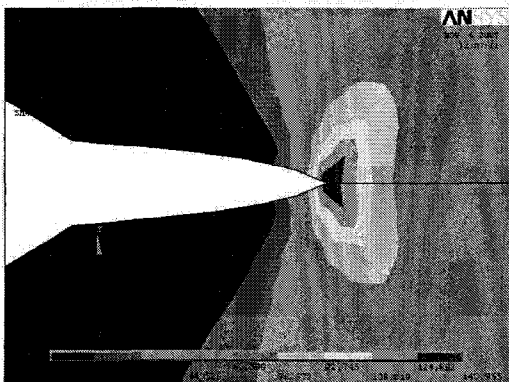
Elle permet également d'avoir une idée sur la forme et l'étendue de la zone endommagée à différents stades du chargement et pour les différents matériaux étudiés.



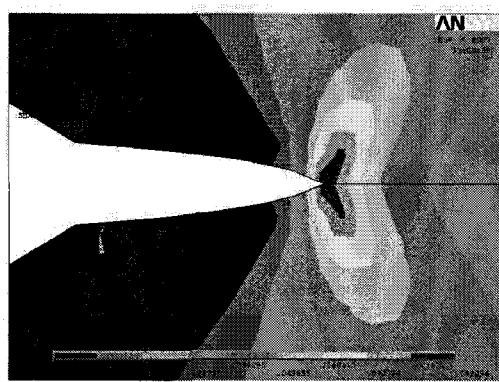
(1) Distribution des contraintes dans le cas du PA66-15%



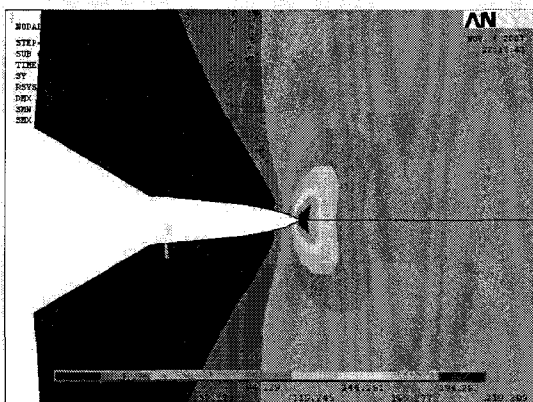
(4) Distribution des déformations dans le cas du PA66-15%



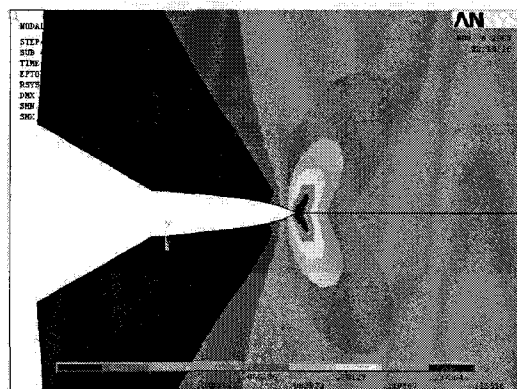
(2) Distribution des contraintes dans le cas du PA66-30%



(5) Distribution des déformations dans le cas du PA66-30%



(3) Distribution des contraintes dans le cas du PA66-50%



(6) Distribution des déformations dans le cas du PA66-50%

Figure IV.6. Séquence de distributions de contraintes et de déformations des PA66 chargés

#### IV.5 Discussions

Afin de vérifier la validité du modèle élastique utilisé pour les PA66 chargés en fibres, nous avons confronté les résultats issus de ces simulations à ceux obtenus expérimentalement à l'aide de la technique de CID.

Les figures IV.7, IV.8 et IV.9 présentent les comparaisons des courbes « charge-déplacement » numériques et expérimentales.

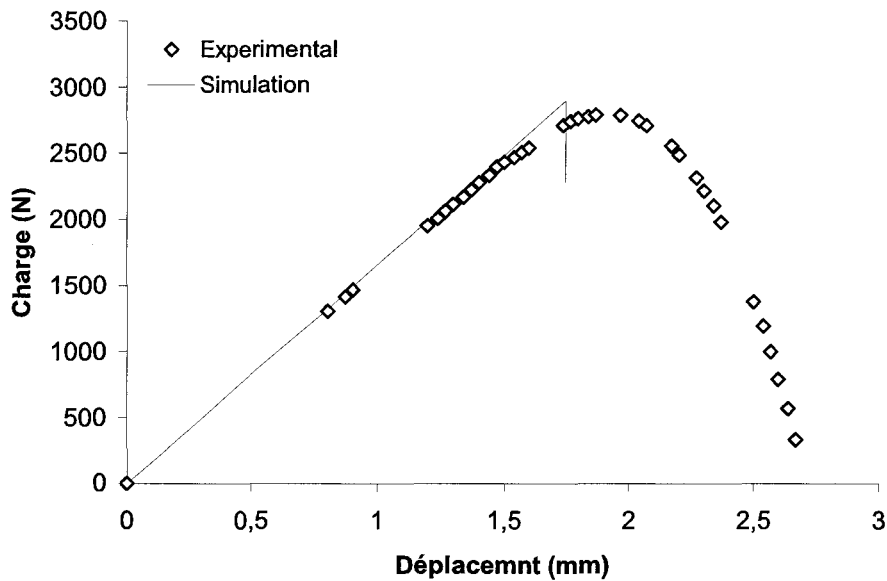


Figure IV.7. Courbes « charge-déplacement » numériques et expérimentales pour le PA66-15%

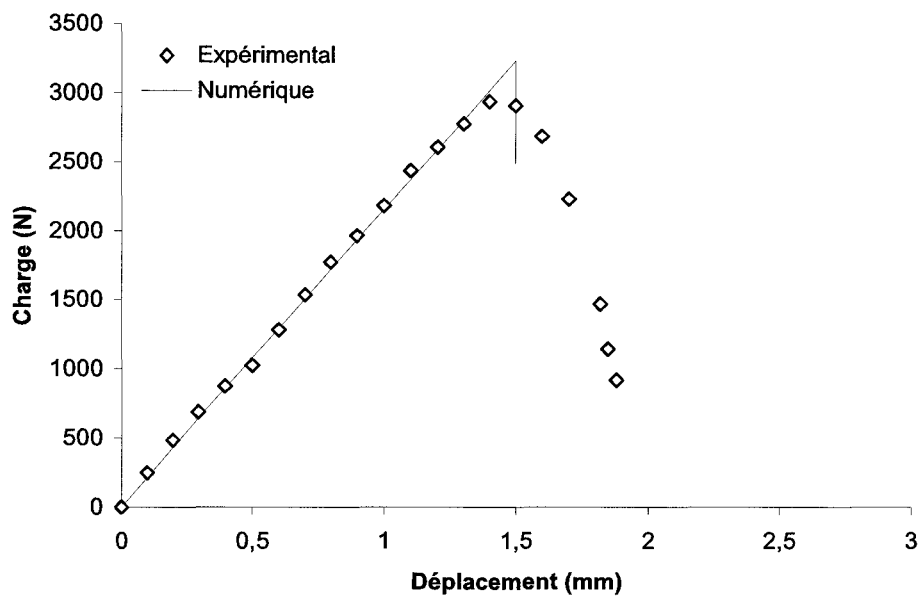
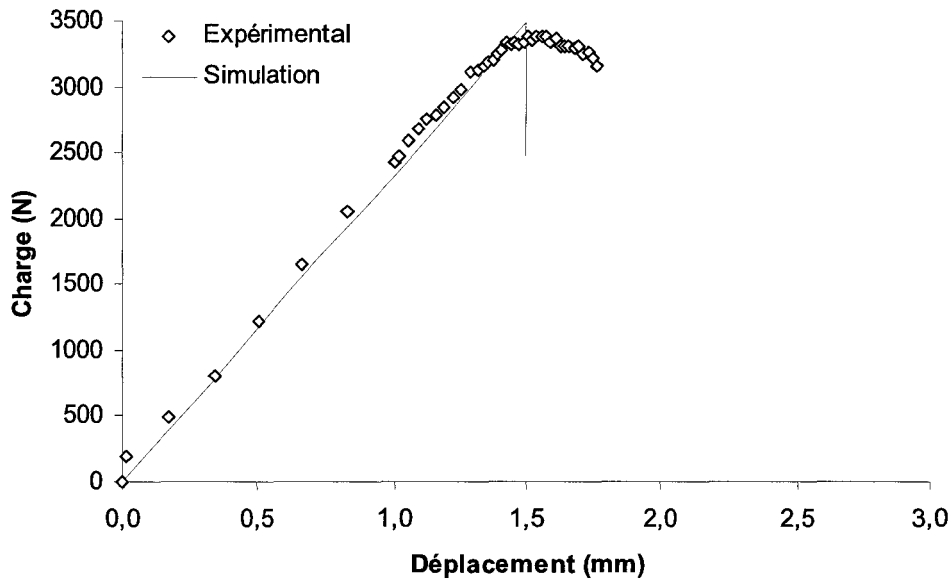


Figure IV.7. Courbes « charge-déplacement » numériques et expérimentales pour le PA66-30%



**Figure IV.7.** Courbes « charge-déplacement » numériques et expérimentales pour le PA66-50%

Nous constatons, dans les trois cas de figure, que la simulation de la partie linéaire de la courbe «charge-déplacement» est satisfaisante ainsi que le point de chute de la charge qui correspond à l’amorçage de la fissure. Nous avons utilisé un critère d’amorçage et non d’endommagement, ce qui explique l’absence de l’adoucissement de la courbe numérique après l’amorçage de la fissure.

Nous avons procédé à la détermination numérique de la distribution des déformations le long de la ligne de fissure et confronté cette distribution à celle obtenue par la technique de CID au point d’amorçage de la fissure. Ces comparaisons sont représentées par les figures IV.8, IV.9 et IV.10, pour les trois matériaux où  $x$  est la distance entre la pointe de la fissure et le point où est calculée la déformation longitudinale.

Il en résulte que le modèle et le critère d’amorçage qui ont été utilisés dans cette étude numérique donnent des résultats, en termes de déformations, qui sont en accord avec ceux issus des essais expérimentaux.

La comparaison des champs de déformations numériques et expérimentaux issus de la corrélation d’image présente une bonne concordance pour les trois taux de charge : 15% (figure III-11), 30% (figure III-12), et 50% (figure III.13).

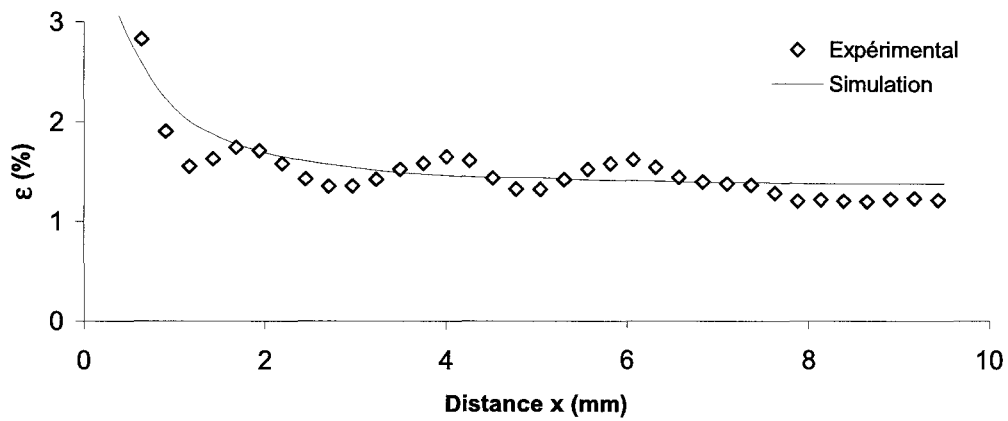


Figure IV.8. Distribution des déformations le long de la ligne de fissure pour le PA66-15%

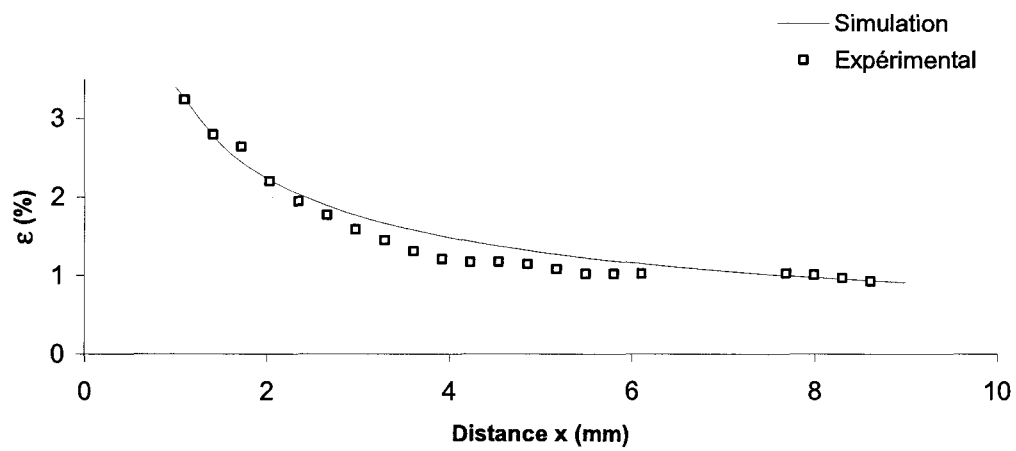


Figure IV.9. Distribution des déformations le long de la ligne de fissure pour le PA66-30%

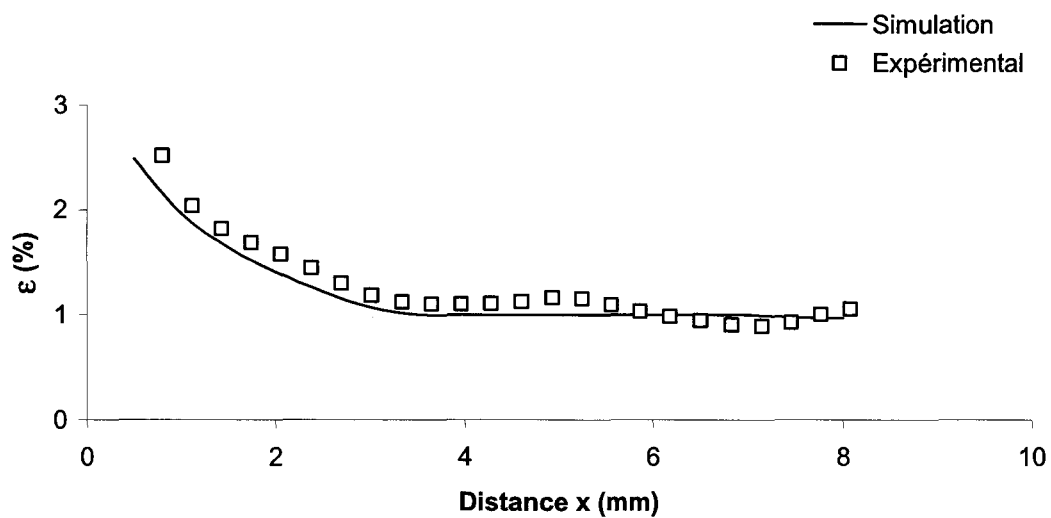
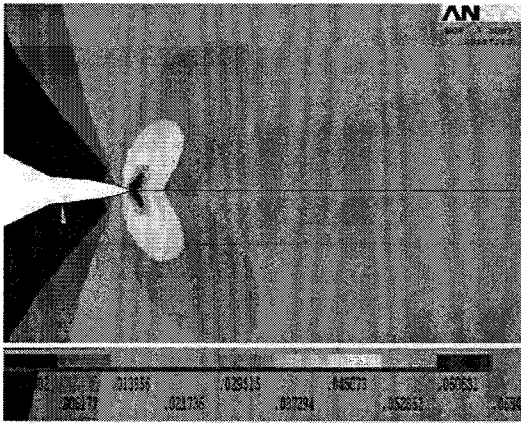
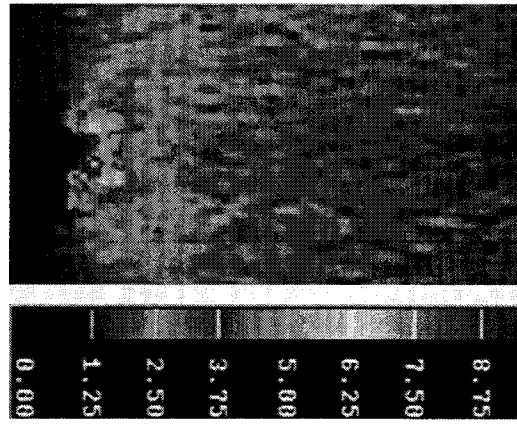


Figure IV.10. Distribution des déformations le long de la ligne de fissure pour le PA66-50%



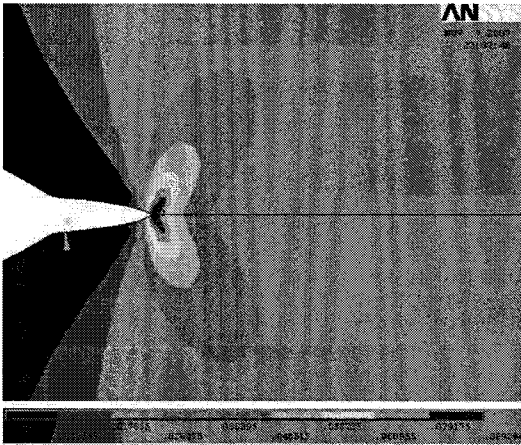


(a) Distribution des déformations simulée

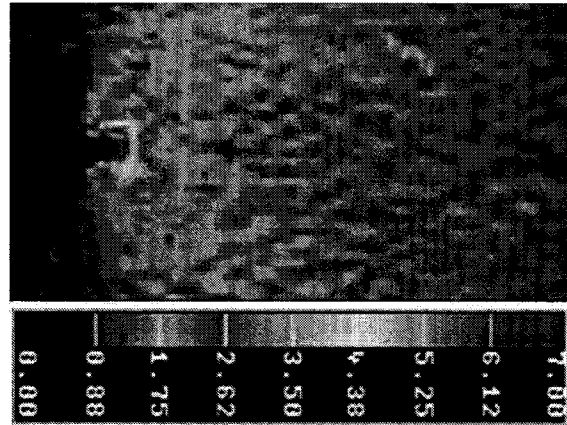


(b) Distribution des déformations mesurées (en %)

**Figure IV.11** Distribution des déformations dans le PA66-15%

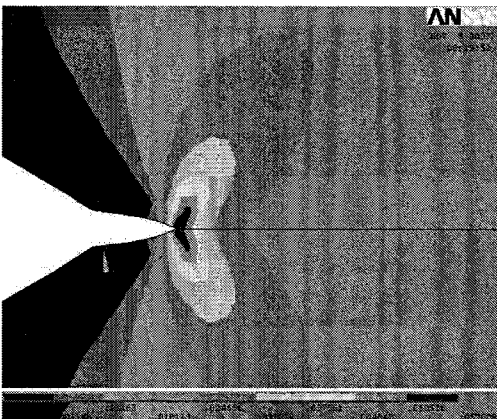


(a) Distribution des déformations simulée

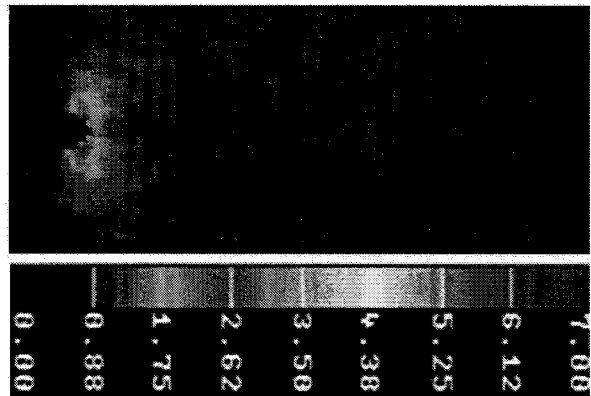


(b) Distribution des déformations mesurées (en %)

**Figure IV.12** Distribution des déformations dans le PA66-30%



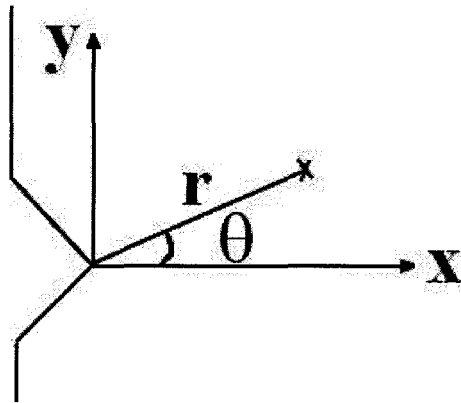
(a) Distribution des déformations simulée



(b) Distribution des déformations mesurées (en %)

**Figure IV.12** Distribution des déformations dans le PA66-50%

Nous constatons que les déformations au voisinage de la pointe de la fissure données par le calcul « éléments finis » sont comparables à celles obtenues expérimentalement et pas seulement le long de la ligne de fissure ( $\theta=0$ ) mais dans toutes les directions (figures IV.13).



*Figure IV.13 Coordonnées polaires des points de calculs des déformations*

#### **IV.6. Conclusion**

La technique de découplage des nœuds combinée avec le critère  $K_{Ic}$  permet de simuler de façon satisfaisante la partie de la courbe « charge-déplacement » qui précède l'amorçage, le point d'amorçage ainsi que l'avancement de la fissure. Par ailleurs, elle donne une distribution des contraintes et des déformations assez proche de celle obtenue expérimentalement par la technique de CID.

Soulignons que nous avons supposé que notre structure est homogène, pour les différents matériaux, et que le trajet de la fissure est perpendiculaire à l'axe de traction.

## CONCLUSION GÉNÉRALE

Le travail de cette thèse, qui a porté sur le comportement mécanique et la caractérisation à la rupture d'un polyamide PA66 chargé en fibres de verre courtes (0, 15, 30 et 50%), peut être scindé en trois parties essentielles :

- Une approche expérimentale dont le but est de caractériser le comportement mécanique global d'un polyamide 66 (PA66) chargé de fibres de verre courtes dans laquelle, nous avons examiné l'influence du taux de charge  $\Phi_v$ , la température T et la vitesse de sollicitation sur le module d'élasticité, la limite élastique et la déformation à la rupture du composite en procédant à des essais de traction uniaxiale sur des éprouvettes du type « haltère ».
- Une étude expérimentale qui est axée sur la détermination de la ténacité du PA66 à différents taux de charge en fibres de verre courtes et à différentes températures en effectuant des essais de rupture sur des éprouvettes de type SENT. De même, les mécanismes et la chronologie d'endommagement ont fait l'objet d'une analyse fine utilisant des techniques appropriées.
- Une simulation numérique a été réalisée en utilisant la méthode des éléments finis (MEF) en vue de simuler le processus de rupture du polyamide, à l'aide du code de calcul Ansys. Les calculs ont été menés en 2D sur une éprouvette SENT.

A l'issue de cette étude menée dans les conditions précitées dans le présent rapport, il ressort les conclusions principales suivantes :

1. Le polyamide PA66 est un polymère qui présente un comportement mécanique à caractère ductile caractérisé par une phase élastique non linéaire avec une déformation à la rupture  $\varepsilon_r$  importante (environ 25%). Son comportement est sensible à la vitesse de déformation et à la température. Le modèle Johnson Cooke a été vérifié pour prédire ce comportement viscoélastoplastique du polymère en y apportant des

modifications puisque l'homothétie de l'écroutissage décrite un exposant d'écroutissage  $n$  constant contribue à la rigidité du modèle.

2. Le renforcement du polyamide par des fibres de verre courtes contribue fortement à une diminution de la déformation à la rupture  $\varepsilon_r$  (environ 5%) et ce quel que soit le taux de fibres étudié dans notre cas (15, 30 et 50%). L'augmentation du taux de renforts conduit à une augmentation de la résistance du composite. Ceci s'explique aisément par l'application d'une loi de mélange modifiée prenant en compte les aspects aléatoires de la distribution des fibres. Dans notre cas, les évolutions du module élastique et de la contrainte à la rupture normalisés peuvent être décrites par des fonctions du type puissance en fonction de la densité relative des composites :

$$\frac{E}{E_m} = \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right)^{3.7} \quad \text{et} \quad \frac{\sigma_r}{\sigma_{rm}} = \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right)^{2.8}$$

3. Dans tous les cas, l'augmentation de la température (20, 50 et 80°C) provoque une diminution de la contrainte à la rupture, du module d'élasticité et une augmentation de la déformation à la rupture. Ce qui se traduit par une baisse de la résistance mécanique et une augmentation de la ductilité.

4. La technique d'émission acoustique (EA) a permis de révéler les différentes phases principales d'endommagement, en particulier dans le cas des polyamides renforcés : phase élastique où aucune activité acoustique n'est détectée ; phase d'endommagement non linéaire contrôlée par des phénomènes de plastification et de microfissurations de la matrice (avec une amplitude entre 40 et 60 dB) ; une phase finale marquée par un fort endommagement représenté par une activité acoustique relativement importante et qui précède la rupture de la structure composite où nous pouvons observer des ruptures des interfaces fibre/matrice et des ruptures de fibres. Ces résultats sont confirmés par les observations micrographiques réalisées à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB).

5. La technique de corrélation d'images digitales (CID) nous a permis de mesurer en temps réel, au cours des essais de rupture, les champs de déplacements au voisinage du fond de la fissure et d'en déduire les champs de déformations. De plus, cette technique peut détecter le point d'amorçage et le suivre la progression de la fissure, ainsi que sa géométrie (émoussement, ouverture, angle). Ces mesures confortées par le suivi réalisé par la technique d'émission acoustique (EA) ont permis de mettre en évidence les différents stades d'endommagement dans le cas des matériaux étudiés

dans le cadre de notre travail. La phase d'émoussement du fond de la fissure est caractérisée par une augmentation de l'ouverture au fond de la fissure (CTOD) avec une absence d'endommagement, suivie d'une phase de propagation stable dont l'étendue dépend du taux de renfort du polyamide. En effet, plus le taux augmente plus l'étendue de cette phase diminue.

6. la combinaison des différentes techniques utilisées a permis de déterminer la ténacité des matériaux étudiés et de mieux cerner les mécanismes d'endommagement susceptibles de se produire au cours des sollicitations mécaniques.

7. L'implémentation de la technique de relâchement des nœuds dans le code de calcul par Élément Fini (ANSYS) nous a permis de prédire le comportement à la rupture des polyamides chargés, dans le cas des éprouvettes SENT, en prenant en compte une loi de comportement macroscopique correspondant à chacun des taux de chargement. Les résultats numériques ont été validés par la technique de corrélation d'image en termes d'amorçage ainsi que d'évolution des déformations au cours de la propagation de la fissure.

## PERSPECTIVES

### - Sur le plan expérimental,

Nous comptons développer davantage de couplage entre la technique de corrélation d'images digitales (CID) et la technique d'émission acoustique (EA) pour affiner au mieux les mécanismes d'endommagement se produisant au voisinage du fond de la fissure. Des essais de rupture avec des observations au microscope électronique à balayage (MEB) in situ seront réalisés en vue cerner les processus locaux d'endommagement.

### - Sur le plan des calculs numériques,

La simulation numérique de la rupture des matériaux sera effectuée en prenant en compte l'endommagement à l'échelle microscopique : déchaussements des fibres, microfissuration de la matrice, rupture des fibres, en adoptant une approche locale de la mécanique de la rupture basée sur des modèles d'endommagement continu.

## LISTE DES COMMUNICATIONS ET PUBLICATIONS

### Publications dans revues internationales :

- **B. Mouhmid**, A. Imad, N. Benseddiq, S. Benmedakhène and A. Maazouz  
“*A study of the mechanical behaviour of a glass fibre reinforced polyamide 6,6: Experimental investigation*”, *Polymer Testing* 25 (2006), 544–552
  
- **B. Mouhmid**, A. Imad, N. Benseddiq, D. Lecompte  
“*Experimental Investigation of fracture behaviour of short glass fibre reinforced polyamide 6,6*”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures* (soumis 2007).

### Communications:

- B. Mouhmid**, A. Imad, N. Benseddiq, S. Benmedakhène  
« *Caractérisation mécanique d'un polyamide 6,6 chargé en fibres de verre courtes* »  
14<sup>èmes</sup> Journées Nationales des Composites (JNC 14), Mars 2005.
- B. Mouhmid**, A. Imad, N. Benseddiq, S. Benmedakhène  
“ *Comportement mécanique d'un polyamide chargé de fibres de verre courtes* ”  
17<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique en septembre 2005 à Troyes (CFM'2005) :
- B. Mouhmid**, A. Imad, N. Benseddiq,  
“*A fracture analysis of short glass fibre reinforced PA66*”  
International Conference on Mesomechanics (Meso2007 à Giens)

Références bibliographiques

- [AKAY1-1995] M. AKAY, D. F. O'REGAN, Fracture toughness and impact behaviour of glass fibre reinforced polyamide 6,6 injection mouldings, *Composites science and technology*, 55 (1995) 109-118
- [AKAY2-1995] M, Akay and D.F. O'Regan, Fracture behaviour of glass fibre reinforced polyamide mouldings, *Polymer Testing*, vol 14 (1995) 149-162
- [ARKH2004] A. ARKHIREYEVA, S. HASHEMI, Effect of temperature on work of fracture parameters in poly(ether-ether ketone) (PEEK) film, *Engineering fracture mechanics* 71 (2004) 789-804
- [ASHB1991] Ashby M.F, Jones D.R.H, *Matériaux 2. microstructure et mise en œuvre*, Dunod, Paris, 1991
- [ASTM2002] Standard test method for determining J-R curves of Plastic Materials, ASTM Standard, D6068-96 (Reapproved 2002)
- [ASTM1999] Plane strain fracture toughness and strain energy release rate of plastic materials, 1999
- [BARR1994] "Barré S, Benzeggagh M. On the use of acoustic emission to investigate damage mechanics in glass-fibre reinforced polypropylene. *Composites Science and Technology* 1994; 52:369-76"
- [BENZ1995] M.L Benzeggagh, S. Benmedakhene. Residual strength of a glass/polypropylene composite material subjected to impact. *Composites Science and Technology* 55 (1995) 1-11
- [BENZ1996] M.L, Benzeggagh , Kennane M. Measurement of mixed mode delamination fracture toughness of unidirectional glass-epoxy composites with mixed mode bending apparatus. *Composites Science and Technology* 1996:439-49
- [BERG2001] Bergeret A, Pires I, Foulc M.P, Abadie B, Ferry L, Crespy A, The hygrothermal behaviour of glass-fibre-reinforced thermoplastic composites : a prediction of the composite lifetime, *Polymer Testing* 20, 753-763, 2001
- [BLUM1975] Blumentritt, B,T, VU and S.L. Cooper, Fracture in oriented short fibre reinforced thermoplastics, *Composites*, May 1975, pages 105-114
- [BOUN2001] Bounouas L., Etude phénoménologique de l'influence de paramètres structuraux et de mise en œuvre sur le comportement mécanique du polypropylène chargé de fibres courtes, Thèse pour l'obtention du grade de Docteur de l'UTC, 2001.
- [BROB1968] Broberg KB. *International Journal of Fracture* 1968, 4, 11



- [CHAN1994] Chan W.Y.F., Williams J.G – Determination of the fracture toughness of polymeric films by essential work method. *Polymer*, Vol 35, n° 8, 1994, pages 1666-1672
- [CHER1967] G.P. Cherpanov, Crack propagation in continuous media, *USSR J. Appl. Math. and Mech. Translation*, vol 31, p 504, 1967
- [CHIN2003] EMMA C. Y. CHING, ROBERT K.Y, Essential work of fracture (EWF) analysis for short glass fiber reinforced and rubber toughened nylon-6, *Polymer engineering and science*, vol 43, N° 3 (2003) pages 558-569
- [CLAR1-1999] Clark Jr R.L, Kander R.G, Sauer B.B, Nylon 66/poly(vinylpyrrolidone) reinforced composites : 1. Interphase microstructure and evaluation of fiber-matrix adhesion, *Composites : Part A* 30 (1999) , 27-36
- [CLAR2-1999] CLARK Jr R.L, M. D. CRAVEN, Nylon 66/poly(vinylpyrrolidone) reinforced composites : 2 Bulk mechanical properties and moisture effects, *Composites : Part A* 30 (1999) 37-48
- [COX1951] H.L. Cox, The elasticity and strength of paper and other fibrous materials, *British journal of applied physics*, 1951
- [EHRE2000] Ehrenstein G.W, Montagne F, *Matériaux polymères (structure, propriétés, application)*, Hermes Science Publications, Paris, 2000
- [FANC1999] Fanchon J.L, *Guide des Sciences et Technologies industrielles*, Nathan Afnor, 1999
- [FASC2001] Laura FASCE, Celina BERNAL, On the impact essential work of fracture of ductile polymers, *Polymer engineering and science*, vol 41, N° 1 (2001) pages 1-14
- [FAYO2004] B. Fayolle, A. Tcharkhtchi, J. Verdu. Temperature and molecular weight dependence of fracture behaviour of polypropylene films. *Polymer Testing*, vol 23 (2004) 939-947.
- [FOLK1990] M.J. Folkes, Hardwick ST, *J mater sci Lett* 1990, 25:2598
- [G'SEL1995] G'Sell C, Haudin J.M, *Introduction à la mécanique des polymères*, Presse de l'institut national polytechnique de Lorraine, 1995
- [HARM1995] T, Harmia and K. Friedrich, Fracture toughness and failure mechanisms in unreinforced and LGFR-PA66/PP blends, *Composites science and technology*, 53 (1995) 423-430
- [HASH2002] S. HASHEMI, Fracture of Polybutylene terephthalate (PBT) film, *Polymer* 43 (2002) 4033-4041

- [HASH2003] S. Hashemi, Effect of temperature on fracture toughness of an amorphous poly(ether-ether ketone) film using essential work of fracture analysis, *Polymer Testing*, 22 (2003) 589-599
- [HUGU2002] S. Huguet, N. Godin, Use of acoustic emission to identify damage modes in glass fibre reinforced polyester, *Composites science and technology* 62 (2002) 1433-1444
- [JOHN1983] Johnson G.R. W.H. Cook, A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures, 7<sup>th</sup> international symposium on ballistics, p 541-547 (1983)
- [JING1996] Jingshen Wu, The essential fracture work concept for toughness measurement of ductile polymers, *Polymer Engineering and Science*, vol 36 (1996)
- [JORG2002] Jorge Abanto\_Bueno, Investigation of crack growth in functionally graded materials using digital image correlation, *Engineering fracture mechanics*, vol 69 (2002) 1695-1711
- [KARG1988] J. Karger-Kocsis, Fracture Behavior of Injection-Molded Short and Long Glass Fiber-Polyamide 6,6 composites, *Composites Science and technology*, vol 32 (1988) 293-325
- [KELLY1964] Tensile properties of fiber reinforced metal, *J. Mech. Phys. Solids*, p 329-350
- [LAKS2000] Laksimi A, Bounouas L, Benmedakhene S, Azari Z, Imad A, Damage on polypropylene glass fibre composites : experimental analysis, *C.R. Acad. Sci. Paris*, t.328, Série II b, p.651-656,2000.
- [LAUR2003] Laura A. Fasce, Valeria Pettarin, Evaluation of impact fracture toughness of polymeric materials by means of the J-integral approach, *Polymer Engineering and Science*, vol 43 (2003)
- [LEMA1996] Lemaitre J, Chaboche J.L, *Mécanique des matériaux solides*, 2ème édition, Dunod, Paris, 1996
- [LEVI1996] Levita G. Effect of thickness on the specific essential work of fracture of rigid PVC- *Polymer Engineering and science*, vol 36, n° 20, 1996, pages 2534-2541
- [LHYM1985] Chang LHYMN, Deformation mechanism of fibre-matrix interface, *Journal of materials science letters*, vol 4 (1985) 1323-1326
- [MAIY1986] "Mai, Y.W. ; Cotterell, B. *International Journal of Fracture* 1986, 32,105"
- [MAIY1987] "Mai, Y.W. ; Cotterell, B. ; Horlyck R. ; Vigna, G. *Polymer Eng Sci* 1987, 27, 804"
- [MAMA1997] A. MAMAT, T. VU-KHANH, Impact behavior of Nylon-6/ABS blends, *Journal of polymer science : Part B : Polymer physics*, 35 (1997) pages 2583-2592

- [**MANO2001**] J.F. Mano, J.C. Viana, Effect of strain rate and temperature in stress-strain test : study of the glass transition of polyamide-6, *Polymer Testing*, 20 (2001) 937-943
- [**MIT2000**] Mitsugu Todo et al. Strain rate dependence of the tensile fracture behaviour of woven cloth reinforced polyamide composites. *Composites science and technology* 60 (2000) 763-771
- [**MOHD2000**] Mohd Ishak Z.A, Ishiaku U.S, Karger-Kocsis J, Hygrothermal aging and fracture behavior of short-glass-fiber-reinforced rubber-toughened poly(butylène terephthalate) composites, *Composites Science and technology* n°60, 803-815, 2000
- [**MOUZ1999**] D. E. MOUZAKIS, J. Karger-Kocsis, Essential work of fracture: application for polymers showing ductile-to-brittle transition during fracture, *Polymer bulletin* 42, 473-480 (1999)
- [**NANY1998**] Nanying Jia and Val A. Kagan, Effects of time and temperature on the tension-tension fatigue behavior of SFR-polyamides, *Polymer composites*, August 1998, vol 19, N°4, page 408-414
- [**NPHA1995**] *Nylon Plastics Handbook*, Ed. Melvin I. Kohan, 1995
- [**PETE1982**] W. H. PETERS, W. F. RANSON, Digital image techniques in experimental stress analysis, *Optical Engineering*, vol 21, N° 3, (1982) 427-431
- [**PETE1983**] W. H. PETERS, W. F. RANSON, M. A. SUTTON, Application of digital correlation methods to rigid body mechanics, *Optical Engineering*, vol 22, N° 26 (1983) 427-431
- [**RAMS1979**] F, Ramsteiner and R, Theysohn, Tensile and impact strengths of unidirectional short fibre-reinforced thermoplastics, *Composites*, April 1979, pages 111-119
- [**RAMS1981**] F, Ramsteiner , Elastic behaviour of unidirectional short fibre-reinforced thermoplastics, *Composites*, January 1981, pages 65-71
- [**RICE1969**] J.R. Rice, *Mathematical analysis in the mechanics of fracture*, 1968
- [**SATO1984**] Norio Sato, Toshio Kurauchi, Mechanism of fracture of short glass fibre-reinforced polyamide thermoplastis, *Journal of materials science*, vol 19 (1984), 1145-1152
- [**SATO1991**] Norio Sato, Toshio Kurauchi, Microfailure behaviour of randomly dispersed short fibre reinforced thermoplastic composites obtained by direct SEM observation, *Journal of materials science*, vol 26 (1984), 1389-1398
- [**SEGA2003**] E. Ségard, S. Benmedakhene, A. Laksimi, Damage analysis and the fibre-matrix effect in polypropylene reinforced by short glass fibers above glass transition temperature, *Composite structures* 60 (2003) 67-72

- [SOVA1989] Milos SOVA, The orphology of fracture surfaces and mechanical properties of composites of polypropylene with glass fibers having different interface adherent, Journal of applied polymer science, vol 38 (1989) 511-528
- [SRIK2001] "Srikanth V. Thiruppukuzhi 1, C.T. Sun , Models for the strain-rate-dependent behavior of polymer composites, Composites Science and Technology 61 (2001) 1-12"
- [SUTT1983] M. A. SUTTON, W. J. WOLTERS, Determination of displacement using an improved digital correlation method, Butterworth & Co Ltd, vol 1, N° 3, 1983
- [SUTT1986] M. A. SUTTON, Mingqi CHENG, Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis, Butterworth & co Ltd, vol 4, N°3, 1986
- [TANC1995] J.P. Tancrez, José Pabiot & François Rietsch, Damage and fracture mechanisms in thermoplastic-matrix composites in relation to processing and structural parameters, Composites Science and Technology 56 (1996) 725-731
- [THOM1999] J.L. Thomasson, The influence of fibre properties of the performance of glass-fibre-reinforced polyamide 66, Composites science and technology 59 (1999) 2315-2328.
- [THOM2001] J.L. Thomason. Micromechanical parameters from macromechanical measurements on glass reinforced polyamide 6,6. Composites Science and Technology 61 (2001) 2007-2016
- [TJON2000] S.C. Tjong, S.A. XU, R.K.Y. LI, Work of fracture of Polystyrene/High Density Polyethylene Blends Compatibilized by Triblock Copolymer. Journal of Applied Polymer Science, vol 77, 2074-2081 (2000)
- [TJON2002] Sie Chin TJONG, Shi Ai Xu, Short glass fiber reinforced polyamide 6,6 composites toughened with maleated SEBS, Composites science and technology, 62 (2002) 2017-20-27
- [VUKH1994] T. Vu KHANH, Impact fracture characterization of polymer with ductile behavior, Theoretical and applied fracture mechanics, vol 21, issue 2 (1994) pages 83-90
- [VUKH1997] T. Vu KHANH, Z. YU, Mechanisms of brittle ductile transition in toughened thermoplastics Theoretical and applied fracture mechanics, 26 (1994) pages 177-183
- [WUJ1996] "WU J. ; Mai Y.W. – The essential fracture work cocept for toughness measurement of ductile polymers. Polymer Engineering and science, vol 36, n° 18, 1996, pages 2275-2288."
- [YSFU 2000] S.Y. Fu Tensile properties of short glass fiber and short carbon fiber reinforced polypropylene composites. Composites Part A 31 (2000) 1117-1125.

[YUAN2005] Yanxin Zhou, P.K. Mallick, A non-linear damage model for the tensile behavior of an injection molded short E-glass fiber reinforced polyamide-6,6, *Materials science and engineering A*, 393 (2005) 303-309

[ZEBA2002] Zebarjad S.M, Lazzeri A, Bagheri R, Seyed Reihani S.M, Frounchi M, Fracture mechanism under dynamic loading of elastomer-modified polypropylene, *Materials Letter n°57*, 2733-2741, 2002

[ZHEN2002] Zhen Wang, Yuwanxin Zhou and P.K. Mallick. Effect of temperature and strain rate on the tensile behavior of short fiber reinforced polyamide –6. *Polymer Composites*, October 2002, Vol 23, N°5.

**Annexe :**  
**Essential Work of Fracture**

## Détermination de EWF

Il existe un paramètre intrinsèque et une méthodologie, celle du EWF, bien adaptés à l'étude de la rupture aux des matériaux ductiles et donc au PA66 non chargé en fibres de verre. L'objet de ce travail est de déterminer ce paramètre traduisant les conditions critiques de l'amorçage de la fissure dans le PA66-0%.

### A.1 Conditions des essais

Les éprouvettes de PA66-0% utilisées sont de type SENT de dimensions 30x24x2.4 mm. Les essais de rupture se sont déroulés à une température ambiante voisine de 20°C et à une vitesse de sollicitation de 1 mm/min, soit  $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Les éprouvettes ont un ligament restant de longueur L comprise entre 5.5 et 10 mm. La technique de CID a permis de situer les états de charge correspondants à la plastification au voisinage de la pointe de la fissure et à l'amorçage de la fissure.

### A.2 Résultats

Ci-dessous, un exemple de courbe charge-déplacement pour une éprouvette ayant pour longueur de ligament 7 mm (Fig.A.1).

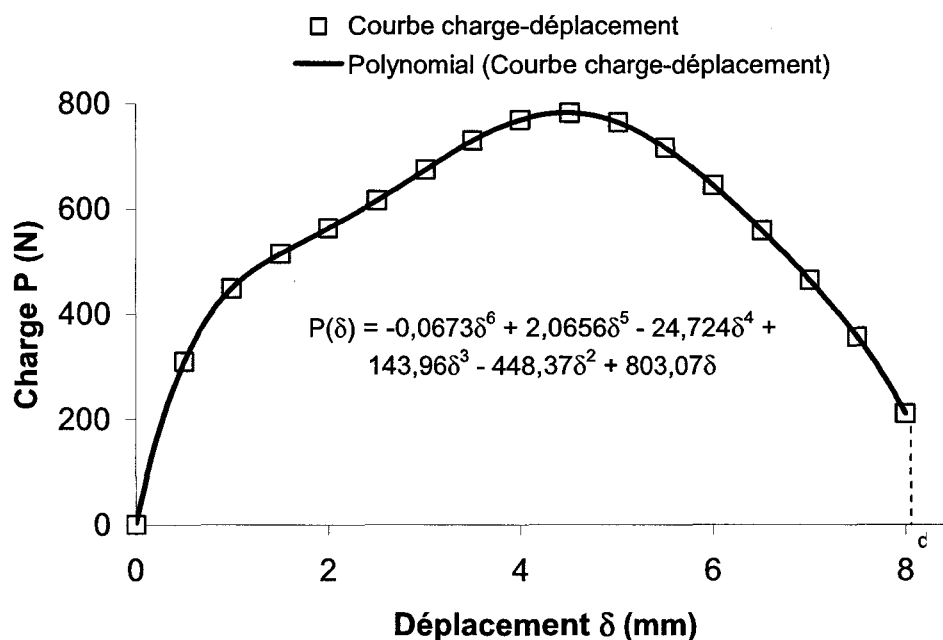
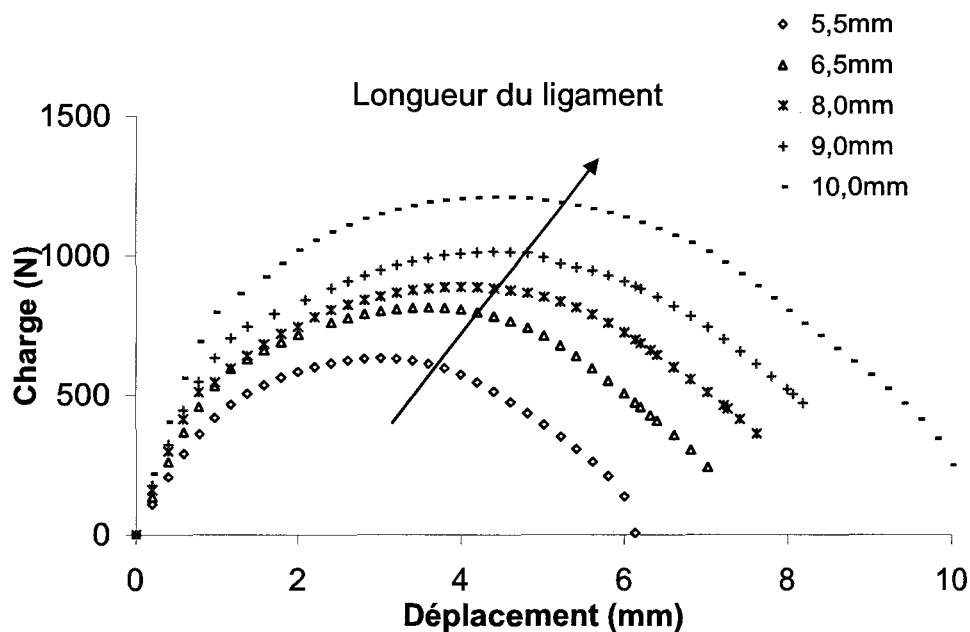


Figure A.1 Courbe typique de charge déplacement

Le travail total de rupture est déterminé par l'aire sous la courbe :  $W = \int_0^d P(\delta)d\delta$ . L'approximation de  $P$  par une fonction polynôme (de sixième degré dans ce cas) permet de calculer facilement  $W$  et le travail de rupture spécifique  $w_f = \frac{W}{BL}$  où  $B$  est l'épaisseur de l'éprouvette. Dans ce cas précis, nous trouvons  $W=4.6$  J et  $w_f=218$  KJ/m<sup>2</sup>.

La figure A.2 rassemble les courbes charge-déplacement pour des éprouvettes de différentes longueurs de ligament.



**Figure A.2** Courbes charge-déplacement en fonction de la longueur du ligament restant

Notons la similitude existant entre les différentes courbes charge-déplacement, condition importante qui valide l'utilisation de la méthodologie EWF.

Pour chaque longueur de ligament  $L$ , l'aire sous la courbe permet de calculer le travail de rupture spécifique  $w_f$ . Le nuage de points  $(L ; w_f)$  présente une direction rectiligne privilégiée permettant un ajustement affine comme le montre la figure A.3. Une relation entre  $w_f$  et  $L$  du type  $w_f = w_e + (\beta w_p)L$  a été établie donnant ainsi le travail essentiel de rupture du PA66 à 27.2 KJ/m<sup>2</sup>.



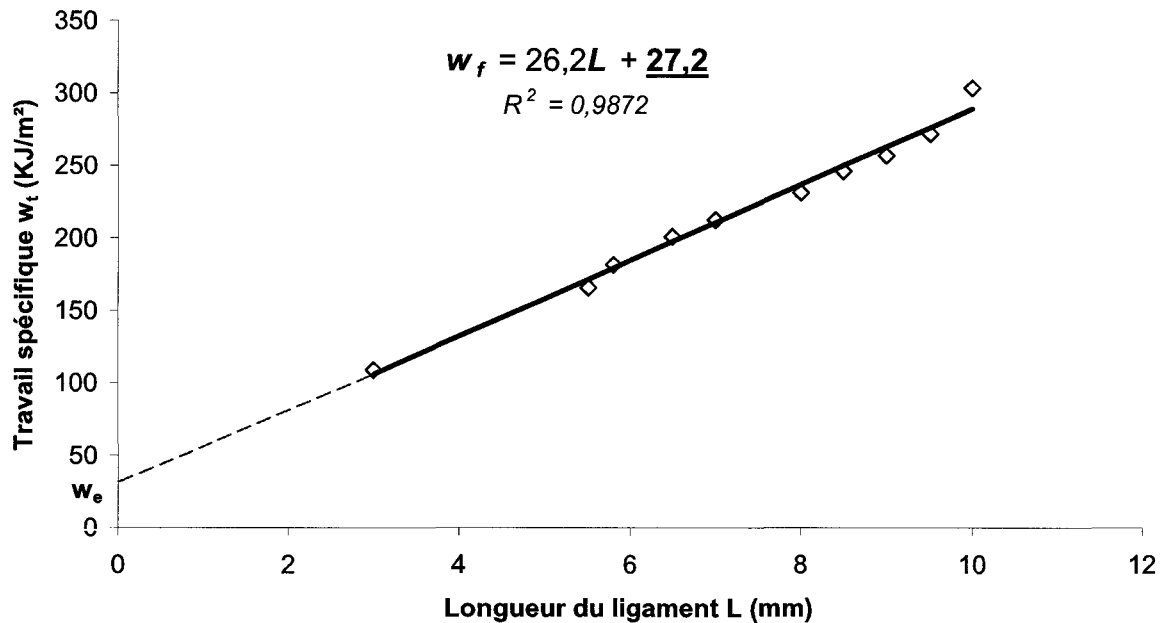


Figure A.3 Travail spécifique total en fonction de la longueur du ligament

### A.3 Conclusions

Au vu de cette étude et d'un point de vue théorique, les paramètres  $w_e$  et  $J_{Ic}$  sont équivalents de part leurs définitions basées sur des concepts énergétiques et caractérisent tous deux la ténacité du matériau étudié. Dans le cas précis du PA66-0%, les valeurs de ces deux paramètres sont suffisamment voisines pour que le choix de l'un ou l'autre comme critère d'amorçage ne relève plus que des conditions et possibilités expérimentales.

