

École doctorale n° 432 : **Sciences des Métiers de l'Ingénieur**

**Doctorat ParisTech**

**T H È S E**

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**  
**Spécialité " Mécanique et Matériaux "**

*Présentée et soutenue publiquement par*

**Thi Tuyet Nhung LE**

Le 16 Décembre 2011

**PREVISION DE LA LOI DE COMPORTEMENT DES COMPOSITES BMC**

Directeur de thèse : **Didier BAPTISTE**

Co-directeurs de thèse : **Katell DERRIEN, Joseph FITOUSSI**

## Jury

<b>Mme Carole NADOT-MARTIN,</b>	Maître de Conférences, Institut P', ENSMA Poitiers	Rapporteur
<b>M. Yves REMOND,</b>	Professeur, IMFC, Université de Strasbourg	Rapporteur
<b>M. Francis COLLOMBET,</b>	Professeur, Institut Clément Ader, IUT Paul Sabatier, Toulouse	Président
<b>Mme Brigitte OHL,</b>	Ingénieur de Recherche, Schneider Electric, Grenoble	Examineur
<b>Mme Katell DERRIEN,</b>	Maître de Conférences, PIMM, Arts et Métiers ParisTech, Paris	Co-directeur
<b>M. Didier BAPTISTE,</b>	Professeur, Arts et Métiers ParisTech, Paris	Directeur
<b>M. Joseph FITOUSSI,</b>	Maître de Conférences, PIMM, Arts et Métiers ParisTech, Paris	Co-directeur
<b>M. Fodil MERAGHNI,</b>	Professeur, LPMM, Arts et Métiers ParisTech, Metz	Examineur

**T  
H  
È  
S  
E**

# REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse s'est déroulé à l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (Arts et Métiers Paristech – centre Paris) au Laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux (P.I.M.M)

Je remercie tout d'abord Katell Derrien, mon Co-Directeur de thèse, pour tout le temps et les efforts qu'elle a fait en tant l'encadrement de thèse. Malgré mes différences de culture et mes difficultés au niveau de la langue, sa compétence, sa gentillesse et sa patience m'ont aidé à surmonter les défis. Je voudrais la remercier pour la correction de ma thèse et pour l'encouragement qu'elle m'a donné durant la thèse.

J'adresse également ma vive gratitude à Michel Bocquet, Professeur, pas seulement pour les connaissances scientifiques qu'il m'a données, mais aussi pour sa gentillesse et sa disponibilité, pour le temps qu'on a passé ensembles sur les rapports et les présentations.

Je remercie également Monsieur Didier Baptiste, Professeur, mon Directeur de thèse, pour sa disponibilité et son enthousiasme. Merci à Monsieur Joseph Fitoussi, Co-Directeur de ce travail pour ses grandes qualités scientifique et humaine. Une pensée toute particulière à Madame Brigitte Ohl, Ingénieur de Recherche, pour m'avoir donné l'occasion de collaborer avec Schneider Electric. Leurs soutiens et encouragements m'ont permis d'aller de l'avant même lors des moments les plus difficiles.

J'exprime également ma vive gratitude aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail. Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à Madame Carole Nadot-Martin, Rapporteur de mon travail, pour les corrections très attentives.

J'adresse également mes vifs remerciements à Patrick Mureau, Patrick Ribot, Frédéric Valès, et Alain Gaudy avec qui j'ai partagé des « années » de travail expérimental. J'associe à ces remerciements tous mes collègues et amis pour les échanges que nous avons eus au cours de ces dernières années. Merci à Monsieur Verdu, Professeur, d'avoir apporté ses connaissances avec une extrême gentillesse. Je pense en particulier à Tuan, Lam pour leurs conseils et encouragements qui m'ont été précieux. Merci à Giov, Nini, Monir, Magalie, Sophie, Camilo et Julie pour avoir partagé les moments difficiles mais aussi des soirées inoubliables.

Pour terminer, ma reconnaissance la plus sincère s'adresse à mes parents, mes sœurs, mes amis proches, mes « colocos » qui m'ont toujours soutenu, aussi bien pendant mes études que durant ce travail. Merci d'avoir eu confiance en moi.

Une expérience formidable de 4 ans s'achève donc ici. J'espère néanmoins que nous garderons des rapports amicaux bien au-delà de cette période...

Nhung LE

Paris, le 16 Décembre 2011.

# Sommaire

---

<b>Sommaire</b> .....	<b>i</b>
<b>Nomenclature</b> .....	<b>2</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>3</b>
<b>Chapitre 1 - Bibliographie</b> .....	<b>6</b>
1.1 - Le matériau BMC (Bulk Molding Compound) .....	7
1.2 - Composition.....	8
1.2.1 - La matrice.....	8
1.2.2 - Les renforts .....	9
1.2.3 - Autres additifs .....	10
1.3 - Le procédé de moulage.....	10
1.3.1 Elaboration des BMC.....	10
1.3.2 Mise en forme .....	11
1.3.3 Problèmes liés à la mise en forme .....	13
1.4 - Etude de la morphologie des BMC .....	15
1.4.1 - Réticulation de la résine polyester.....	16
1.4.2 - Système sans charge: Polyester Insaturé /styrène/ Anti-retrait (UP/ST/TP) .....	18
1.4.3 - Système avec charges: cas des composites BMC.....	21
1.5 - Etat de l'art sur les matériaux BMC.....	23
1.5.1 - Etude quantitative des porosités : Taille et Distribution .....	24
1.5.2 - Influence de la microstructure sur des propriétés mécaniques .....	28
<b>Chapitre 2 - Caractérisation expérimentale</b> .....	<b>35</b>
2.1 - Introduction.....	36
2.2 - Le matériau .....	37
2.2.1 - Formulations étudiées.....	37
2.2.2 - Procédé de moulage.....	40
2.3 - Caractérisation expérimentale de la matrice .....	41
2.3.1 - Microstructure – l'effet de la taille des charges sur la morphologie .....	42
2.3.2 - Comportement mécanique de la matrice .....	50
2.3.3 - Relation microstructure-propriétés mécaniques .....	58
2.4 - Système avec fibres – le composite.....	63
2.4.1 -Microstructure- orientation des fibres .....	64
2.4.2 - Comportement mécanique des composites .....	84
2.4.3 - Essais de charge-décharge .....	90
2.4.4 - Relation microstructure- propriété mécanique .....	92
2.5 - Conclusion sur les mécanismes de déformation .....	103
<b>Chapitre 3 - Modèle d'homogénéisation</b> .....	<b>107</b>

3.1 - Introduction.....	108
3.2 - Principe général de l’homogénéisation .....	108
3.2.1 -Reformulation de l’élasticité hétérogène.....	111
3.2.2 - <i>Problème d’Eshelby homogène</i> .....	112
3.2.3 - <i>Problème d’Eshelby hétérogène</i> .....	113
3.2.4 - <i>Application à l’estimation des propriétés des matériaux hétérogènes</i> .....	114
3.3 - Application aux matériaux de notre étude : cas de l’élasticité .....	118
3.3.1 - <i>Mori-Tanaka directe en utilisant la distribution d’orientation discrétisée</i> .....	118
3.3.2 - <i>Mori-Tanaka : procédure en deux étapes utilisant les tenseurs d’orientation</i> .....	120
3.4 - Intégration de la déformation par croissance de cavité.....	122
3.4.1 - <i>Représentation d’une coquille thermoplastique</i> .....	122
3.4.2 - <i>Seuil de croissance des porosités</i> .....	124
3.4.3 - <i>Evolution de la croissance des cavités</i> .....	125
3.5 - Prise en compte de décohésion d’interface fibre/matrice.....	131
3.5.1 - Détermination des champs de contrainte locaux.....	131
3.5.2 - <i>Probabilité de rupture à l’interface fibre/matrice</i> .....	133
3.5.3 - <i>L’évolution de l’endommagement par décohésion d’interface</i> .....	135
3.5.4 - Algorithme du modèle d’endommagement à l’interface fibre/matrice .....	138
3.6 - Algorithme final du modèle.....	139
<b>Chapitre 4 - Prévion du comportement de la matrice.....</b>	<b>143</b>
4.1 - Introduction.....	144
4.2 - Détermination des propriétés de la matrice primaire par méthode inverse.....	144
4.3 - Identification des paramètres de la loi de comportement .....	145
4.3.1 - <i>Détermination du seuil de non-linéarité</i> .....	145
4.3.2 - <i>Identification du paramètre d’évolution de croissance de cavités</i> .....	147
4.4 - Validation : Prévion de la loi de comportement des différentes formulations.....	150
4.5 - Conclusion .....	152
<b>Chapitre 5 - Prévion du comportement des composites BMC.....</b>	<b>153</b>
5.1 - Introduction.....	154
5.2 - Prédiction des propriétés élastiques .....	154
5.2.1 - <i>Identification des propriétés élastiques de la matrice du composite</i> .....	154
5.2.2 - <i>Prédiction des propriétés élastiques des différents composites</i> .....	155
5.3 - Prédiction des seuils de non-linéarité des composites .....	161
5.4 - Identification des paramètres du critère de décohésion d’interface .....	163
5.5 - Validation du modèle pour différents composites.....	169
5.6 - Comparaisons de trois modèles : croissance de cavité, décohésion d’interface, combinaison des deux .....	171
5.7 - Extension du modèle pour les composites fictifs.....	172
5.8 - Conclusion .....	174
<b>Conclusions générales et perspectives.....</b>	<b>175</b>
<b>Références Bibliographiques.....</b>	<b>179</b>

pastel-00668717, version 1 - 10 Feb 2012

# Nomenclature

---

## Abréviations

---

ATH	Alumine Tri Hydratée
BMC	Bulk Molding Compound
SMC	Sheet Molding Compound
CIC	Continuted Impregnation Compound
LPA	Low Profile Additif
LSA	Low Skrink Additif
UP	Unsatered Polyester
TP	Thermoplastique
ST	Styrène
PVAc	Poly vinyle acétate
PMMA	Poly méthacrylate de méthyle
PU	Poly Uréthane
PS	Polystyrène
UD	Unidimensionnel
2D	Bidimensionnel
3D	Tridimensionnel

---

# Introduction

---

Les matériaux composites sont largement utilisés dans l'industrie car ils permettent, par le choix de la nature, de la géométrie et de la répartition des constituants, d'obtenir le meilleur compromis en termes de propriétés recherchées telles que la rigidité spécifique, la résistance ou la stabilité dimensionnelle.

Dans l'ensemble des familles de composites, les composites à matrice thermodurcissable représentent 70% de l'ensemble de ces matériaux. Ceux qui possèdent une base de résine polyester insaturée ont été choisis parmi les quatre principales familles de thermodurcissable (les polyesters insaturés, les époxydes, les vinylesters, les phénoliques) pour des applications de grande diffusion qui présentent un bon compromis entre le coût et les performances.

Les SMC (Sheet Molding Compound – feuilles moulables en masse) / BMC (Bulk Molding Compound – mélanges moulables en masse) sont des matériaux composites à base de polyester insaturé, de charges minérales et de fibres de verre, qui représentent environ deux tiers du tonnage mondial des composites. Ces matériaux principalement employés comme matériaux de structure, présentent de nombreux avantages tels qu'une bonne résistance à la corrosion, une mise en œuvre aisée, une grande liberté de forme, des possibilités d'intégration de fonctions et un faible coût de production. Les SMC/BMC se retrouvent dans plusieurs domaines industriels en raison des nombreuses possibilités de réalisation de formes complexes et de modification des propriétés physiques (mécanique, thermique, électrique) en faisant varier la nature de la matrice (charges, adjuvants...). Par conséquent, ce type de composites est largement utilisé dans différents secteurs industriels, comme l'industrie automobile (boucliers, hayons...) et électrique (armoires, coffrets, boîtiers électriques...). (Figure 1)



**Figure 1 : Exemples de pièces en SMC/BMC dans les industries automobile et électrique.**

Les composites à base de polyester insaturé sont largement utilisés au sein du groupe Schneider Electric. Les pièces élaborées par Schneider Electric doivent répondre à des cahiers des charges électrotechniques sévères. Ce sont des pièces fortement contraintes sur les plans diélectrique, mécanique et thermique qui subissent en présence d'arcs électriques à la fois des montées en température mais également des brusques montées en pression. Ils sont principalement appliqués dans les domaines de la Basse Tension de Puissance, la Moyenne Tension et le Contrôle Industriel.

Cette étude traite des matériaux de type BMC appliqués dans l'industrie électrotechnique pour concevoir des pièces isolantes. Si ces composites possèdent des propriétés intrinsèques suffisantes, pour atteindre une transformabilité suffisante et pour obtenir les propriétés finales requises par l'application souhaitée, les choix de matière et de procédé de fabrication sont déterminants. Si les BMC sont tous élaborés à base de polyester insaturé, d'un thermoplastique jouant le rôle d'agent anti-retrait pendant la polymérisation, de charges minérales et de fibres de verre, ils diffèrent entre eux par le choix du type d'agent anti-retrait ou de charges, par la quantité de charge et de renforts minéraux. Les BMC peuvent être élaborés soit par injection soit par compression, le choix du procédé ayant une conséquence directe sur les propriétés mécaniques du matériau principalement due au couplage entre procédé et orientation des fibres de verre.

La conception des pièces et le choix du matériau composite permettant de remplir les fonctions principales demandées à la pièce ne sont donc pas triviaux et s'appuient encore largement sur un savoir-faire empirique.

L'objectif de Schneider Electric est de disposer à terme d'un outil d'aide à la conception des pièces en décrivant les propriétés mécaniques des BMC en fonction de leur formulation et en optimisant ensuite le choix du matériau composite en fonction du cahier des charges demandé.

Il est possible d'aborder le comportement mécanique des matériaux par les concepts de la mécanique des milieux continus, il s'agit alors d'une approche phénoménologique de nature inductive, fondée sur l'expérience et ayant comme domaine de validité celui à l'intérieur duquel elle a été identifiée. Elle n'a

donc pas par nature, de pouvoir prédictif en dehors de son domaine d'identification et ne peut aider l'élaborateur ou le transformateur à concevoir des matériaux ou des procédés plus performants car elle ne permet, de part son caractère phénoménologique, aucune action sur les phénomènes et mécanismes à l'origine des propriétés mécaniques identifiées.

Ces trente dernières années ont vu le développement d'approches plus déductives du comportement mécanique des matériaux, qui sont en fait un aller-retour de plus en plus précis entre plusieurs échelles d'appréciation des mécanismes physiques et des propriétés. Le principe est d'identifier les phénomènes et mécanismes élémentaires microscopiques comme étant la source des phénomènes macroscopiques et ainsi de préciser le lien entre le comportement macroscopique des matériaux et leurs caractéristiques microstructurales.

Le développement de matériaux composites visant, par une combinaison judicieuse de propriétés complémentaires, à fabriquer des matériaux sur mesure pour des emplois déterminés est une parfaite illustration de cette approche déductive. Ce sont ces approches, que nous appellerons dans un cadre général approche multi-échelles ou modèle d'homogénéisation, que nous utiliserons dans cette étude pour répondre au problème posé par Schneider Electric.

Cette étude est composée de **5 chapitres**.

**Le premier chapitre** est une étude bibliographique sur les matériaux composites à base de polyester insaturé en général et de BMC en particulier. La morphologie des matériaux BMC y est présentée pour comprendre l'influence du choix des constituants et du procédé de moulage sur la microstructure des pièces injectées.

**Le second chapitre** présente des résultats expérimentaux sur la caractérisation de différentes formulations du BMC et de la matrice seule afin d'étudier leur microstructure et le mécanisme de déformation. Les essais ont été réalisés à l'échelle macroscopique et microscopique afin d'établir le lien entre les échelles qui nous permettra d'alimenter les modèles d'homogénéisation.

**Le troisième chapitre** constitue une revue sur les modèles d'homogénéisation utilisés dans l'étude. Le choix de modèle d'homogénéisation pour modéliser le comportement de notre composites BMC s'est orienté vers le modèle Mori-Tanaka élastique couplé à de l'endommagement par croissance de cavités et décohésion de fibres.

**Le quatrième chapitre** est consacré à la validation du modèle d'endommagement par croissance de cavité pour différentes formulations de la matrice.

**Le cinquième chapitre** s'attache à modéliser le comportement des composites BMC en prenant en compte tous les mécanismes d'endommagement identifiés.

Enfin, nous terminerons ce mémoire en présentant la conclusion et les perspectives de ce travail.

# Chapitre 1

## Bibliographie

---

*Résumé : Le premier chapitre est une étude bibliographique sur les matériaux composites à base de polyester insaturé en général et de BMC en particulier. La morphologie des matériaux BMC y est présentée pour comprendre l'influence du choix des constituants et du procédé de moulage sur la microstructure des pièces injectées.*

---

<b>Chapitre 1 - Bibliographie.....</b>	<b>6</b>
1.1 - Le matériau BMC (Bulk Molding Compound) .....	7
1.2 - Composition.....	8
1.3 - Le procédé de moulage.....	10
1.4 - Etude de la morphologie des BMC .....	15
1.5 - Etat de l'art sur les matériaux BMC.....	23

---

## 1.1- Le matériau BMC (Bulk Molding Compound)

Les matériaux BMC sont basés sur un polyester insaturé thermodurcissable additionné d'un agent anti retrait, des renforts minéraux et des fibres. Une formulation typique peut avoir 13 ingrédients différents. Le choix des différents ingrédients dépend du cahier des charges de l'utilisation. L'histoire des matériaux BMC est liée à trois marchés principaux : Electricité, Automobile et consommation/ ménage. L'électricité est le marché le plus ancien et le plus mature. Ce marché comporte des applications telles que : grand boîtier électrique, boîtier de disjoncteur, boîtiers de petits moteurs électriques, appareil de commutation. En raison de leur excellente propriété d'isolation électrique, leur résistance aux hautes températures, les matériaux BMC sont un choix naturel pour ces applications.

Une caractéristique qui distingue les BMC des autres résines thermodurcissables est leur capacité à être pigmentés. Les BMC peuvent être formulés pour donner presque n'importe quelle couleur ou apparence, y compris un aspect granit, marbre, pierre ou autres. Cette caractéristique est la raison pour laquelle les BMC sont utilisés dans le marché consommation/ ménages. Les applications comprennent toute une gamme de composants poignées de four, écrans thermiques pour fers à repasser, etc.

Un important marché des matériaux composites BMC est le secteur de l'automobile. Le nombre de demandes dans le secteur automobile ne se compare pas à celui de l'électricité ou du segment des ménages, mais le volume de matériaux consommés pour chaque application est beaucoup plus grand.

Les applications automobiles comprennent les réflecteurs, les couvercles de soupape, et les petits composants extérieurs (comme les déflecteurs)

Les matériaux BMC pour l'automobile doivent se pigmenter facilement et avoir un bon état de surface, le plus souvent, les renforts minéraux sont des carbonates de calcium  $\text{CaCO}_3$  et l'agent anti retrait est de type LPA (Low profile additif). Pour les applications d'électricité, la résistance au feu est fortement demandée. Les charges minérales sont dans ce cas de l'alumine tri-hydratée et la tenue au choc est assurée par un agent anti-retrait de type LSA (Low Shrink Additive).

Dans les paragraphes qui suivent nous présentons la famille des BMC du point de vue nature des constituants, mise en œuvre, microstructure et propriétés mécaniques. Les propriétés spécifiques aux BMC étudiés dans cette étude seront détaillées dans le chapitre suivant.

## **1.2- Composition**

Les BMC sont des composites dont la matrice est une résine thermodurcissable renforcée par des fibres de verre type E et des charges minérales. La nature et les rôles des différents constituants de la formulation sont présentés ci-dessous [Bat05] :

### **1.2.1- La matrice**

#### *1.2.1.1 Polyester Insaturés*

Les pré-polymères polyesters insaturés (UP pour unsaturated polyesters) sont obtenus par polycondensation d'un ou plusieurs glycols sur un ou plusieurs diacides dont l'un au moins contient une double liaison.

Le produit obtenu est mis en solution dans différents monomères vinyliques, acryliques ou allyliques. Dans une deuxième étape, ils vont réagir avec les doubles liaisons du pré polymère pour obtenir des matériaux réticulés, infusibles et insolubles dans les solvants. Cette copolymérisation du monomère, le plus souvent le styrène, s'obtient par l'apport d'un amorceur radicalaire (peroxyde organique) et conduit à la réticulation tridimensionnelle qui s'accompagne d'une forte exothermie et d'un retrait important [Bat05][Wei83].

#### *1.2.1.2 Agent anti retrait*

La copolymérisation polyester/styrène s'accompagne d'une contraction volumique de l'ordre de 5 à 10% qui se traduirait par des retassures ainsi que de larges fissures au sein du matériau si elle n'était pas compensée. Afin de limiter ce phénomène, on ajoute un polymère thermoplastique (TP). Il existe plusieurs types d'additifs anti-retrait. On distingue trois types de formulation suivant la compensation de retrait à assurer :

- Formulation standard : le retrait est  $> 0.2\%$ , on utilise dans ce cas du polyéthylène (PE) ou du polyméthacrylate de méthyle (PMMA)
- Formulation Low Shrink aditive (LSA) : le retrait au moulage est de  $0.05$  à  $0.2\%$ , on peut par exemple utiliser dans ce cas du polystyrène (PS)

- Formulation Low profile aditive (LPA) ; le retrait est inférieur à 0.05% (cette formulation est souvent utilisée dans l'industrie automobile pour les pièces de carrosserie), on utilise du Polyvinyle acétate (PVAc) ou encore du Polyuréthane (PU)

## **1.2.2- Les renforts**

### *1.2.2.1 Charge minérale*

Deux types de charges sont le plus souvent utilisés : le Carbonate de calcium et le Tri hydrate d'aluminium. Ils sont ajoutés pour renforcer quelques propriétés spécifiques ainsi que pour abaisser le prix du produit final. Le Carbonate de calcium sert à améliorer l'état de surface, le Tri hydrate d'aluminium est choisi pour la tenue au feu.

La dimension moyenne des particules de charge s'étend de quelques microns à 100 µm. Des mélanges de charges peuvent être effectués pour obtenir des combinaisons de propriétés. Les charges jouent un rôle déterminant dans le comportement rhéologique des composites : la viscosité augmente quand le taux de charge croît, la granulométrie des charges influence également la viscosité.

Les particules les plus fines ont tendance à s'agglomérer et à causer des hétérogénéités dans le matériau réticulé. La répartition granulométrique, la forme des grains, les propriétés physico-chimiques comme la mouillabilité sont autant de facteurs modulables et influants. La surface des charges peut être traitée (avec un agent de couplage type silane ou un agent dispersant), pour diminuer la tendance à l'agglomération des particules, améliorer la mouillabilité et la dispersion dans la résine et ainsi apporter une meilleure cohésion d'ensemble au composite final.

### *1.2.2.2 Fibres de verre*

Pour les composites BMC, les fibres de verre coupées sont du type E. Elles apportent la résistance mécanique du matériau.

En ce qui concerne les fibres, l'opération d'ensimage consiste à déposer à la surface des filaments de verre un mélange de composition complexe dont la fonction est d'assurer une bonne cohésion entre les filaments, de faciliter leur imprégnation par la pâte et de favoriser une liaison verre/ matrice polymère correcte. L'ensimage comprend donc un agent de couplage (souvent un silane) et des agents collants facilitant le procédé. Ce mélange réactif est plus ou moins cuit au cours de l'élaboration du fil de verre. Le renfort est le constituant le

plus coûteux dans la constitution du matériau. Les fibres de verre présentent des dimensions initiales de 3 à 25 mm de longueur. Le mono-filament possède un diamètre de 9 à 17  $\mu\text{m}$ . Le renfort utilisé se présente sous la forme de fils plats d'un millimètre environ dont la section varie. Ces fils sont constitués de quelques centaines de mono-filaments [Tey02].

### **1.2.3- Autres additifs**

#### *1.2.3.1 Agent démoulant*

Les agents les plus souvent utilisés sont : Acide stéarique, stéarate de zinc, de magnésium ou de calcium. L'agent démoulant fond et migre sur les surfaces du moule pour faciliter le démoulage.

#### *1.2.3.2 Amorceur*

Ce sont des peroxydes. En se décomposant en radicaux libre à une température spécifique, ils amorcent la copolymérisation radicalaire.

#### *1.2.3.3 Inhibiteur*

Composés organiques comme l'hydroquinone, le butylhydroquinone tertiaire, la parabenzoquinone. Agissant comme un piège à radicaux libres, ils empêchent la copolymérisation tant qu'ils ne sont pas consommés (autorisent le stockage du produit semi-fini, retardent le déclenchement de la réaction après le remplissage du moule).

## **1.3- Le procédé de moulage**

### **1.3.1 Elaboration des BMC**

Comme les SMC (Sheet Molding Compound), les BMC (Bulk Molding Compound) sont élaborés sous forme de semi-produits.

Les semi-produits se présentent sous diverses formes commerciales suivant l'usage : semi-produit en feuilles (SMC), semi-produit en vrac (BMC), semi-produit intermédiaire (CIC). Selon la géométrie de la pièce, le procédé de moulage choisi, et les performances mécaniques attendues, on choisira l'un ou l'autre de ces semi-produits.

Le SMC est un produit semi fini en feuilles fines de quelques millimètres. La pâte qui comprend tous les composants autres que les fibres, est véhiculée sur un film de polymère

protecteur. Les fibres sont déposées sur cette pâte, puis recouvertes par une deuxième feuille. L'ensemble passe dans un système de compactage pour ensuite être enroulé (figure 1). Le SMC est éventuellement injectable, mais le plus souvent il est compressé.

A la différence du SMC, le pré mix ou Bulk Molding Compound, appelé plus communément "choucroute", se présente sous forme de semi-produits en vrac et peut être transformé par injection sur presse pour thermodurcissable.

Le schéma d'élaboration du vrac BMC est présenté en Figure 1-1 (partie droite). D'un côté la résine polyester et les additifs sont mélangés, de l'autre les charges et l'agent démoulant, sont également mélangés. Avant mélange, les fibres ont été découpées à la longueur souhaitée, ce qui implique que les fils de verre incorporés ont en général des longueurs plus faibles et sont en moins grand nombre que dans le SMC.

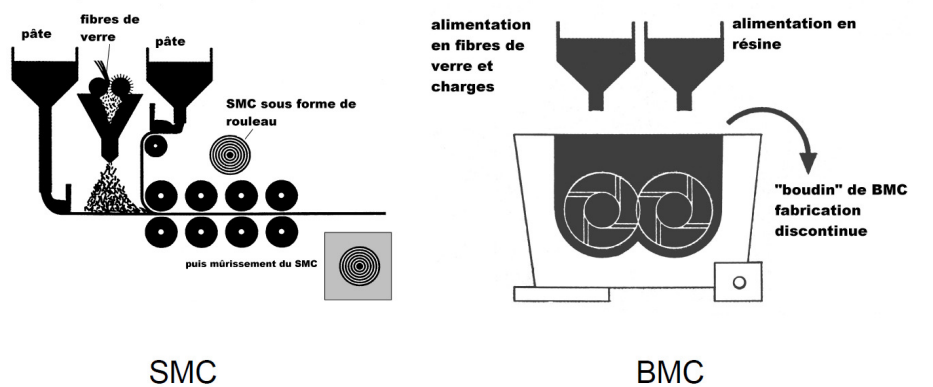
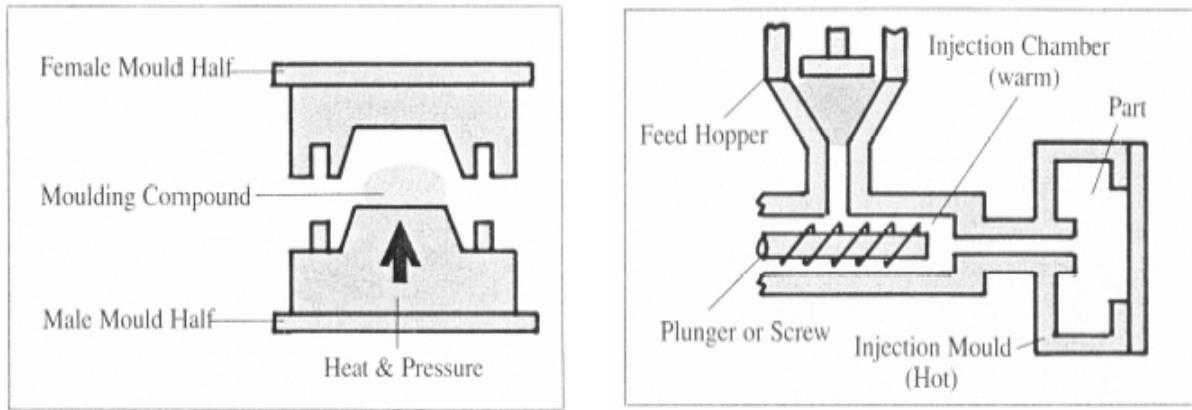


Figure 1-1 Principe du procédé d'élaboration des SMC/ BMC [Tey02]

Le procédé d'élaboration des BMC est une fabrication discontinue. L'avantage des BMC par rapport des SMC est qu'on peut les utiliser pour l'injection de pièces de forme complexe.

### 1.3.2 Mise en forme

Le BMC est mis en œuvre principalement par injection, mais il peut être dans certains cas moulé par compression.



**Figure 1-2 Deux des procédés de mise en œuvre des composites en polyester [Tey02]**

*1.3.2.1 Par compression* : La transformation des matières a lieu entre moule et contre moule chauffés. Le poids de compound correspondant à la pièce moulée est judicieusement positionné sur la partie inférieure du moule. Lors de la fermeture, la pression et la température provoquent l'écoulement du matériau dans l'empreinte. L'ouverture du moule se fait lorsque la polymérisation est terminée. La compression est utilisée uniquement pour de petites pièces en transfert compression [Com07].

*1.3.2.2 Par injection* : La matière est injectée tiède dans un moule chaud. Un « bourreur » alimente une vis- piston qui se déplace dans un cylindre et qui assure le dosage de la matière, puis son injection directe dans un moule chaud par l'intermédiaire d'une buse et de canaux. On peut distinguer au cours d'un cycle d'injection quatre phases principales [LeT08]:

- Le dosage : le BMC est amené dans un système vis-fourreau, une dose de matière est accumulée en tête de vis. Pendant le dosage, le système vis-fourreau est reculé : la buse n'est pas en contact avec le moule chaud pour éviter un échauffement exagéré pouvant entraîner les risques de réticulation au sein du système vis-fourreau. Au cours de cette étape les renforts fibreux subissent une dégradation importante, les mèches sont cassées et on obtient un matériau chargé de fibres courtes (de 1 à 6 mm de longueur).
- Le remplissage : le BMC remplit en quelques secondes la cavité moulante. Il est poussé par la vis qui joue alors le rôle d'un piston.
- Le compactage : il permet de compenser autant que possible le retrait de réticulation, il est réalisé en imposant une pression au sein de la cavité moulante. Cette pression est imposée par l'intermédiaire de la vis toujours utilisée comme un piston.

- La cuisson, elle commence en réalité dès la phase de compactage. Durant cette phase, la réaction se poursuit et lorsque le taux de conversion est jugé suffisant la pièce est alors éjectée. Le temps nécessaire pour atteindre une réticulation quasi-totale des pièces est de 3 mn environ. Le dosage de BMC nécessaire pour la pièce suivante s'effectue pendant le temps de cuisson.

Dans cette technique d'injection des BMC, la distribution du renfort est tridimensionnelle et dépendante des formes compliquées de la pièce. En « dégradant » le renfort fibreux, ce procédé ne permet pas de réaliser des pièces présentant des propriétés mécaniques au meilleur niveau des possibilités du composite. Il existe une troisième alternative, l'injection-compression qui dégrade moins le renfort fibreux. C'est une variante qui consiste à injecter la matière dans un moule non totalement fermé et à assurer la compression après la fin de l'injection.

Les conditions de compactage (pression de l'ordre de 8 à 10 MPa) et de la cuisson (liée au temps de polymérisation de la résine fonction de sa réactivité et de l'épaisseur de la pièce) influent fortement sur le taux de porosité du composite et donc sur les propriétés mécaniques et diélectriques.

### **1.3.3 Problèmes liés à la mise en forme**

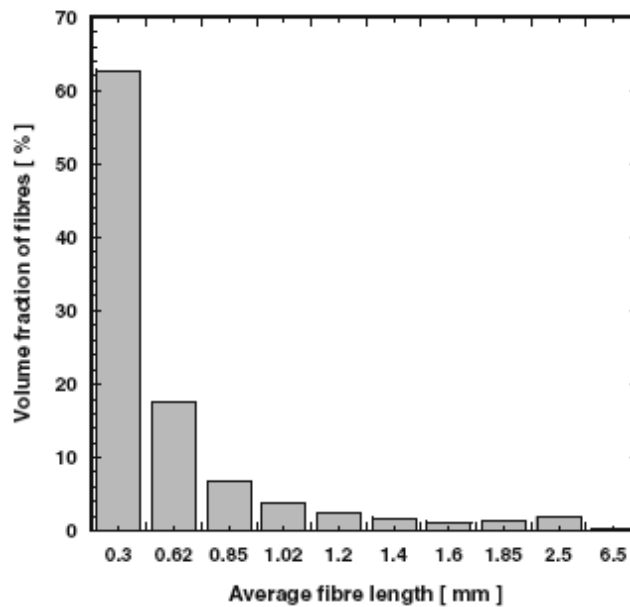
#### *1.3.3.1 Distribution d'orientation des fibres*

La distribution et l'orientation des fibres dépendent forcément de la mise en forme des pièces. A la différence du procédé de fabrication des SMC qui assure par compression une structure bidimensionnelle orthotrope, le procédé d'injection engendre une orientation plus aléatoire et tridimensionnelle des fibres du composites BMC. Blanc et coll. [Bl92], ont étudié la distribution des fibres lors de la mise en forme des BMC. Ils observent trois microstructures correspondant à trois zones :

- Dans la zone de cœur près du seuil d'injection, les fibres sont perpendiculaires à l'écoulement.
- Dans la zone près de la surface : il n'y a pas beaucoup de fibres
- Entre les deux zones, les fibres sont orientées de façon aléatoire

S Teyssier [Tey01] a proposé une méthode pour mesurer l'orientation des fibres par l'analyse d'images de tomographie. L'orientation des fibres est globalement aléatoire, mais suivant les zones on peut trouver une anisotropie marquée du BMC qui aura une conséquence directe sur les propriétés mécaniques. Dans le cas de BMC mis en forme par compression, on pourra retrouver la structure bidimensionnelle orthotrope caractéristique des SMC.

Orgéas et coll. [Org08] ont déterminé la longueur moyenne des fibres d'après le procédé d'injection des BMC, leurs résultats sont présentés sur la figure 1.3.



**Figure 1-3 Distribution de la longueur des fibres après d'injection [Org08]**

Leurs résultats indiquent que plus de 60% des fibres sont à 0.3mm de longueur après d'injection. Cette mesure a été réalisée sur 5000 fibres. Le rapport moyen entre diamètre et longueur des fibres est de l'ordre de 20.

### 1.3.3.2 Aspect de surface

L'aspect de surface est très important pour les pièces automobiles pour lesquelles il est nécessaire d'avoir une surface peu rugueuse et facile à peindre. Les études de C.Serré [Ser00] ont montré que dans les composites BMC, les charges et les fibres de verre sont situées à une profondeur supérieure à 300nm et 500nm respectivement. Une couche de nature organique d'une épaisseur d'au moins 100nm est observée à la surface du BMC. Cette couche de surface (résine polyester réticulé et additif thermoplastique) contient une partie de l'agent de démoulage, qui influe directement sur l'aspect de la surface. Des vides sont observés à la surface des BMC comme on pourrait les observer à la surface de la matrice composée elle-même d'un mélange ternaire (mélange polyester insaturé, styrène, agent anti-retrait).

Cette étude aussi montrée que la morphologie de ces mélanges ternaires a un impact direct sur la morphologie, la rugosité et l'aspect de surface des BMC.

### 1.3.3.3 Porosité

Les porosités dont on parle ici correspondent à l'ensemble des vides au sein des pièces. Il s'agit de défauts qui peuvent diminuer la qualité mécanique et diélectrique des pièces (paragraphe 1.5). Elles influencent également l'état de surface et donc la peinture des pièces.

On distingue deux types de porosité :

a) Les porosités mésoscopiques: Leur taille est de l'ordre du millimètre, elles ne sont pas nombreuses ni représentatives de la microstructure globale des BMC. Elles dépendent des conditions de moulage et sont surtout présentes vers la surface, plutôt qu'au cœur.

Les différentes origines possibles de la porosité mésoscopique sont les suivantes :

- Air occlus, censé être totalement évacué lors du moulage, (Les matières à mouler BMC, ou SMC en particulier, contiennent une proportion d'air occlus qui peut dépasser 10%.)
- Air emprisonné au moment du remplissage de l'empreinte.

b) Les porosités microscopiques: Elles ne dépassent pas la vingtaine de microns, elles sont plus ou moins nombreuses et plus ou moins bien réparties dans la pièce. Elles sont essentiellement dues à des

- Décollements éventuels entre les fibres et matrice ou entre les charges minérales et la matrice, dus à une mauvaise adhésion combinée, ou non, au retrait thermique.
- Micro-vides dus à la compensation du retrait du composite à base de polyester insaturé. Lors de la réticulation des polyesters, le retrait volumique est de 5 à 10% [Des98].

La formation de ces porosités microscopiques, sera abordée plus finement dans le paragraphe suivant sur l'étude de la morphologie des BMC.

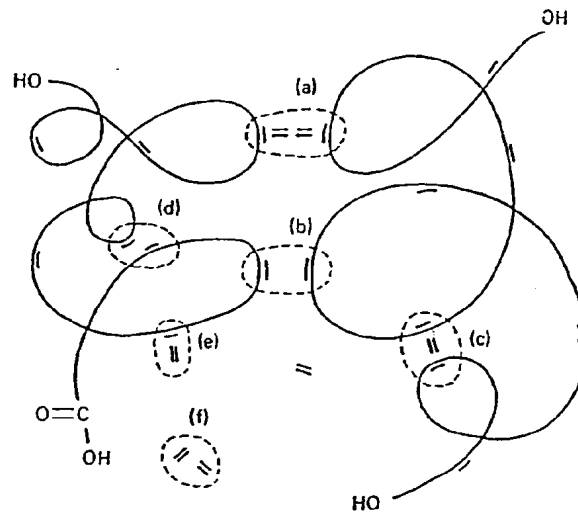
## 1.4- Etude de la morphologie des BMC

Pour comprendre le mécanisme de réticulation et de compensation de retrait du composite, et son effet sur la microstructure du BMC, on va décrire le mécanisme de réticulation de la résine polyester seule, on expliquera ensuite comment ce mécanisme va être modifié en présence d'agent anti-retrait et enfin en présence de charges minérales (charges et ou fibres de verre).

### 1.4.1- Réticulation de la résine polyester

Le réseau polyester est formé par copolymérisation entre les doubles liaisons du pré-polymère polyester et celle du monomère vinylique. Le pré-polymère polyester est mis en solution dans un monomère réactif qui est généralement le styrène [Ruf93].

La réticulation de la résine polyester est réalisée généralement par voie radicalaire. Elle est souvent déclenchée par l'effet combiné de la température et de la présence de peroxydes (amorces) au sein du mélange. L'élévation de la température entraîne la décomposition des amorces et la création de radicaux libres.



**Figure 1-4** Représentation schématique des réactions possibles lors de la copolymérisation styrène-polyester [Yan88]: (I) réticulation intermoléculaire (a) et (b), (II) réticulation intramoléculaire (c) et (d), (III) branchement du styrène sur le polyester (e), (IV) homopolymérisation du styrène (f)

Dès le début de la polymérisation, les liaisons intermoléculaires tendent à rapprocher les chaînes polyester entre elles. Il y a formation, dès le début de la réaction, de pelotes polyester appelées microgels. Ceux-ci se regroupent sous forme de nodules sphériques riches en polyester. Ces nodules tendent à se compacter et généralement précipitent. Cette précipitation résulte de la baisse de la solubilité des nodules par augmentation du poids moléculaire dans le milieu riche en monomère. Les nodules polyester sont ensuite pontés entre eux en amas plus ou moins denses essentiellement par homopolymérisation du styrène monomère pour former un véritable réseau. Ce réseau possède une masse moléculaire théoriquement égale à la masse totale de résine polyester réticulée [Bat05].

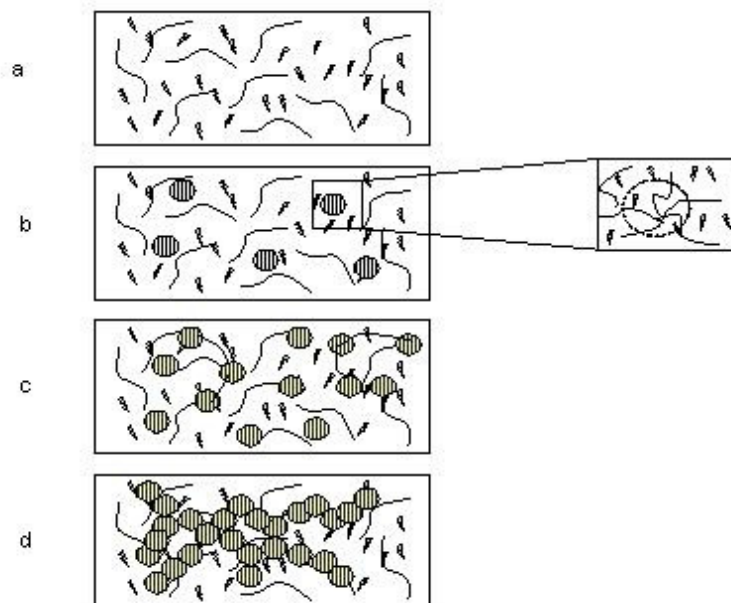


Figure 1-5 Mécanisme de réticulation des polyesters insaturés : a) début de la réaction de réticulation ; b) formation des microgels due à la réaction de réticulation intramoléculaire ; c) réaction de réticulation intermoléculaire entre les microgels ; d) macro-gélification [Des96]

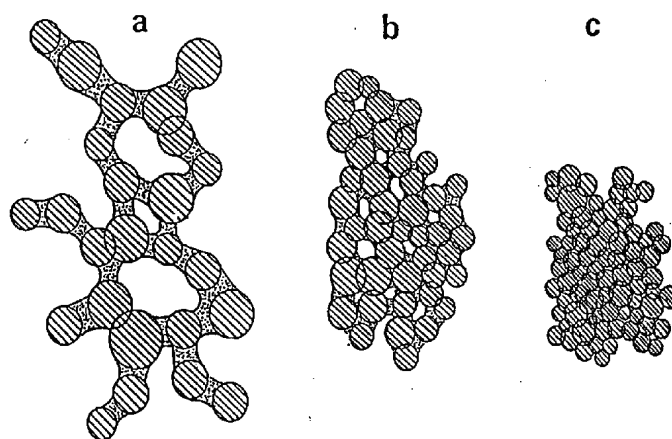


Figure 1-6 Morphologies obtenues [Yan88] –Influence de la concentration en styrène, la concentration diminuant de (a) à (c). (a) : corail, (b) écaille poreuse, (c) écaille

La copolymérisation polyester-styrène s'accompagne d'une contraction de volume importante d'environ 10% [Des96] qui se traduirait par des retassures ainsi que de larges fissures au sein du matériau si elle n'était pas compensée. Donc des additifs thermoplastiques (TP) sont ajoutés dans les formulations industrielles pour compenser ce retrait. L'étude du mécanisme de compensation du retrait dans le mélange Polyester –Styrène – Thermoplastique est développée

dans le paragraphe suivant et va nous permettre de comprendre l'origine de la formation des micro-vides de compensation.

#### **1.4.2- Système sans charge: Polyester Insaturé /styrène/ Anti-retrait (UP/ST/TP)**

Le système est composé de résine polyester insaturée dans laquelle est incorporé un agent anti-retrait (une résine thermoplastique qui peut être de type PVAc, PMMA, PS, PU). Plusieurs auteurs ont étudié le mécanisme de retrait compensé par ce type d'additif. Ce retrait provoque un baisse importante de la qualité du produit durci (qualité de surface, forte contraintes internes nuisant aux propriétés mécaniques). Il a été mis en évidence que le mécanisme de compensation du retrait était lié à la présence d'un système durci biphasé Polyester insaturé/Thermoplastique (UP/TP) et à la création de micro vides ou microfissures au sein du thermoplastique ou de son interface avec la phase polyester.

Dans la littérature, les agents anti retraits sont classifiés en deux familles. Dans la première famille, on trouve les agents qui forment un mélange miscible avec le polyester et styrène, par exemple le PVAc. Dans la deuxième famille, les thermoplastiques comme le PMMA, le PS ou le PE sont initialement non miscibles avec le polyester et le styrène. Ces deux systèmes, miscibles et non miscibles vont conduire à des mécanismes de réticulation différents.

##### *1.4.2.1. Mécanisme de réticulation d'un système UP/ST/TP*

Quel que soit le type de TP, miscible ou non miscible, le mécanisme de réticulation comprend quatre étapes : mélange, chauffage et microgelation, macrogelation et durcissement.

A partir des représentations schématiques de Suspène [Sus91], [Ruf93] et [Li00b], nous avons schématisé le mécanisme de compensation de retrait (Figure 1-7).

Dans le cas du mélange miscible, il se forme dès le début de la réaction, des microgels de polyester insaturé qui se présentent sous la forme de nodules sphériques (de taille nanométrique). Dans l'étape de macrogelation ces nodules forment un macro-réseau tridimensionnel imbriqués avec une phase continue riche en agent anti-retrait (TP). Au cours de la polymérisation, l'exothermie de la réaction provoque la dilatation thermique de la phase contenant l'agent anti-retrait quand le réseau tridimensionnel rigide confère à la pièce la forme du moule. Le phénomène de retrait s'opère au moment où la vitesse de réaction est maximale et apparaît à la fin de la réaction sous la forme de micro-vides dispersés ou « géométriquement dissous »...

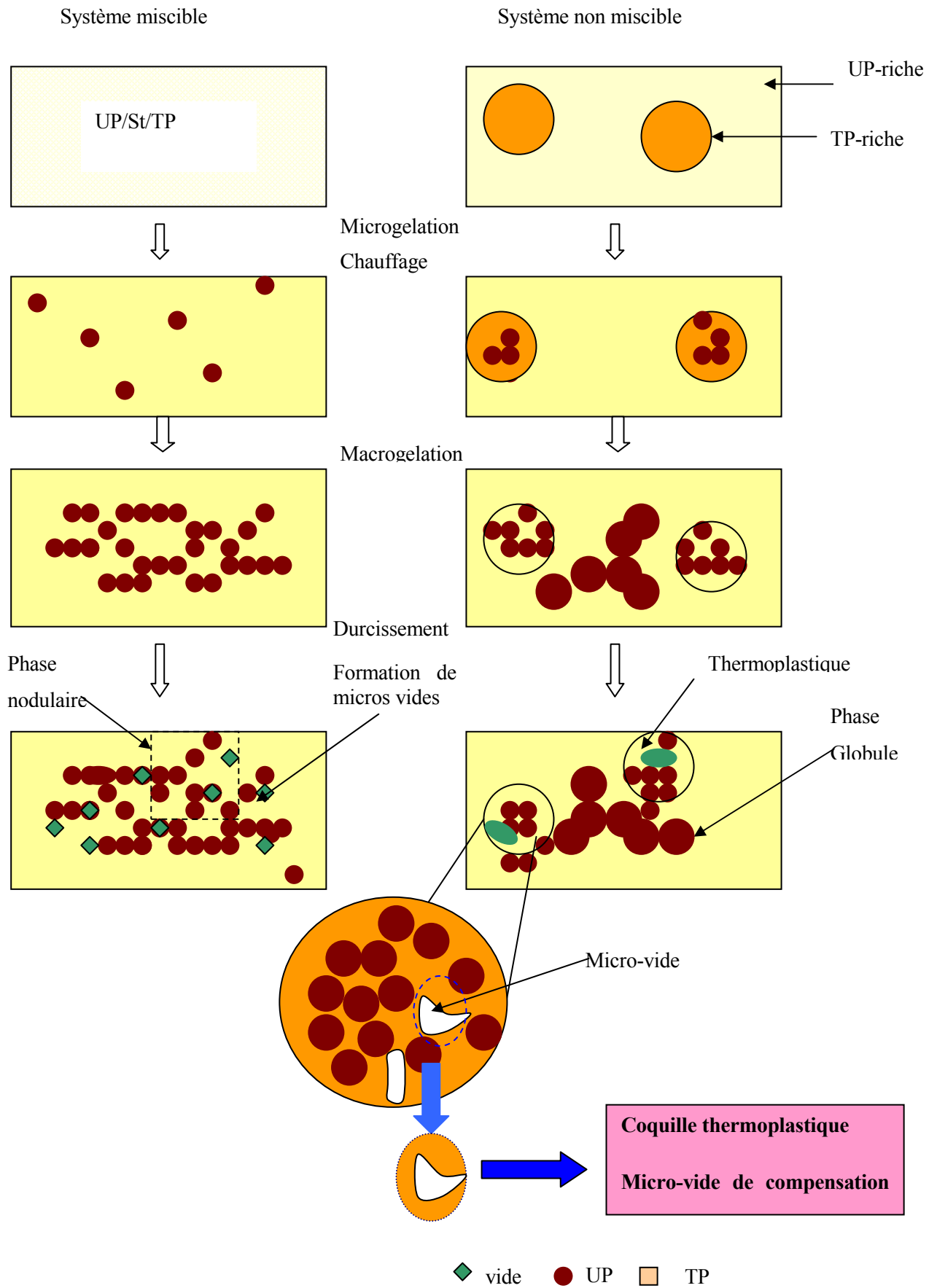


Figure 1-7 : Mécanisme de la réticulation d'un système UP/ST/TP

dans le matériau à l'interface entre les phases thermoplastique et thermodurcie. C'est ce que nous pouvons voir dans la quatrième étape de la figure 1-7.

Si le thermoplastique est non miscible dès le début du mélange, deux phases vont être créées dès la première étape, une première phase dispersée riche de thermoplastique noyée dans une deuxième phase continue riche en polyester. La phase continue riche en polyester va réagir comme le système UP/ST décrit au paragraphe 1.4.1. Le phénomène de séparation des phases intervient dans la première phase dispersée comme dans le cas du système miscible. Les micro-vides sont formés également à la quatrième étape mais comme ils se forment dans la phase dispersée (riche de thermoplastique), ils sont plus concentrés et donc de plus grande taille, la morphologie finale est également plus complexe [Ruf93].

#### *1.4.2.2 Morphologie d'un système UP/ST/TP*

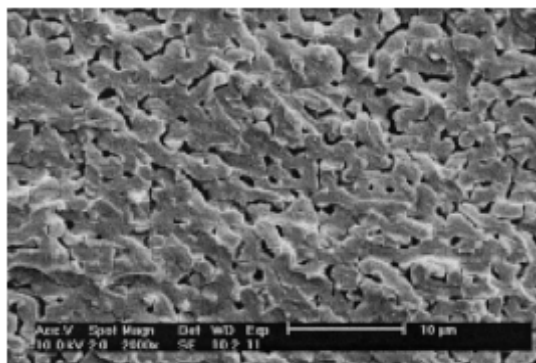
L'étude de la morphologie de la résine polyester insaturée a été menée par L.Suspène et coll. [Sus91] qui a illustré le mécanisme général de la réticulation des systèmes UP/St/ TP.

L. Suspène et coll. ont d'abord étudié les différents thermoplastiques miscibles (PVAc, PU).

Pour un même additif TP, ici le PVAc, le système qui contient le pré-polymère UP de plus grande masse molaire présente une miscibilité plus faible, ainsi qu'une morphologie finale plus inhomogène. Si maintenant, on prend un pré-polymère UP de masse molaire fixée et que l'on ajoute des additifs thermoplastiques polyuréthanes (PU) de différentes masses molaires (UP2500, UP9000, UP20000), on constate que l'inhomogénéité et la taille de micro vide sont plus marquées pour le cas de polyuréthane de plus grande masse molaire.

En conclusion, Suspène [Sus91] met en évidence que la miscibilité de l'additif thermoplastique dans le système UP/St/TP est affectée par la masse molaire du thermoplastique. Ainsi plus la miscibilité est faible, plus l'inhomogénéité est importante et plus la taille des micro-vides est grande.

Les études de Li & Lee [Li00a] montrent l'influence de la concentration du thermoplastique sur la formation du micro vide. Dans ce cas, l'agent anti-retrait est un thermoplastique « miscible », le PVAc. Dans ce cas, la taille des micro-vides augmente avec la concentration de PVAc. La Figure 1-8 montre que la taille moyenne des micro-vides pour ce type de thermoplastique est de l'ordre de quelques micromètres.



**Figure 1-8 : Microstructure du système Polyester + 3.5%massique de PVAc cuit à 55°**

Dans une autre étude, Huang & Liang [Hua96] comparent les rôles de quatre TP (PVAc, PMMA, PU, PS) dans le contrôle de la compensation de retrait du polyester. Leurs masses molaires sont respectivement de : 42000, 34000, 6500, 150000 g/mol.

Ils ont montré que pour les additifs miscibles (PU, PVAc), la morphologie est homogène. La taille des micro-éléments (particules, micro-vides) varie de 1 µm à 5 µm pour le PVAc, et de 0.1µm à 1 µm pour le PU. Pour les systèmes contenant le PMMA et le PS, la morphologie se compose de deux phases : Phases globule TP-dispersée avec une taille plus grande que la phase Co-continue.

En général, plus le TP dans la phase dispersée est massif (PS), moins le système UP/St/TP est compatible, le contrôle de compensation de retrait est dans ce cas plus difficile.

#### **1.4.3- Système avec charges: cas des composites BMC**

Pour un composite BMC, les charges et les fibres, jouent également un rôle dans le phénomène de compensation du retrait. Elles sont fréquemment encapsulées dans les macrogels et ont un effet positif sur la compensation du retrait [Des98]. Bucknall [Buc91] a montré que les charges empêchent le retrait de polymérisation, elles créent des contraintes internes à l'origine des cavitations observées dans le PVAc et des déformations de cisaillement présentes dans le réseau. Le thermoplastique est donc efficace en présence de charges minérales.

C.Mavon [Mav96] a montré dans sa thèse l'évolution de la morphologie du BMC (avec un agent anti-retrait TP miscible) dont il a comparé la morphologie pour quatre mélanges : A (UP), B (UP/TP), C (UP/TP/Charge), BMC (UP/TP/Charge/fibre) (Figure 1-9):

La résine polyester est monophasée. Dans le mélange B (UP/TP) la phase continue est thermoplastique. La phase dispersée est constitué de nodules de polyester de diamètre environs 50µm et les micro-vides constituent une troisième phase. Dans le mélange C (B+charges), le

polyester enrobe les particules de charge. Lorsque la formation massique de cette dernière dépasse 52%, la phase polyester n'est plus observable, les micro-vides se trouvent dans la phase continue thermoplastique. Dans les BMC ou le mélange D (UP/TP/Charge/fibre), les fibres jouent le même rôle que les charges, et seule la phase nodulaire a été observée.

Sur la base du schéma de C. Mavon [Mav96], nous avons illustré l'évolution schématique de la morphologie d'un BMC dans le cas d'un TP (non miscible) dans la Figure 1-9:

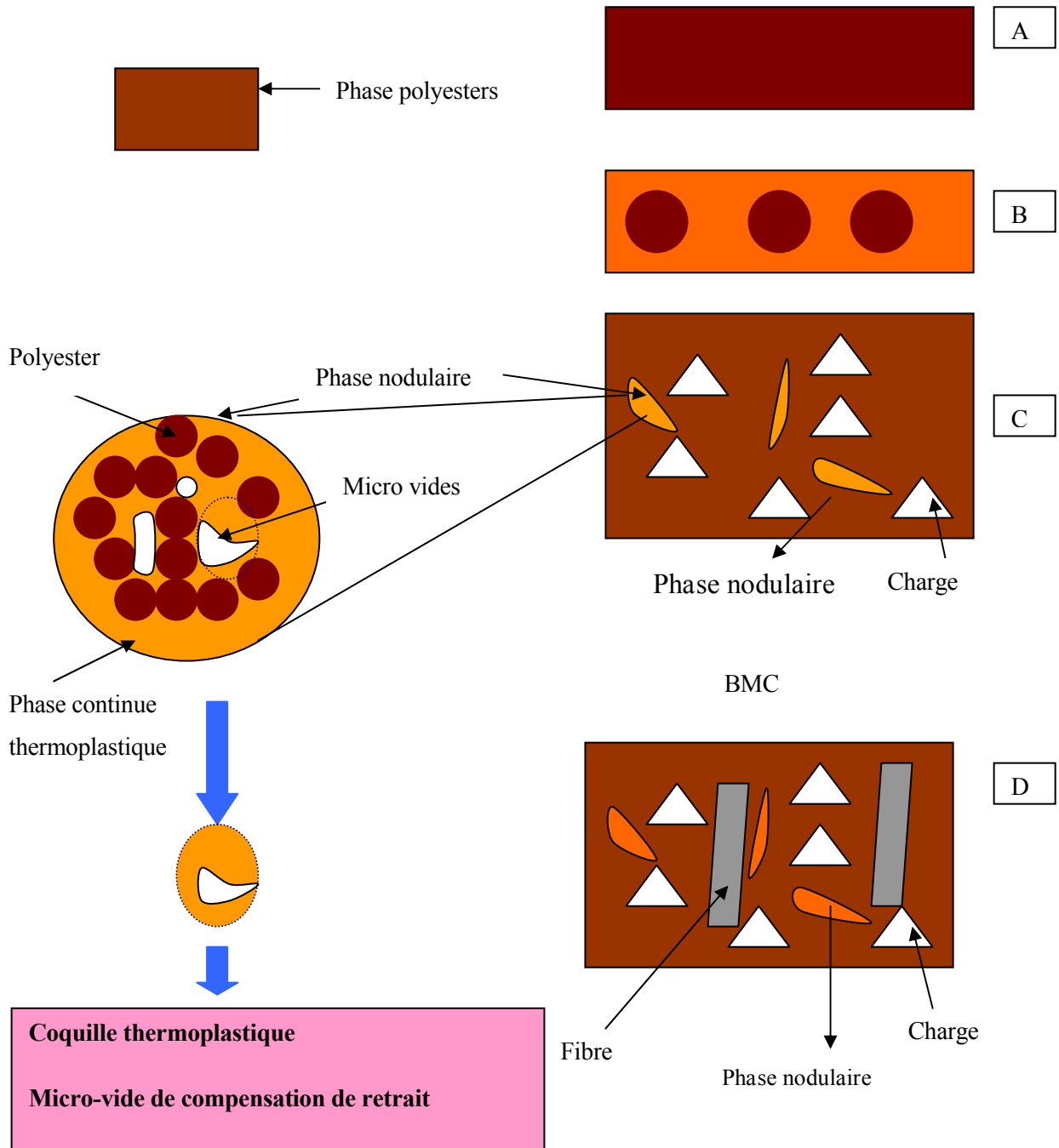


Figure1-9 : Evolution schématique de la morphologie du BMC

Dans la morphologie de ce type de BMC, la particularité des micro-vides tient au fait qu'ils sont entourés par une coque thermoplastique. Nous les appellerons par la suite **coquille thermoplastique et micro-vides de compensation de retrait**.

Z Zhang & Z. Zhu [Zha00] ont étudié le mécanisme de la formation des micro-vides dans un système chargé par du  $\text{CaCO}_3$ . Ils ont montré que la taille des micro-vides augmente lorsqu'on ajoute la charge dans le mélange. Ils ont également mis en évidence que la formation de micro-vides ne pouvait se faire qu'à partir d'une charge critique en thermoplastique, en l'occurrence 7.1% en masse de thermoplastique.

### 1.5- Etat de l'art sur les matériaux BMC

Les données disponibles dans la littérature sur le comportement des matériaux BMC ne sont pas si nombreuses. Et surtout, sous l'appellation générique BMC, nous trouvons des formulations qui diffèrent entre elles par la nature des charges et ou de l'agent anti-retrait associés à la résine polyester et aux fibres de verre. Chaque formulation étant choisie en fonction d'un cahier des charges particulier.

Dans le tableau qui suit nous avons récapitulé les différentes formulations trouvées dans la littérature (Tableau 1-1).

On peut classer les BMC selon deux groupes en fonction du type d'agent anti retrait (miscible et non miscible), ce qui n'est pas sans conséquences sur les propriétés:

Année		UP (%)	Anti-retrait (%)	charge (%)	fibre (%)	démoulant (%)
1996	C.Mavon	13,64	PVAc: 9,09	56,83( $\text{CaCO}_3$ )	18	0,91
1996	N.Deslandes	9,5	PVAc: 3,65	56,8( $\text{CaCO}_3$ )	18	0,91
1999	Marie France Vallat	30	PVAc:	50 ( $\text{CaCO}_3$ )	20	
2002	M.Vayer, C.Serre	14,8	PVAc:(0-3,2)	62( $\text{CaCO}_3$ )	20	1
1998	M. Faudrée	13,95	PS: 4,2	47,1 ( $\text{CaCO}_3$ )	20	1,2
2004	S. Teyssier	28	PS (7)	42( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	20	3
2005	R.Derosa	18,4	PS: 9,2	50( $\text{CaCO}_3$ )	16,7	1,8
2008	L. Orgéa, Le T. H.	28,2	PS (7,04)	42,64 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	20	2,12

**Tableau 1-1 Résumé des études sur le composite BMC**

L'agent anti-retrait est choisi selon les cahiers des charges des différentes applications. Pour les pièces qui ont besoin d'un bon état de surface (peu de macro-porosités à la peau), le PVAc a été choisi ainsi que la charge CaCO<sub>3</sub> qui apporte une bonne qualité de surface.

Pour les applications électriques, les tenues au feu et au choc sont les critères les plus importants. Dans ce cas la charge ATH a été choisie pour la tenue au feu et l'agent anti-retrait PS a été choisi pour la résistance au choc.

### 1.5.1- Etude quantitative des porosités : Taille et Distribution

Les paramètres principaux influençant directement la porosité sont les suivants :

- La température, la porosité diminuant lorsque la température augmente.
- La pression, la porosité étant importante si la pression n'est pas suffisante.

Enfin, l'hétérogénéité thermique et le cisaillement pendant le moulage peuvent conduire à une distribution hétérogène des porosités.

Les études concernant la mesure quantitative des porosités dans des BMC contenant un thermoplastique miscible sont relativement nombreuses ([Des98], [Vay02], [Zha00]...), par contre pour le système non miscible, il y en a peu ([Tey02]).

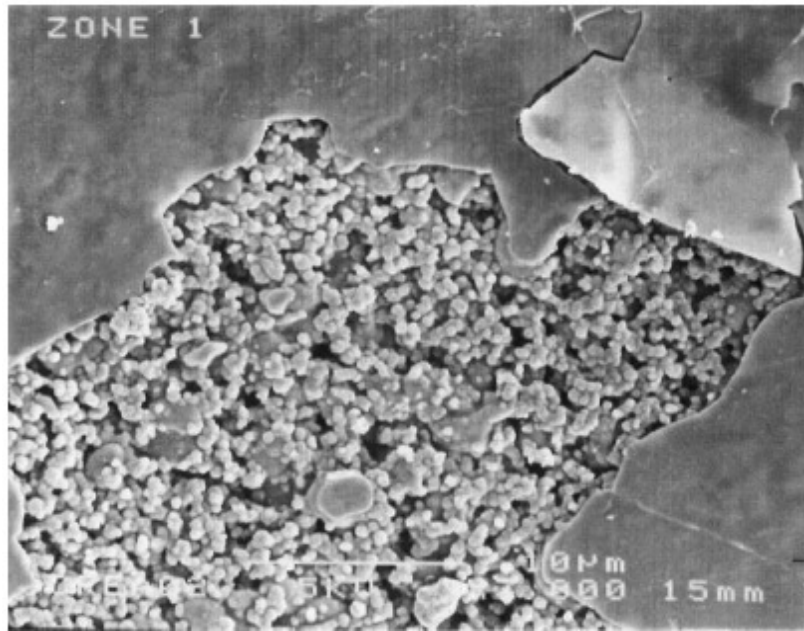
#### Cas des micro-porosités associés à un agent anti-retrait de type miscible

L'étude de N. Deslandes [Des98], montre que la fraction volumique des porosités du composite BMC (d'agent anti retrait miscible PVAc, charges CaCO<sub>3</sub>) est de l'ordre de 10%. Ces mesures sont effectuées à cœur.

Plaque zone	$\rho$ experimental	$\rho$ theoretical	$\rho_{exp}/\rho_{theo}$ (%)	Volumic fraction of microvoids (%)
I	1849	2083	88.8	11.23 ± 0.07
II	1862	2087	89.2	10.78 ± 0.04
III	1891	2085	90.7	9.30 ± 0.01
IV	1885	2085	90.4	9.69 ± 0.03
V	1887	2085	90.5	9.50 ± 0.03
VI	1881	2085	90.2	9.88 ± 0.02

**Tableau 1-2 Masse volumique (kg.m<sup>-3</sup>) expérimental et théorique et fraction volumique des porosités dans différentes zones de la plaque BMC [Des98]**

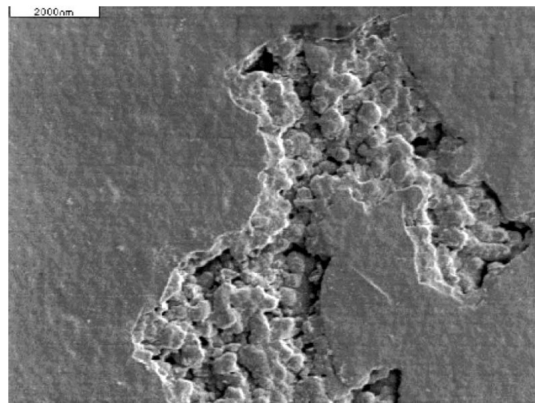
Pour 6 zones différentes dans une plaque BMC, la fraction volumique de porosités varie entre 9.3 à 11,2% (Tableau 1-2) et elle est plus importante dans la zone la plus proche du point d'injection (zone I). La taille des particules et des vides est de quelques micromètres (Figure 1-10)



**Figure 1-10 : Morphologie de surface du BMC [Des98]**

Il existe également des vides d'une taille de quelques centaines de microns, qui conduisent aux défauts d'aspect observés après l'étape de peinture. Ils se situent dans des lieux préférentiels comme les parties brillantes ou les zones éloignées du point d'injection. [Des96].

M. Vayer et coll. [Vay02] ont étudié l'influence de type d'agent anti-retrait sur la formation des microvides de BMC contenant 62% en masse de charges de  $\text{CaCO}_3$  et 3% d'agent anti-retrait miscible. Pour les PVAc de différentes masses molaires, la fraction volumique des porosités varie de 2.5 % à 4% et le diamètre des porosités est d'environ  $2\mu\text{m}$  (figure 1-11).



**Figure 1-11 : Observation MEB de la Surface défectueuse du BMC [Vay02]**

#### **Cas des micro-porosités associés à un agent anti-retrait de type non-miscible**

Une autre méthode pour mesurer les porosités a été abordée dans l'étude de S.Teyssier [Tey02]. L'agent anti-retrait est un polystyrène (PS) et les charges sont des particules d'ATH. Le

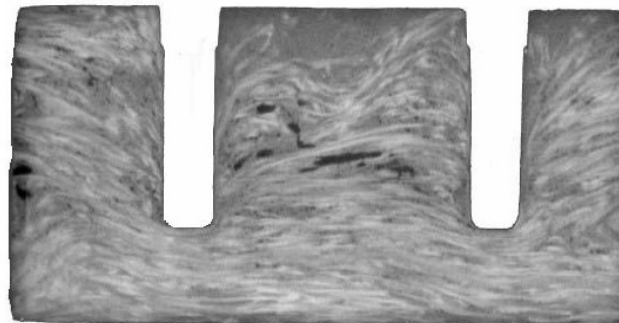
contrôle complet de la structure du BMC est réalisé grâce à deux examens permettant de déterminer deux types de porosité

- De taille 0,3 à 2,8 mm pour l'échelle mésoscopique
- De taille 2 à 10  $\mu\text{m}$ , pour l'échelle microscopique.

La technique choisie est la tomographie à rayons X. Elle permet de visualiser l'intérieur de la pièce dans une large gamme d'échelle. La résolution est en effet conditionnée par le système d'imagerie, et si elle se situe autour de quelques centaines de micromètres pour un tomographe standard industriel, elle peut descendre à des résolutions inférieures au micromètre dans le cas de la microtomographie synchrotron.

Dans son étude, les images obtenues par tomographie à rayons X sont analysées à deux échelles : mésoscopique (taille de voxel de 60 $\mu\text{m}$ ) et microscopique (taille de voxel de 0.28  $\mu\text{m}$ ). Rappelons qu'un voxel est un pixel en 3D.

**Les méso porosités** ont des formes variables : soit une bulle, soit un défaut plan de forme allongée (Figure 1-12). Elles sont généralement groupées. Grâce aux images 3D, les groupements sont observés en « ligne » ou « chapelet » en 1D, en surface 2D ou bien en nuages 3D

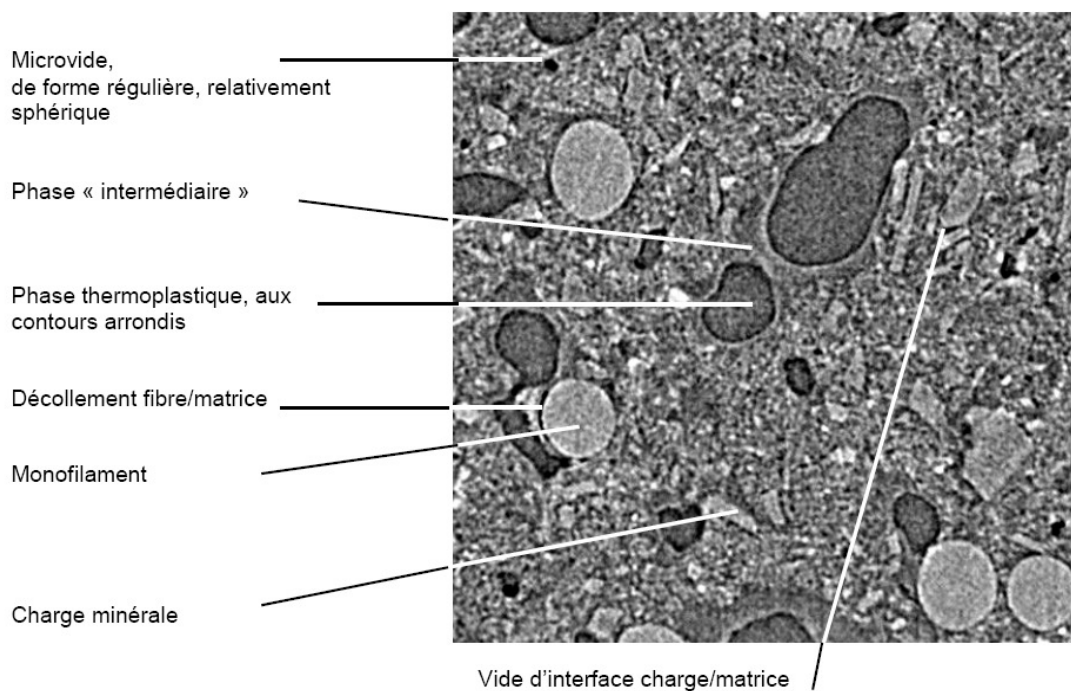


**Figure 1-12 : Mésoporosités sur des coupes tomographiques obtenues avec un micro foyer, dans une pièce BMC, 1 voxel correspond à 60  $\mu\text{m}$ , dimension d'image 28mmx13 mm [Tey02]**

### **Les microporosités**

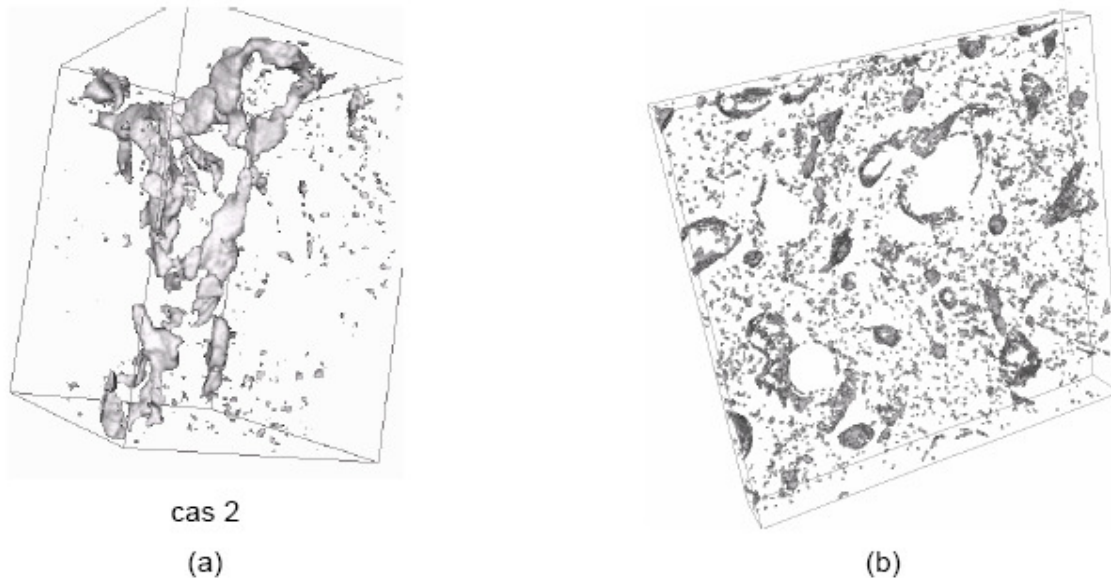
L'origine des microporosités est liée aux mécanismes de changement de phase et à la compensation du retrait que nous avons développé au paragraphe 1.4, S.Teyssier a distingué 3 types de micro-porosité (Figure 1-13):

- ✓ Une forme arrondie (« flaques ») des porosités qui correspond à une phase séparée thermoplastique/thermodurcissable (agent anti-retrait de compensation non miscible au départ)
- ✓ Une forme sphérique de vide noyé dans une coquille de thermoplastique, correspondant aux vides de compensation du retrait dans l'étude précédente des morphologies. D'après les mesures MEB, elles ont une taille d'environ 15  $\mu\text{m}$
- ✓ Une forme particulière des micro-vides d'une épaisseur de l'ordre du micron ; se trouvant à la jonction verre-matrice et sont donc responsables du déchaussement entre charge-matrice.



**Figure 1-13 : Microporosités sur une coupe tomographique (512'512 pixels) obtenue par microtopographie synchrotron (1 pixel correspond à 0,28  $\mu\text{m}$ ), [Tey02]**

Dans son étude, S. Teyssier a aussi mesuré la distribution de tailles et de formes des porosités à deux échelles. Dans les images 2D on ne voit pas la connexion entre les vides, pourtant en 3D on la voit bien. La figure 1-14 a nous montre un réseau de porosités continues présent au sein du matériau à l'échelle mésoscopique. Celle de la figure 1-14 b ajoute un réseau poreux microscopique interconnecté.



**Figure 1-14 : Cartographies volumiques des vides aux 2 échelles d'analyse caractéristiques. (1) : Mésoscopique (a). (2) : Microscopique (b)**

En résumant, les vides constituent un composant supplémentaire, leur proportion peut atteindre 10% en volume. La majorité des porosités est localisée au centre des parois. Pour deux types de porosité à deux échelles, on obtient des résultats importants:

	Mésoscopique	Microscopique
<b>Taille moyenne</b>	0.3 à 2.8 mm	2 à 10 $\mu\text{m}$
<b>Facteur de forme moyenne</b>	0.8	0.15
<b>Module Weibull</b>	0.52	0.37
<b>Distance moyenne aux cavités</b>	3mm	2 $\mu\text{m}$

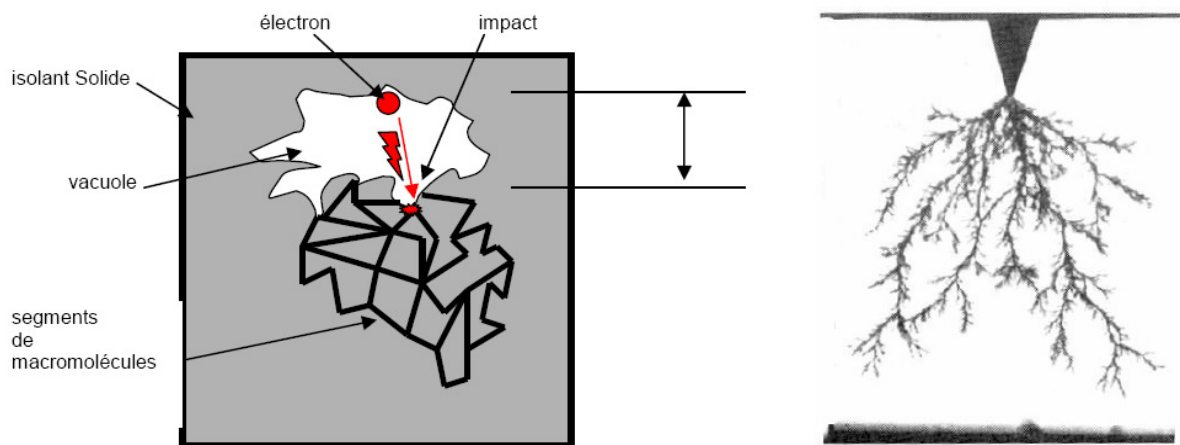
**Tableau 1-3 : Mesure de la taille et de la distribution des porosités [Tey02]**

Le BMC, de par la variété de ses composants, était déjà un matériau complexe. L'étude de S.Teyssier ajoute un constituant supplémentaire qui est le vide. Au final, la microstructure de ce composite BMC contient des charges, et des fibres et des coquilles thermoplastiques qui contiennent des vides à l'intérieur.

### **1.5.2- Influence de la microstructure sur des propriétés mécaniques**

#### *1.5.2.1 Influence des porosités sur les propriétés mécaniques et diélectriques.*

- Influence de la porosité sur les propriétés mécaniques : D'un point de vue mécanique, le champ de contraintes réellement appliqué au matériau peut être modifié par la présence de défauts [Baz02]. Les résultats de tests de fatigue (essais cycliques) et de rupture (essais de flexion 3 points) sont particulièrement affectés par la présence de vides [Boe90]. Les porosités peuvent amorcer l'endommagement et donc fortement influencer la résistance à la rupture des matériaux.
- Influence de la porosité sur les propriétés diélectriques : D'un point de vue diélectrique, la porosité s'appelle une vacuole. La permittivité électrique relative  $\epsilon$  de l'air étant environ 3 fois plus faible que celle de l'isolant polymère, les vacuoles sont des lieux privilégiés, au sein du matériau, où le champ électrique devient localement supérieur au champ appliqué. L'hétérogénéité du matériau peut constituer une amorce d'endommagement conduisant à la rupture diélectrique [Dis92] [Tey02].



**Figure 1-15 : Les vacuoles : précurseurs des arborescences diélectriques [S. Rowe Document interne Schneider]**

La distribution, la taille et la forme des défauts au sein du volume ont certainement un rôle important sur le comportement de la pièce sollicitée, aussi bien diélectriquement que mécaniquement. [Tey02].

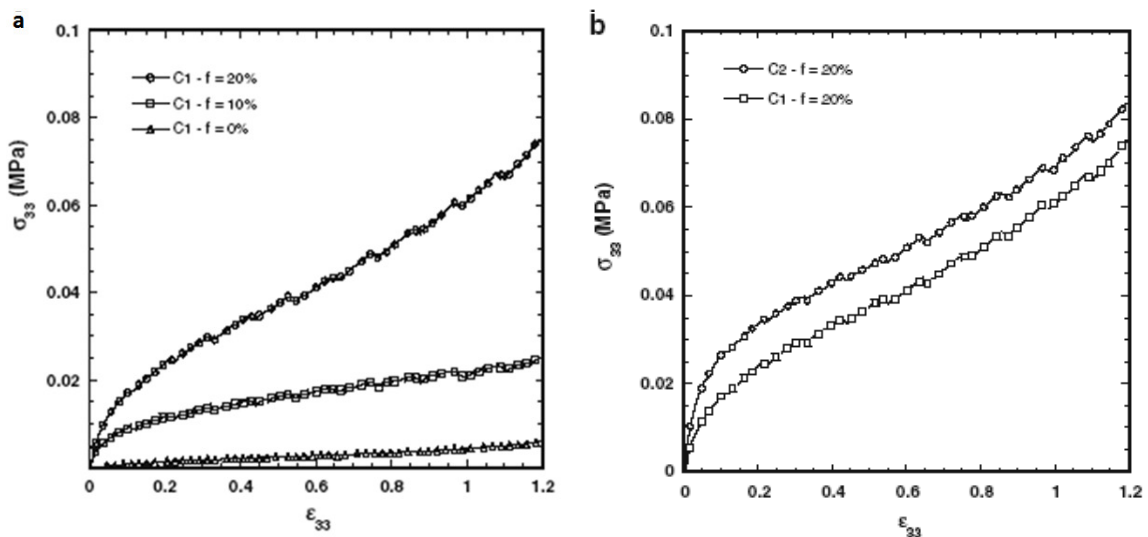
#### 1.5.2.2 Comportement rhéologique des BMC en compression simple

Le procédé de fabrication des BMC est composé de trois étapes (paragraphe 1.3.2) (1) Phase mélange, (2) phase d'injection (150°C), (3) phase de cuisson (25-120°C).

La plupart des études concernent la morphologie de matériau dans la 3<sup>ème</sup> phase. Il y a peu d'études réalisées sur la rhéologie des BMC durant la deuxième phase.

Les BMC chargés avec de l'Aluminium tri hydraté ont été étudiés par Thai Hung LE [LeT08], il a montré un comportement visqueux du BMC lors de l'injection.

Quelle que soit la teneur en fibres, le type de charges minérales, les déformations et les vitesses de déformation, les suspensions concentrées présentent un comportement rhéologique marqué à dominante visqueuse [LeT08].



**Figure 1-16 Comportement rhéologique des BMC en compression simple [Org08]**

Il a montré l'influence du taux massique de fibres et de la taille des charges sur le comportement rhéologique des BMC. La Figure 1-16 a illustre l'influence du taux des fibres sur la contrainte de compression dans la pièce moulée (0%, 10%, 20%). Plus le taux des fibres est important, plus la contrainte augmente. La Figure 1-16 b nous permet de voir l'influence de la taille des charges. C1 présente des BMC chargés par un mélange de charges de taille 3  $\mu\text{m}$  et 25  $\mu\text{m}$ , C2 présente le BMC chargé par les ATH de diamètre moyen de 20  $\mu\text{m}$ . On voit que le mélange C1 provoque une contrainte moins importante que le mélange C2. Donc la taille de charges est un facteur très important sur la rhéologie des BMC lors de l'injection, et elle influe sur la morphologie finale du matériau.

Les études de N. Deslandes [Des98] ont montré les caractéristiques thermomécaniques des BMC (avec les charge  $\text{CaCO}_3$  et la résine thermoplastique PVAc) au cours de la phase de cuisson des BMC.

La caractérisation thermomécanique du matériau composite BMC nous renseigne également sur la morphologie. Si plusieurs transitions vitreuses sont observées, le matériau est multiphasé, si une seule transition vitreuse est mise en évidence, le matériau est homogène.

Trois transitions sont repérées sur le spectre viscoélastique du matériau composite :

- La transition  $\alpha$  du PVAc vers 50°C
- La transition  $\beta$  du polyester vers 90°C
- La transition  $\alpha$  du polyester vers 175°C

La  $T_{\alpha}$  du polyester ne varie pas de façon significative en fonction du sens de l'écoulement. L'état de réticulation de la matrice polyester est donc identique sur toute la longueur de plaque, et le matériau est multiphasé pour ce cas d'agent anti retrait miscible. Donc dans le cas de notre thermoplastique non miscible, la morphologie est bien multiphasée.

#### *1.5.2.3 L'influence d'orientation des fibres sur les propriétés élastiques des BMC*

C. Mavon [Mav96] a testé différentes formulations de BMC et de matrices chargées dans sa thèse. Les matériaux sont différents des nôtres par le type de charges (CaCO<sub>3</sub>) et par l'agent anti retrait PVAc.

En testant les matériaux BMC complet standard (56,8% de charge et 18% de fibres), C.Mavon a trouvé les modules d'élasticité à différentes vitesses de traction.

En faisant des essais à 4 vitesses de 1 à 4 mm/mn, il a donné les valeurs moyennes des modules élastiques, la dispersion est faible (l'écart est de 4% par rapport aux valeurs moyennes). Pour les vitesses de traction imposées, le BMC ne présente pas de comportement viscoélastique

Les valeurs moyennes du module d'Young dans le sens longitudinal et transversal sont de l'ordre de grandeur de :  $E_l = 14300$  MPa,  $E_t = 12800$  MPa [Mav96]

Le comportement de la matrice chargée sans fibre a été testé avec une vitesse de vérin de 2mm/mn

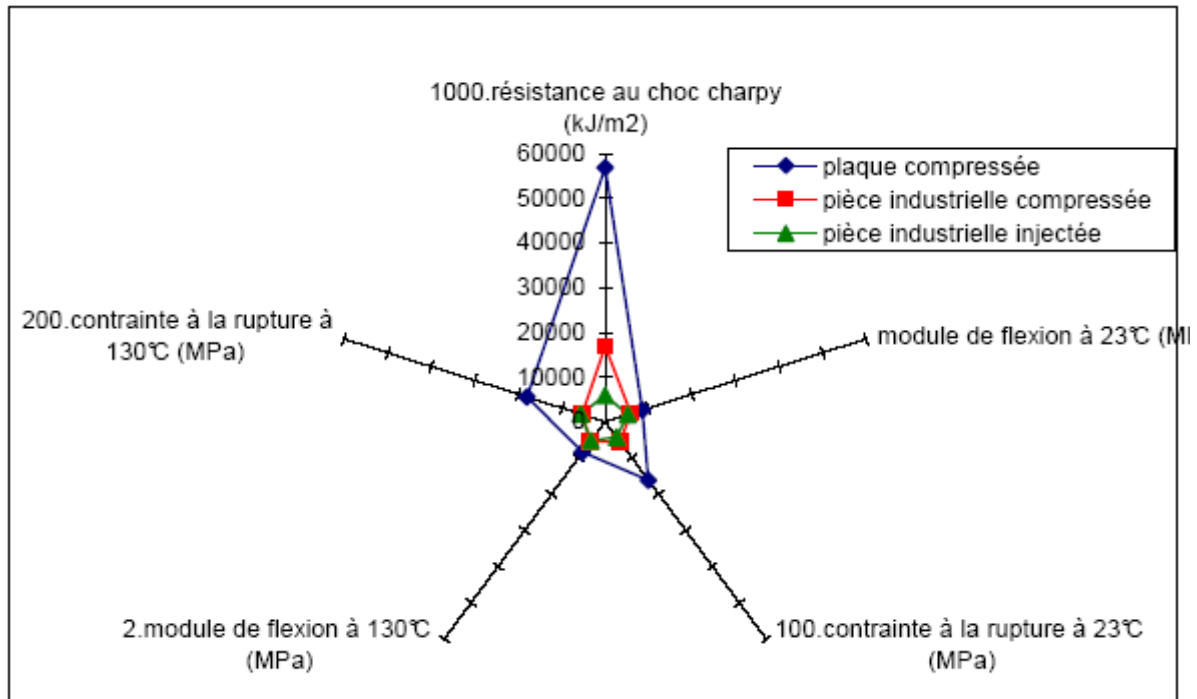
Taux de charges dans la matrice	Fraction volumique de matrice	Fraction volumique de charges	Flèche à la rupture en mm	Contrainte à la rupture en MPa	Module élastique en MPa
52,0%	0,69	0,31	0,79	22	3600
59,1%	0,63	0,37	0,68	32	5500
66,5%	0,55	0,45	0,78	42	7100
69,3%	0,52	0,48	0,68	42	8100
71,7%	0,49	0,51	0,60	30	8500

**Tableau 1-4 Tenue mécanique de la matrice chargée (taux de verre variable).**

D'après ces résultats expérimentaux (Tableau 1-4), le module élastique de la matrice chargée croît linéairement avec le taux de Carbonate de Calcium. La contrainte à la rupture présente un maximum pour une fraction volumique de charges minérales voisine de 0,48 soit 69% en masse. D'après l'estimation de C.Mavon [Mav96] :

- Le module d'élasticité de la matrice organique (UP/LPA) : 1000 MPa
- La flèche de la rupture de la matrice organique (UP/LPA) : 0,7 mm
- Le module d'élasticité de la matrice chargée : 8000 MPa
- La contrainte à la rupture de la matrice chargée : 40 MPa

Dans le cadre de travaux internes de Schneider Electric [Tey02], S.Teyssier a présenté les propriétés mécaniques de composites BMC mesurées à la fois par des essais de flexion 3 points à température ambiante et à haute température (à 130°C, température inférieure à la température de transition vitreuse du polyester) et par des tests de choc Charpy, sur des plaques et sur une pièce industrielle. Chaque valeur indiquée sur le graphe correspond à la moyenne de 80 essais. L'ensemble des résultats est porté sur un même graphique (Figure 1-17).



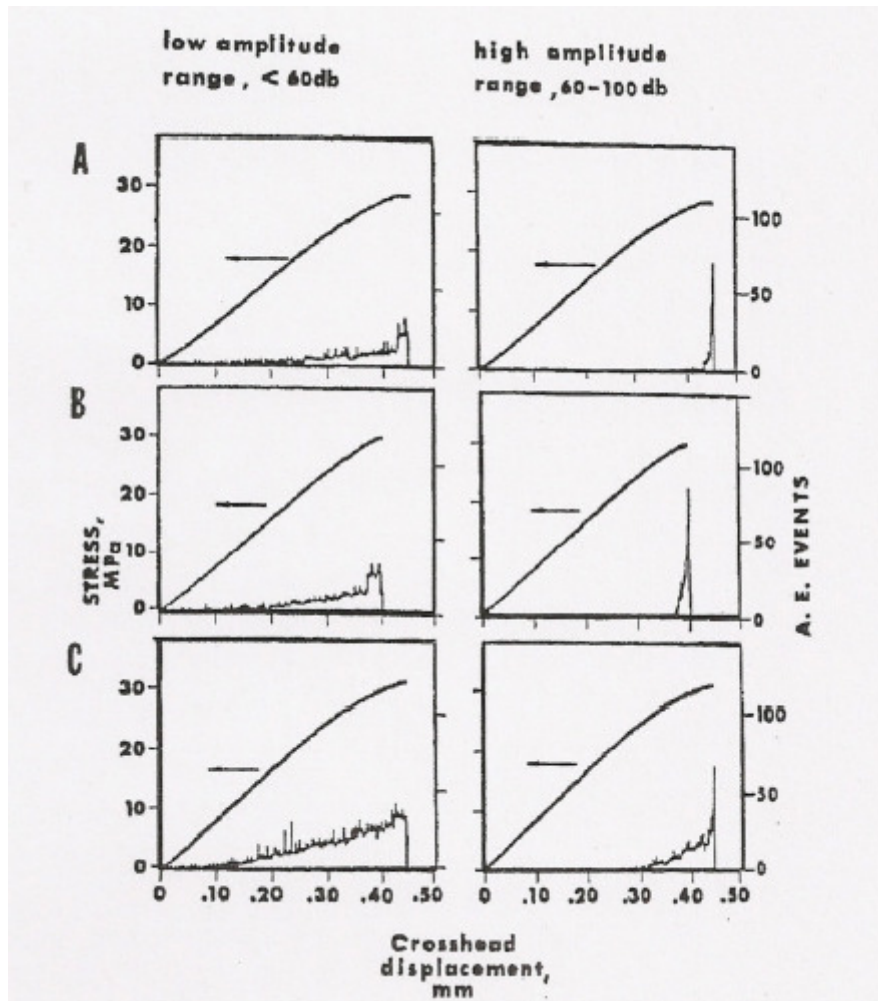
**Figure 1-17 Mise en évidence pour un BMC des dépréciations des performances mécaniques dues à la forme de la pièce et au procédé de moulage [Tey02]**

Ces résultats montrent que : la résistance au choc Charpy est plus faible sur la pièce que sur la plaque moulée en compression d'un facteur supérieur à 3. De plus, l'injection donne systématiquement des performances inférieures à la compression : elle défavorise notamment la résistance au choc. Ici encore, il y a un rapport pratiquement de 3 entre les deux [Tey02].

Fau et coll. ont testé l'influence des traitements des fibres sur les propriétés mécaniques des BMC de 20% fibres [Fau88]. Ils ont montré que le traitement des fibres n'influence pas la rigidité des BMC. Pour trois traitements différents, ils ont trouvé un ordre de grandeur du module d'Young de traction de 10GPa et de l'allongement à la rupture inférieure à 0.5%. Par contre, le traitement de surface des fibres influe sur le mécanisme de la rupture.

#### 1.5.2.4 Influence de l'interface fibre/matrice sur le mécanisme d'endommagement des BMC

Fau et coll. ont caractérisé les mécanismes d'endommagement et de rupture des BMC par émission acoustique.



**Figure 1-18 Effet du traitement des fibres à basse amplitude (<60dB) et haute amplitude (60-100dB). A) Traitement commercial B) traitement 50% liant soluble C) 6-7% liant soluble**

Leurs résultats nous montrent que le comportement des BMC comprend deux phases : d'abord une phase où l'endommagement a été détecté par l'émission acoustique à 40dB. Cela a été observé à un niveau très bas de déformation. Ensuite une phase de rupture détectée par l'émission acoustique à 70dB, due aux coalescences des micro-fissures (Figure 1-18) survenant aux tous derniers instants de sollicitation.

## Chapitre 2

### Caractérisation expérimentale

---

*Résumé : Le second chapitre présente des résultats expérimentaux sur la caractérisation de différentes formulations du BMC et de la matrice seule afin d'étudier leur microstructure et le mécanisme de déformation. Les essais ont été réalisés à l'échelle macroscopique et microscopique afin d'établir le lien entre les échelles qui nous permettra d'alimenter les modèles d'homogénéisation.*

---

<b>Chapitre 2 - Caractérisation expérimentale.....</b>	<b>35</b>
2.1 - Introduction.....	36
2.2 - Le matétiau.....	37
2.3 - Caractérisation expérimentale de la matrice .....	41
2.4 - Système avec fibres – le composite.....	63
2.5 - Conclusion sur les mécanismes de déformation .....	103

---

## 2.1- Introduction

Les matériaux étudiés ici sont tous des composites de type BMC (Bulk Molding Compound) à base de polyester insaturé, de charges minérales et de fibres de verre. Le choix d'un composite polyester plutôt qu'un composite base époxyde est principalement dicté par le fait que la cuisson des époxydes fait appel à une polyaddition qui, si elle garantit un faible retrait au moulage impose un temps de cuisson relativement long. Les composites polyesters de grande diffusion acceptent une transformation rapide, à un coût moindre et c'est là un de leurs atouts majeurs.

Les pièces en composite de polyester insaturé sont vendues sous forme de semi-produits « crus », leur mise en œuvre conduisant à des matériaux cuits réticulés. Une chimie élaborée décrite au chapitre 1 caractérise les composites à base de polyester insaturé. Chaque formulation de compound s'accompagne d'une valeur de retrait qui lui est propre et le choix de l'agent thermoplastique ayant pour fonction de redistribuer le retrait au sein du matériau est essentiel. Les pièces élaborées par Schneider Electric doivent répondre à des cahiers des charges électrotechniques sévères. Ce sont des pièces fortement contraintes sur les plans diélectrique, mécanique et thermique qui subissent en présence d'arcs électriques à la fois des montées en température mais également des brusques montées en pression. Pour ce type d'application la tenue au choc est assurée par un agent anti-retrait de type LSA (Low Shrink Additive) et la résistance au feu implique de choisir comme charge minérale de l'alumine tri-hydratée.

Pour atteindre une transformabilité suffisante et pour obtenir les propriétés finales requises par l'application, les choix de matière et de procédé de fabrication sont déterminants. Une fois la résine, l'agent anti-retrait, et le type de charges minérales imposés, le concepteur pourra donc jouer sur la taille et le pourcentage massique d'alumine tri-hydratée (ATH) ainsi que sur le pourcentage de fibres de verre. Nous avons vu au premier chapitre que les fibres de verre étaient présentes pour améliorer la résistance mécanique du matériau. Leur effet renforçant est naturellement dépendant de leur orientation par rapport aux directions de sollicitation, et c'est le procédé de fabrication qui va imposer cette distribution d'orientation. Le choix du matériau composite sera donc indissociable du choix du procédé d'élaboration.

Comme expliqué dans l'introduction générale du rapport, pour aider au choix des matériaux et à la conception des pièces, nous avons choisi de nous appuyer sur des modélisations multi-échelles, ou approches micro-macro, qui sont détaillées dans les chapitres 3 à 5. Ces approches permettent de faire le lien entre la microstructure et le comportement macroscopique du composite et donc d'optimiser la microstructure en fonction d'un comportement macroscopique souhaité.

La première étape dans une approche micro-macro est de définir une échelle microscopique appropriée. Le composite peut être vu comme un ensemble d'hétérogénéités, que l'on appellera phases, chacune de ces phases devant pouvoir être caractérisée par une loi de comportement mécanique et une morphologie (taille, forme, orientation) particulière. Le choix d'une représentation plus ou moins complexe du

matériau composite et donc du choix du détail dans la représentation microscopique doit se faire en ayant à l'esprit deux questions importantes :

- suis-je capable de décrire cette phase (loi de comportement, morphologie) ?
- et suis-je capable de décrire physiquement le rôle que joue dans phase dans le comportement du matériau composite et ou dans l'évolution de ce comportement ?

La deuxième étape consiste donc à caractériser mécaniquement ces phases et à comprendre les mécanismes physiques à l'origine de l'évolution du comportement mécanique macroscopique.

Dans le matériau BMC que nous étudions, nous supposons que le pourcentage et l'orientation des fibres de verre, la taille des particules d'ATH, les porosités de compensation de retrait vont jouer un rôle dans le comportement mécanique.

Il n'est pas possible d'étudier chacun de ces paramètres pris isolément. Le BMC est un système complexe qui comprend en réalité peu de matrice thermdurcissable, celle-ci jouant le rôle de liant. L'ensemble des constituants, hormis les fibres de verre constitue ce que l'on appelle habituellement la pâte. Dans la suite du rapport nous l'appellerons « matrice », cette matrice étant composée de la résine thermdurcissable, de l'agent anti-retrait et des charges ATH.

Nous étudierons donc d'un côté la matrice, en nous efforçant de faire varier la morphologie et la proportion de chacun de ces constituants, puis de l'autre le BMC qui correspond à la matrice renforcée de fibres de verres. Nous étudierons l'influence des fibres de verre sur le comportement du matériau en jouant sur leur orientation par le biais du procédé de fabrication.

## **2.2- Le matériau**

### **2.2.1- Formulations étudiées**

#### *2.2.1.1 La matrice (ou résine chargée)*

Nous disposons en réalité de peu de latitude pour faire varier la composition de la matrice. La résine polyester et l'agent anti-retrait, ici 8% en masse de polystyrène sont imposés. Les différentes formulations de la matrice sont fabriquées sous forme de plaques compressées.

Nous pouvons faire varier la taille des particules d'ATH mais après quelques essais infructueux nous n'avons pas été en mesure d'élaborer des matrices contenant des charges d'ATH en proportion variable. La fraction massique de charges minérales incorporées dans le mélange résine thermdurcissable, agent anti-retrait doit en effet être supérieur à 50%, dans le cas contraire les échantillons réalisés sont inutilisables car fragmentés en raison des contraintes

internes trop importantes produites pendant la réticulation. Les raisons possibles à cette limitation sont [Mav96]:

- ✓ Les résines faiblement chargées sont peu visqueuses. Elles s'échappent du moule au cours de la compression. Les plaques durcies sont peu épaisses, moulées à faible pression (butée) et contiennent un grand nombre de défauts de surface (amorces de rupture) avec des lacunes de matière.
- ✓ De plus, sans renfort filamentaire, elles se fissurent instantanément au cours du moulage, vraisemblablement en raison des contraintes internes. Cela interdit la réalisation des éprouvettes à faible taux de charges.

Le composite BMC utilisé par Schneider Electric contient 60% en masse de charges minérales (40% de particules d'alumine et 20% de fibres de verre). La solution retenue est donc d'élaborer une résine contenant 60% massique de charges d'alumine (contre 40% dans le composite), en conservant les proportions d'agent anti-retrait présent dans le composite dans l'objectif de reproduire au mieux la résine présente dans le matériau composite.

Les charges d'alumine utilisées par Schneider Electric sont de deux types suivant leur granulométrie : ATH ON 313 et ATH OL 107. D'après les études de Bulknall et coll. [BUC91], les charges jouent un rôle important dans la morphologie de la résine, plus précisément les grains de charge, lorsqu'ils sont liés au réseau, empêchent le retrait de polymérisation, et créent des contraintes internes à l'origine des cavitations observées dans les nodules thermoplastiques. Donc pour comprendre mieux le rôle de la taille des charges sur le comportement de la matrice, nous avons élaboré et étudié trois formulations de matrice (Formulations F8, F9, F10) qui conservent toujours 60% massique de ATH en faisant varier le pourcentage relatif de chacun de ces types de charge : ATH ON 313 (diamètre moyen de 25µm à 33µm) et ATH OL 107 (diamètre moyen de 2.2 µm à 5.5 µm). Ces formulations sont présentées dans le tableau 2-1.

Formulation	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	% Massique		
		F8	F9	F10
Résine Polyester	1.2	32.0	32.0	32.0
Anti retrait	1.0	8.0	8.0	8.0
Charge ATH-ON 313 (d <sub>moy</sub> : 25÷33µm)	2.4	0	60.0	40.0
Charge ATH-OL 107 (d <sub>moy</sub> : 2.2÷5.5µm)	2.4	60.0	0	20.0

Autres additifs		3.5	3.5	3.5
-----------------	--	-----	-----	-----

**Tableau 2-1 Compositions des différentes résines de l'étude***2.2.1.2 Le composite*

L'ajout de fibres de verre à la résine chargée de particules d'alumine va renforcer la rigidité du matériau BMC. Le rôle joué par ces fibres est complexe et intimement lié au procédé d'élaboration. Les paramètres influant sont au nombre de trois, forme des renforts (fibres plus ou moins longues ou même billes de verre), fraction massique de renforts et distribution d'orientation des fibres.

Nous n'avons là encore pas beaucoup de latitude pour faire varier la fraction de renforts verre une fois que l'on avait choisi une matrice et un taux de charges ATH. Nous avons donc décidé de travailler sur trois formulations de composite BMC toutes à 20% en masse de verre mais en incorporant à la fois des fibres de verre et des billes de verre en proportion variable. Nous avons eu l'idée d'incorporer des billes de verre de manière à varier la morphologie des renforts et les possibilités d'orientation des fibres.

La matrice présente dans le composite BMC, est proche de la formulation F10 puisqu'elle contient un mélange de petites charges et de grosses charges. La matrice du BMC et la formulation F10 diffèrent entre elles uniquement par le taux de charges ATH qui est de 60% pour F10 et 40 % pour la matrice des BMC étudiés.

Nous avons donc caractérisé 3 formulations à 20% en masse de verre présentées dans le tableau 2-2.

- ✓ 20F (20% de fibres de verre)
- ✓ 15F (15% fibres de verre + 5% billes de verre)
- ✓ 15B (5% fibres de verre + 15% billes de verre)

Remarque : la formulation à 20% de billes de verre n'a pu être réalisée pour des problèmes de fissuration d'échantillon lors de la mise en œuvre.

Composition	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	% Massique		
		20F	15F	15B
Résine Polyester	1.2	28.0	28.0	28.0
Anti retrait	1.0	7.0	7.0	7.0
Charge ATH-ON 313 (d <sub>moy</sub> : 25÷33µm)	2.4	28.2	28.2	28.2
Charge ATH-OL 107 (d <sub>moy</sub> : 2.2÷5.5µm)	2.4	14.2	14.2	14.2
Bille de verre	2.6	0	5.0	15.0
Fibre de verre 6mm	2.6	20.0	15.0	5.0

Tableau 2-2 Trois formulations des composites BMC

### 2.2.2- Procédé de moulage

Pour la matrice seule nous nous intéressons essentiellement à l'influence de la taille des particules sur les propriétés mécaniques, les plaques sont fabriquées simplement par compression.

Pour les composites BMC, nous savons que le choix du procédé d'élaboration (injection ou compression) va jouer sur l'orientation des fibres de verre. Les échantillons mis à notre disposition ont donc été réalisés selon 3 procédés (Figure 2-1):

- ✓ pièce type Xmold (P-Xmold) : ce sont des pièces injectées de géométrie particulière choisie pour représenter la majorité des pièces Schneider en terme de distribution d'orientation.
- ✓ pièce type Plaque injectée (PI-I) : toujours le procédé d'injection mais une autre distribution d'orientation
- ✓ pièce type plaque compressée (PI-C) : cette fois les pièces sont compressées mais avant compression les fibres ont été broyées de manière à retrouver la même longueur de fibres que dans le cas de l'injection, là encore c'est donc l'orientation des renforts qui va éventuellement différer des deux autres formulations

a) P - X mold

b) PI-I

c) PI-C



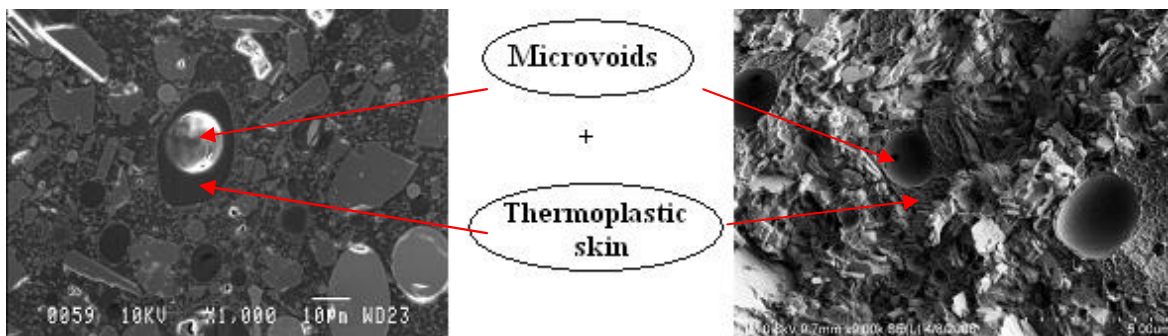
Figure 2-1 : Présentation des échantillons selon le moyen de mise en œuvre utilisé

### 2.3- Caractérisation expérimentale de la matrice

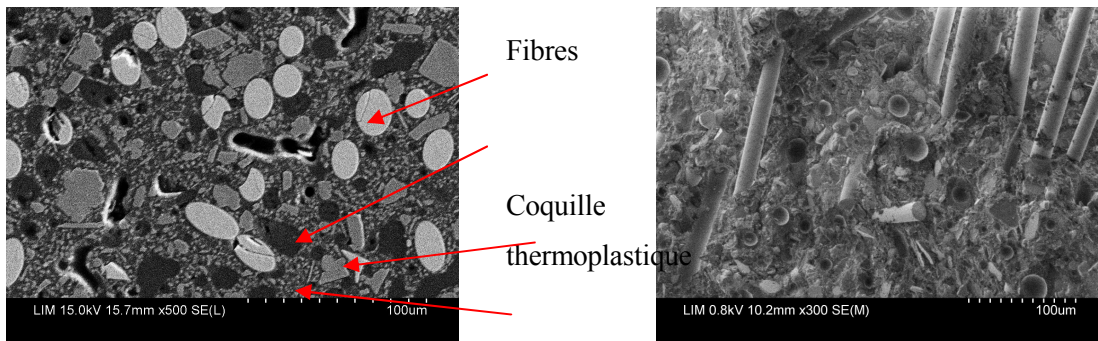
La matrice du composite BMC contient 60% de charges d'alumine ATH. Il y a deux types de charge: ATH ON313 (grande taille  $d_{moy}$ : 25-33 $\mu$ m) et ATH OL 107 (petite taille  $d_{moy}$ : 2.2-5.5 $\mu$ m). Pour comprendre l'influence de la taille des particules au niveau de comportement mécanique de la matrice, on va tester les 3 formulations F8, F9, F10 présentées au tableau 2-1.

L'agent anti retrait de type « low shrink » polystyrène (PS) entraîne un mécanisme de réticulation du système non miscible (paragraphe 1.4.2). Donc pour la matrice UP/ST/TP/ATH ou le composite, les micros-porosités sont liées au mécanisme de changement de phase et à la compensation du retrait. On observe ce que l'on appellera des coquilles thermoplastiques qui entourent des micro-vides. Ces micro-vides seront dénommés micros-porosités de retrait.

#### a) La matrice



**b) Le composite**



**Figure 2-2 : La microstructure : a) de la matrice b) du composite**

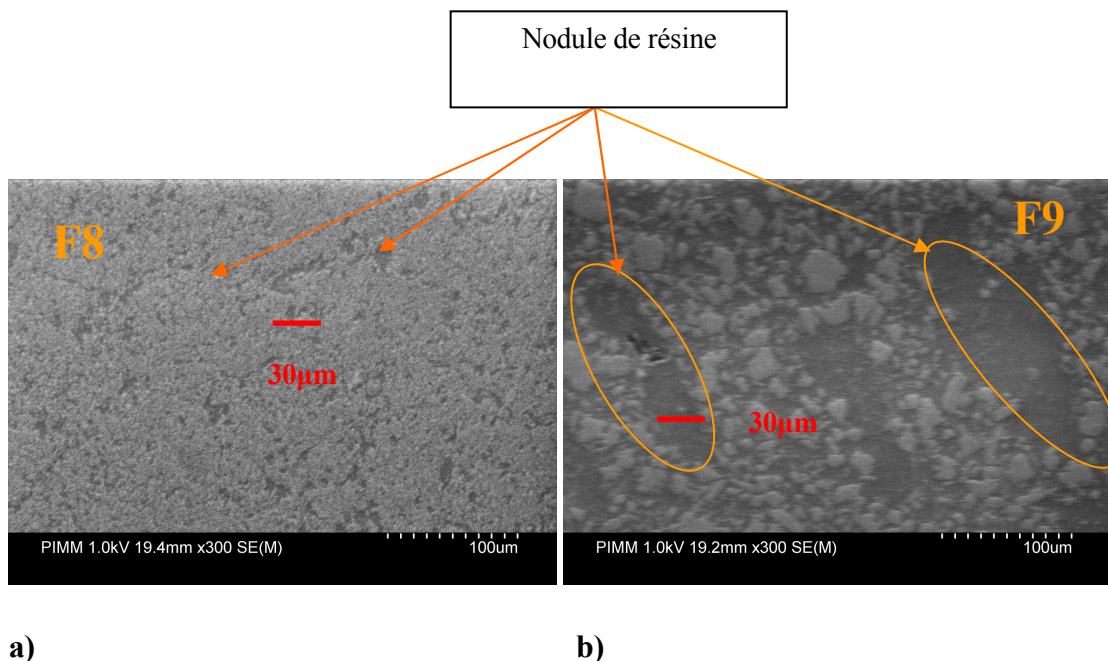
La Figure 2-2 présente les coquilles thermoplastiques qui entourent les micro-vides à l'intérieur (paragraphe 1.4.3).

**2.3.1- Microstructure – l'effet de la taille des charges sur la morphologie**

*2.3.1.1 Observations microstructurales*

L'objectif de cette partie est de mettre en évidence que la répartition et la taille des charges influencent la taille des micro-vides.

Pour chacune des formulations de matrice, on prélève 1 échantillon pour observer la microstructure sur la surface de plaque et aussi la microstructure dans la tranche dans l'épaisseur.

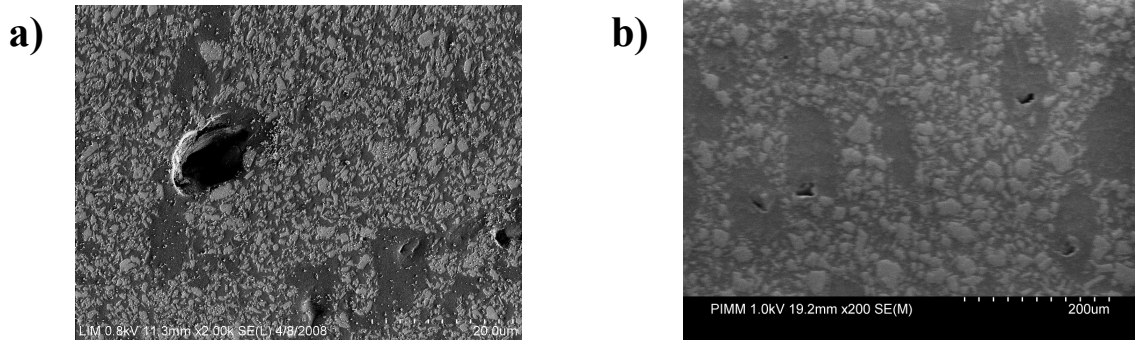


a)

b)

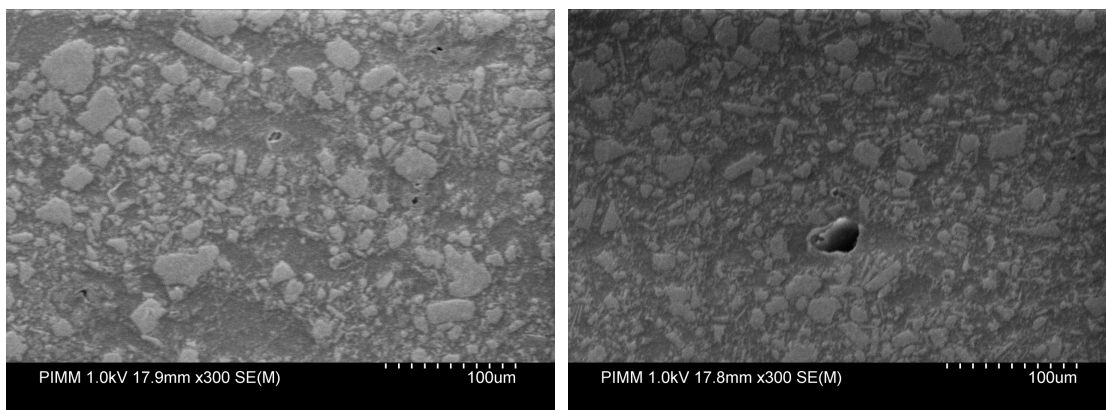
**Figure 2-3 a) surface Formulation F8 b) surface formulation F9**

A même échelle, les charges dans la formulation 8 (Figure 2-3a) sont plus petites que dans la formulation 9 (Figure 2-3 b). La distribution des charges dans le F8 est homogène, les taches noires sont les nodules de la résine dont la taille est environ dix fois plus petite que dans la formulation 9.



**Figure 2-4** Vue sur la tranche dans l'épaisseur a) Formulation F 8 b) Formulation F 9

Sur la tranche, on peut voir plus nettement les nodules thermoplastiques avec un micro vide à l'intérieur (Figure 2-4). Pour La formulation F8, on a besoin d'augmenter 10 fois le grossissement pour focaliser sur ces nodules. Les nodules sont gros avec une taille moyenne de cent micromètres pour F9, et autour de 10 micromètres pour F8. La plupart des micro-vides à l'intérieur sont du même ordre de grandeur que les charges.



**Figure 2-5** Microstructure de la Formulation F10 : a) Surface b) tranche

En observant la surface et le tranche de la formulation F10, on observe des similitudes avec la formulation F9. La distribution et la taille des nodules sont homogènes et identiques. L'explication vient du fait que les deux tiers des charges dans la formulation F10 sont des grosses charges, et donc la morphologie de cette matrice est proche de celle de F9.

En conclusion, après avoir observé la microstructure des formulations F8, F9, F10, on peut remarquer l'influence de la taille des charges ATH sur la morphologie des matrices BMC. Les petites particules engendrent des matériaux bien homogènes et des nodules thermoplastiques dont les micros vides sont de petite taille. Les grosses charges provoquent de gros nodules et de gros micros vides. Il y a une corrélation entre la taille des nodules et la taille des charges.

2.3.1.2 Mesure par ultrason : Influence de la taille des particules sur isotropie et rigidité

L'objectif ici est de vérifier si les particules, quelque soit leur taille sont réparties uniformément dans la matrice, et si leur morphologie relativement équiaxe et leur orientation aléatoire dans la matrice suffit à garantir un comportement isotrope de l'ensemble UP/TP/ATH. Nous utilisons à cet effet la méthode de mesure de propagation d'ondes ultrasonores.

a) Dispositif expérimental

Des informations sur la texture éventuelle et les valeurs des modules d'élasticité sont déduites de la mesure de la vitesse de propagation d'ondes ultrasonores dans le matériau. C'est une technique non destructive qui nous permet de caractériser la microstructure (et une hétérogénéité éventuelle) d'une pièce avant essai mécanique.

Les essais ont été menés pour les trois formulations de la matrice (F8, F9, F10), puis pour les trois formulations de composites (20F, 15F, 15B). Les mesures sont réalisées en 9 points (Figure 2-6) en considérant pour chacun de ces points des volumes de  $6 \times 6 \times 3 \text{ mm}^3$ .

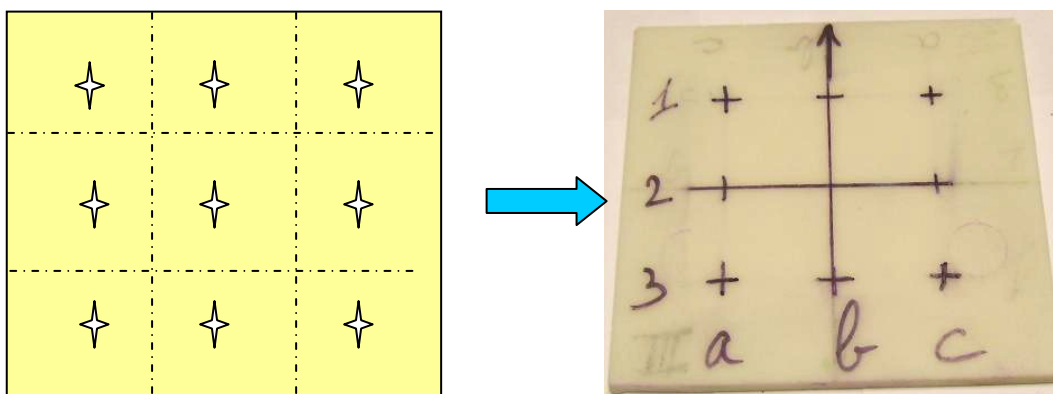
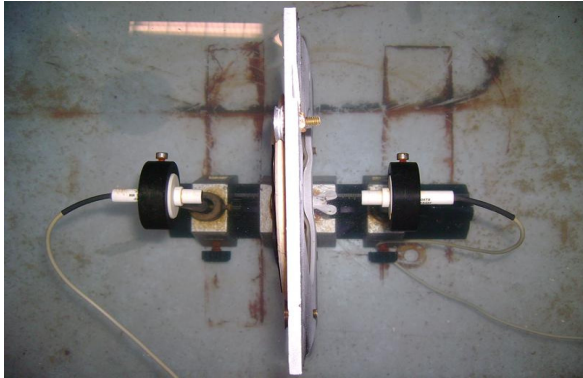


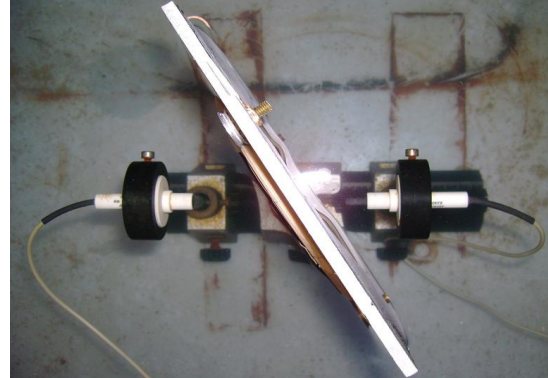
Figure 2-6 : Points de mesure d'un échantillon BMC

Le dispositif est constitué de deux sondes (émettrice et réceptrice) qui sont positionnées de façon précise l'une en face de l'autre à l'aide d'un laser.

Le montage est plongé dans un bac rempli d'eau pour permettre une bonne propagation des ondes ultrasonores (Figure2-7).



a) Montage en ondes longitudinales



b) Montage en ondes transversales

**Figure 2-7 : Montage pour mesures par ultrasons**

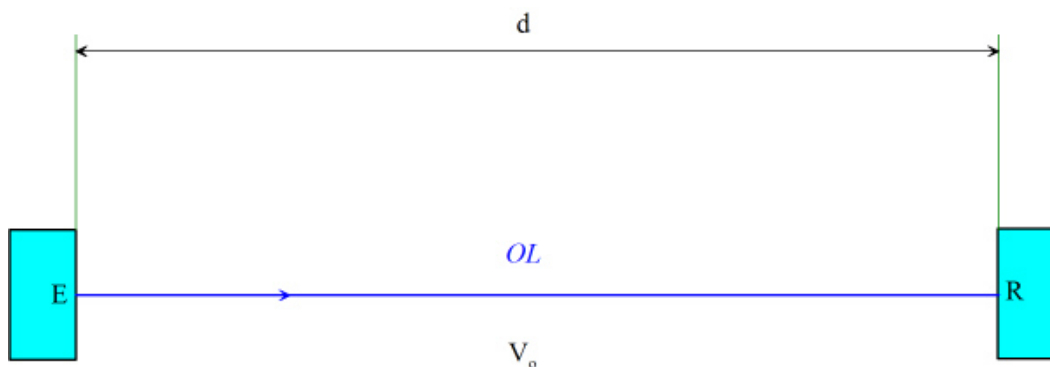
b) Principe de mesure par ultrasons (US) [BOC]

La technique utilise deux sondes l'une émettrice E, l'autre réceptrice R mises en face l'une de l'autre. La distance « d » entre ces deux sondes est connue (mesurée ou imposée) et demeure constante durant toute la manipulation.

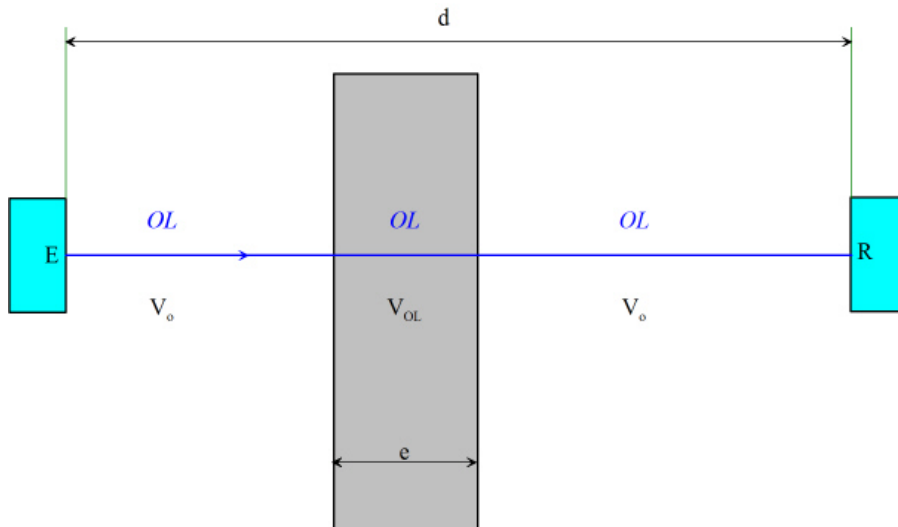
i) Mesure de la vitesse d'onde longitudinale (OL)

Dans un premier temps il s'agit de mesurer la vitesse de propagation des ondes dans le liquide seul. Pour cela, à l'aide d'un oscilloscope, on détermine le temps de vol  $t_0$  et connaissant la distance d, on en déduit la vitesse  $V_0$ :

$$V_0 = \frac{d}{t_0}$$



Dans un second temps, on dispose sur le trajet ultrasonore, l'élément de matériau d'épaisseur « e » à tester. Cet élément est disposé perpendiculairement au faisceau US. L'épaisseur « e » est généralement déterminée à l'aide d'un micromètre, un pied à coulisse ou plus rarement une cale de référence. Nous mesurons alors le nouveau temps de vol  $t_e$  (toujours à l'aide d'un oscilloscope).



Le temps  $t_e$  est alors égal à :

$t_e = \frac{d - e}{V_o} + \frac{e}{V_e}$ , où  $V_e$  est la vitesse, en OL, dans l'échantillon. Après résolution, nous obtenons la relation suivante :

$$V_e = \frac{e}{t_e - \frac{d - e}{V_o}} = V_{OL}$$

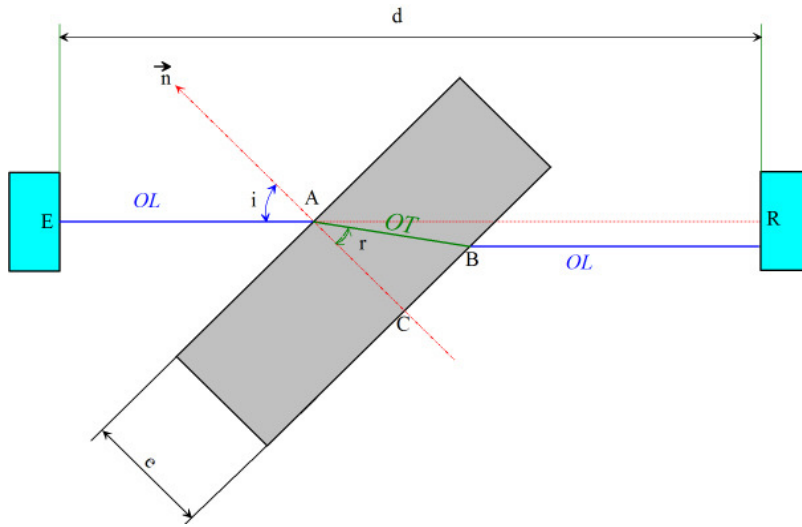
ii) Mesure de la vitesse en onde transversale

La première étape est consisté à déterminer la vitesse de propagation dans le liquide  $V_o$  (même protocole que pour  $V_{OL}$ )

Dans un second temps, on fait tourner l'élément d'un angle « i » (appelé angle d'incidence) de telle manière à faire disparaître (complètement si possible) l'onde OL transmise pour ne faire apparaître que l'OT. Nous utilisons ici les lois de Snell Descartes :

$$\frac{\sin(i)}{V_o} = \frac{\sin(r)}{V_{OT}}$$

$V_{OT}$  étant la vitesse en onde transversale dans l'élément.



Sur l'oscilloscope nous lisons le nouveau temps de vol  $t_e$ . En tenant compte des parcours EA et BR qui se font à la vitesse  $V_o$  et le parcours AB qui lui s'effectue à la vitesse  $V_{OT}$ , le temps de vol est égal à :

$$t_e = \frac{EA + BR}{V_o} + \frac{AB}{V_{OT}}$$

Cette dernière relation couplée à celle de Snell Descartes, présentée ci-dessus, nous donne, tous calculs faits, l'expression suivante pour la vitesse  $V_{OT}$  :

$$V_{OT} = \frac{eV_o}{\sqrt{e^2 + 2eV_o(t_e - t_o)\cos(i) + V_o^2(t_e - t_o)^2}}$$

*iii) Remarque*

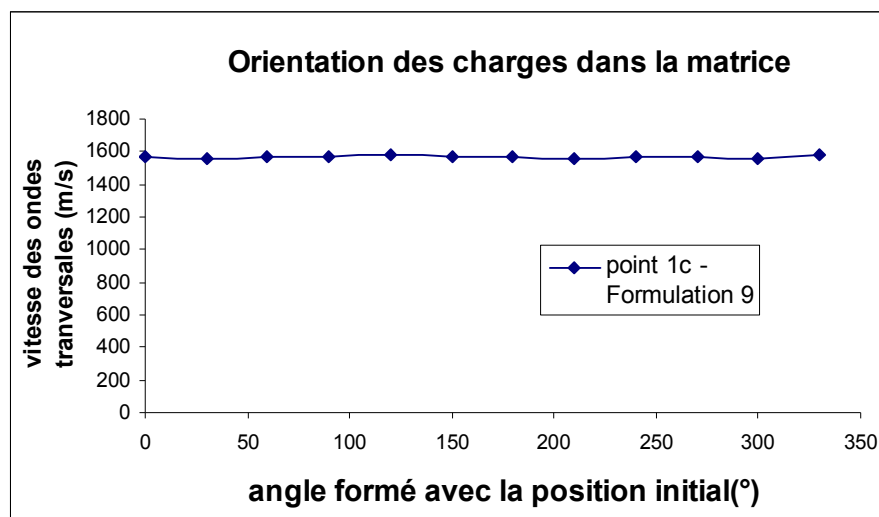
Pour un matériau **isotrope**, on peut déduire les paramètres du matériau grâce aux  $V_{OL}$  et  $V_{OT}$

$$V_{OL} = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)}}$$

$$V_{OT} = \sqrt{\frac{G}{\rho}} = \sqrt{\frac{E}{\rho 2(1+\nu)}}$$

## c) Résultats

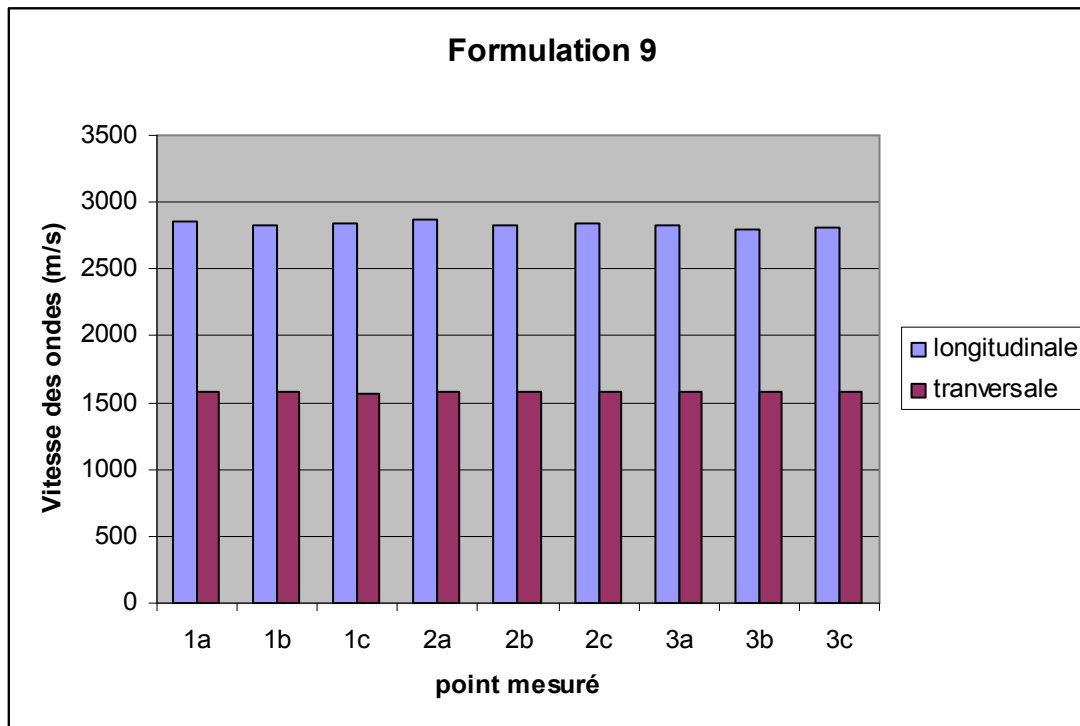
Les mesures ultrasonores ont été réalisées sur les trois échantillons des formulations de la matrice F8, F9, F10. Rappelons que les trois formulations contiennent 60% de charge ATH, mais avec les tailles différents des particules : F8 : 60% de petites particules, F9 : 60% grandes particules, F10 : mélange 40% grande particules et 20% petites particules.



**Figure 2-8: Vérification d'isotropie de la matrice F9**

Les observations microstructurales ont montré que la formulation F 8 contient des particules de petite taille, distribuées de manière homogène, on s'attend donc à un comportement isotrope et identique quelque soit le point de la plaque analysée. La formulation F 9 ne contient-elle que des grosses charges et donc s'il existe un effet d'orientation des charges, c'est cette formulation qui doit être vérifiée la première. La Figure 2-8 nous montre la distribution de la vitesse des ondes transversales pour différentes orientations de propagation dans la matrice F9. Cette vitesse est constante en fonction de l'angle de rotation, il n'existe pas de pic sur la courbe, cela nous confirme qu'il y a pas d'orientation privilégiée des charges dans la matrice et donc en conclusion : le matériau est considéré comme un matériau isotrope. Les mesures sont répétées sur les trois formulations, l'isotropie est confirmée dans tous les cas.

Les mesures ultrasonores nous montrent aussi que les particules sont distribuées de façon homogène dans la matrice. Par exemple pour la formulation F9 : la vitesse moyenne de propagation des ondes longitudinales pour 9 points mesurés est  $V_{ol}=2831\pm 22$  m/s, soit un écart-type de 0.7%. La vitesse moyenne de propagation des ondes transversales est :  $V_{ot}=1579\pm 5$  m/s, soit un écart-type de 0.3%. Le matériau est donc homogène.



**Figure 2-9 : Vitesse des ondes longitudinales et transversales des 9 points mesurés de la formulation F9**

Dans ce cas particulier d'un matériau isotrope on utilise les résultats de mesure de vitesse des ondes pour en déduire le module Young et le coefficient de Poisson pour chaque formulation :

Matériau	$v_{OT} (m.s^{-1})$	$v_{OL} (m.s^{-1})$	$\rho (kg/m^3)$	$\nu$	E(GPa)
<b>F8</b>	1593	2884	1600	0,28	10,4
<b>F9</b>	1579	2831	1605	0,27	10,1
<b>F10</b>	1587	2814	1617	0,27	10,3

**Tableau 2-3 : Résultats de mesure ultrason des matrices**

On note qu'il n'y a pas d'influence importante de la taille des particules sur les propriétés mécaniques des trois formulations de matrice. L'ordre de grandeur du Module Young de la matrice est de 10 GPa. La formulation F8 a un module Young légèrement plus important de l'ordre de 2% ce qui est négligeable.

On peut conclure qu'avec un pourcentage de charge et de porosité constant, il n'y a pas d'effet de taille notable sur les caractéristiques élastiques du matériau.

### **2.3.2 - Comportement mécanique de la matrice**

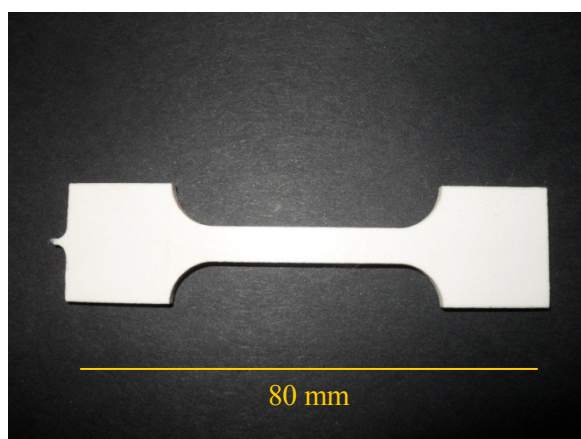
Nous avons testé le comportement de la matrice en traction simple.

Les essais sont réalisés sur une machine hydraulique INSTRON 5882. Le pilotage et l'acquisition des résultats a été fait à l'aide du logiciel BlueHill fourni par la même société.

Les mesures de la déformation ont été effectuées à l'aide d'un extensomètre INSTRON type à jauge. La distance entre les deux couteaux est de 10mm et la déformation maximale est de 10%. Cet appareil se fixe au milieu de l'éprouvette, cela permet une mesure locale de la déformation de l'éprouvette.

La géométrie de l'éprouvette est adaptée pour les matériaux fournis. Pour éviter la concentration de contraintes au niveau des mors, on a décidé d'utiliser des éprouvettes haltères.

La matrice est fabriquée sous forme d'une plaque de 230x230x3 mm<sup>3</sup>, et donc on a découpé des éprouvettes de 80mm de longueur (Figure 2-10).



**Figure 2-10 : Dimensions de l'éprouvette de traction**

La découpe des éprouvettes a été réalisée par l'entreprise Earedis, en utilisant la méthode de découpe à jet d'eau. Cette méthode nous assure la précision des dimensions et évite l'amorçage de fissures lors de la découpe de l'éprouvette.

#### *2.3.2.2 Propriétés en traction simple*

Les essais de traction sont menées jusqu'à rupture et à une vitesse de déformation  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  sur les trois formulations de la matrice. Les essais sont répétés à chaque formulation au moins trois fois.

a) Formulation F8: Les résultats sont présentés sur la Figure 2-1.

Les courbes de traction montrent un comportement élastique fragile, avec une légère perte de linéarité près de rupture. Il y a peu de dispersion des résultats.

Dans cette résine, il n'apparaît pas autant de dispersion et les courbes obtenues sont assez superposables. Cela peut être expliqué par la microstructure bien homogène comme on a vu dans la partie d'observation microstructurale.

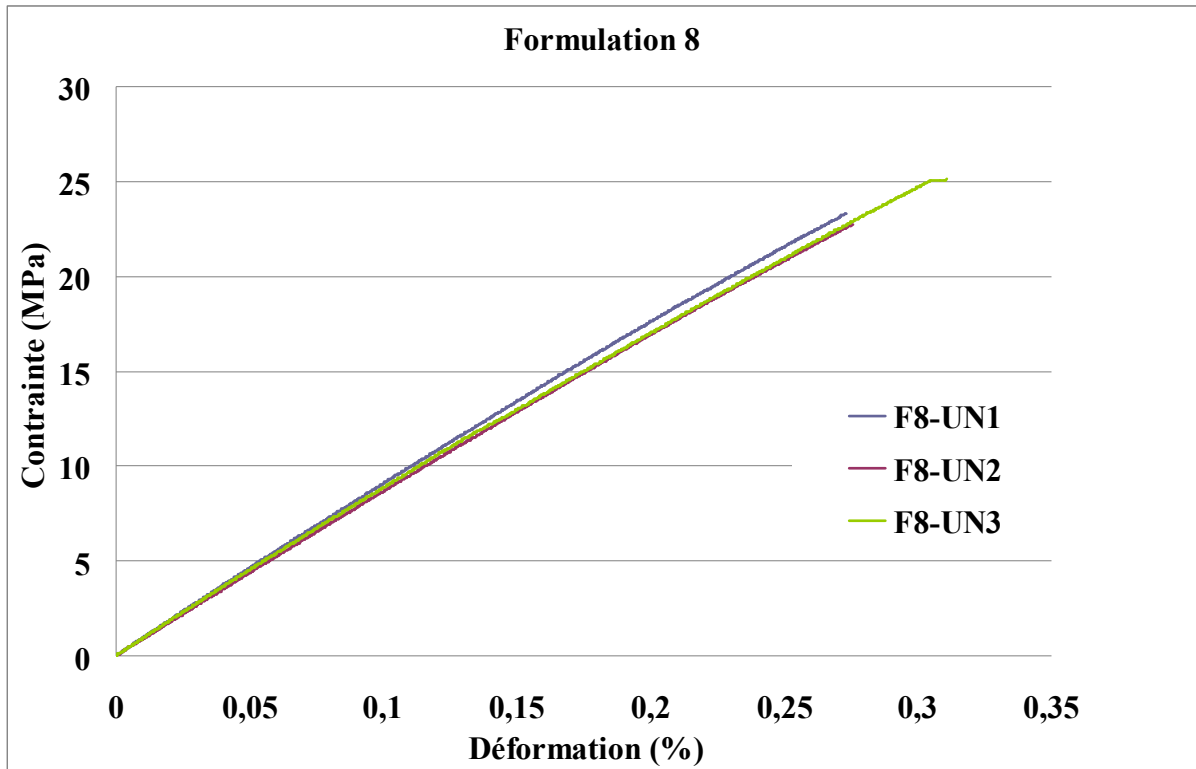


Figure 2-11 Courbes contrainte-déformation pour les éprouvettes de la matrice F8

b) Formulation F 9: Les résultats sont présentés sur la Figure 2-12.

Un comportement non linéaire, qui apparaît plus tôt que pour la formulation F8 est ici observé.

Les essais conduisent à des résultats superposables sauf au niveau de la rupture. Rappelons que dans cette résine, il y a des grands nodules thermoplastiques qui ont une taille 5 ou 6 fois plus importante que celle des charges ATH, et environ 5 fois plus grande que celle des nodules de la matrice F8. Nous pouvons donc penser que les nodules et micros-porosités jouent un rôle important dans les mécanismes physiques à l'origine des non linéarités observées.

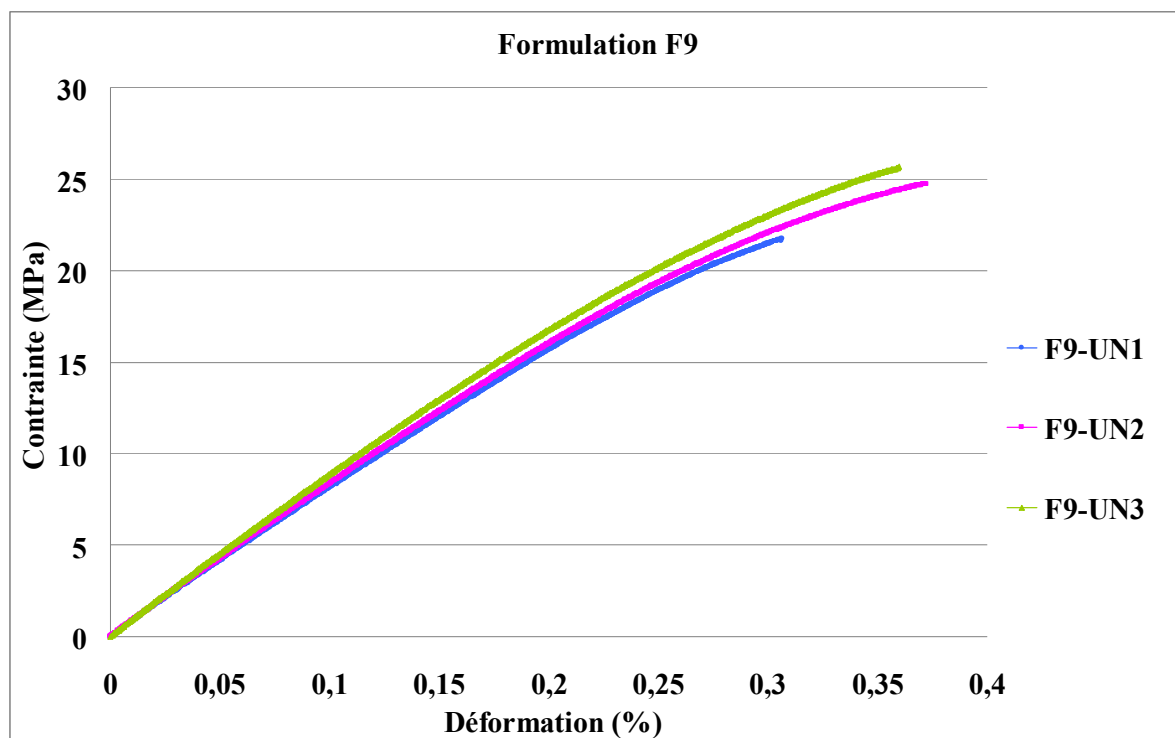


Figure 2-12 Courbes contrainte-déformation pour les éprouvettes de la matrice F9

c) Formulation F10: Les résultats sont présentés sur la Figure 2-13

L'allure des courbes nous montre un comportement élastique non linéaire qui a la même cinématique que celle de la formulation F9. Le mélange d'un tiers de petites charges et deux tiers de grosses charges donne des mêmes tailles de nodules que dans la formulation F9, mais il est possible que ce mélange provoque des zones qui contiennent des grosses charges et des zones contenant des petites charges. Cette hétérogénéité de répartition des nodules pourrait expliquer la dispersion plus importante dans ces essais de traction par rapport aux deux formulations précédemment étudiées.

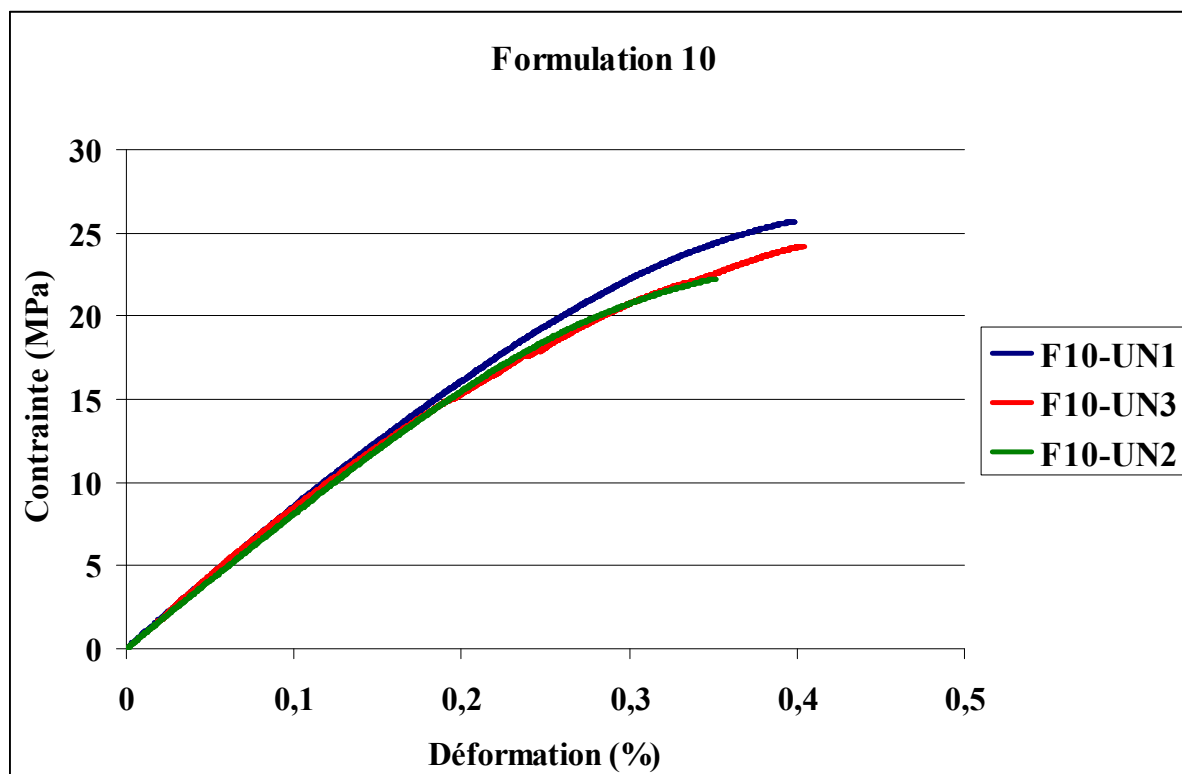


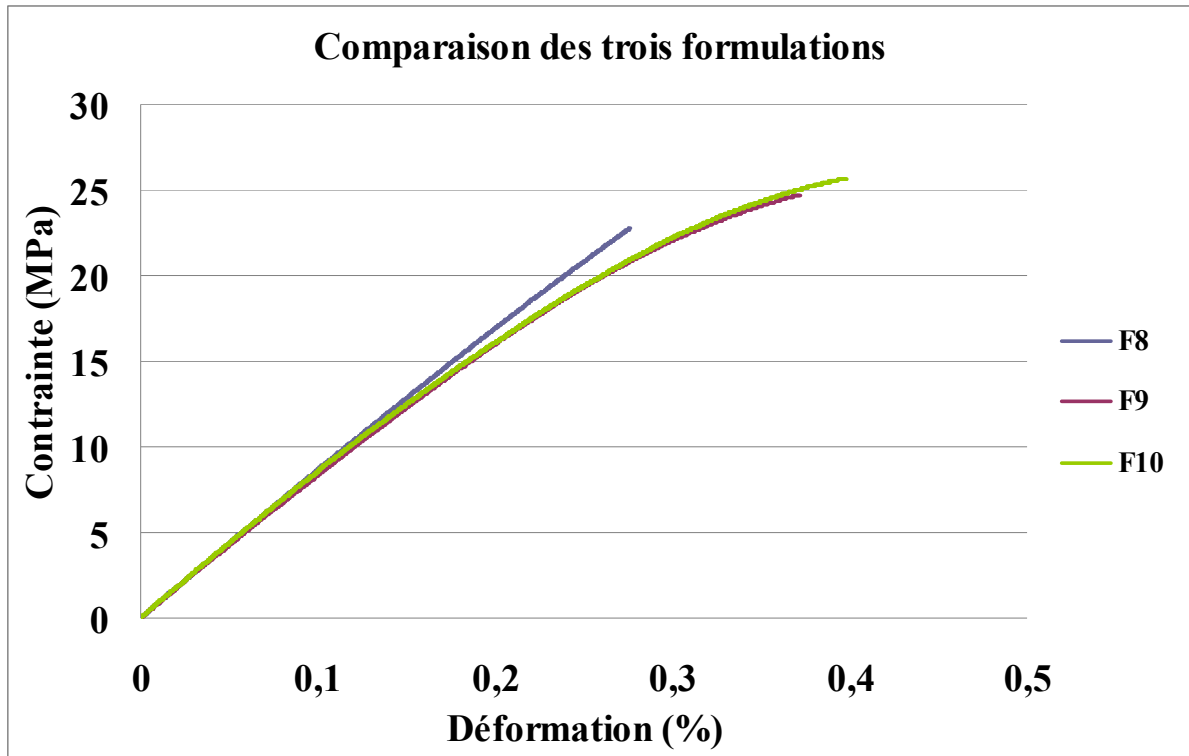
Figure 2-13 Courbes contrainte-déformation pour trois éprouvettes de la matrice F10

d) Comparaisons des trois formulations:

Les caractéristiques mécaniques globales des trois formulations sont données dans le Tableau 2-4, et une courbe de traction représentative de chacune est visible en Figure 2-14

Ref	E (GPa)	$\sigma_{0Y}$ (MPa)	$\epsilon_{0Y}$ (%)	$\sigma_{rupt}$ (MPa)	$\epsilon_{rupt}$ (%)
F8	8,8±0,2	16,2±1,8	0,18±0,02	23,7±1,2	0,29±0,02
F9	8,4±0,3	11,3±0,7	0,17±0,02	24±2,06	0,35±0,04
F10	8,5±0,7	11,8 ±1,3	0,16±0,01	23,12±2,24	0,33 ± 0,08

Tableau 2-4 : *Caractéristiques mécaniques des différentes matrices*



**Figure 2-14 Courbes de traction des trois formulations de la matrice BMC**

En moyenne, les modules d'Young des trois formulations sont de 8.5 GPa avec une rigidité légèrement plus importante pour la formulation F8, tendance confirmée à la fois par les mesures ultrasonores et les essais de traction.

En superposant les trois courbes de traction des trois formulations, on constate que la non-linéarité dépend de la taille des nodules. Les trois formulations exhibent un comportement non linéaire à des niveaux de contrainte différents. La formulation F 8 est le matériau le plus fragile donc la non-linéarité arrive très tard par rapport aux deux autres formulations.

En conclusion, le comportement de la matrice est élastique non-linéaire. La non-linéarité dépend fortement de la taille des nodules thermoplastiques et des micros-porosités de retrait dans la résine. Cette limite commence à environ 50% de la charge de rupture pour les formulations F9, F10 et à 70 % pour la formulation F8.

Rappelons que le but de l'étude est de caractériser et identifier le comportement de la matrice in-situ du composite pour la modélisation. La matrice F10 est représentative de cette résine, donc les essais dans la suite seront essentiellement focalisés sur la matrice F10.

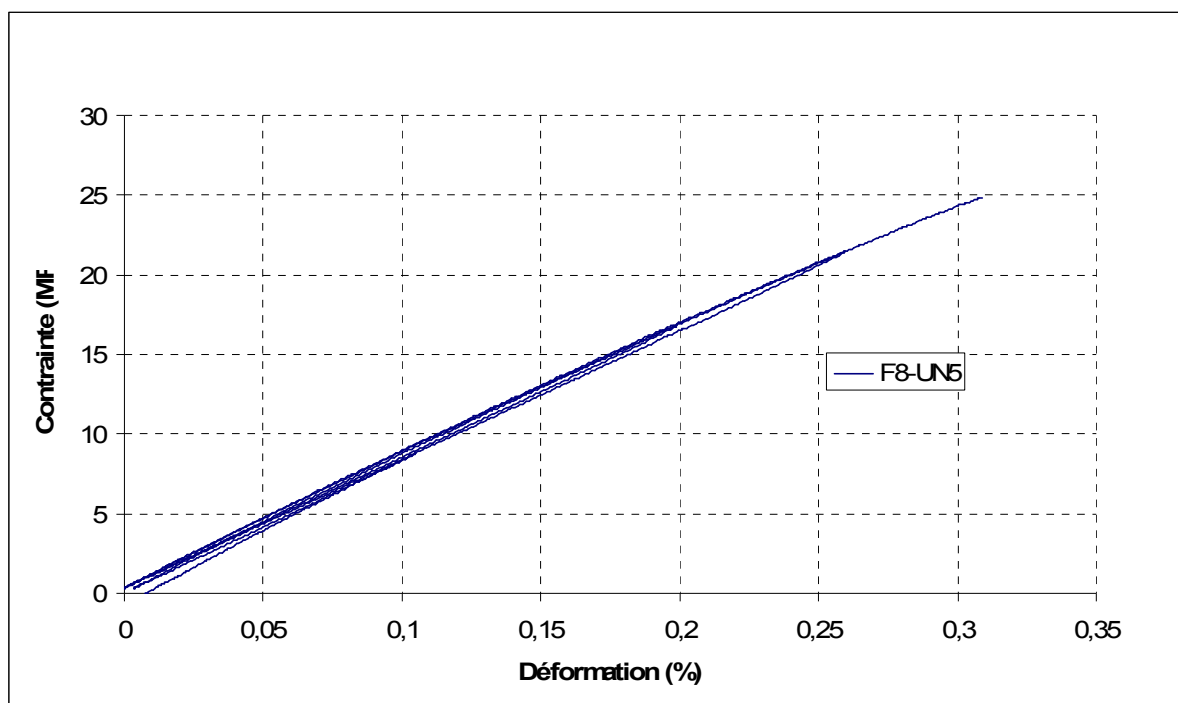
#### 2.3.2.4 Mesure d'endommagement à l'échelle macroscopique - Essais de charge/décharge

Un moyen de mettre en évidence une évolution de rigidité et ou de microstructure au cours d'un chargement de traction est de réaliser des essais de charge-décharge.

L'éprouvette est chargée jusqu'à un déplacement souhaité. Lorsque celui-ci est atteint, l'éprouvette est déchargée jusqu'à une contrainte nulle puis rechargée de la même manière.

Les essais de charge/ décharge sont réalisés d'abord sur la formulation F8. On a gardé la même vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  que pour les séries des essais de traction simple.

Les essais réalisés sur la formulation F8 sont présentés Figure 2-15.



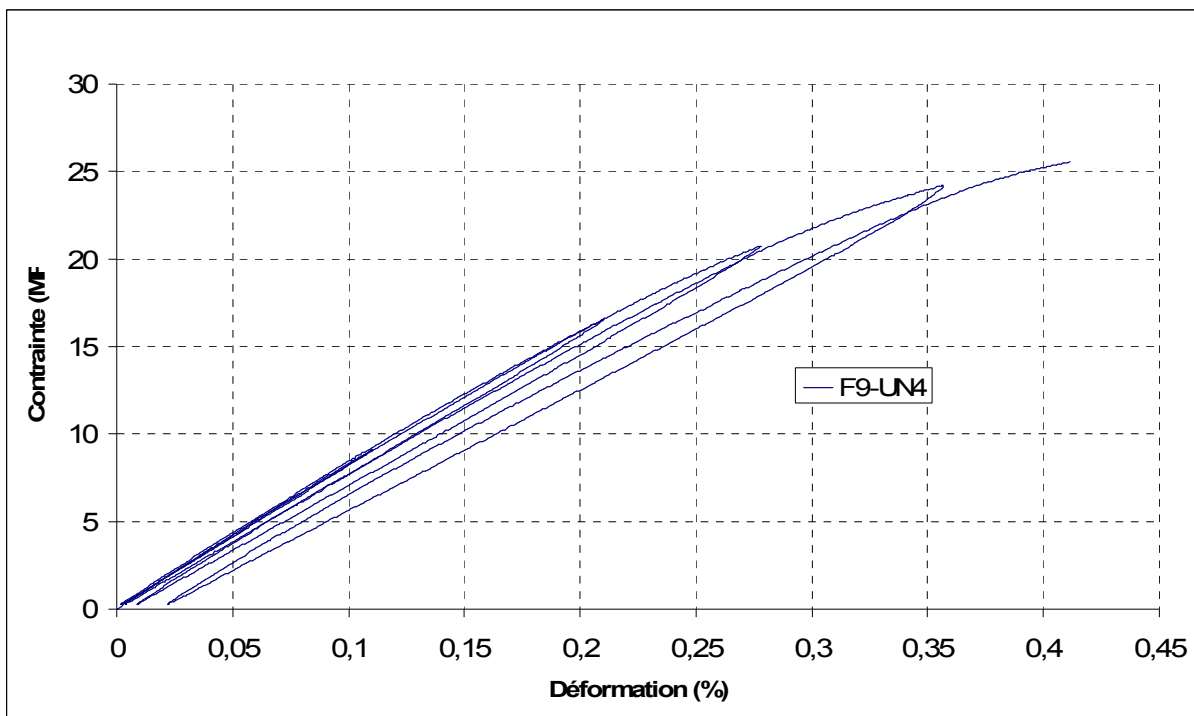
**Figure 2-15 : Essais de charge/ décharge de la formulation 8**

Cette formulation présente un matériau fragile, et on ne remarque pas d'effet important de d'endommagement ou de la déformation résiduelle. Les trajets aller-retour sont plus ou moins superposables. Une déformation résiduelle à la décharge se présente seulement au dernier cycle.

F8-Trajet	E (GPa)	$\epsilon_{\text{résiduelle}}$ (%)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_{\text{max}}$ (MPa)
1	8,68			8,61
2	8,67		15,93	16,36
3	8,56	0,0007	15,76	20,98
4	8,50	0,0032	13,83	24,31

**Tableau 2-5, Formulation 8 : Les propriétés mécaniques à chaque trajet**

Pour les formulations F9 et F10 présentés Figures 2-16 et 2-17, à partir du deuxième cycle, les trajets aller-retour ne sont pas superposés, on observe une déformation résiduelle au cours de la décharge.



**Figure 2-16 : Essais de charge/ décharge de la formulation 9**

F9-Trajet	E (Mpa)	$\epsilon_{\text{résiduelle}}$ (%)	$\sigma_y$ (Mpa)	$\sigma_{\text{max}}$ (Mpa)
1	8287			9,18
2	8221	0,0016	11.5	16,52
3	8124	0,0037	10.5	20,73
4	7913	0,0089	10.3	24,18
5	7707	0,022	9.1	25,53

Tableau 2-6 Formulation 9 : Les propriétés mécaniques à chaque trajet

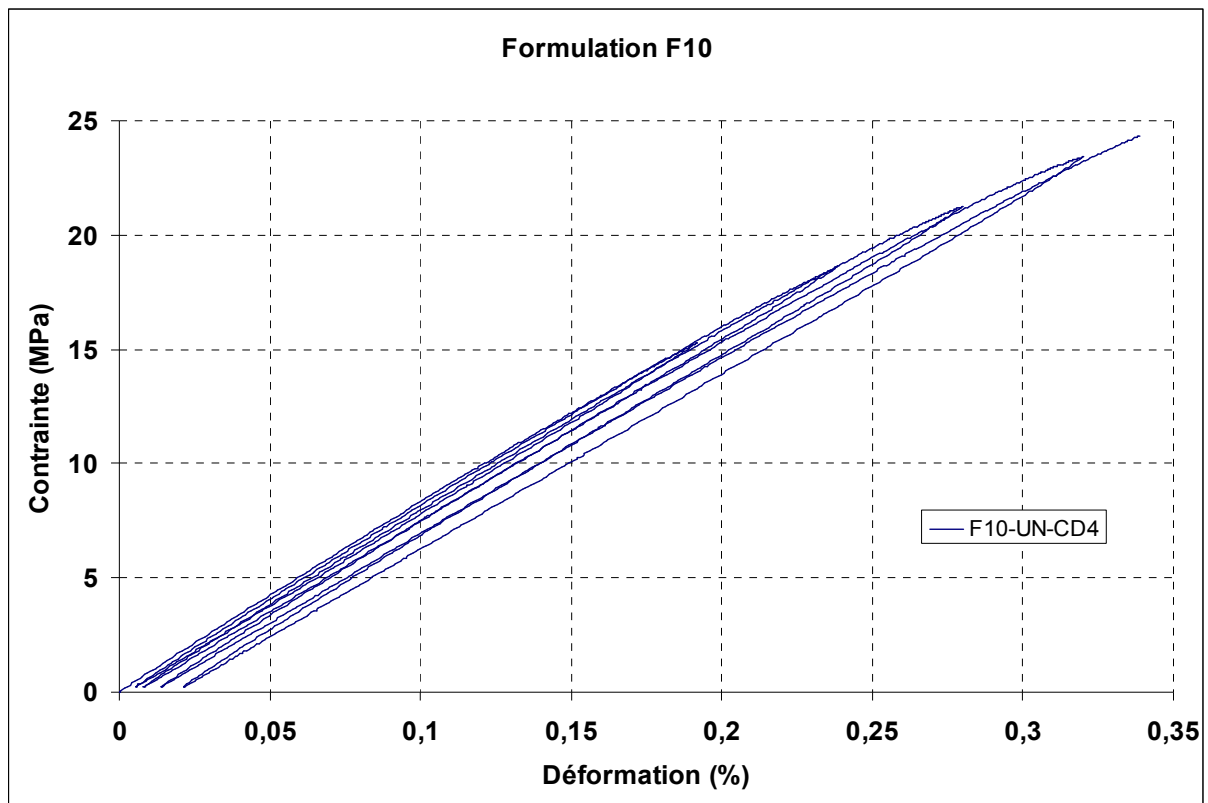


Figure 2-17 : essais de charge/ décharge de la matrice F10

pastel-00668717, version 1 - 10 Feb 2012

F10-Trajet	E (GPa)	$\epsilon_{\text{résiduelle}}$ (%)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_{\text{max}}$ (MPa)
1	8,30	0,0056	12.3	15,29
2	8,30	0,0082	12.3	18,36
3	8,30	0,0141	12.1	21,24
4	8,27	0,0214	11.5	23,22
5	8,22		11.1	24,35

**Tableau 2-7 Formulation 10 : Les propriétés mécaniques à chaque trajet**

En nous appuyant sur des observations fines de la microstructure, nous interprétons les courbes de la manière suivante. Lors du chargement les micros-porosités de compensation de retrait s'agrandissent, le pourcentage de vide s'accroît donc dans le matériau et contribue à diminuer la rigidité de la matrice et donc la courbe de traction s'infléchit et conduit à un comportement non linéaire. Lors de la décharge, les micros-porosités ne reprennent pas leur taille initiale du fait de la présence de la coquille thermoplastique, ce qui conduit à une déformation résiduelle. De même la décharge n'est pas élastique, le caractère thermoplastique de la coquille ne conduisant pas à une refermeture linéaire. Lors d'une charge ultérieure, le module d'Young baisse très légèrement puisque on repart avec un matériau contenant un pourcentage de micros-porosités légèrement plus important qu'au chargement précédent. Cette baisse n'est cependant pas représentative de l'évolution de l'endommagement dans la matrice, il faudrait pour cela suivre l'évolution du module d'Young mais sous chargement, essais que nous n'avons pu réaliser. Nous remarquons également que le seuil de non linéarité diminue légèrement à chaque rechargement.

On retrouve ici, comme constaté sur les essais de traction simple, un comportement particulier de la formulation F8. Il semble déjà acquis que si la taille des charges n'a que peu d'effet sur la rigidité initiale du matériau, elle influe de manière certaine sur la loi de comportement.

### **2.3.3- Relation microstructure-propriétés mécaniques**

#### *2.3.3.1 Observation des faciès de rupture*

##### a) Comparaison qualitative

Les microstructures des résines F9 et F10 sont très similaires, on peut observer les mêmes composants dans les deux formulations. Même les tailles des micro-vides et des phases intermédiaires sont voisines. La phase intermédiaire entre la matrice thermodurcie et la phase thermoplastique est due au phénomène de séparation des phases décrit dans le premier chapitre et correspond à un gradient de composition dans la phase thermodurcie.

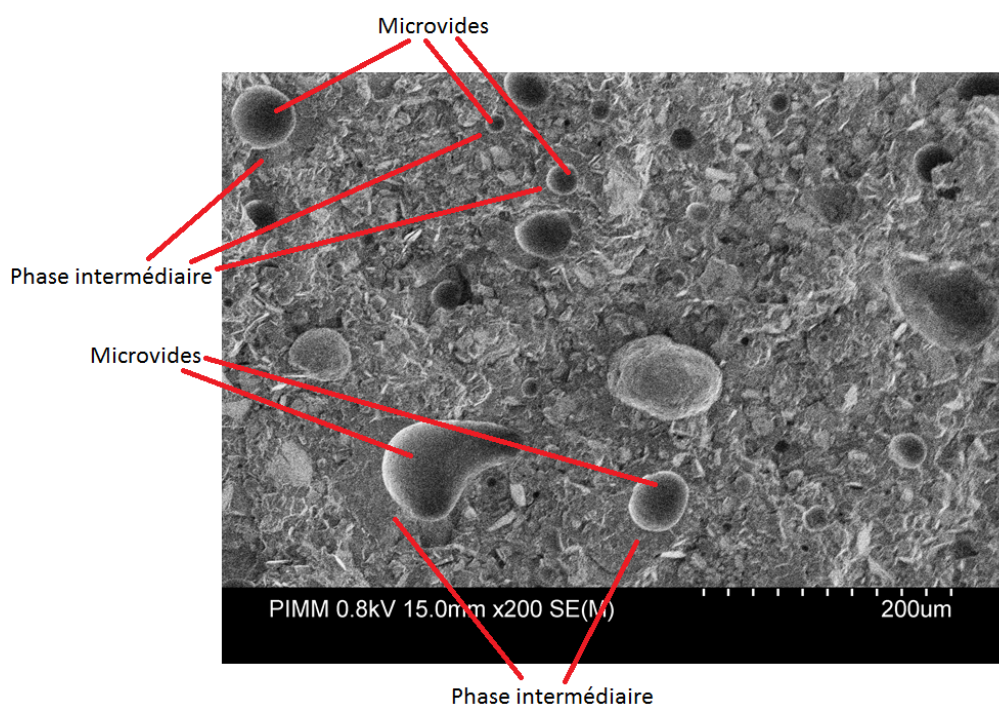


Figure 2-18 : Faciès de rupture d'une éprouvette F9

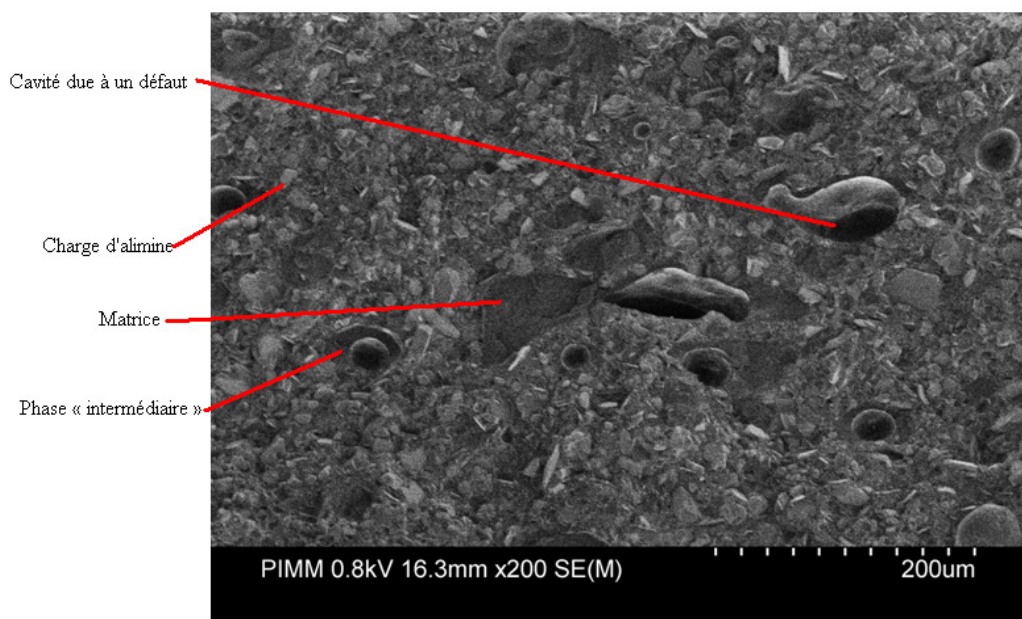


Figure 2-19 Faciès de rupture d'une éprouvette F10.

Par contre, la microstructure de la résine F8 est très différente de celles des autres résines. Les porosités sont de plus petite taille et réparties uniformément. On peut aussi distinguer des fissures dues peut-être à la coalescence des micro-vides.

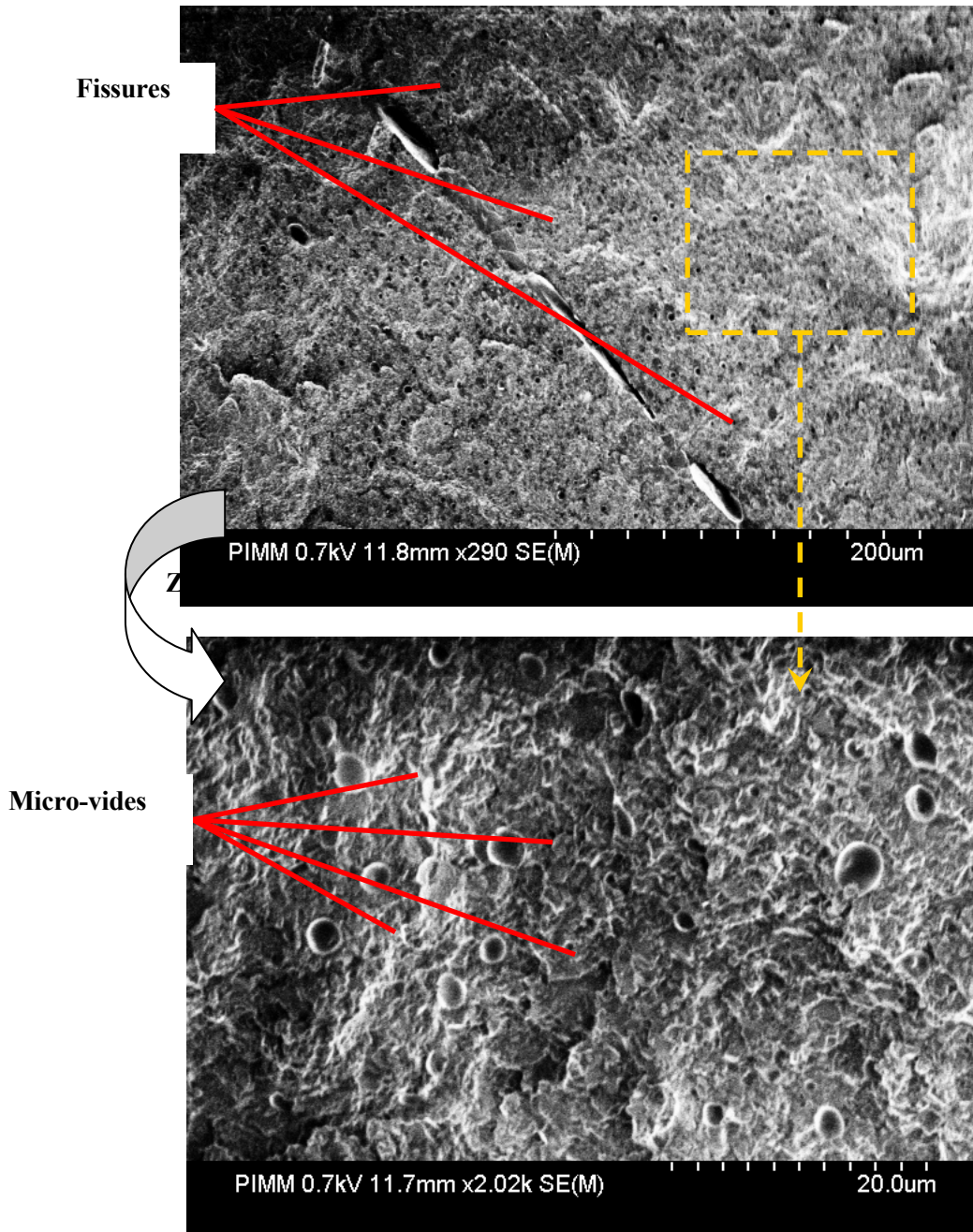
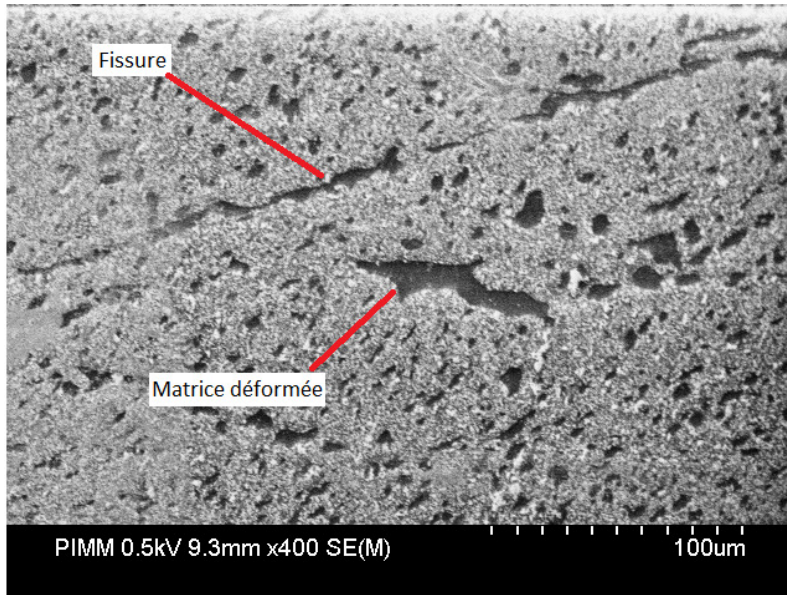


Figure 2-20 : Faciès de rupture d'une éprouvette F8

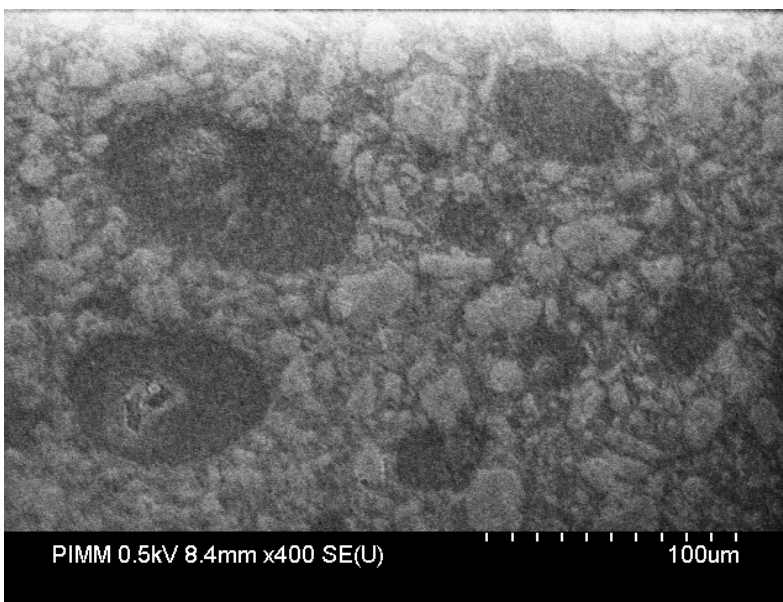
On peut conclure que ce sont les charges d'alumine les plus grandes (ATH ON 313) qui produisent une taille de porosité plus grande. Par contre, il semble que ces charges évitent l'apparition de fissures par coalescence de micro-vides. Mais dans ces résines les charges ne

sont pas très bien distribuées et on peut distinguer des grandes zones de matrice sans charges d'alumine.

On peut aussi distinguer d'une part les fissures formées par coalescence de micro vides et d'autre part des cavités laissées par la dissolution des nodules thermoplastiques, qui ont été déformées par la contrainte appliquée Figure 2-21



**Figure 2-21 : Observation près du faciès de rupture d'une éprouvette F8**

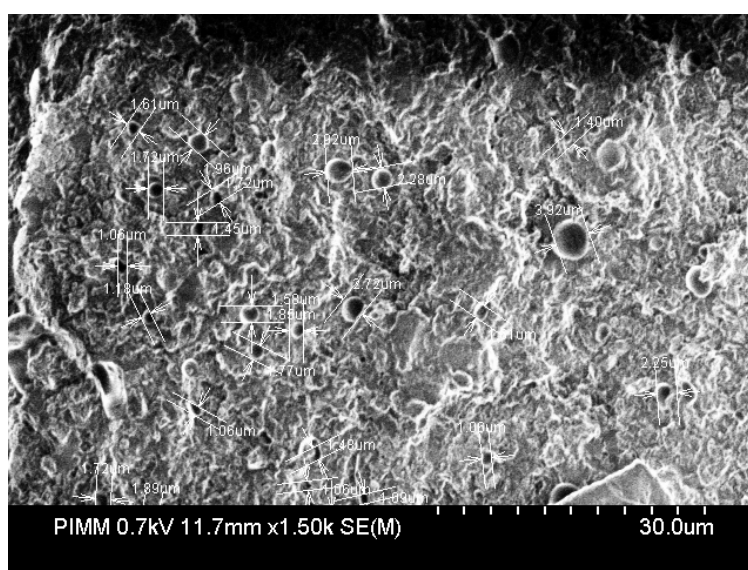


**Figure 2-22 : Observation près du faciès de rupture d'une éprouvette F10**

Finalement, on peut remarquer la différence des nodules thermoplastiques entre la résine F8 et les autres. Dans les résines F9 et F10, ils sont plus grands et leur taille augmente avec la contrainte appliquée à la matrice.

**b) Comparaison quantitative**

Les mesures de la taille moyenne des nodules et aussi la taille des micros vides ont été fait dans les trois faciès de rupture de chaque formulation de manière directe dans le MEB (Figure 2-23) Les résultats de mesures sont présentés dans le tableau récapitulatif (Tableau 2-8)



**Figure 2-23 : Mesures de la taille des micro-vides de la résine F8**

Ref.	F10	F9	F8
nombre	15	11	20
taille du micro-vide (µm)	33,1±16,3	31±10,5	8,9±1,3
taille du nodule (µm)	62,3±28,9	58±19,8	
taille image (µm <sup>2</sup> )	475x635	475x635	475x635
Taille de charge-(µm)	25 ÷ 33 2,5 ÷ 5,5	25 ÷ 33	2,5 ÷ 5,5

**Tableau 2-8 : Récapitulatif de la taille moyenne des nodules et micro vides**

c) Remarque:

Dans le cas de la formulation 8, du fait de charges de petite taille et distribuées de manière homogène, les cavités sont-elles aussi petites et distribuées homogènement. Cela explique aussi du comportement plus fragile de cette résine, et donc la limite d'élasticité plus importante ainsi que sa déformation à la rupture moins élevée.

Les deux formulations 9 et 10 suivent un mécanisme de déformation et de rupture relativement identique. Finalement, la formulation F10 représente un meilleur compromis. La substitution d'un tiers de charges de grandes tailles par des charges de petites tailles permet d'assurer une meilleure homogénéité du matériau tout en conservant les propriétés mécaniques de la formulation F9 en termes de module d'Young et de déformation à la rupture. Le comportement non-linéaire plus prononcé pour la formulation 10 par rapport à la formulation F8, et cohérence avec des tailles de nodule plus grandes que l'on observe sur les faciès de rupture.

## **2.4- Système avec fibres – le composite**

Dans la première étude (paragraphe 2.3), nous avons testé 3 formulations de matrice (résine+ charge). Dans cette 2ème étude, nous nous proposons de vérifier l'influence du type de renfort (fibre ou bille de verre) et de leur distribution d'orientation sur les propriétés mécaniques des composites BMC.

Pour cela, nous allons caractériser 3 formulations à 20% en masse de verre :

- ✓ 20F (20% de fibres de verre)
- ✓ 15F (15% fibres de verre + 5% billes de verre)
- ✓ 15B (5% fibres de verre + 15% billes de verre)

Ces trois formulations contiennent toujours 60% en masse de renforts minéraux.

Ce que nous désirons de plus vérifier ici, c'est l'influence éventuelle des moyens de mise en œuvre sur les caractéristiques de ces 3 formulations. On va tester deux échantillons du type X mold et Plaque Injectée (Figure 2-24)

Dans les deux cas de la pièce X mold et de la plaque injectée, on prélève des échantillons carrés de même taille pour la mesure ultrasonore ( $60 \times 60 \times 3 \text{ mm}^3$ ) (Figure 2-24).

On réutilise ces échantillons pour la découpe des éprouvettes de traction.

Les éprouvettes sont coupées dans le sens longitudinal et le sens transversal par rapport à la direction d'injection.

La norme AFNOR NF T 51 -034 recommande d'utiliser des éprouvettes de type II, d'une longueur minimale de 75 mm, ce qui correspond à l'échelle 1 :2 de l'éprouvette normalisée. La longueur maximale que l'on peut obtenir n'excédant pas 60 mm, la taille de l'éprouvette est réduite en conservant toutefois les proportions, notamment le rapport entre le longueur total et la longueur utile. Les dimensions de l'éprouvette sont fixées comme cela est indiqué dans la figure 2-24

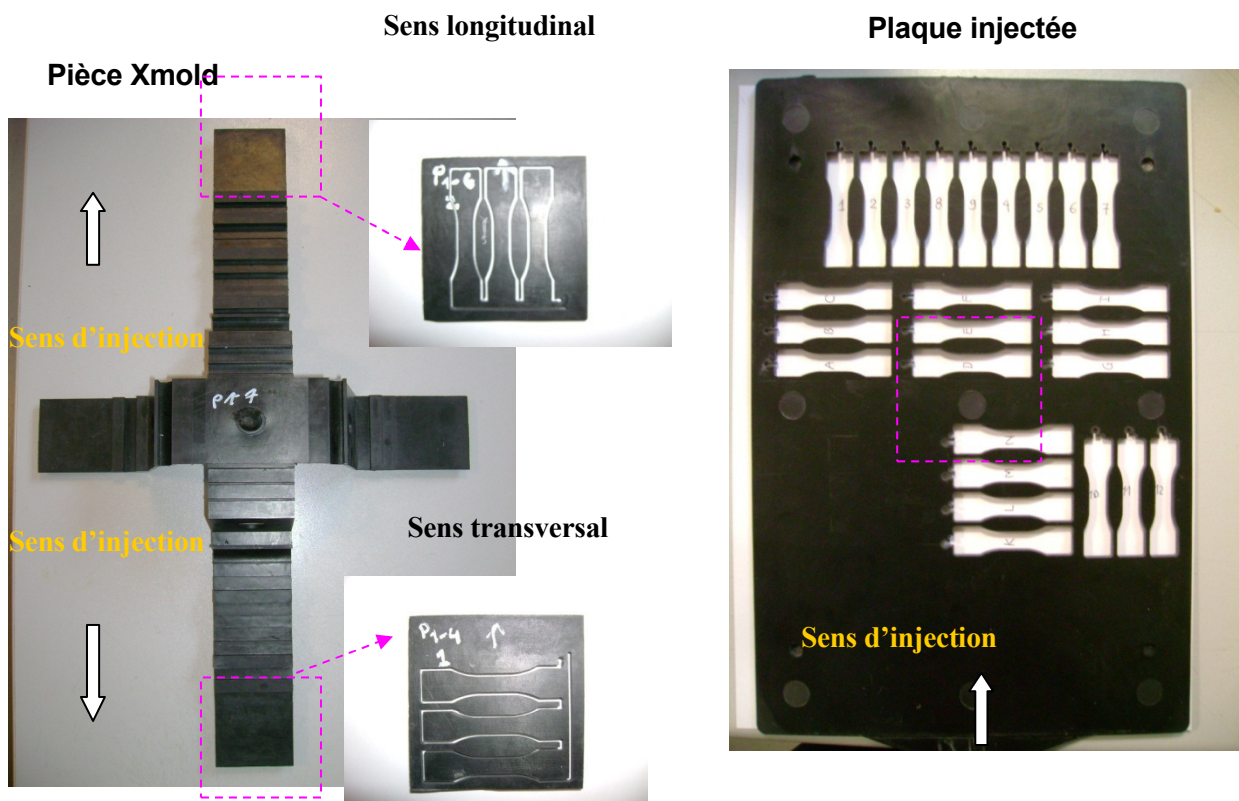


Figure 2-24 : La découpe des éprouvettes sur l'échantillon des composites

#### 2.4.1-Microstructure- orientation des fibres

Avant de tester mécaniquement nos échantillons, nous souhaitons avoir une idée précise de la distribution d'orientation des renforts fibreux. Nous utilisons à cette fin deux méthodes. La première utilise le principe des mesures de vitesse de propagation des ondes ultrasonores étendu

ici au cas des matériaux anisotropes et nous permet d’avoir rapidement une idée de la texture présente dans le matériau et surtout de comparer les formulations entre elles.

La deuxième méthode consiste à déterminer la distribution d’orientation par analyse d’image, le résultat est beaucoup plus complet mais est également beaucoup plus long à obtenir.

2.4.1.1 Détermination de l’orientation des fibres par mesure ultrasonore.

a) Principe des mesures ultrasonores

Pour un matériau **anisotrope**, on peut déterminer la composante  $C_{33}$  (hors plan) de la matrice de rigidité

$$C_{33} = \rho \cdot V_{OL}^2$$

La vitesse d’onde transversale dépend de la surface de cisaillement dans le matériau. La vitesse d’onde  $V_{OT}$  est plus grande dans la fibre que dans la matrice. Donc plus la surface cisailée de renforts est grande, plus la vitesse  $V_{OT}$  est importante.

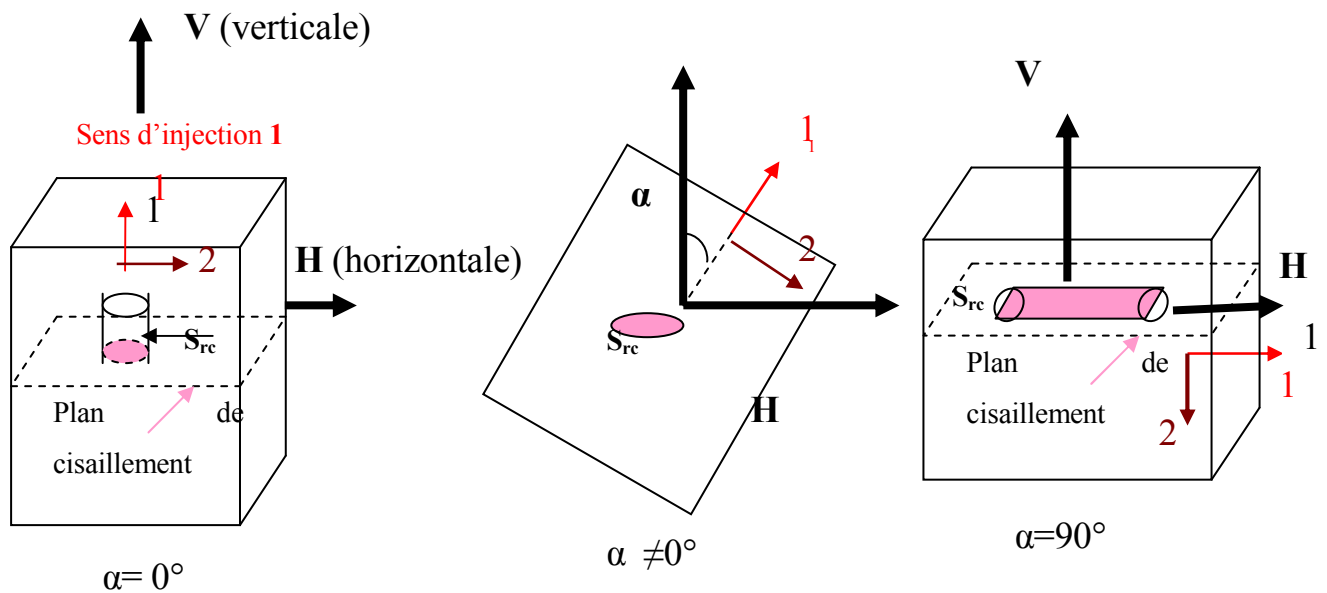


Figure 2-25: Surface des renforts cisailés en fonction de l’angle d’observation

Le plan de cisaillement est défini par la normale au plan de la plaque et la direction du faisceau incident.

Src : surface des renforts cisailés.

Considérons une fibre orientée dans la direction d'injection ( $\varphi=0$ ). On va tourner la plaque d'un angle  $\alpha$  par rapport à l'axe vertical ( $\alpha = (1, V)$ ).

$\alpha=0^\circ$ ,  $\varphi=0$ , **Src** min donc on a un creux sur la courbe d'évolution de  $V_{OT}$  ( $V_{min}$ )

$\alpha=90^\circ$ ,  $\varphi=0$ , **Src** max donc on a un pic sur la courbe d'évolution de  $V_{OT}$  ( $V_{max}$ )

Dans le cas l'angle  $\varphi \neq 0$ , la surface des renforts cisailés **Src** est maximum quand  $\alpha = \varphi + 90^\circ$

On peut définir pour un tel matériau, un coefficient de biréfringence acoustique  $K_{biréfringence}$  qui traduit la dynamique de la courbe d'évolution des vitesses d'onde transversale.

$$K_{biréfringent} = \frac{V_{max} - V_{min}}{V_{moyenne}}$$

Donc :

- Plus le  $C_{33}$  est élevé, plus le taux des fibres hors plan est important
- Plus le  $k$  biréfringence est élevé, plus l'anisotropie est importante

### b) Résultats des mesures ultrasonores

#### i) Echantillon 20F-14-1

Les figures ci-après (figure 2-26, 2-27) présentent les répartitions des vitesses d'onde transverse en fonction de l'angle d'observation de l'échantillon 20F-Xmold.

La mesure ultrasonore nous permet d'abord de mettre en évidence une orientation privilégiée des fibres. Les deux pics observables sur les différentes courbes correspondent aux angles d'observation pour lesquels les fibres sont orientées selon l'horizontale (plan de cisaillement, figure 2-25). Donc les fibres sont plutôt orientées dans le sens d'injection. Les vitesses des ondes longitudinales nous permettent d'obtenir une valeur moyenne de la première composante du tenseur de rigidité de l'échantillon 20F :  $C_{33}=14.54$  GPa.

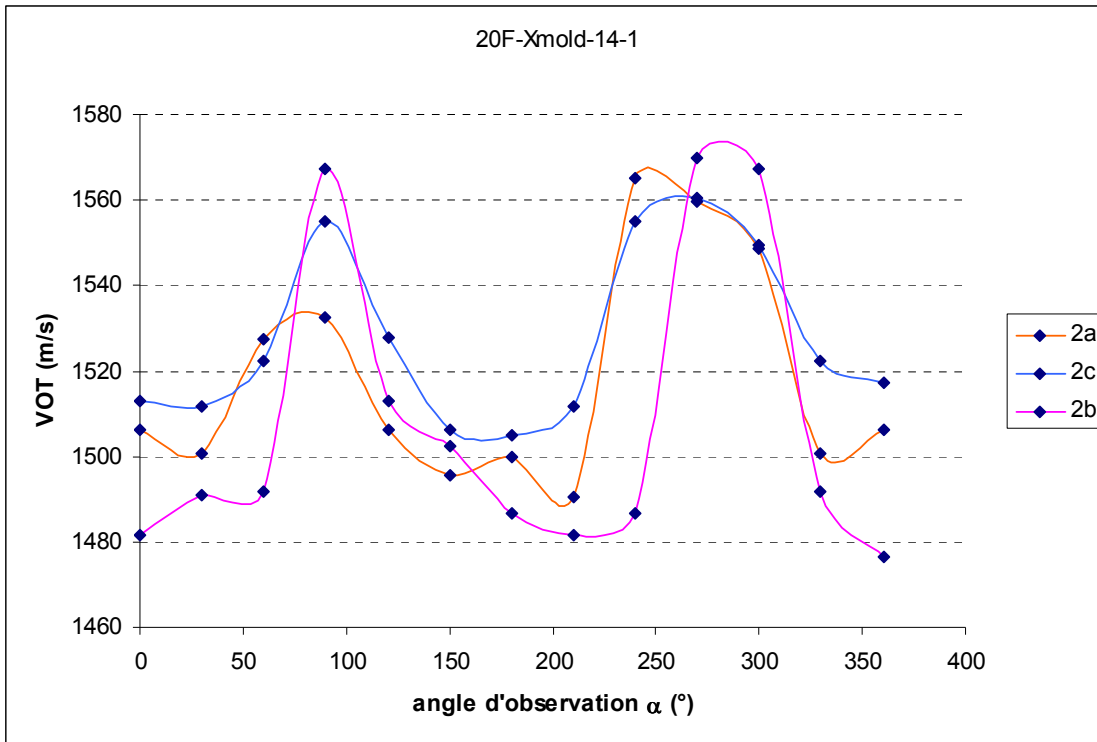


Figure 2-26: Trois points de la 2<sup>ème</sup> ligne de l'échantillon 20F (médiane horizontale)

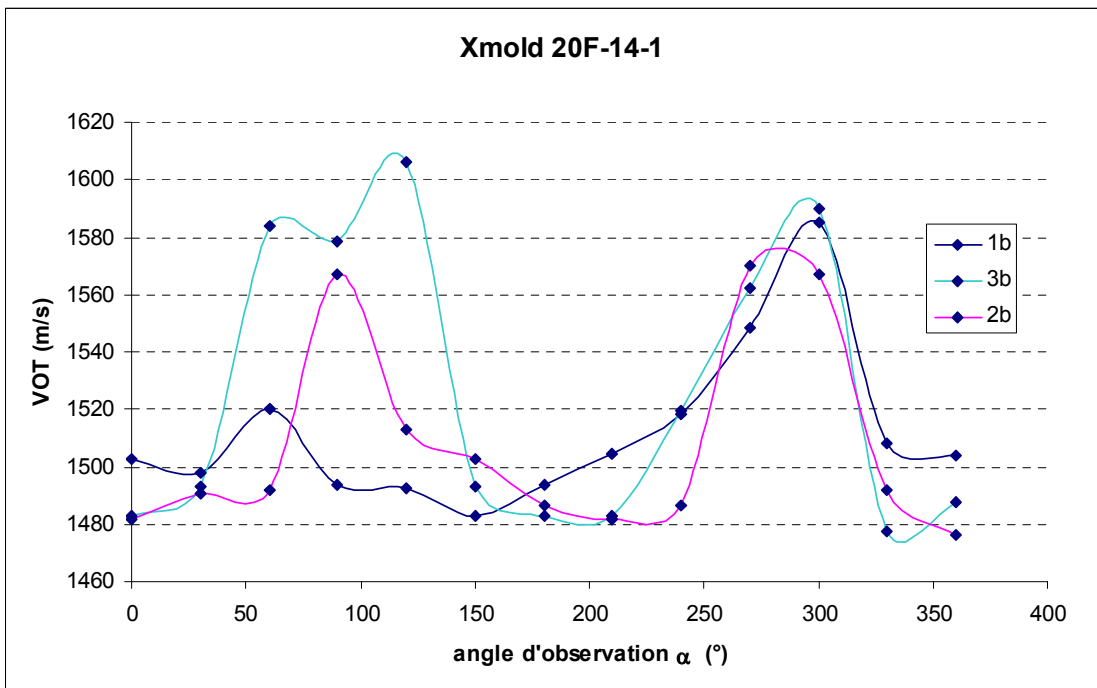


Figure 2-27: Trois points de la 2<sup>ème</sup> colonne de l'échantillon 20F (médiane verticale)

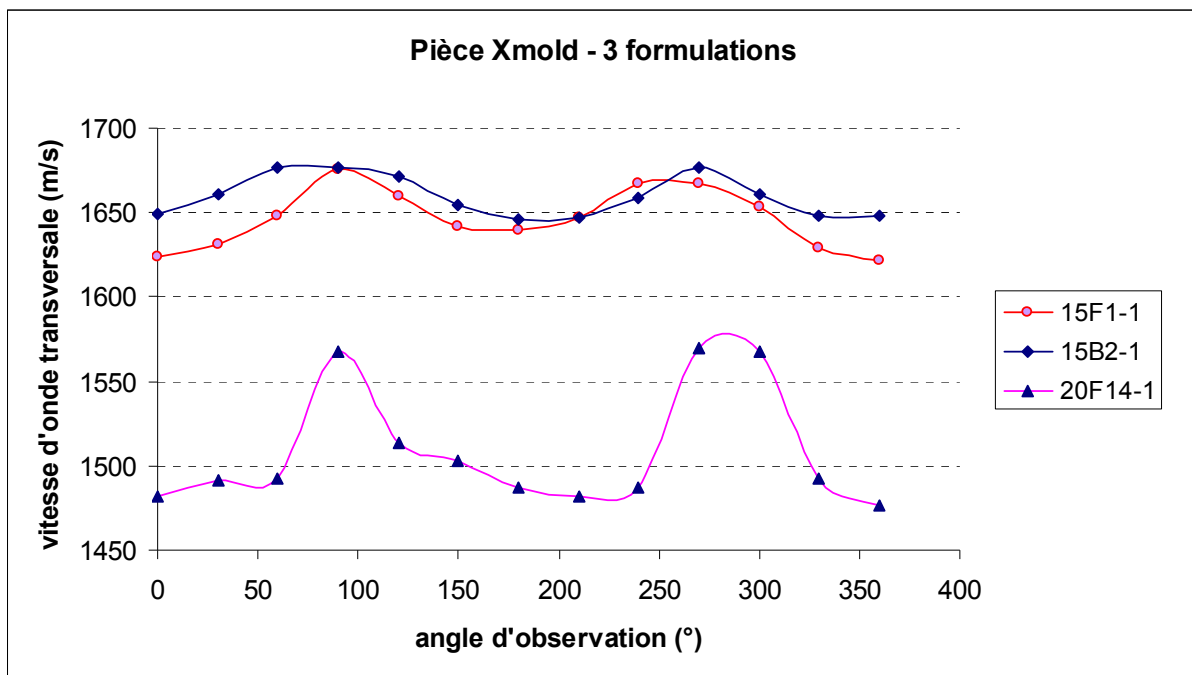
En comparant les trois points de la 2<sup>ème</sup> ligne de l'échantillon, on peut constater que les formes des courbes sont similaires. Notons que cette ligne est perpendiculaire au sens

d'injection, donc il est à priori normal qu'il n'y ait pas de différence importante pour ces trois points.

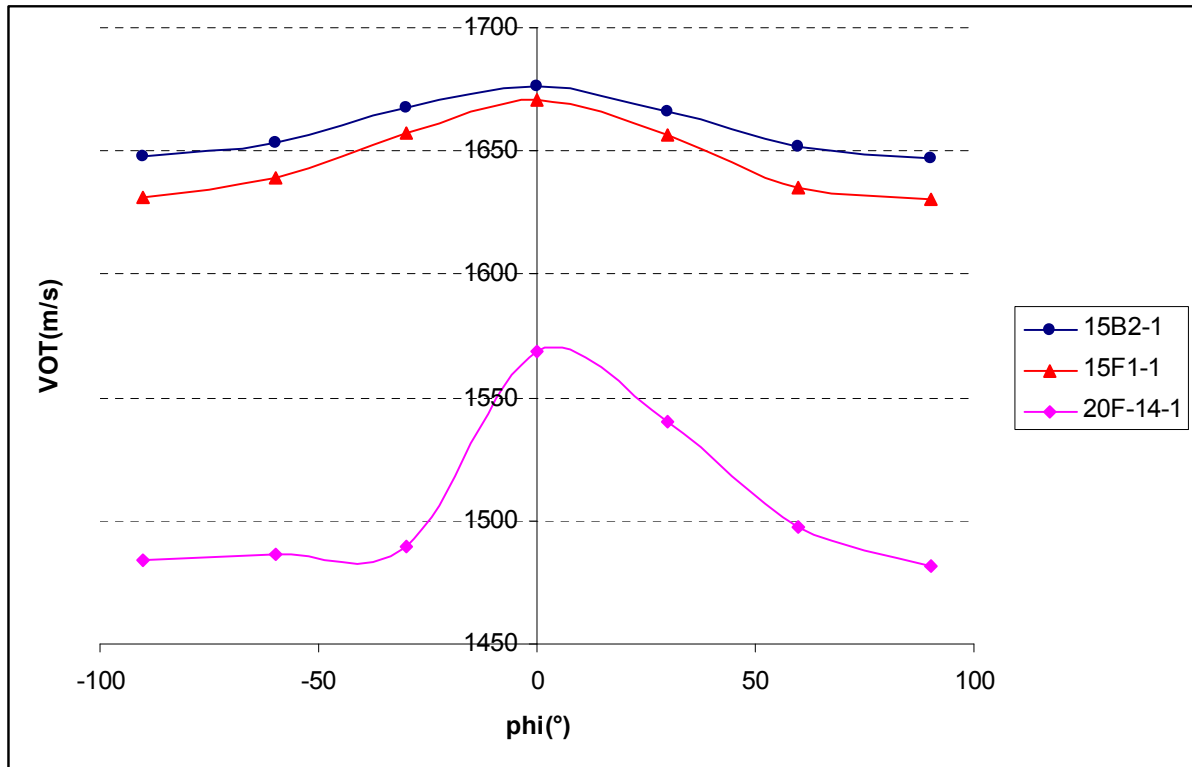
Selon une même colonne, le point 1 le plus éloigné par rapport au point d'injection, conduit à une amplitude de courbe légèrement plus grande que les autres. Mais son allure est conservée : deux pics à  $\pm 90^\circ$ .

A partir de ces deux remarques, on peut prendre la valeur moyenne des mesures des  $C_{33}$  et des  $K_{\text{biréfringence}}$  des neuf points. Pour comparer les différentes formulations entre elles, on peut présenter les résultats obtenus au point 2b qui semble être le point le plus représentatif de l'échantillon.

ii) Comparaison des 3 formulations des Pièces X mold



a) en fonction de l'angle d'observation  $\alpha$



a) en fonction de l'angle des fibres par rapport à la direction d'injection  $\varphi$

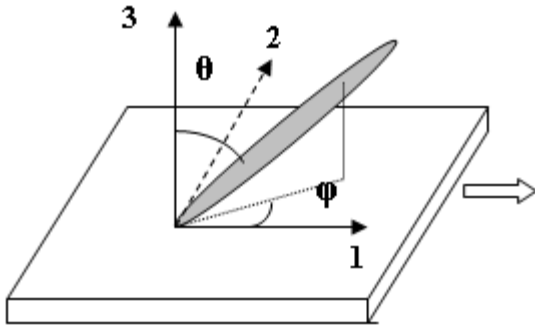
**Figure 2-28 : Vitesse des ondes transversales pour les 3 formulations**

La Figure 2-29 est obtenue en traçant pour chacune des formulations les courbes : dans l'intervalle  $\varphi = [-90, 90]$  et  $\alpha = [0, 180]$  de

$$V_{OT}(\varphi = -90 + \alpha) = \frac{V_{OT}(\alpha) + V_{OT}(\alpha + \pi)}{2}$$

Les  $V_{OT}(\alpha)$  étant prises sur la figure a

Le but de cette transformation est d'avoir la capacité de comparer avec les mesures d'analyse d'images. Elles seront données en fonction de l'angle  $\varphi$  entre la fibre et le sens d'injection comme représenté sur le schéma suivant :



**Figure 2-29 : Repère global de fibre**

Nous pouvons remarquer que l'anisotropie ( $K_{\text{biréfringence}}$ ) est beaucoup plus importante pour l'échantillon 20F14-1 que pour le 15F1-1 car le taux de fibres est plus grand d'une part, et que l'orientation préférentielle est plus marquée d'autre part.

On peut également noter qu'il y a peu de différence entre les échantillons 15F1-1 et 15B2-1. Les valeurs des vitesses moyennes transversales sont sensiblement égales. Par contre les dynamiques des courbes sont légèrement différentes, la biréfringence étant plus forte lorsqu'il y a plus de fibres (voir Tableau 2-9 récapitulatif).

<b>Xmold</b>	<b>20F14-1</b>	<b>15F1-1</b>	<b>15B2-1</b>
C33(GPa)	<b>14,6</b>	<b>14,1</b>	<b>15</b>
Rho (kg/cm <sup>3</sup> )	<b>1681</b>	<b>1650</b>	<b>1659</b>
Kbiréfringence	<b>0,062</b>	<b>0,033</b>	<b>0,018</b>

**Tableau 2-9 : C<sub>33</sub> et K<sub>biréfringence</sub> des 3 formulations au point 2**

Comme la formulation de l'échantillon 15B2-1 ne présente que 5% de fibres de verre, son taux d'anisotropie (K biréfringence 0,018) est le plus petit de tous, ce qui paraît tout à fait logique. Par contre un C<sub>33</sub> ici le plus élevé de tous indiquerait un module d'élasticité plus grand lorsqu'il y a plus de billes, ce qui se confirme en faisant les moyennes et écartypes en 5 points d'un même prélèvement (Voir tableau 2-9 et 2-10).

Xmold	20F14-1	15B2-1
C33(GPa)	14,3+/-0,5	15,0+/-0,2
Kbiréfringence	0,06+/-0,02	0,019+/-0,013

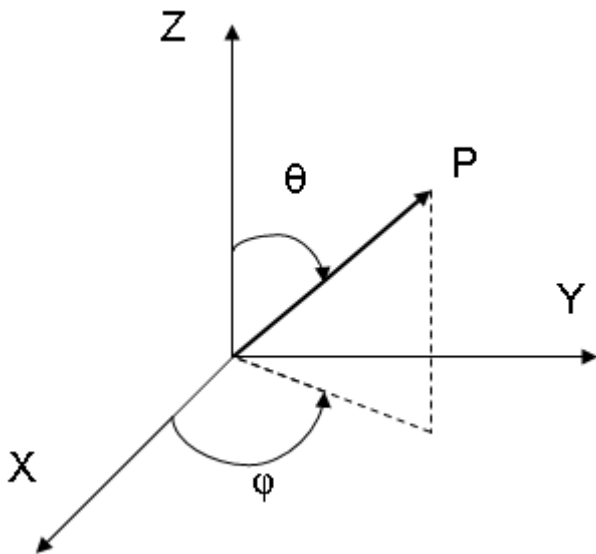
**Tableau 2-10 : C<sub>33</sub> et K<sub>biréfringence</sub> des formulations 20F14-1 et 15B2-1 moyennés en 5 points**

2.4.1.2 Détermination de l'orientation des fibres par Analyse d'Image [Dra06]

a) Principe de mesure

i) Représentation de l'état d'orientation

L'orientation d'une fibre dans un repère micro (X,Y,Z) peut être définie par les angles d'Euler  $\theta$  et  $\varphi$  (Figure 2-30)



**Figure 2-30 : Définition de l'orientation d'une fibre**

ou par les coordonnées cartésiennes d'un vecteur unitaire  $p$  parallèle à la fibre et caractérisé par :

$$p = \begin{pmatrix} \sin \theta \cos \varphi \\ \sin \theta \sin \varphi \\ \cos \theta \end{pmatrix}$$

- l'angle  $\theta$ , appelé angle d'inclinaison, est l'angle formé de l'axe Z à la direction de la fibre ;
- l'angle  $\varphi$  ou angle azimutal est défini dans le plan (X, Y), par rapport à l'axe X.

Sachant qu'une fibre n'a pas de sens, les valeurs de  $\varphi$  varient entre  $0^\circ$  et  $180^\circ$ , celles de  $\theta$  entre  $-90^\circ$  et  $90^\circ$ . Pour caractériser l'orientation des fibres dans les pièces injectées, l'axe Z est généralement défini normal au plan d'écoulement de la matière.

Quand on étudie l'orientation d'une population de fibres, il est impossible de saisir les tendances globales de la distribution d'orientation lorsqu'on travaille avec les données d'orientation de chacune des fibres. Aussi plusieurs représentations mathématiques existent, comme les fonctions d'orientation, les fonctions de distribution d'orientation ou les tenseurs d'orientation, afin de décrire la distribution d'orientation de manière plus concise.

Ces représentations mathématiques, qui seront décrites dans le paragraphe suivant, sont d'ailleurs beaucoup plus facilement intégrables dans les équations de mécanique, utilisées lors des modélisations par exemple.

### ii) Fonction d'orientation des fibres

Une description générale de l'orientation des fibres peut être apportée par l'utilisation de la fonction de distribution d'orientation  $\Psi(\theta, \varphi)$  qui décrit la probabilité de trouver des fibres orientées à  $(\theta, \varphi)$  dans le matériau [Dra 06]. En fait,  $\Psi$  est définie de telle sorte que la probabilité  $P$  de trouver une fibre entre les angles  $\theta_1$  et  $(\theta_1 + d\theta_1)$ ,  $\varphi_1$  et  $(\varphi_1 + d\varphi_1)$  est :

$$P(\theta_1 \leq \theta \leq \theta_1 + d\theta_1, \varphi_1 \leq \varphi \leq \varphi_1 + d\varphi_1) = \Psi(\theta_1, \varphi_1) \sin \theta_1 d\theta d\varphi \quad (2.1)$$

où  $\sin \theta_1 d\theta d\varphi$  est l'angle solide généralisé.

Cette fonction d'orientation  $\Psi(\theta, \varphi)$  est soumise à une condition de normalisation :

$$\int_{-\pi/2}^{\pi/2} \int_0^{\pi} \psi(\theta, \varphi) \sin \theta d\theta d\varphi = 1 \quad (2.2)$$

Grâce à une condition de normalisation ci-dessus, on peut déduire les fonctions de distribution des probabilités d'orientation  $P_\varphi(\varphi)$  et  $P_\theta(\theta)$

$$P_\varphi(\varphi) = \int_{\varphi-\varphi_1}^{\varphi+\varphi_1} \Psi(\varphi') d\varphi' \quad (2.3)$$

Dans l'expérience, la probabilité  $P_\theta(\theta)$  de trouver une fibre orientée à un angle  $\theta$  est obtenue en divisant le nombre de fibres  $N_\theta$  orientées à  $\theta$  par le nombre total de fibres  $N_T$  contenues dans le matériau:

$$P_\theta(\theta) = \frac{N_\theta}{N_T} \quad (2.4)$$

La même façon est utilisée pour trouver  $P_\phi(\phi)$  :

$$P_\phi(\phi) = \frac{N_\phi}{N_T} \quad (2.5)$$

### iii) Tenseurs d'orientation

Bien que les fonctions de distribution d'orientation procurent une description complète de l'orientation, il existe un autre outil qui est largement utilisé pour caractériser l'orientation : il s'agit des tenseurs d'orientation. Ces derniers présentent l'avantage d'avoir la même forme tensorielle que les représentations du comportement élastique des composites, c'est pourquoi ils sont souvent préférés dans les modèles micromécaniques, quand l'orientation des fibres est prise en compte. Ces tenseurs sont définis comme les moments de la fonction  $\psi$  [Adv87]. Par exemple, les composantes des tenseurs d'ordre 2  $[a_{ij}]$  sont données, respectivement, par :

$$a_{ij} = \int_{\Omega} p_i p_j \Psi(\vec{p}) d\vec{p} = \langle p_i p_j \rangle \quad (2.6)$$

où  $\Omega$  est une sphère unitaire,  $p$  le vecteur unitaire parallèle à la fibre,  $p_i p_j$  sont les composantes du tenseur d'ordre 2 obtenues par le produit  $p_i \cdot p_j^t$  et les crochets  $\langle \rangle$  représentant la moyenne sur toutes les orientations d'une population finie de fibres.

Lorsqu'une seule fibre  $k$  d'orientation  $(\theta^k, \phi^k)$  est considérée, le tenseur d'orientation de cette fibre est déterminé par les composantes du tenseur d'ordre 2  $A_k$  [Dra06] :

$$Ak = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{aligned} a_{11} &= \sin^2(\theta) \cdot \cos^2(\varphi) \\ a_{22} &= \sin^2(\theta) \cdot \sin^2(\varphi) \\ a_{33} &= \cos^2(\theta) \\ a_{12} &= a_{21} = \sin(\varphi) \cdot \sin^2(\theta) \cdot \cos(\varphi) \\ a_{13} &= a_{31} = \sin(\theta) \cdot \cos(\theta) \cdot \cos(\varphi) \\ a_{23} &= a_{32} = \sin(\theta) \cdot \cos(\theta) \cdot \sin(\varphi) \end{aligned}$$

Dans le cas où n fibres sont considérées, le tenseur moyen d'orientation peut être obtenu en moyennant les contributions de chacune des fibres. Si l'orientation de la k<sup>ème</sup> fibre est représentée par  $\vec{p}^k$ , alors les composantes du tenseur d'ordre 2 [a<sub>ij</sub>] de l'équation 2.1 peuvent être calculées par l'approche discrète qui suit :

$$a_{ij} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n a_{ij}^k = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n p_i^k p_j^k \quad (2.7)$$

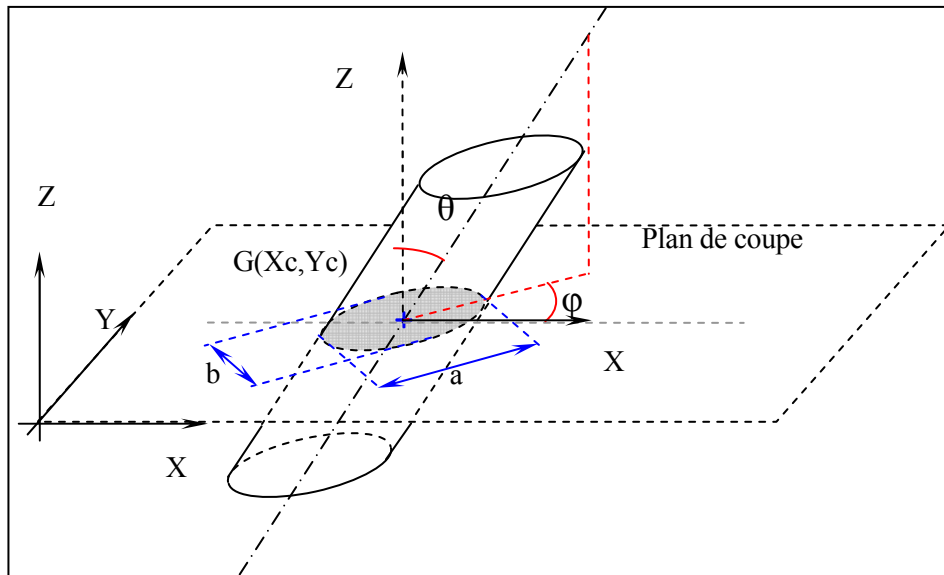
*iv) La technique de mesure*

Dans le cas de composites chargés de fibres courtes, si on considère que ces dernières sont de section circulaire, alors l'intersection d'un plan de coupe (X,Y,Z) avec une fibre forme une ellipse, dont les dimensions sont a et b (Figure 2-31).

L'usage d'un logiciel d'analyse d'image, tel que *ELLIX* permet d'identifier chaque fibre comme une ellipse et détermine automatiquement les caractéristiques de l'ellipse, c'est-à-dire les coordonnées (x<sub>c</sub>,y<sub>c</sub>) de son centre, ses dimensions a et b, ainsi que son angle dans le plan de coupe, par rapport à une direction de référence (appelé φ dans le paragraphe précédent).

L'angle d'inclinaison θ est déduit par la relation :

$$|\theta| = \arccos\left(\frac{a}{b}\right)$$



**Figure 2-31 : Intersection d'une fibre avec un plan de coupe**

*v) Choix du plan de coupe*

Afin de mettre en évidence l'intérêt de la coupe dans l'épaisseur par rapport à l'autre coupe dans le plan normal (1,-1,0), la Figure 2-32 montre comment les différentes fibres orientées dans le plan d'injection apparaissent sur ces deux plans :

- Quand le plan est normal à la direction (1,-1,0), on constate que toutes les formes elliptiques correspondant aux différentes fibres ont le même angle  $\varphi$  dans le repère d'analyse ; seules leurs dimensions varient, c'est-à-dire seules les valeurs de  $\theta$  changent d'une fibre à l'autre (Figure 2-32a). On sait que l'angle  $\theta$  est particulièrement sensible au rapport des dimensions de l'ellipse : par conséquent, des erreurs sont facilement induites sur les données d'orientation si leurs mesures ne se basent que sur les dimensions de l'ellipse.
- Par contre, quand la coupe est réalisée dans l'épaisseur (Figure 2-32b), non seulement les dimensions des ellipses, mais aussi leur angle  $\varphi$ , varient. Le système d'analyse d'image est très précis dans la détermination de cet angle : il en résulte que les données d'orientation sont beaucoup plus fiables.

On voit donc ici un premier avantage primordial de la coupe dans l'épaisseur, qui est le gain en précision.

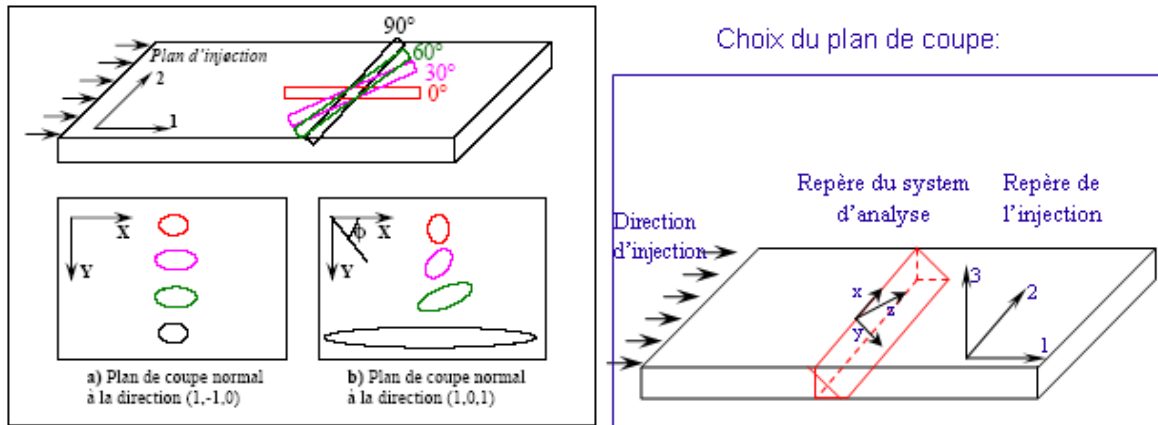
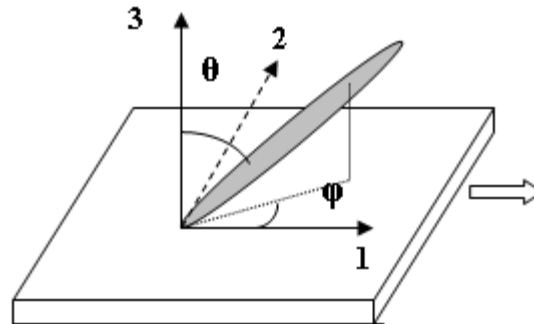


Figure 2-32 : Intersections de différentes fibres avec les deux plans de coupe à 45°

Au final, on obtient le tenseur d'orientation des fibres et la distribution des fibres exprimés dans le repère global de la plaque, dont la direction 1 est la direction d'injection.



*vi) Protocole expérimental*

La coupe dans l'épaisseur est délicate, puisque nos plaques injectées sont fines ( 3 mm). Nous avons alors mis au point un montage permettant une manipulation plus aisée de la coupe à 45° (Figure 2-33) : des prismes sont précisément usinés à 45° dans une plaque en plexiglas et nos échantillons de 3 mm, découpés au centre de la plaque comme sur la figure, y sont collés. L'ensemble est enrobé à froid dans une résine de type époxy puis poli, après durcissement. La surface de l'échantillon est alors inclinée selon un angle de 45° dans l'épaisseur.

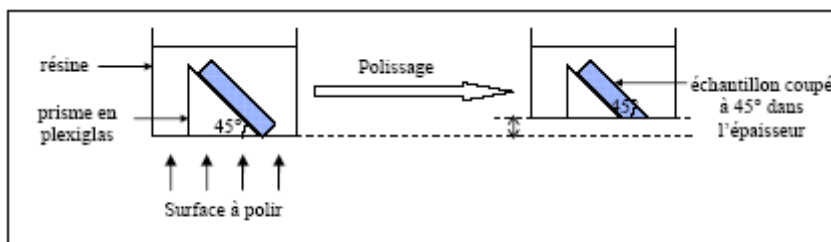


Figure 2-33 : Montage de l'échantillon pour la coupe à 45° dans l'épaisseur

Les contours de la section des échantillons sont loin d'être parfaitement rectilignes.

Une zone de travail rectangulaire est donc définie inscrite au maximum dans les frontières fluctuantes de cette section (Figure 2-34).

Trois colonnes de capture d'image sont définies : l'une centrale et les deux autres à 1/3 du bord de la zone de travail.

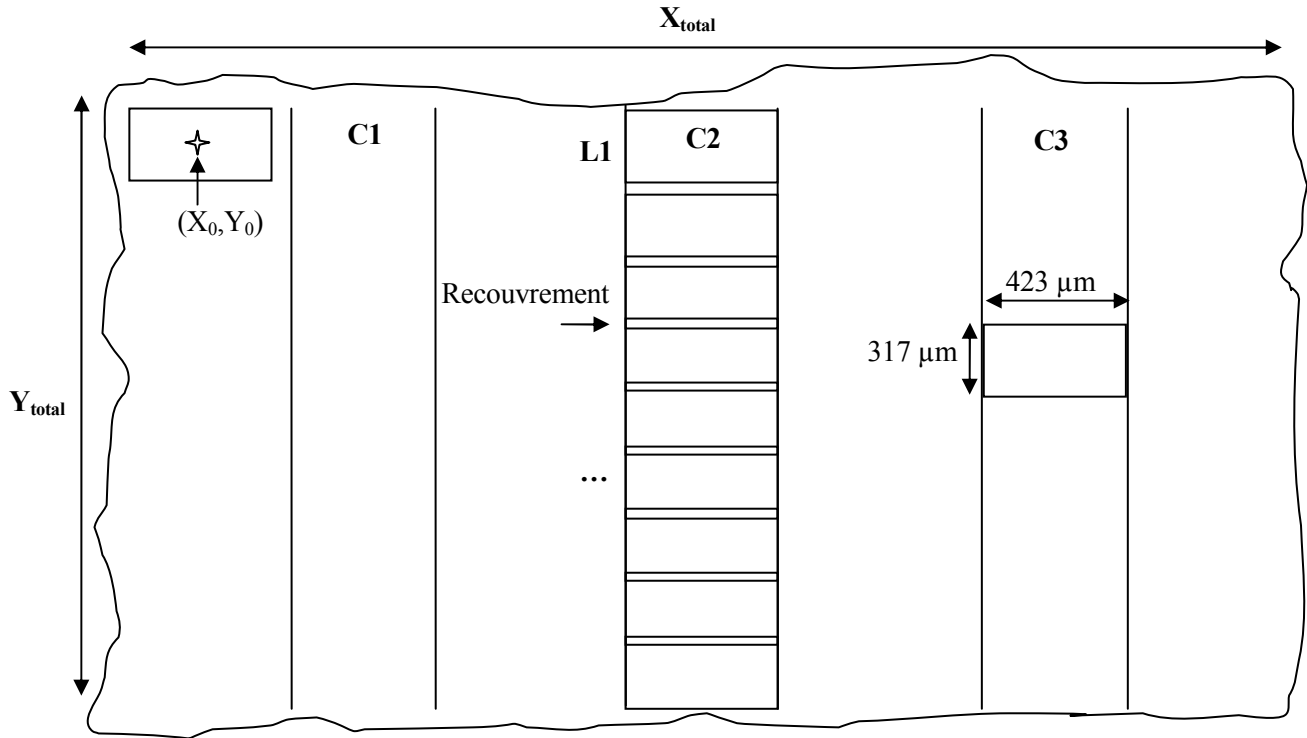
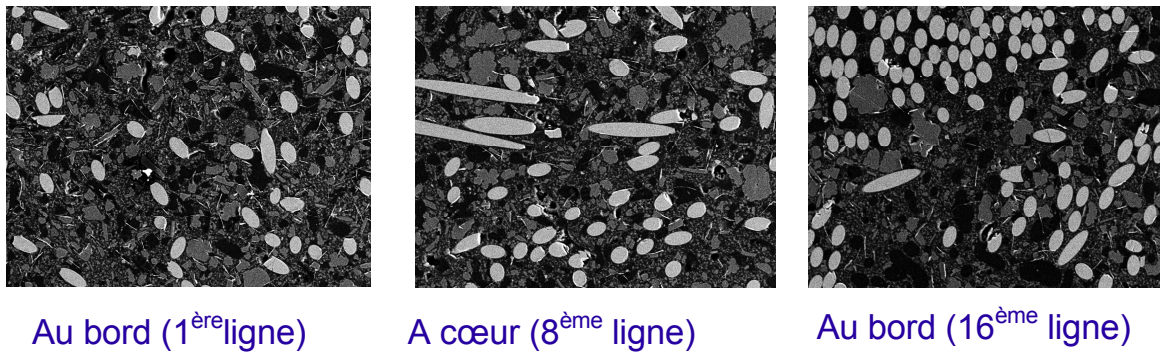


Figure 2-34 : Schéma de la grille de capture d'images au MEB [Rei09]

Chaque colonne est balayée ligne par ligne par le cadre d'observation lors du processus de capture. Le nombre de lignes est défini en fonction de l'épaisseur de l'échantillon, soit 16 lignes dans notre cas, et donc 48 images à traiter pour chaque échantillon.

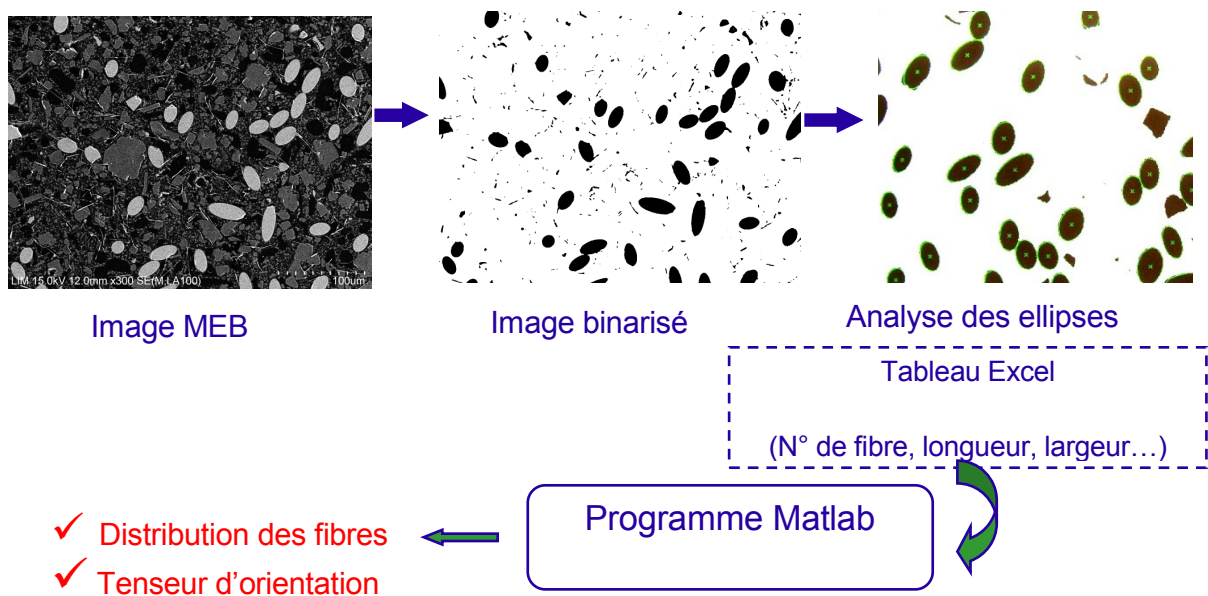


**Figure 2-35 : Exemple de trois coupes dans l'épaisseur de l'échantillon 20F X mold**

Une zone de recouvrement (dont la taille est fonction de l'épaisseur de la zone de travail) est laissée entre chaque ligne afin de minimiser la perte d'information, en capturant plusieurs fois les ellipses situées sur les bords inférieurs et supérieurs des images. La valeur de ce recouvrement est typiquement comprise entre 20 et 60  $\mu\text{m}$ .

Par ailleurs, un programme a été écrit sous *Matlab*®, afin d'automatiser la détermination d'orientation de chaque fibre : à partir des caractéristiques  $a^k$ ,  $b^k$ ,  $\phi^k$  de chaque ellipse, mesurées à l'aide du logiciel d'analyse d'images, les valeurs  $\theta^k$  sont calculées.

Ainsi l'orientation de chaque fibre est rapidement déterminée.



**Figure 2-36 : Les étapes de réalisation de l'analyse d'images**

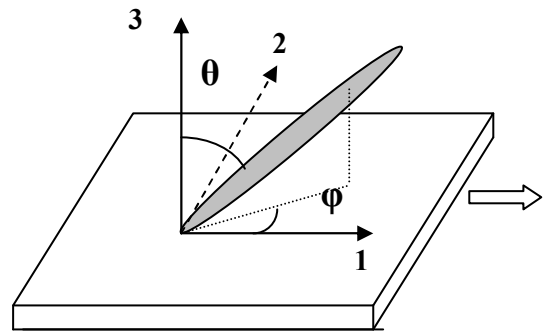
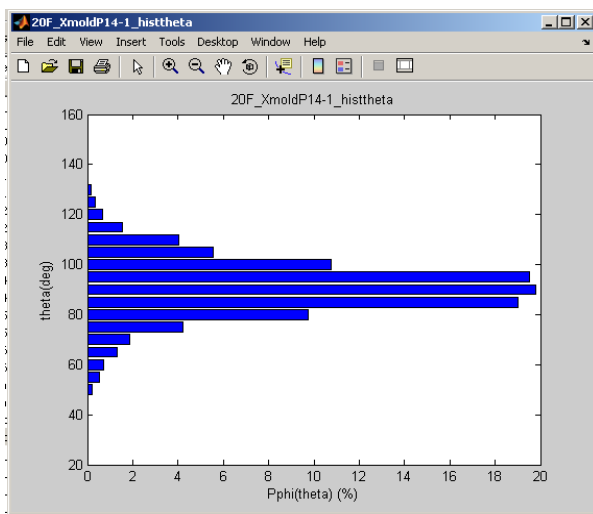
Après le tenseur d'orientation global est calculé en moyennant les tenseurs d'orientation de chaque fibre.

La dernière étape que l'on doit faire est de changer la base du tenseur d'orientation et des fonctions de distribution du repère (X,Y,Z) au repère (1,2,3) de la plaque.

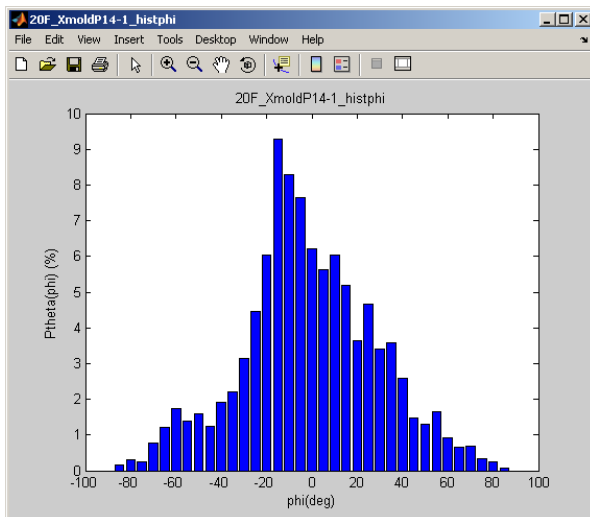
**b) Résultats**

Maintenant, on va analyser finement la caractérisation de la microstructure des 3 formulations par analyse d'images.

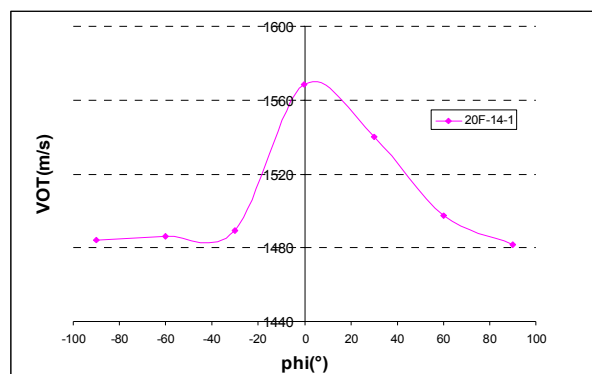
*i) Formulation 20F-Xmold :*



**a) Répartition des fibres en fonction de theta**



**Mesure Ultrasons**



**b) Répartition des fibres en fonction de phi**

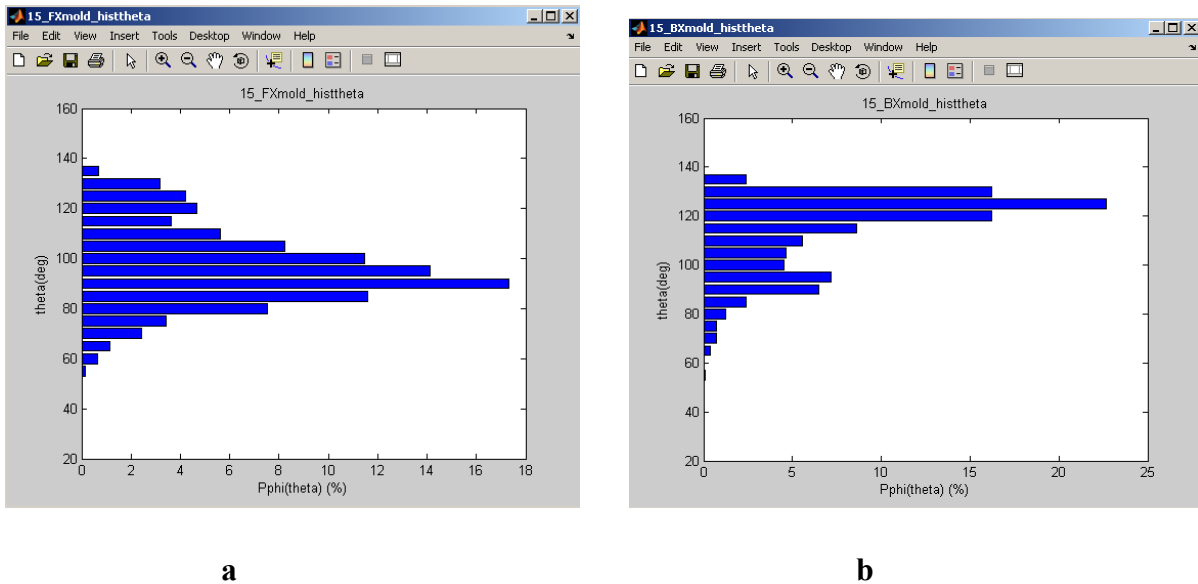
**Figure 2-37 : Microstructure de l'échantillon 20F – Xmold**

Dans le cas 20F, la direction 1 est la plus importante tandis que la direction 3 est très faible parce qu'il y a très peu de fibre hors plan.

La Figure 2-37a nous montre la distribution des fibres en fonction de theta. On constate que la plupart des valeurs de  $\theta$  sont entre  $80^\circ$  et  $120^\circ$ , 56% sont situées entre  $85^\circ$  et  $105^\circ$ , donc les fibres se situent dans le plan d'injection.

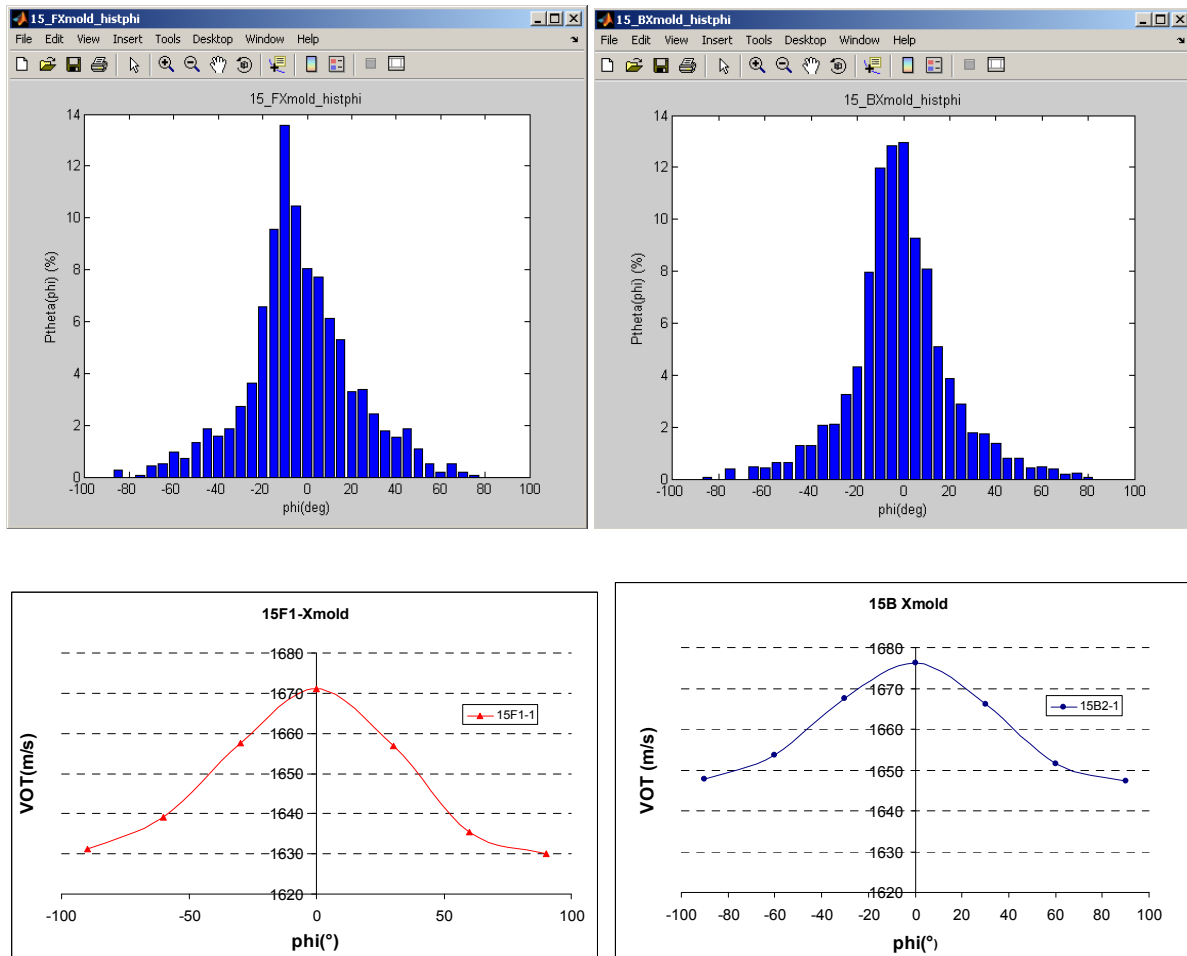
On observe maintenant la répartition des fibres dans le plan d'injection (voir Figure 2-37b). Les fibres sont orientées entre  $-15^\circ$  et  $0^\circ$ , C'est-à-dire dans les sens privilégiés des fibres, autrement dit dans le sens de l'injection. Cela a été observé par la mesure ultrasonore dans le paragraphe précédent.

*ii) Formulation 15F Xmold et 15B Xmold*



**Figure 2-38 : Répartition des fibres en fonction de  $\theta$  : a) échantillons 15F-Xmold b)15B-Xmold**

En comparant les deux cas de 15F Xmold et 15B Xmold (Figure 2-38), on peut voir facilement que dans le cas de 15B, il y a plus de fibres hors plan. L'angle  $\theta$  privilégié des fibres est à  $125^\circ$ . Il est aussi plus important que dans le cas 20F (Figure 2-37). Cela peut être expliqué par le petit pourcentage de fibres dans la formulation 15B. Donc dans l'injection, il y a plus de chance d'orienter les fibres hors plan pour la formulation 15B. De plus la bille joue un rôle dans l'injection : écarte les fibres. C'est la raison pour laquelle on trouve une valeur  $C_{33}$  plus importante.



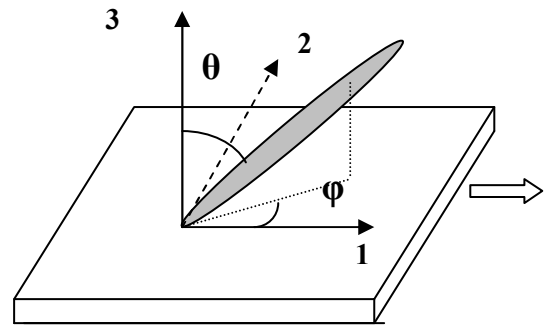
**Figure 2-39 : Répartition des  $V_{OT}$  en fonction de  $\phi$  (échantillons 15F-Xmold et 15B-Xmold)**

L'orientation privilégiée des fibres dans le plan d'injection est toujours le sens d'injection. Pour 15F il y a plus de 50% de fibres orientées autour de  $\phi=0$ . L'anisotropie est donc très nette dans ces deux cas et la distribution est plus aigüe que dans le cas 20F Xmold. Mais notons que le pourcentage de fibres est différent entre les trois formulations, donc au final, l'anisotropie ( $K_{\text{biréfrérence}}$  de la mesure ultrason) du cas 20F Xmold est la plus importante.

On peut calculer aussi le tenseur d'orientation des fibres dans l'échantillon (tenseur moyen des 16 images tout au long de l'épaisseur (Figure 2-35)). Le tenseur montre que le sens 1 (sens d'injection) est le sens privilégié des fibres.

$$A_{20F-Xmold} = \begin{bmatrix} 0.874 & 0.032 & -0.020 \\ 0.032 & 0.104 & 0.004 \\ -0.020 & 0.004 & 0.022 \end{bmatrix}$$

$$A_{15F-Xmold} = \begin{bmatrix} 0.727 & -0.015 & 0.025 \\ -0.015 & 0.239 & 0.003 \\ 0.025 & 0.003 & 0.034 \end{bmatrix}$$



$$A_{15B-Xmold} = \begin{bmatrix} 0.680 & -0.014 & 0.297 \\ -0.014 & 0.118 & -0.0004 \\ 0.297 & 0.0004 & 0.202 \end{bmatrix}$$

Par rapport au cas précédent, la direction 2 est renforcée alors que la direction 1 est affaiblie.  $a_{33}$  est toujours très faible.

Sauf dans le cas 15B, la direction 1 reste la direction dominante. La direction 3 est la plus importante par rapport aux cas précédents et devient de même ordre de grandeur que la direction 2.

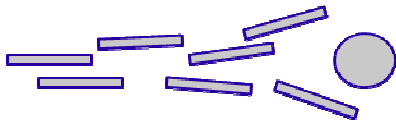
Ces mesures serviront comme données pour les modèles.

formulation	20F Xmold 14-1	15F Xmold	15B Xmold
$K_{\text{biréfringence}}$	<b>0,062</b>	<b>0,033</b>	<b>0,018</b>
$C_{33}$ (U.S)	<b>14,6</b>	<b>14,1</b>	<b>15</b>
$a_{33}$ (A.I)	<b>0,022</b>	<b>0,034</b>	<b>0,202</b>
$\theta_{\text{privilégiée}}$ (A.I)	<b>90°</b>	<b>90°</b>	<b>125°</b>

Tableau 2-11 : Comparaisons  $C_{33}$  et  $K_{\text{biréfringence}}$  des 3 formulations

Pour résumer : les mesures ultrasonores et les mesures par Analyse d’Image sont tout à fait cohérentes: Il y a plus de fibres hors plan dans la formulation 15B ( $C_{33}$  fort,  $a_{33}$  fort), et l’effet d’anisotropie est moins significatif ( $K_{\text{biréfringence}}$  faible), ce qui confirme le Tableau 2-11.

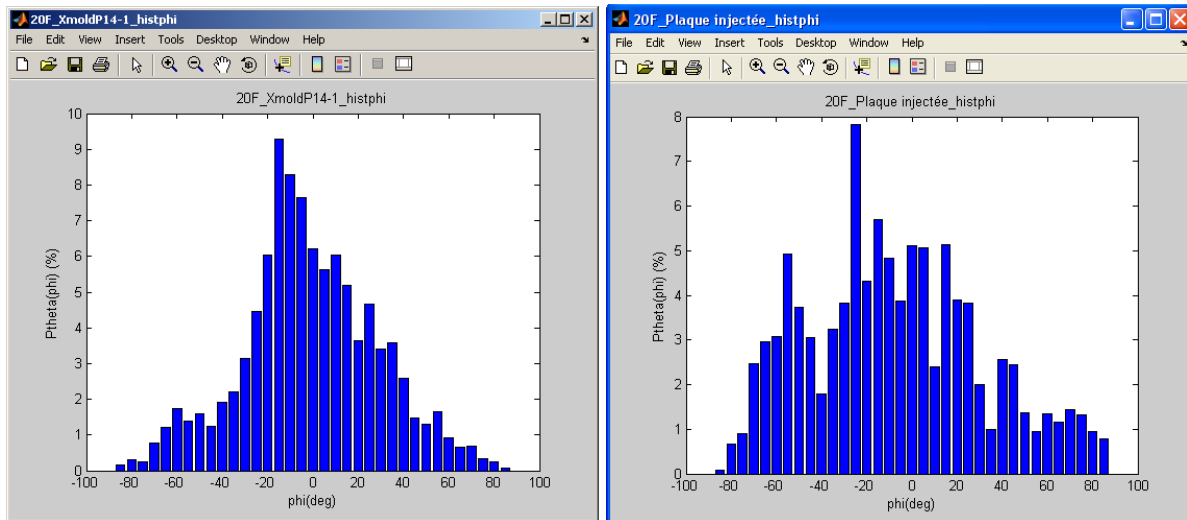
Le petit schéma ci-dessous montre le rôle des billes lors du procédé d’injection :



- ✓ Augmentation des effets hors plan des fibres
- ✓ Diminution de l'anisotropie des matériaux

iii) Influence de la géométrie de la pièce fabriquée sur la microstructure

Pour un même taux de fibres de 20%, la géométrie de la pièce joue un rôle très important sur l'orientation des fibres. On va comparer la distribution des fibres de la pièce Xmold avec celle de la Plaque Injectée.



**Figure 2-40 Répartition des fibres en fonction de  $\phi$  (a-échantillons 20F-Xmold et b-20F Plaque-I)**

Pour le composite 20F-Plaque Injectée la distribution des fibres dans le plan d'injection est plutôt aléatoire en fonction de l'angle  $\phi$  (Figure 2-40 b). L'anisotropie est ainsi moins importante que celle du 20F-Xmold.

En regardant le tenseur d'orientation des fibres, le terme  $a_{33}$  est très faible par rapport aux deux termes  $a_{11}$  et  $a_{22}$ , l'effet des fibres hors plan est négligeable pour les deux matériaux

$$A_{20F-Xmold} = \begin{bmatrix} 0.874 & 0.032 & -0.020 \\ 0.032 & 0.104 & 0.004 \\ -0.020 & 0.004 & 0.022 \end{bmatrix} \quad A_{20F-Plaquel} = \begin{bmatrix} 0.551 & 0.076 & 0.025 \\ 0.076 & 0.416 & 0.004 \\ 0.025 & 0.001 & 0.032 \end{bmatrix}$$

Dans le cas de la plaque injectée, comme expliqué dans la distribution des fibres, l'orientation très aléatoire dans le plan d'injection entraîne un écart très faible entre  $a_{11}$  et  $a_{22}$ . Cela a été vérifié aussi par les mesures ultrasonores.

## 2.4.2 - Comportement mécanique des composites

### 2.4.2.1 Influence du procédé de fabrication

#### a) Pièce-Xmold 20F

Les premiers tests effectués concernent les éprouvettes Xmold 20F. Les essais de traction statiques à vitesse lente ( $10^{-4}\text{s}^{-1}$ ) ont été réalisés sur 10 éprouvettes longitudinales et 10 éprouvettes transversales. En éliminant les résultats qui présentent une erreur de mesure, nous pouvons raisonnablement conserver 5 essais pour chaque lot (Figure 2-24).

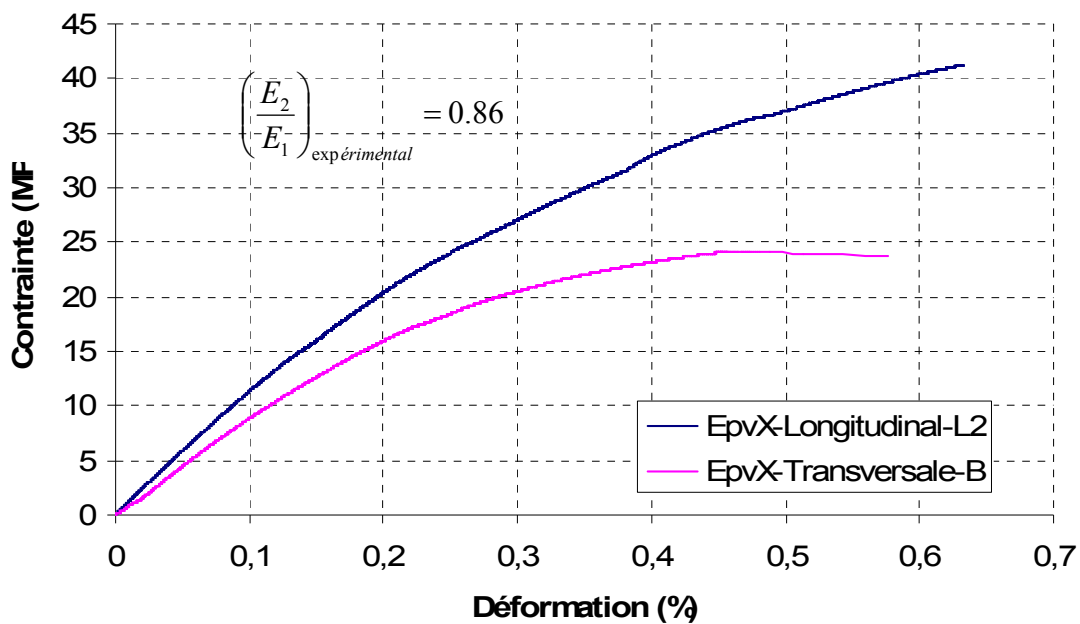


Figure 2-41 : Courbe de traction dans les directions longitudinale et transversale

Comme indiqué sur la Figure 2-41, on constate que le comportement des matériaux est très fragile. La limite de rupture observée est autour de 40 MPa et la rupture finale se trouve à moins de 0,7% de déformation. De plus, il y a une différence entre les deux courbes en fonction du sens de sollicitation, longitudinal ou transversal. La pente de la courbe est plus grande dans le cas de la sollicitation dans le sens longitudinal. Ceci nous permet de dire que le matériau est beaucoup plus rigide que l'autre. La limite de rupture est également plus importante. La phase linéaire dans la courbe est très petite (autour de 0,1 % de déformation), elle est suivie d'une phase non linéaire jusqu'à la rupture (vers 0,6 % de déformation).

Pour mieux comparer l'effet de l'anisotropie, nous pouvons regarder les résultats présentés dans les deux tableaux récapitulatifs suivants :

*Sens longitudinal*

20F-Xmold-L	E (GPa)	ε rupture (%)	σrupture (Mpa)	ε nonlinéaire (%)	σnonlinéaire (Mpa)
EpvX-L1	10,2	0,69	35,81	0,12	11,7
EpvX-L2	11,5	0,63	41,22	0,13	14,18
EpvX-L3	10	0,85	36,37	0,12	11,78
EpvX-L4	10,76	0,53	34,29	0,11	11,82
EpvX-L5	11,34	0,95	48,53	0,15	17,11
moyenne	10,76	0,73	39,24	0,13	13,32
ecartype	0,67	0,17	5,19	0,01	2,11

**Tableau 2-12 : Résultats des essais dans le sens longitudinal des 20F -Xmold***Sens transversal*

20F-XmoldT	E (GPa)	ε rupture (%)	σrupture (MPa)	εnonlinéaire (%)	σnonlinéaire (MPa)
EpvX-A	8,8	0,66	24,5	0,13	11,09
EpvX-B	9,44	0,48	24,1	0,12	10,8
EpvX-C	9,08	0,43	21,8	0,12	10,7
EpvX-K	9,83	0,37	21,61	0,12	10,99
EpvX-M	9,07	0,4	22,84	0,16	13,6
moyenne	9,24	0,49	22,97	0,13	11,44
écartype	0,45	0,13	1,51	0,01	0,18

**Tableau 2-13 : Résultats des essais dans le sens transversal des 20F Xmold**

Dans le sens longitudinal, le module d'Young moyen est de 10.76 GPa. La limite de rupture est très dispersée dans ce cas. La déformation à la rupture de l'éprouvette L4 est deux fois plus petite que celle de l'éprouvette L5. Un écart de 30% (14MPa/48MPa) a été marqué au niveau de la contrainte à rupture. La non-linéarité apparaît à partir de 0.13% de déformation et de 13.3 MPa de contrainte (Tableau 2-12).

Dans le sens transversal (Tableau 2-13), on trouve 9.24 GPa pour la valeur du module d'Young. Les limites à la rupture sont plus ou moins proches. La déformation et la contrainte à la rupture sont plus petites que celles du cas longitudinal. La limite d'élasticité moyenne dans ce cas est de 0.11% en déformation, correspondant à 10.4 MPa au niveau de la contrainte. Cela pourra être expliqué par la microstructure caractérisée précédemment. En effet, les fibres sont plutôt orientées dans le sens d'injection, donc elles contribuent à renforcer le composite sous une sollicitation longitudinale. Le rapport d'anisotropie a été calculé :

$$\left( \frac{E_2}{E_1} \right)_{\text{expérimental}} = 0.86$$

De plus, dans le cas de la traction transversale, les fibres sont plutôt perpendiculaires à l'axe de sollicitation, donc elles ne jouent pas beaucoup sur la résistance du matériau. C'est une des raisons pour laquelle les résultats sont plus homogènes dans ce cas.

*b) Plaque Injectée 20F*

De par sa forme, l'orientation préférentielle est beaucoup moins nette que dans le cas « X mold ». Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes de plaques injectées 20%F (PI-20F). Notons que les éprouvettes ont été découpées aux mêmes dimensions que celles des Pièces X mold. Ainsi on a la capacité de comparer les résultats pour les deux séries d'essai.

*i) Sens longitudinal*

20F-PI-L	E (GPa)	$\epsilon_{rupture}$	$\sigma_{rupture}$	$\epsilon_{non-linéaire}$	$\sigma_{non-linéaire}$
Epv1	10,47	0,47	26,7	0,1	10,4
Epv2	9,73	0,42	25,6	0,12	11,7
Epv5	11	0,73	34,3	0,08	8,56
Epv6	10	0,79	36,4	0,13	12,6
Epv7	8,97	0,6	29,6	0,17	14,9
Epv11	9,4	0,53	28,5	0,11	9,9
Epv12	8,68	0,55	26,5	0,2	16,6
moyenne	9,75	0,58	29,66	0,13	12,09
Ecart-type	0,82	0,13	4,15	0,04	2,85

**Tableau 2-14 : Résultats des essais dans le sens longitudinal des 20F-PI**

*ii) Sens transversal*

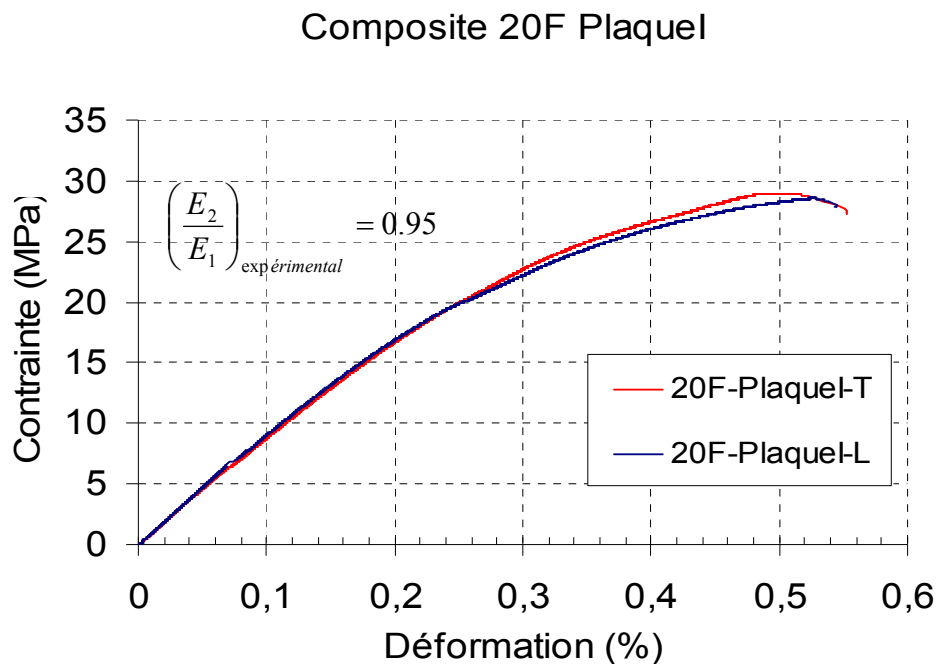
20F-PI-T	E (GPa)	$\epsilon_{rupture}$ (%)	$\sigma_{rupture}$ (MPa)	$\epsilon_{nonlinéaire}$ (%)	$\sigma_{nonlinéaire}$ (MPa)
EpvA	8,84	0,32	22,9	0,16	12
EpvB	9,06	0,42	27,5	0,17	13,5
EpvD	9,76	0,88	45,6	0,12	10,8
EpvE	8,9	0,57	25,4	0,16	13,14
EpvL	8,53	0,81	30,84	0,16	12,69
EpvM	9,82	0,7	37,2	0,16	14,03
moyenne	9,15	0,62	31,57	0,16	12,34
Ecart-type	0,52	0,26	7,98	0,03	2,89

**Tableau 2-15 : Résultats des essais dans le sens transversal des 20F-PI**

Le tableau 2-14 présente des résultats de traction dans le sens longitudinal des éprouvettes de plaques injectées 20F. La valeur de module d'Young varie autour de 9.93GPa. La limite moyenne à la rupture dans ce cas est de 29.1 MPa. On obtient le même ordre de grandeur pour  $\sigma$  et  $\epsilon$  que dans le cas des pièces X mold.

Le tableau 2-15 montre que la limite à la rupture est plus importante dans le sens transversal que dans le sens longitudinal. Les limites de rupture et d'élasticité sont également plus grandes. Le module d'Young calculé dans ce cas est légèrement plus faible que dans le sens longitudinal (tableau 2-15) Donc, le rapport d'anisotrope (Figure 2-42) est de 0,95 dans ce cas

### iii) Rapport anisotrope



**Figure 2-42 : Courbe de traction dans des éprouvettes longitudinale et transversale de composite 20F plaque injectée**

Dans le cas des plaques injectées, la répartition des fibres est plus aléatoire dans le plan d'injection que dans le cas des pièces X mold (confirmé par la mesure de la microstructure). C'est la raison pour laquelle le rapport anisotrope est plus grand (0,95 par rapport à 0,86).

c) Comparaisons des deux microstructures

Reference	20F- Xmold-L	20F- Xmold-T	20F-PI_I- L	20F-PI_I- T
E	10,76 ± 0,67	9,24 ± 0,46	9,75 ± 0,82	9,45± 0,90
$\epsilon_{\text{rupture}}$ (%)	0,73 ± 0,17	0,47 ± 0,11	0,58 ± 0,13	0,63± 0,22
$\sigma_{\text{rupture}}$ (Mpa)	39,24 ± 5,19	22,97 ± 1,31	29,66 ± 4,15	32,62±7,32
$\epsilon_{\text{nonlinéaire}}$ (%)	0,13 ± 0,01	0,13 ± 0,02	0,13 ± 0,04	0,16± 0,02
$\sigma_{\text{nonlinéaire}}$ (Mpa)	13,32 ± 2,11	11,44 ± 1,22	12,09 ± 2,85	12,34± 1,68

**Tableau 2-16 : Comparaisons des deux matériaux : plaques injectée et pièces Xmold**

Dans le cas des pièces Xmold, suivant le sens longitudinal, on constate que le module d'Young est plus important que celui de la plaque injectée. Le même comportement est noté avec les autres paramètres. Pour les deux cas (plaque et Xmold), l'écart-type de la limite de rupture est plus important suivant le sens longitudinal, ce qui montre que la microstructure des pièces mesurées n'est pas homogène. Cependant, dans le sens transversal, les résultats des essais sont plus proches. Il est donc envisageable de trouver un critère de rupture local dans la matrice.

2.4.2.2 Influence du taux des fibres

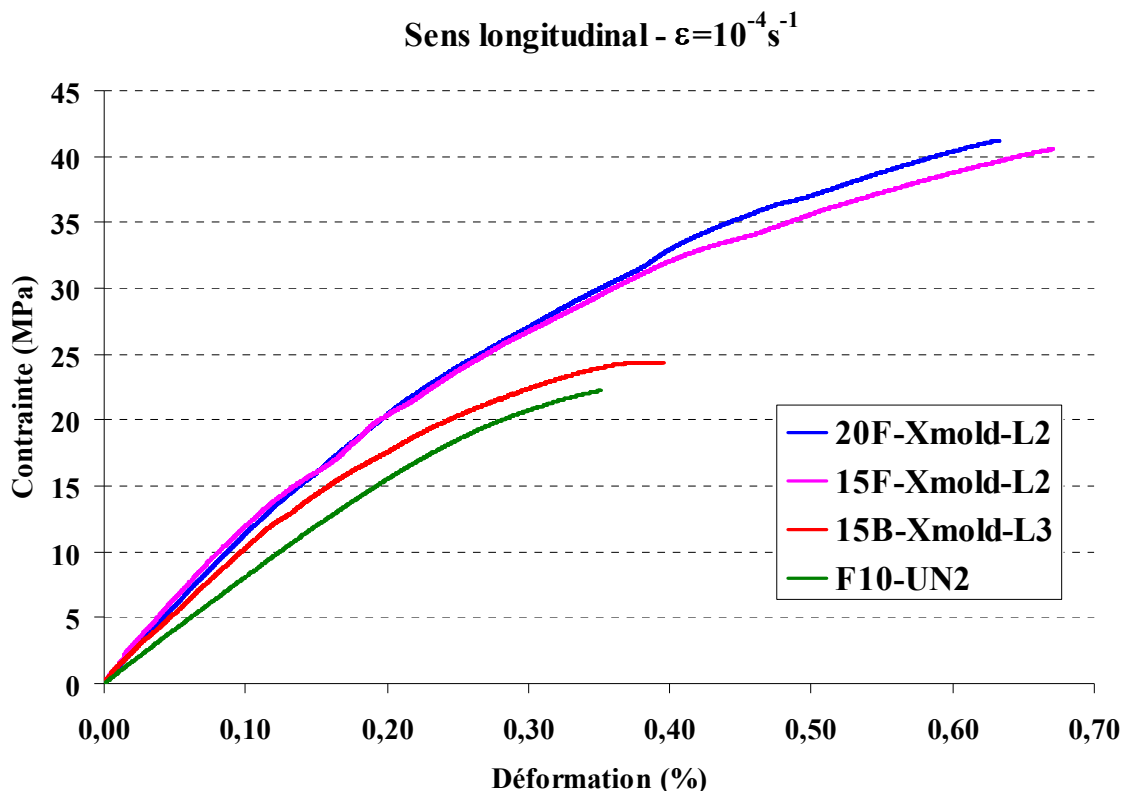
a) Sens longitudinal

Formulation	20F-Xmold-L	15F-Xmold-L	15 B-Xmold-L	Matrice F10
E (GPa)	10,76 ± 0,67	10,41 ± 0,96	9,27 ± 1,23	8,50± 0,70
$\epsilon_{\text{rupture}}$ (%)	0,73 ± 0,17	0,77 ± 0,24	0,51 ± 0,15	0,33± 0,08
$\sigma_{\text{rupture}}$ (Mpa)	39,24 ± 5,19	39,99 ± 8,49	27,67 ± 3,31	23,12± 2,24
$\epsilon_{\text{non-linéaire}}$ (%)	0,13 ± 0,01	0,14 ± 0,04	0,12 ± 0,02	0,16± 0,01
$\sigma_{\text{non-linéaire}}$ (Mpa)	13,32 ± 2,11	14,35 ± 3,17	12,38 ± 1,56	11,8± 1,3

**Tableau 2-17 : Comparaison des 3 formulations avec la matrice (longitudinal)**

Tout d'abord, les valeurs de module d'Young des 3 formulations sont plus grandes (autours de 11 GPa) que celle de la matrice (de 8,5 GPa) du fait de la présence des fibres. On trouve que E de 15B est le plus grand et que 20F est le plus petit parmi ces 3 formulations. Cela pourrait être expliqué par la qualité de l'interface entre la matrice et le renfort. Dans le procédé de fabrication, les billes et les fibres sont silanisées avant injection. Cependant, pour les fibres, elles sont coupées 2 fois pour obtenir des fibres plus courtes et surtout elles subissent de fortes dégradations lors de l'injection. La qualité interface des fibres est donc

moins bonne que celle des billes. Les limites à la rupture de ces formulations sont très variées sauf les limites non-linéaires (écart-type de 1.56 MPa à 3.17 MPa). Cela renforce l'hypothèse de trouver des critères locaux pour la non-linéarité de la matrice.



**Figure 2-43 : Courbe de traction des 3 formulations de composite (longitudinal) et la matrice**

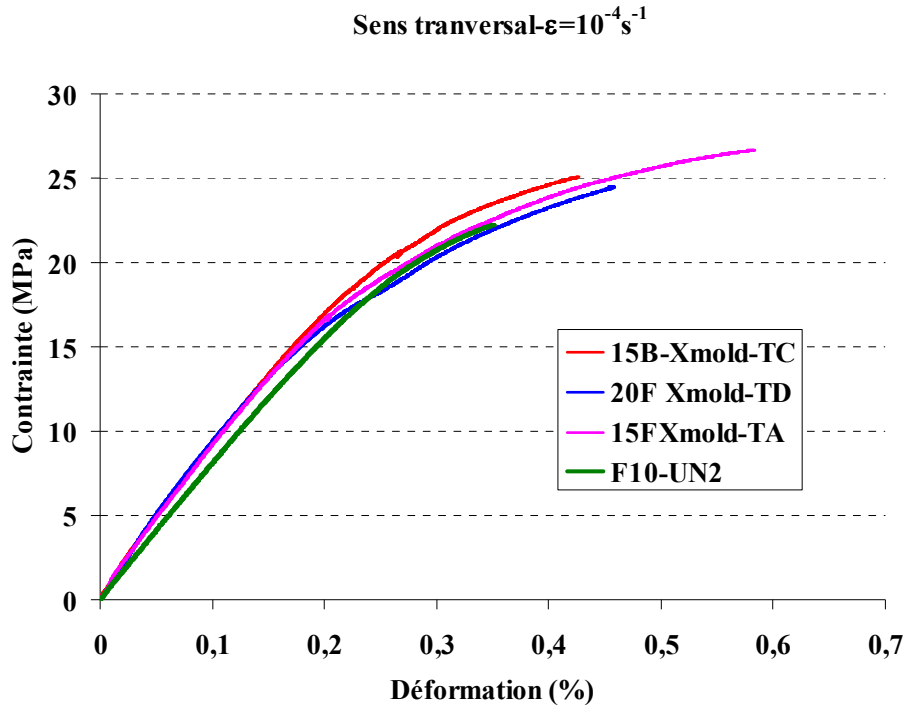
La Figure 2-43 illustre les courbes de traction des trois formulations des composites et la matrice F10. On remarque que les comportements de 20F –Xmold et 15F Xmold sont très proches, cependant celle de 15B –Xmold est plus souple à cause du faible taux de fibres.

**b) Sens transversal**

Formulation	20F-Xmold-T	15F-Xmold-T	15 B-Xmold-T	Matrice F10
E (GPa)	9,24 ± 0,40	9,06 ± 0,42	8,7 ± 0,41	8,50± 0,70
$\epsilon_{\text{rupture}}$ (%)	0,47 ± 0,11	0,57 ± 0,07	0,38 ± 0,04	0,33± 0,08
$\sigma_{\text{rupture}}$ (MPa)	22,97 ± 1,31	26,1 ± 1,26	23,59 ± 1,24	23,12± 2,24
$\epsilon_{\text{non-linéaire}}$ (%)	0,13 ± 0,02	0,16 ± 0,02	0,12 ± 0,03	0,16± 0,01
$\sigma_{\text{non-linéaire}}$ (MPa)	11,44 ± 1,22	13,67 ± 1,59	11,08 ± 2,19	11,8± 1,3

**Tableau 2-18 : Comparaison des 3 formulations avec la matrice (transversal)**

Le tableau 2-18 montre que le module d'Young dans le sens transversal est plus petit que celui dans le sens longitudinal et E de 15B est toujours le plus faible. Cependant, pour le sens transversal, tous les écart-types sont très faibles.

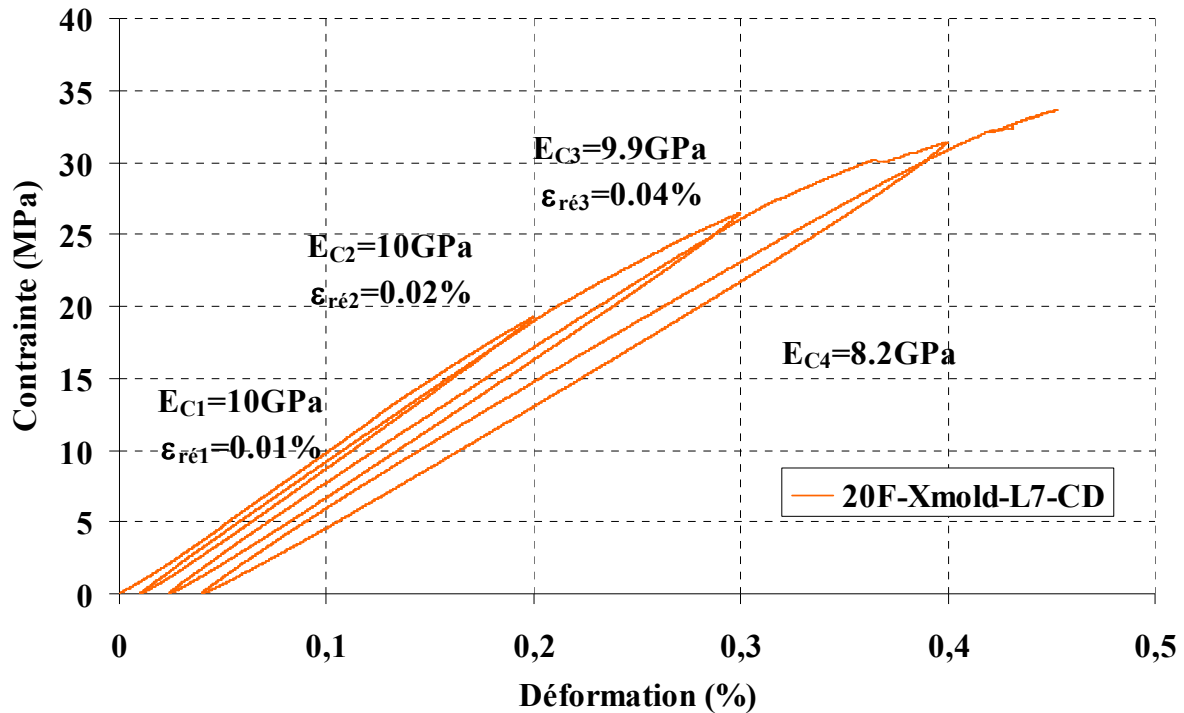


**Figure 2-44 : Courbes de traction dans le sens transversal**

Les 3 courbes des composites sont quasiment superposables ce qui montre que le module d'Young et la limite de non-linéarité sont très proches. Seule la limite à la rupture est différente. Ces résultats indiquent que pour les 3 différentes microstructures, nous pouvons avoir le même critère de non linéarité. Les trois composites présentent une rigidité plus importante que la matrice F10, et une non linéarité plus importante à la fin.

### **2.4.3- Essais de charge-décharge**

## 20F-Xmold - Longitudinal



**Figure 2-45 : Essais de charge – décharge pour l'éprouvette 20F – Xmold longitudinale**

La sollicitation est répétée 3 fois avec 3 niveaux de charge : 18MPa ; 26MPa et 32MPa, qui sont supérieurs au seuil de non linéarité (13.3MPa). On observe ici que pour les deux premières charges, le module d'Young n'est pas modifié. Cependant, il baisse à partir de la 3<sup>ème</sup> fois. Donc, l'endommagement apparaît à partir du 3<sup>ème</sup> niveau, c'est-à-dire à 32MPa de contrainte. Toutefois, dès la première charge, la déformation résiduelle est non nulle ce qui montre l'existence de la non-linéarité.

Dans le sens transversal, nous avons eu l'intention d'effectuer 3 niveaux de charge dans l'essai de charge-décharge. Cependant, l'éprouvette a cassé avant la 3<sup>ème</sup> charge. Comme dans le cas longitudinal, on constate ici qu'il n'y a pas de diminution du module d'Young pour les 2 premières charges mais qu'il y en a une pour la 3<sup>ème</sup>. La déformation résiduelle est toujours non nulle.

**20F-Xmold - Transversal**

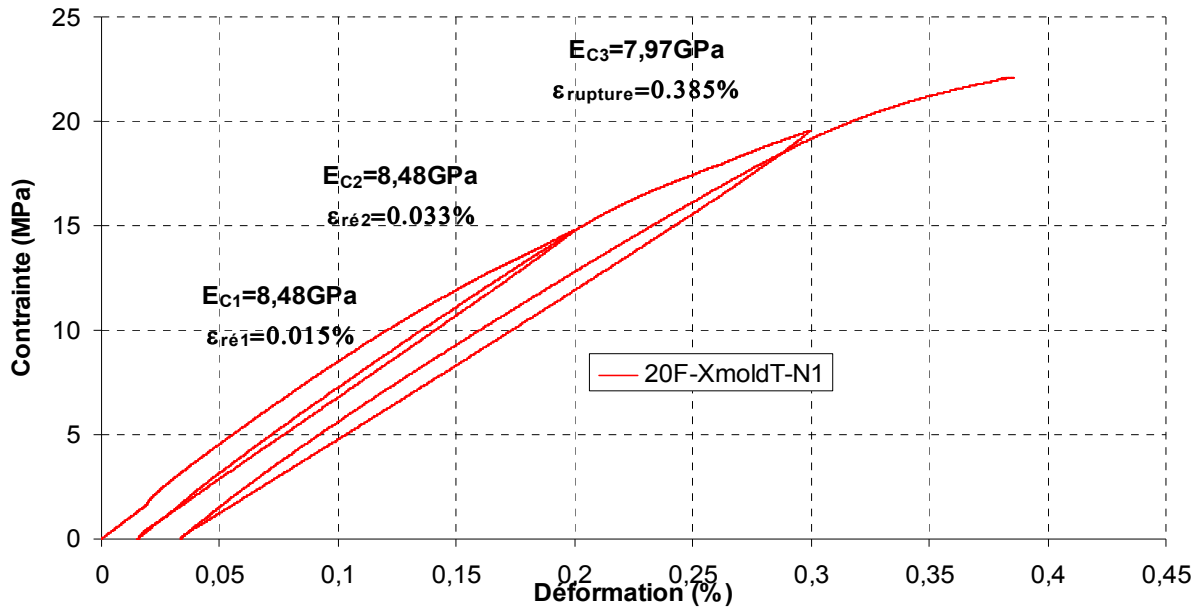


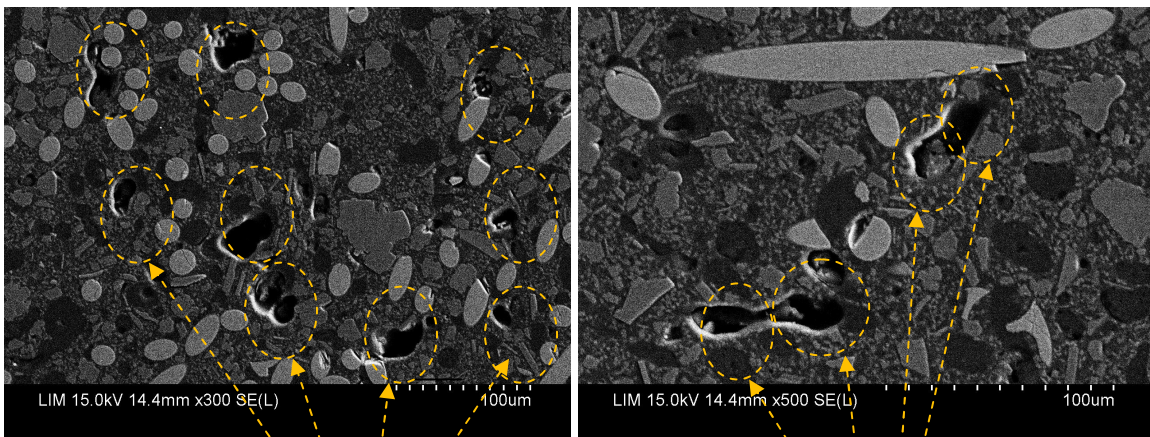
Figure 2-46 : Essais de charge –décharge pour l'éprouvette 20–Xmold transversale

**2.4.4 - Relation microstructure- propriété mécanique**

2.4.4.1 Observation fractographique

a) 20F- sens longitudinal

La Figure 2-47 montre une microstructure près du faciès de rupture de l'éprouvette cassée en traction de la formulation 20F Xmold longitudinale.

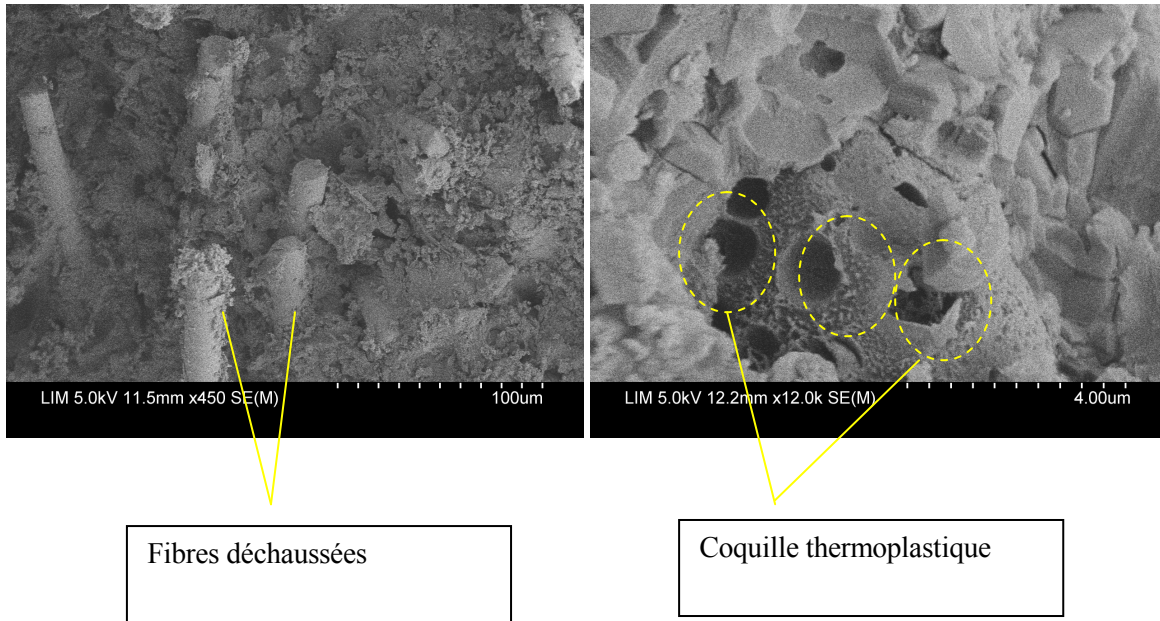


Nombre de nodules déformés

Coalescence des porosités

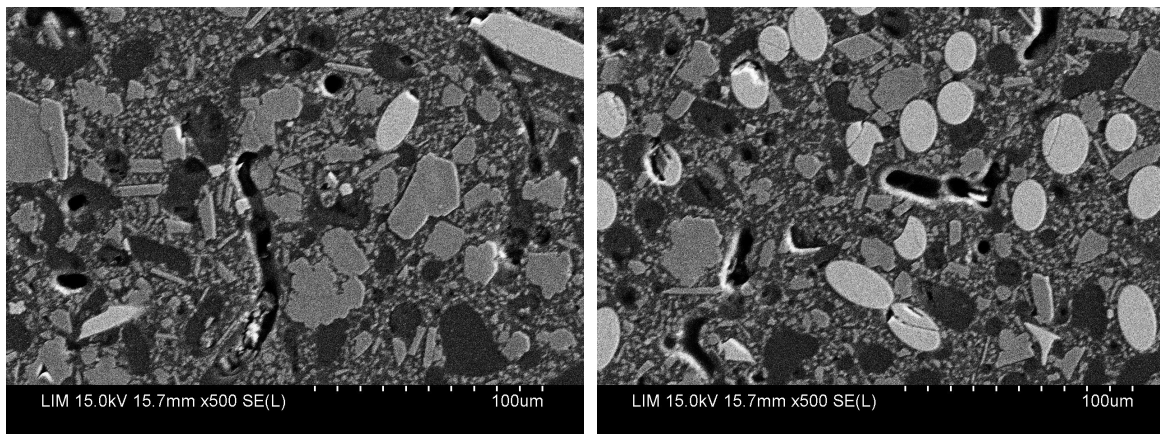
**Figure 2-47 Près du faciès de rupture de l'éprouvette 20F Xmold longitudinale**

On constate un nombre de nodules déformés présents sur la fractographie, sans fissures de la matrice. On observe aussi les coalescences des micro-vides, c'est une preuve de l'augmentation de la fraction volumique des porosités après la sollicitation.

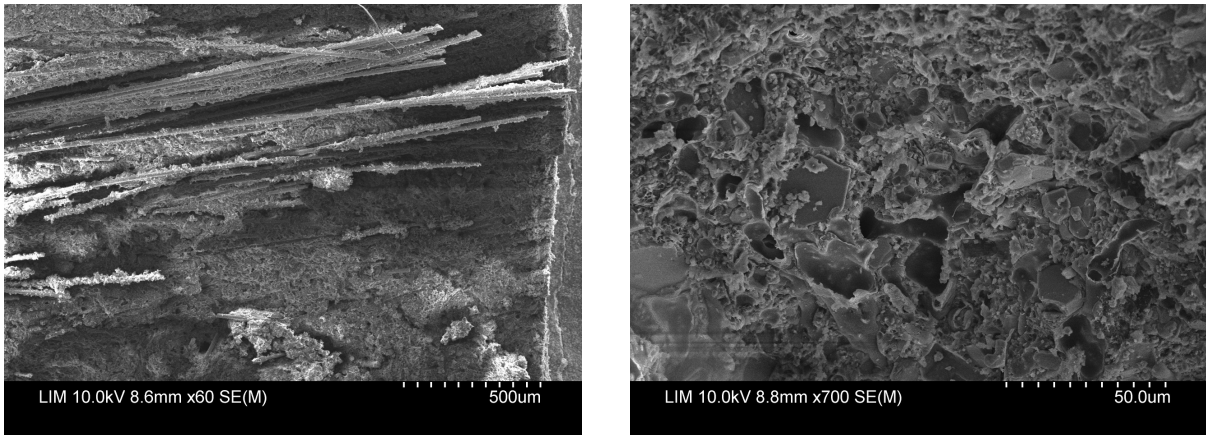


**Figure 2-48 : Faciès de rupture de l'éprouvette Xmold 20FXmold-L5**

Dans le cas des plaques injectées 20F, on a observé le même phénomène, nodules déformés et la coalescence des micro-vides, près du faciès de rupture (Figure 2-49).



**Figure 2-49 Près du faciès de ruptures de l'éprouvette 20F Plaque-Injectée longitudinale**

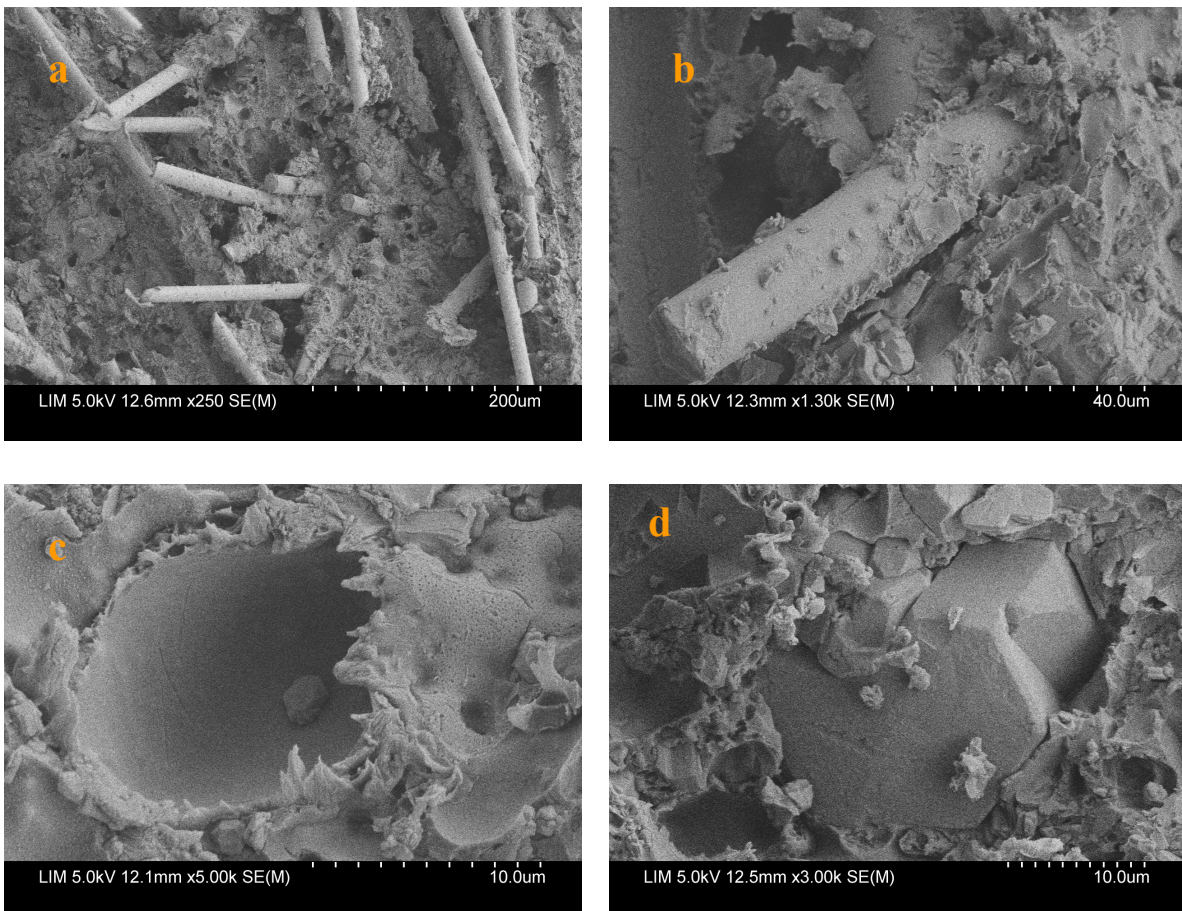


**Figure 2-50 : Faciès de rupture de l'éprouvette Plaque injectée 20F-PI8-L1**

Sur la surface fibre/matrice d'une éprouvette longitudinale 20F plaque injectée, les fibres déchaussées sont plus nombreuses. (Figure 2-50)

b) 20F-sens transversal

Xmold 20F-transversal (éprouvette D)

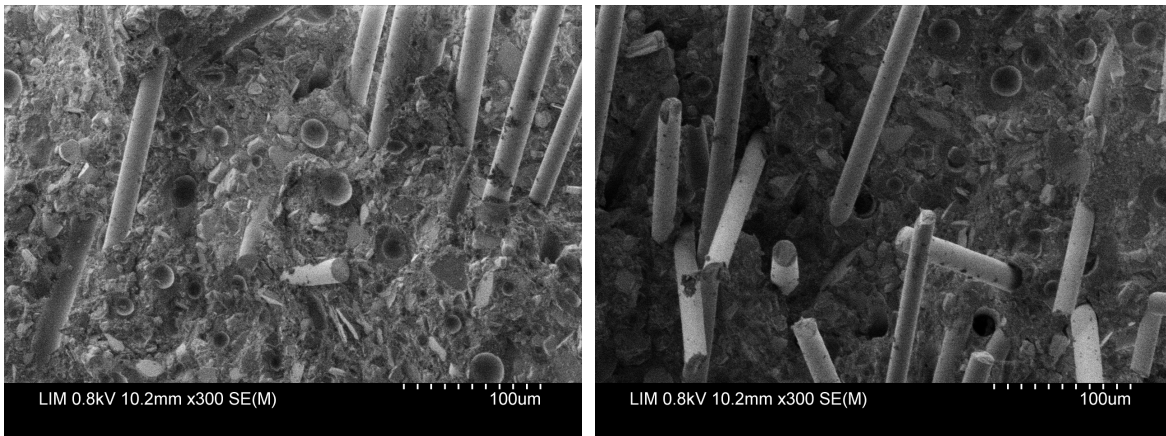


**Figure 2-51 : Faciès de rupture de l'éprouvette Xmold 20F-D (transversal)**

La Figure 2-51 montre le faciès de rupture de l'éprouvette transversale 20F-Xmold, qui présente un grand nombre des fibres déchaussées (a, b), les coquilles thermoplastiques cassées (c), et par contre, la charge qui est bien entourée par la résine (d).

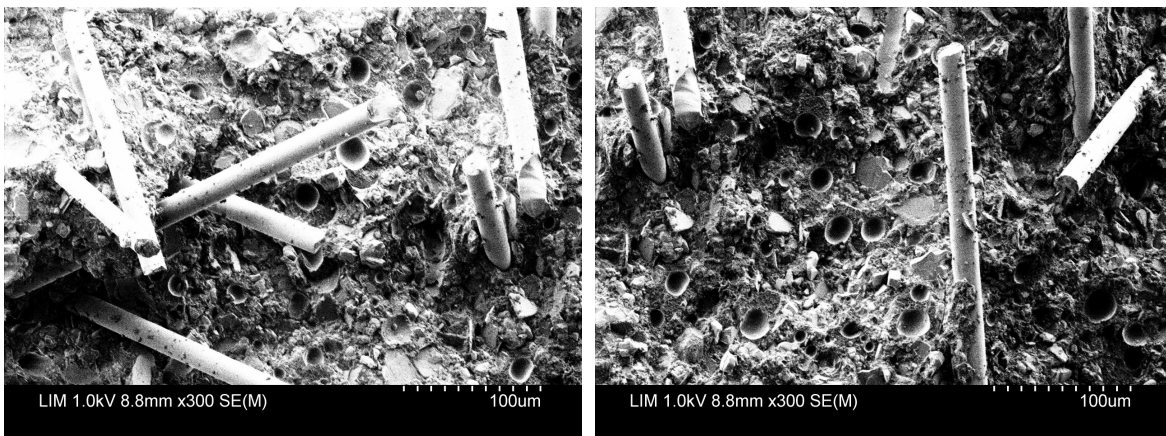
Pour les deux cas 20F Xmold et 20F Plaque injectée, on constate la présence des coquilles thermoplastiques, et les fibres déchaussées au niveau des faciès de rupture. Pour les éprouvettes transversales, les fibres déchaussées sont plus marquées que dans les éprouvettes longitudinales

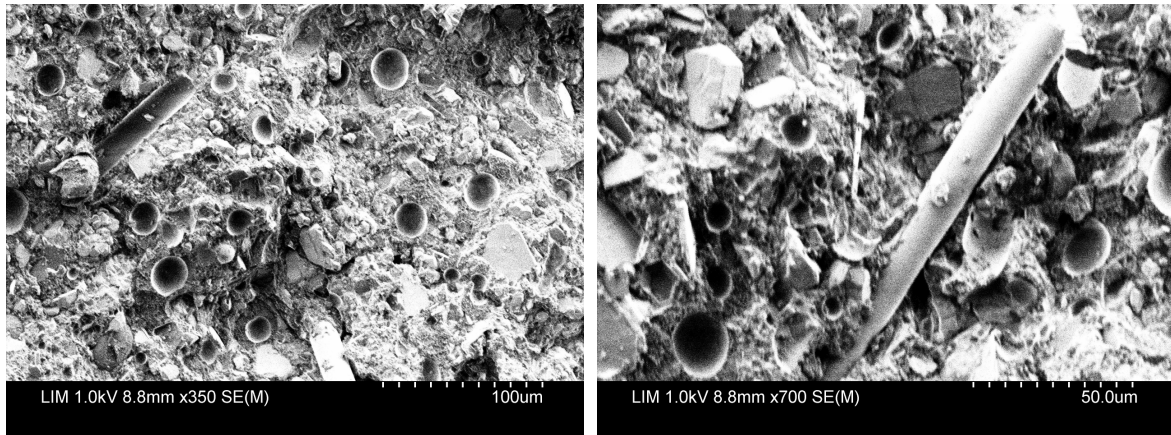
c) Formulation 15F- longitudinale



**Figure 2-52 : Faciès de rupture de l'éprouvette Xmold 15F-L1 (longitudinal)**

d) Formulation 15B - Longitudinal



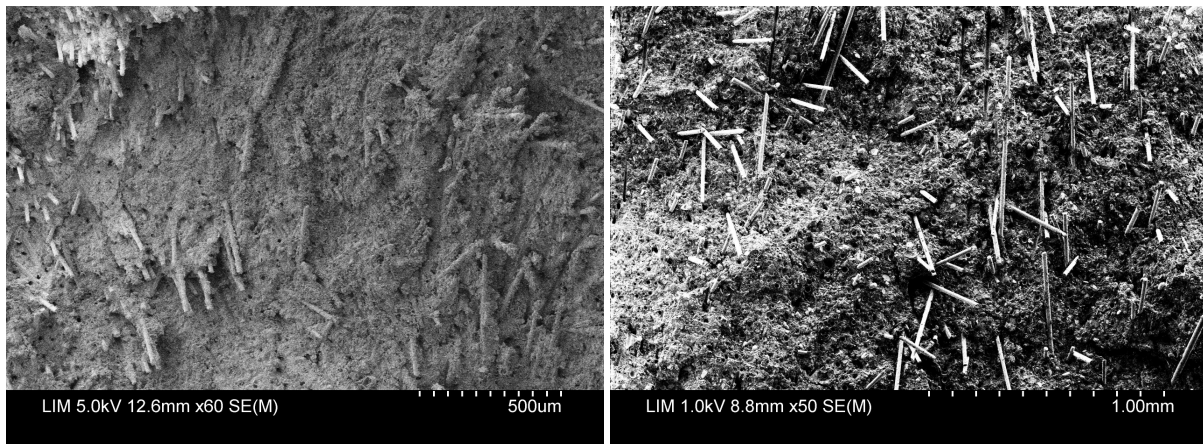


**Figure 2-53 : Faciès de rupture de l'éprouvette Xmold 15B-L2**

On observe maintenant les faciès de rupture de la formulation 15FXmold (Figure 2-52) et 15B Xmold (Figure 2-53) des éprouvettes longitudinales. On remarque un nombre de micro-vides de forme sphérique qui sont à l'origine de l'amorçage des fissures. Les fibres déchaussées apparaissent lors de la dernière étape avant la rupture.

20F Xmold-Longitudinal

15B Xmold-Longitudinal

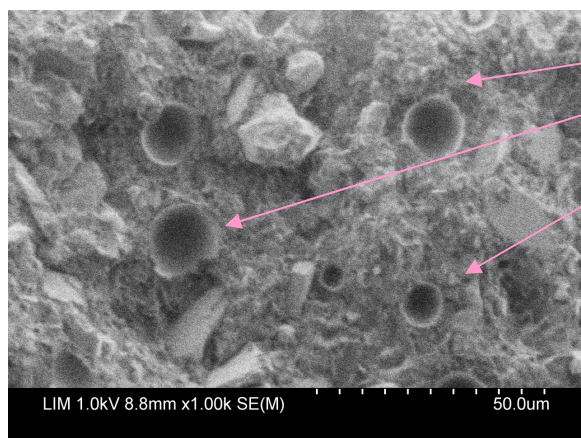


**Figure 2-54 : Comparaisons des faciès de rupture des éprouvette Xmold-20F-L5 et Xmold 15B-L2**

On constate que sur le faciès de rupture de l'éprouvette 15B Xmold, il y a beaucoup plus de trous de type hémisphère que pour les éprouvettes 20F Xmold. La question se pose de savoir d'où viennent ces trous ? Ils peuvent être provoqués, soit par des nodules thermoplastiques, soit par des billes décollées.

Au fort grossissement, on peut voir au fond du trou, une paroi thermoplastique de couleur plus foncée que pour celle des résines polyesters. Donc, pour répondre à la question précédente, il y a plus de probabilité que ces trous soient provoqués par les nodules thermoplastiques.

Xmold 15B-L2



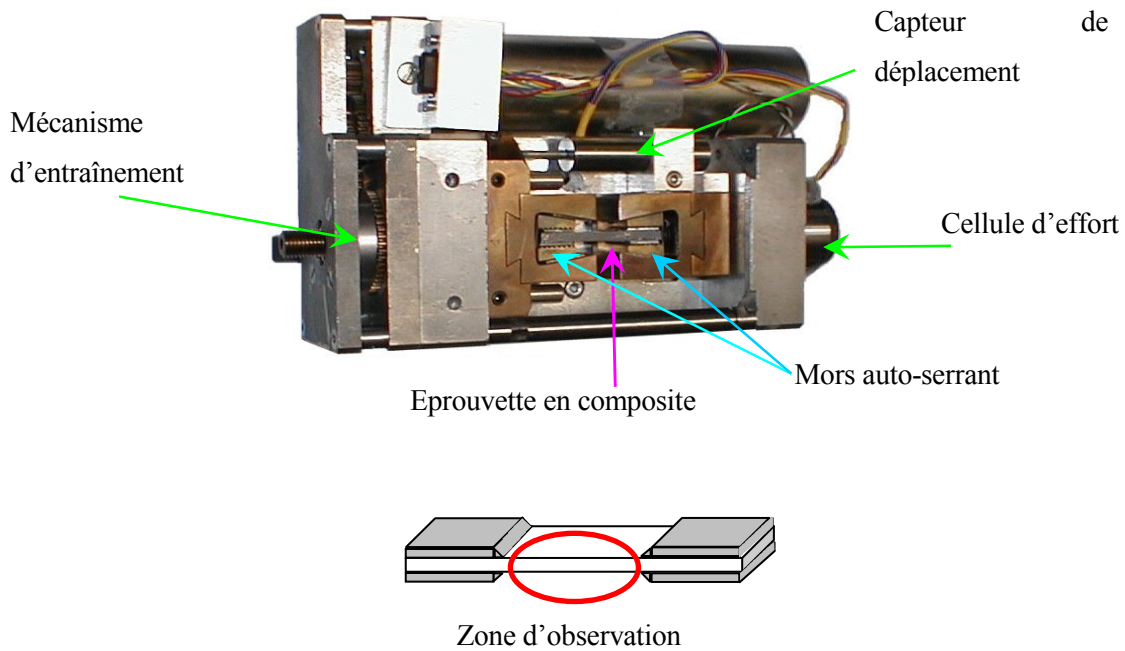
Parois  
thermoplastiques

Figure 2-55 : Trous provoqués par des nodules thermoplastiques.

#### 2.4.4.2 Traction *In-Situ*

Cet essai in-situ est réalisé dans l'enceinte du microscope électronique à balayage. Le but est l'observation à une échelle fine des mécanismes de déformation et d'endommagement du matériau. La machine est instrumentée par une cellule de force de capacité 10kN et en capteur de déplacement avec la vitesse maximale de vérin de  $3 \cdot 10^{-3}$  mm/s.

Les essais réalisés sous MEB ont été effectués à vitesse constante de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-3}$  mm/s et correspondant à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Afin de suivre l'évolution de plusieurs zones de l'éprouvette au cours d'un essai, ce dernier est arrêté pour permettre l'enregistrement des images.

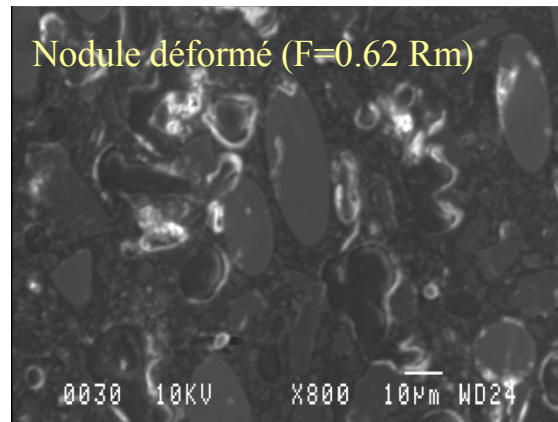
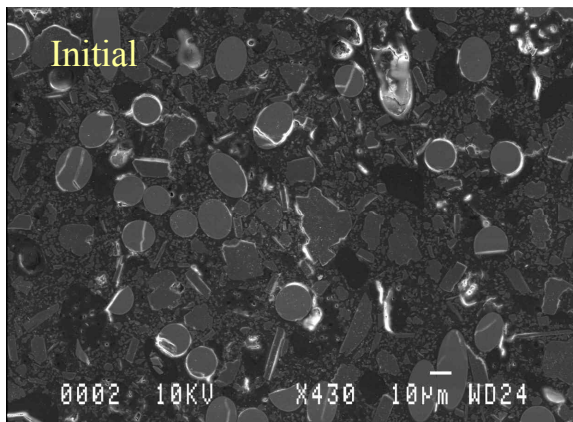


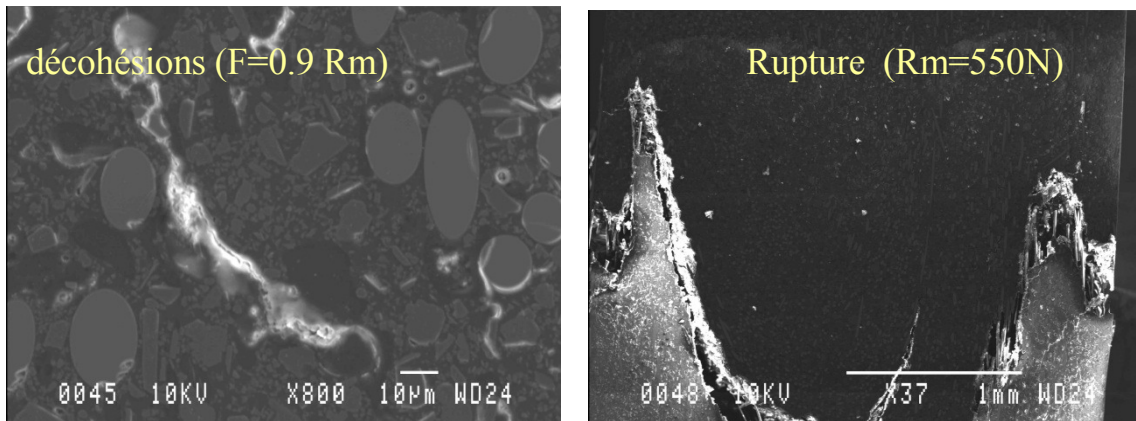
**Figure 2-56 : Machine de traction uniaxiale in-situ sous MEB. Géométrie de l'éprouvette en composite [JEN 2005]**

Des analyses qualitatives à l'échelle microscopique ont été réalisées pour comprendre le mécanisme de déformation et d'endommagement du composite. Le suivi par l'observation durant l'essai in situ et jusqu'à la rupture du matériau ( $R_m$ ) nous permet de connaître les phénomènes mis en jeu.

**a) Formulation 20F :**

***i) Pièce X mold-longitudinal***

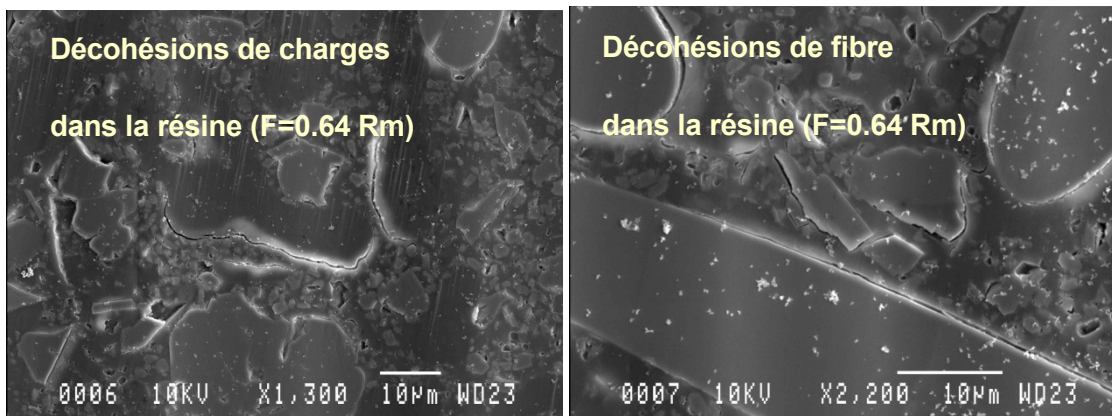


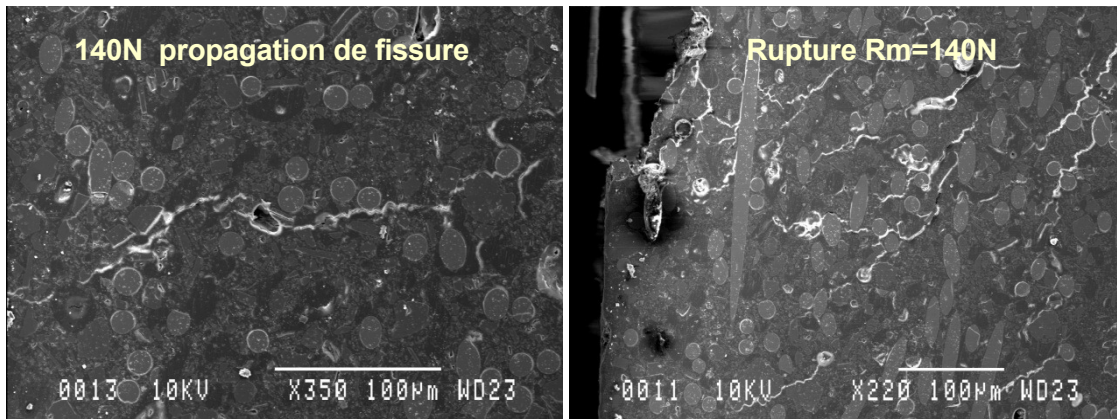


**Figure 2-57 : Essais In-situ d'une éprouvette 20F-Xmold longitudinale**

L'essai de traction in situ est ici réalisé sur des éprouvettes de 20F Xmold coupées dans le sens longitudinal. Lors de la première phase, on a observé des nodules déformés et la croissance des microcavités à bas niveau de charge. Il n'existe pas de décohésion entre fibre/ matrice jusqu'à  $F=0.9 R_m$ . Donc, pour les essais dans le sens longitudinal, la déformation est dominée par les nodules donc les microcavités. Le déchaussement des fibres apparait à la fin de chargement et conduit à la rupture finale.

*ii) Pièce Xmold-transversal*





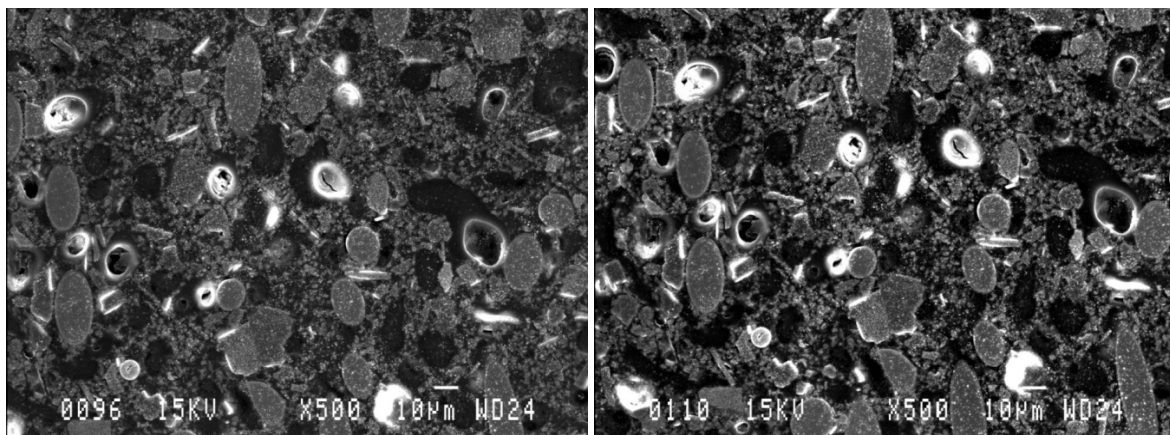
**Figure 2-58 : Essais In-situ d'une éprouvette 20F-Xmold transversale**

Dans le cas de l'éprouvette 20F Xmold transversale (Figure 2-58), elle a déjà cassé à très bas niveau de charge (140N). Cela provient peut être d'un défaut à l'intérieur de l'éprouvette. Mais on a observé aussi la décohésion entre la phase minérale et la matrice plus tôt que dans le sens longitudinal (0.64Rm). Donc l'effet de d'endommagement de l'interface est plus important dans le sens transversal. Remarquons que la non-linéarité du comportement commence à partir de 0.3-0.4 Rm, donc cela provient sans doute de la déformation de la matrice.

iii) Plaque injectée, transversale (20F-PI-TD)

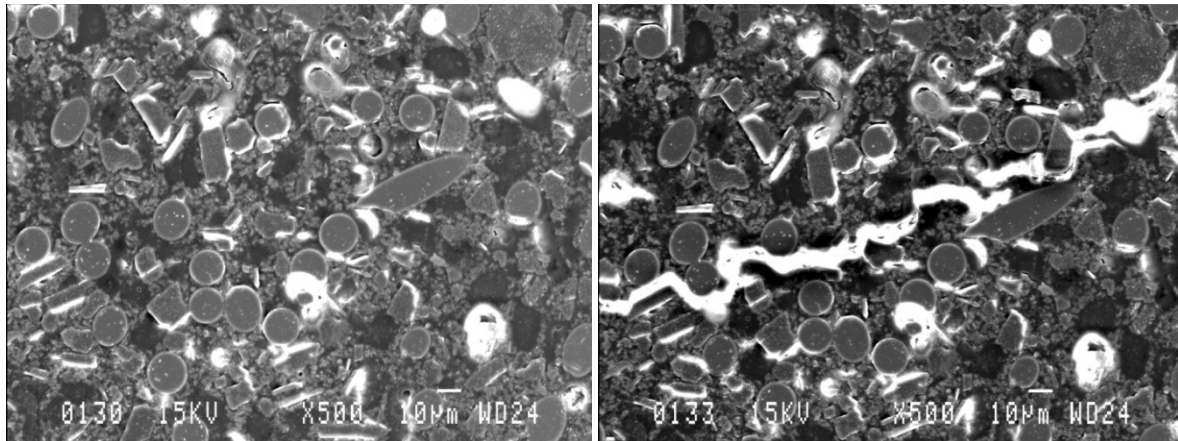
400N (0.62 Rm)

450N(0.7Rm)



550N (0.84 Rm)

600N (0.95 Rm)



**Figure 2-59 : Traction In-situ de l'éprouvette de type 20F Plaque injectée-transversale**

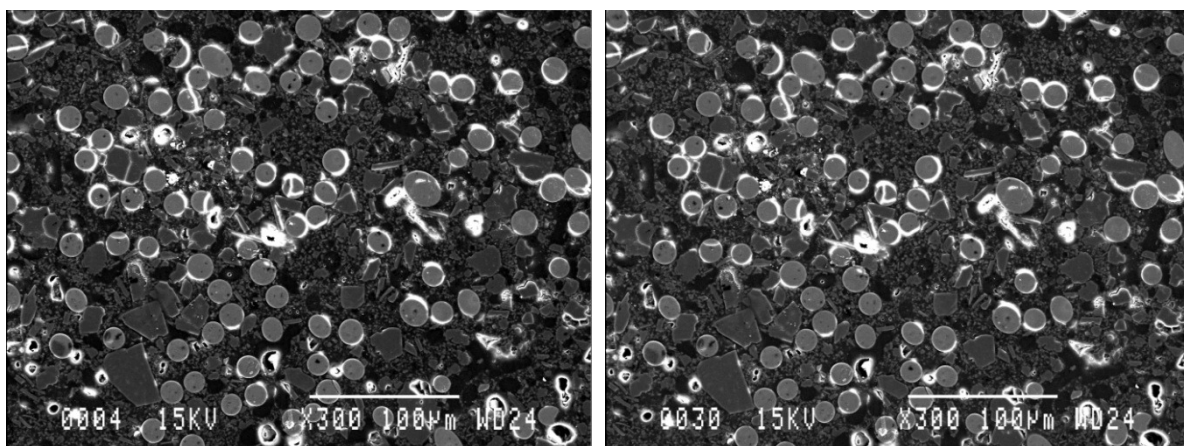
On constate qu'au faible niveau de charge, les nodules thermoplastiques commencent à se déformer. Les décohésions fibre/matrice apparaissent plus tard. C'est seulement au dernier niveau de charge (à 600N), que la rupture se présente brutalement. Cela nous a permis d'émettre l'hypothèse que : « les nodules et micro-vides déformés témoignent de la déformation de la matrice, et que les décohésions à l'interface fibres/ matrice sont les causes de l'amorçage de rupture ». Cette hypothèse coïncide avec les résultats des essais charge-décharge.

On a répété cet essai avec une éprouvette longitudinale de formulation 20F-Plaque Injectée. En observant localement sur une zone marquée, on a trouvé le même mécanisme d'endommagement que lors de l'essai précédent.

*iv) Plaque injectée, longitudinale (20F-PI-L6)*

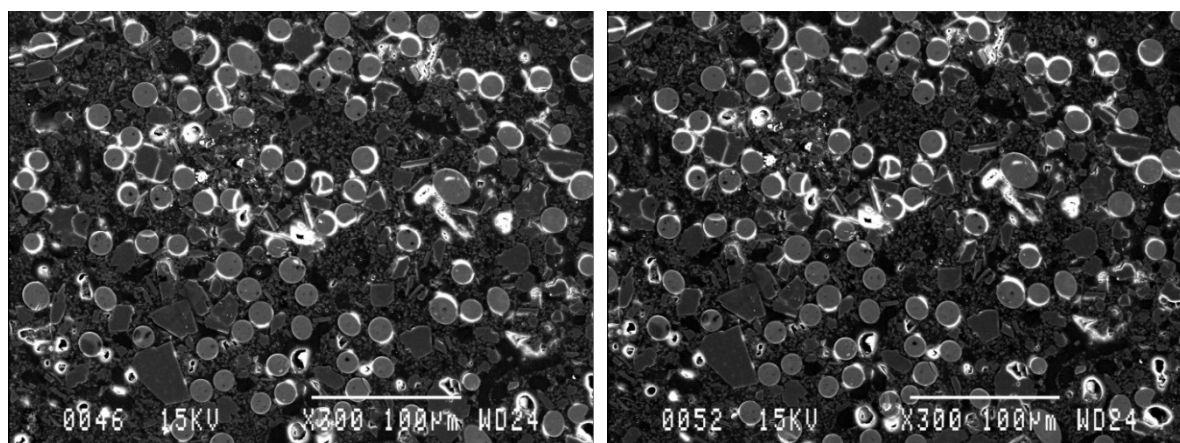
100N

300N



450N

500N

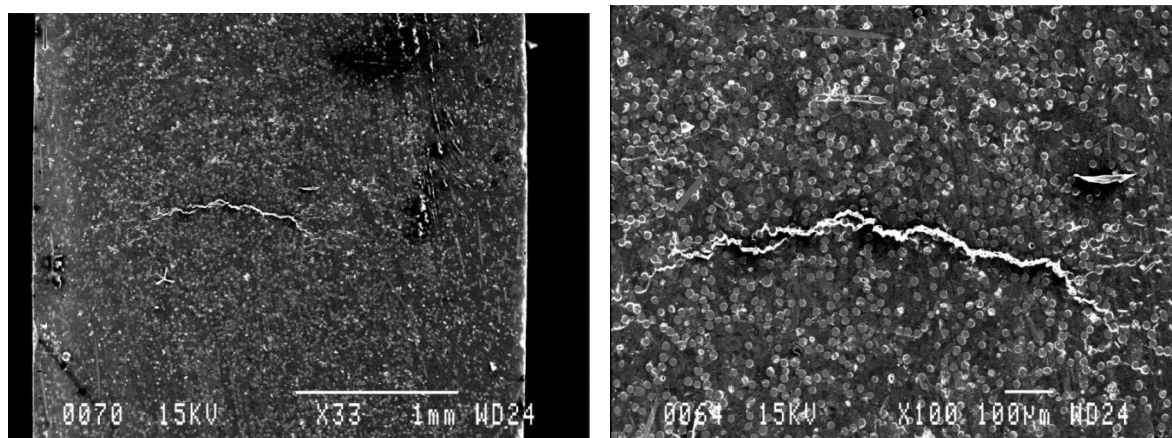


**Figure 2-60 : Traction In-situ de l'éprouvette de type 20F Plaque injectée-longitudinale**

La Figure 2-60 nous montre l'évolution des déformations locales dans une zone observée.

On n'a pas trouvé d'amorçage de rupture dans la surface observée. Au dernier niveau de charge, la rupture se présente à la surface et l'éprouvette se casse. (Figure 2-61)

550N



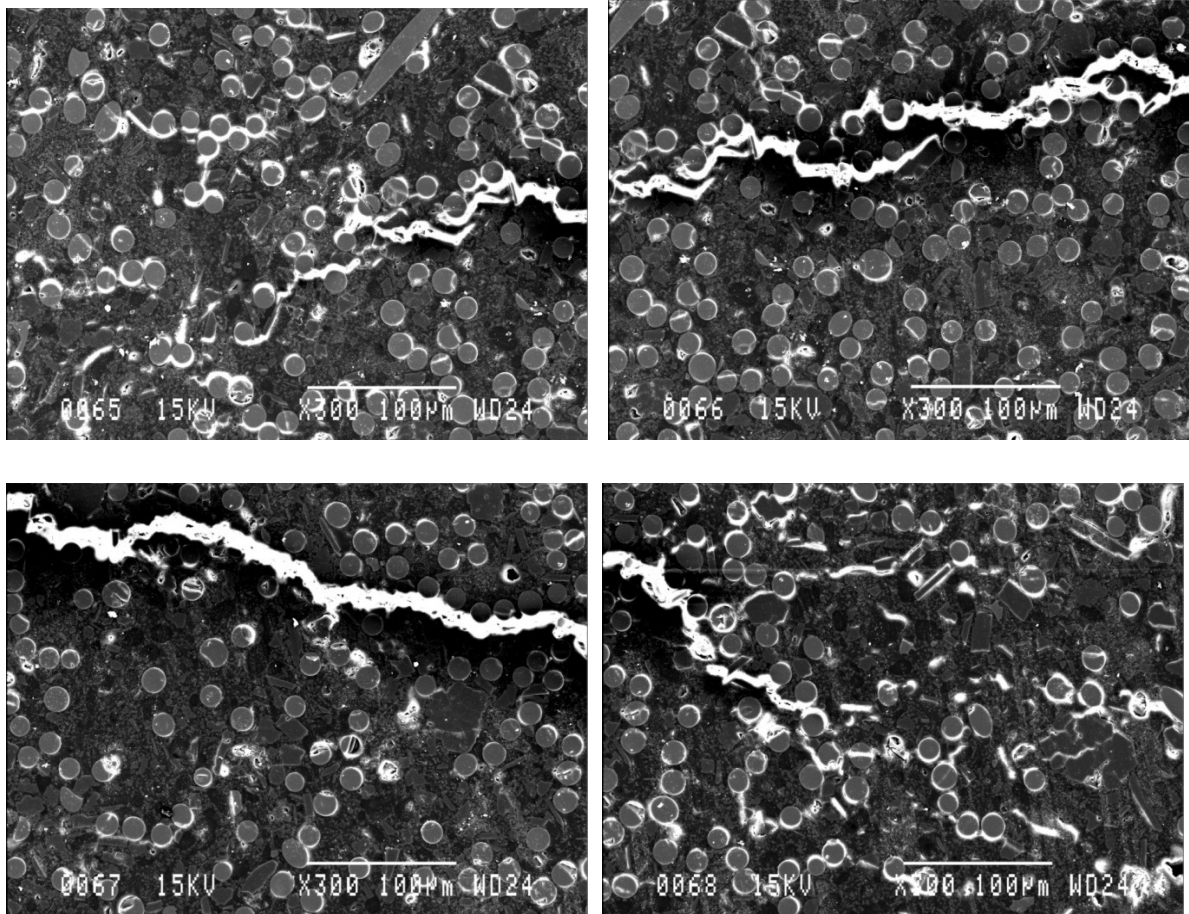


Figure 2-61: Traction In-situ de l'éprouvette de type 20F Plaque injectée-longitudinale- phase de rupture

## 2.5- Conclusion sur les mécanismes de déformation

Le comportement de ce type de matériau se compose de 3 phases :

- **phase linéaire**
- **phase non linéaire** due à au grossissement des micro-vides de compensation
- **phase d'endommagement** et de rupture due aux décohésions des fibres avec la résine, effet accentuant encore un peu plus la non linéarité du comportement. Ces décohésions se produisant en plus grand nombre dans les éprouvettes sollicitées dans le sens transverse.

On peut rapprocher cette conclusion de mesures d'endommagement par émission acoustique réalisées à l'Insa de Lyon par des étudiants en projet pour Schneider Electric, sous la direction de J-F Maire [Mai08]

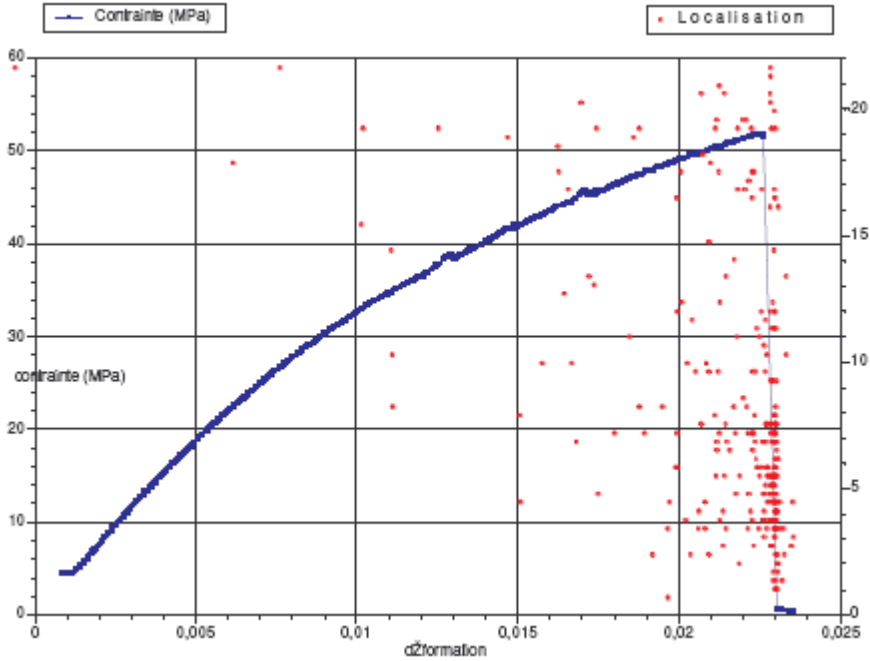
Cette technique est essentiellement utilisée pour l'étude de phénomènes physiques et des mécanismes d'endommagement du matériau, mais aussi comme méthode de contrôle non destructif. Les sources d'émission acoustique sont liées à des phénomènes irréversibles. Dans les matériaux composites, les salves recueillies peuvent être attribuées à divers mécanismes d'endommagement ou de frottement. Dans le cas de nos matériaux, trois phénomènes de création d'une onde acoustique sont prépondérants. Soit, une fissure se crée au niveau d'un défaut lorsque le matériau est mis sous contrainte, soit une fissure préexistante croît, entraînant au niveau de celle-ci la création d'une onde mécanique transitoire, soit une fibre se rompt, ou soit encore l'agent anti-retrait se "décolle" de la fibre. Cette technique permet donc de déceler en temps réel l'existence de défauts évolutifs. Les défauts passifs ne sont quant à eux pas détectés.

L'étude du comportement mécanique des matériaux sollicités en traction est liée à l'activité acoustique enregistrée.

Aucune salve d'émission acoustique localisée n'est détectée dans le domaine élastique. En revanche, des salves localisées apparaissent dans le domaine non-linéaire avec endommagement. Le nombre de salves augmente au cours du temps pour devenir très grand lors de la rupture de l'éprouvette. L'émission acoustique est alors concentrée au niveau du point de rupture.

Le grossissement de cavités ne provoque pas de signature acoustique, les salves d'émission acoustique sont donc liées à d'éventuelles décohésions de fibres ou de charges. Dans notre cas, nous pouvons penser après observation des faciès de rupture que ce sont les fibres qui se déchaussent. Ces déchaussements apparaissent après la limite de non linéarité de la courbe.

Nous supposons donc que la non linéarité est en premier lieu due à la croissance des cavités dans la matrice puis que cette croissance de cavités s'accompagne ensuite de décohésions de fibres, décohésions dont le nombre augmente.



**Figure 2-62: Courbe contrainte-déformation avec localisation de l'émission acoustique de l'éprouvette BMC longitudinale [Mai08]**

pastel-00668717, version 1 - 10 Feb 2012



## Chapitre 3

### Modèle d'homogénéisation

---

*Résumé : Le troisième chapitre constitue une revue sur les modèles d'homogénéisation utilisés dans l'étude. Le choix de modèle d'homogénéisation pour modéliser le comportement de notre composites BMC s'est orienté vers le modèle Mori-Tanaka élastique couplé à de l'endommagement par croissance de cavités et décohésion de fibres.*

---

<b>Chapitre 3 - Modèle d'homogénéisation.....</b>	<b>107</b>
3.1 - Introduction.....	108
3.2 - Principe général de l'homogénéisation.....	108
3.3 - Application aux matériaux de notre étude : cas de l'élasticité.....	118
3.4 - Intégration de la déformation par croissance de cavité.....	122
3.5 - Prise en compte de décohésion d'interface fibre/matrice.....	131
3.6 - Algorithme final du modèle.....	139

---

### 3.1 - Introduction

L'objectif de Schneider Electric est de disposer à terme d'un outil d'aide à la conception des pièces en en décrivant les propriétés mécaniques des BMC en fonction de leur formulation et en optimisant ensuite le choix du matériau composite en fonction du cahier des charges demandé.

Comme expliqué dans l'introduction générale, nous avons écarté les approches phénoménologiques qui de par leur nature inductive n'ont pas par nature de pouvoir prédictif en dehors de leur domaine d'identification et ne peuvent donc aider l'élaborateur à concevoir des matériaux plus performants. Nous nous sommes donc intéressés aux méthodes d'homogénéisation qui sont des approches déductives permettant de définir le comportement global macroscopique d'un matériau hétérogène à partir des caractéristiques mécaniques et géométriques des différentes phases composant ce matériau.

Nous nous contentons ici de décrire les différents outils que nous avons utilisés au cours de cette étude. La mise en œuvre de ces outils et leur adaptation à la description du comportement de notre matériau BMC sera détaillée dans les chapitres 4 et 5 et fera largement appel aux mécanismes et lois de comportement identifiés dans le chapitre 2.

### 3.2 - Principe général de l'homogénéisation

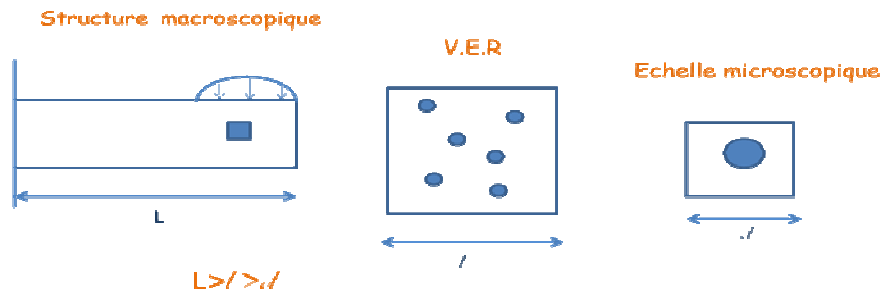
Une méthode d'homogénéisation permet d'estimer les propriétés macroscopiques d'un matériau hétérogène à partir des propriétés des différentes phases qui le constituent et de certains paramètres caractérisant leur répartition spatiale.

Pour que l'homogénéisation soit possible, il faut pouvoir définir un volume élémentaire représentatif (V.E.R) du matériau. C'est sur ce volume que sera calculé le comportement du matériau homogène équivalent, résultat de l'homogénéisation. Ce matériau doit être tel que, soumis à une certaine sollicitation, les champs de contrainte et de déformation dans ce matériau soient identiques à ceux qui existent dans le matériau réel.

Le V.E.R doit être :

- suffisamment grand par rapport à la taille des hétérogénéités pour que les résultats de l'homogénéisation soient inchangés si la microstructure était décrite à partir de paramètres estimés sur un volume plus grand.

- Suffisamment petit par rapport à la taille de la structure pour qu'il puisse être considéré comme sollicité macroscopiquement par une contrainte homogène : la longueur caractéristique d'application des efforts doit être bien supérieure à la longueur caractéristique du V.E.R (ceci exclue notamment les efforts ponctuels, ou les pointes de fissure).



**Figure 3-1 : Volume Élémentaire Représentatif (V.E.R)**

Le V.E.R est le volume sur lequel on applique le comportement homogénéisé. On connaît uniquement les valeurs moyennes de  $\sigma$  et  $\varepsilon$  aux limites, il y a donc ambiguïté sur la définition du V.E.R, on a toujours des fluctuations au bord puisque l'on passe d'une phase à l'autre.

En pratique, on va appliquer au bord du V.E.R un chargement correspondant à des conditions aux limites dites homogènes. Ces conditions seront de type contraintes ou déformations homogènes, ces deux types de conditions aux limites donneront des comportements différents (sauf dans le cas d'un matériau homogène). La différence se réduisant à une couche au bord d'épaisseur de l'ordre de  $d$ , il y a donc équivalence entre déformations homogènes (DH) et contraintes homogènes (CH), c'est l'hypothèse de macro-homogénéité.

A partir de maintenant on distinguera les contraintes (ou déformations) à l'échelle locale qui pourront varier en chaque point  $\sigma(x)$  ou  $\varepsilon(x)$  de celles qui seront appliquées à l'échelle macroscopique  $\bar{\sigma}$  ou  $\bar{\varepsilon}$ .

Il existe des propriétés de moyenne en déformation ou contrainte homogène qui vont être utiles :

Des maintenant, on définit  $\langle \rangle$  est le moyenne dans un V.E.R

$$\bar{\varepsilon} = \langle \varepsilon(x) \rangle \text{ et } \bar{\sigma} = \langle \sigma(x) \rangle \quad (3.1)$$

De plus on a, si le champ de contraintes est statiquement admissible et le champ de déformation cinématiquement admissible, (Lemme de Hill).

$$\langle \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \langle \boldsymbol{\sigma} \rangle : \langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle \quad (3.2)$$

On suppose un composite, par définition hétérogène, dans lequel on a défini un V.E.R. Les contraintes et déformations varient en chaque point  $\boldsymbol{\sigma}(x), \boldsymbol{\varepsilon}(x)$ , et on a à l'échelle locale des tenseurs de rigidité et de souplesse qui varient eux même en chaque point (fibre ou résine par exemple)  $\mathbf{C}(x), \mathbf{S}(x)$ .

On notera  $\tilde{\mathbf{C}}$  et  $\tilde{\mathbf{S}}$  les tenseurs de rigidité et de souplesse effectif du composite.

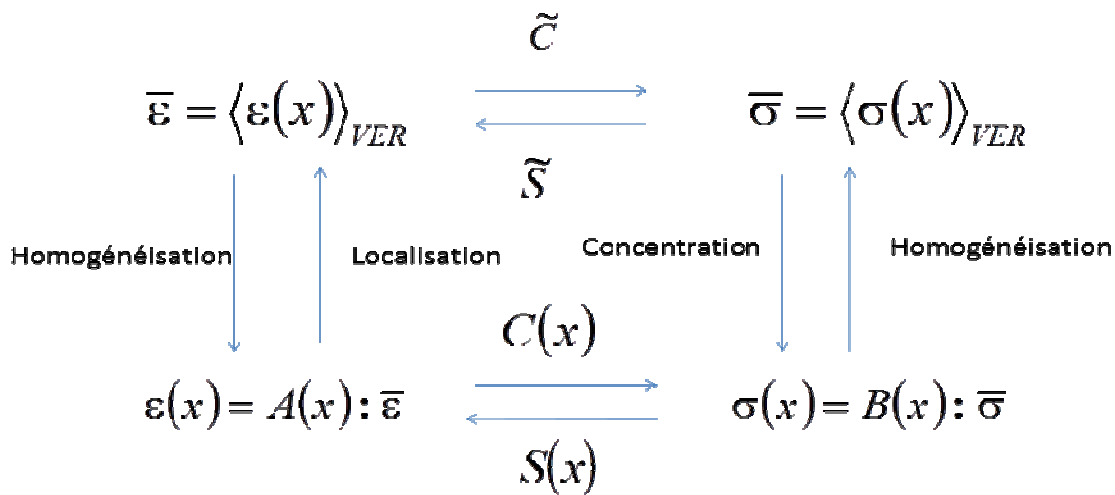


Figure 3-2 : Schéma du principe d'homogénéisation

On peut relier les contraintes locales  $\boldsymbol{\sigma}(x)$  aux contraintes macroscopiques  $\bar{\boldsymbol{\sigma}}$  par l'intermédiaire du tenseur de concentration des contraintes  $\mathbf{B}(x)$ .

On peut relier les déformations locales  $\boldsymbol{\varepsilon}(x)$  aux déformations macroscopiques  $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}$  par l'intermédiaire du tenseur de localisation des déformations  $\mathbf{A}(x)$ .

Si la déformation macroscopique est imposée

$$\bar{\boldsymbol{\sigma}} = \langle \boldsymbol{\sigma} \rangle = \langle \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \langle \mathbf{C} : \mathbf{A} \rangle : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} \text{ et donc } \tilde{\mathbf{C}} = \langle \mathbf{C} : \mathbf{A} \rangle \quad (3.3)$$

Si la contrainte macroscopique est imposée :

$$\bar{\boldsymbol{\varepsilon}} = \langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \langle \mathbf{S} : \boldsymbol{\sigma} \rangle = \langle \mathbf{S} : \mathbf{B} \rangle : \bar{\boldsymbol{\sigma}} \text{ et donc } \tilde{\mathbf{S}} = \langle \mathbf{S} : \mathbf{B} \rangle \quad (3.4)$$

Si on définit le comportement effectif par l'énergie on trouve :

$$\begin{aligned} \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} : \bar{\boldsymbol{\sigma}} &= \langle \boldsymbol{\varepsilon} : \boldsymbol{\sigma} \rangle = \langle \boldsymbol{\varepsilon} : \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon} \rangle = \langle (\mathbf{A} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}) : \mathbf{C} : (\mathbf{A} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}) \rangle \\ &= \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} : \langle \mathbf{A}^T : \mathbf{C} : \mathbf{A} \rangle : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} \quad \forall \bar{\boldsymbol{\varepsilon}} \quad (\mathbf{A} : \boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon} : \mathbf{A}^T) \end{aligned} \quad (3.5)$$

$$\text{Donc } \tilde{\mathbf{C}} = \langle \mathbf{A}^T : \mathbf{C} : \mathbf{A} \rangle \quad (3.6)$$

$$\text{De même } \tilde{\mathbf{S}} = \langle \mathbf{B}^T : \mathbf{S} : \mathbf{B} \rangle \quad (3.7)$$

A partir de maintenant, nous considérerons des variations uniquement par phase et non plus en chaque point, une phase pouvant être définie comme une partie du matériau ayant des caractéristiques mécaniques et une morphologie propre. Dans le cas de notre matériau composite les phases sont la matrice, les charges, les renforts ... nous les préciserons quand nous appliquerons les modèles à notre étude.

Les méthodes d'homogénéisation diffèrent entre elles par la détermination des tenseurs  $\mathbf{A}$  et  $\mathbf{B}$ .

Nous allons nous intéresser aux méthodes d'homogénéisation basées sur la théorie de l'inclusion équivalente d'Eshelby.

### 3.2.1-Reformulation de l'élasticité hétérogène

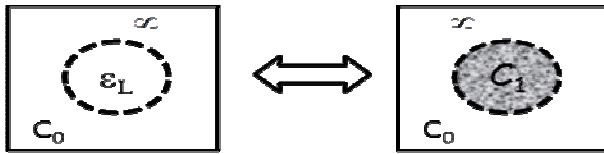
Dans un problème d'élasticité hétérogène, les tenseurs de rigidité et de souplesse varient en chaque phase. Si nous caractérisons chaque phase par l'indice  $r$ , nous pouvons écrire pour cette phase la loi d'élasticité  $\boldsymbol{\sigma}_r = \mathbf{C}_r : \boldsymbol{\varepsilon}_r$ ,

La loi d'élasticité associée à  $\mathbf{C}_r$  peut être aussi écrite comme une loi de type thermoélastique (avec déformation libre) associée à un tenseur  $\mathbf{C}_0$ ,  $\mathbf{S}_0$  est le tenseur de souplesse de la matrice :

$$\begin{aligned} \boldsymbol{\sigma} &= \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{C}_0 : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}_L) \\ \text{avec } \boldsymbol{\varepsilon}_L &= \mathbf{S}_0 : (\mathbf{C}_0 - \mathbf{C}) : \boldsymbol{\varepsilon} \end{aligned}$$

L'avantage de ce type de formulation est que l'on peut transformer un problème d'élasticité hétérogène en un problème homogène, les variations de  $\mathbf{C}$  se traduisant par des déformations libres. On cherche donc un champ de déformation solution qui dépend du champ de déformation libre, lequel dépend du champ de déformation.

On peut schématiser ce problème de la manière suivante (Figure 3-3) :



**Figure 3-3 : Problème d'élasticité hétérogène**

Dans un problème d'élasticité hétérogène, les tenseurs de rigidité et de souplesse varient en chaque phase. Si nous caractérisons chaque phase par l'indice  $r$ , nous pouvons écrire pour cette phase la loi d'élasticité  $\sigma_r = C_r : \epsilon_r$

La loi d'élasticité associée à  $C_r$  peut être aussi écrite comme une loi de type thermoélastique (avec déformation libre) associée à un tenseur  $C_0$  :

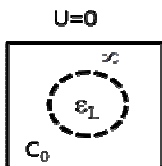
$$\sigma_r = C_r : \epsilon_r = C_0 (\epsilon_r - \epsilon_L)$$

avec  $\epsilon_L = S_0 : (C_0 - C_r) : \epsilon_r$

L'avantage de ce type de formulation est que l'on peut transformer un problème d'élasticité hétérogène en un problème homogène, les variations de  $C$  se traduisant par des déformations libres. On cherche donc un champ de déformation solution qui dépend du champ de déformation libre, lequel dépend du champ de déformation.

### 3.2.2 - Problème d'Eshelby homogène

Considérons une région ellipsoïdale d'un milieu infini non chargé subissant une déformation libre uniforme (Figure 3-4). Cette région est une inclusion puisqu'elle possède les mêmes propriétés mécaniques que le milieu qui l'entoure.



**Figure 3-4 : Problème d'Eshelby homogène [Esh57]**

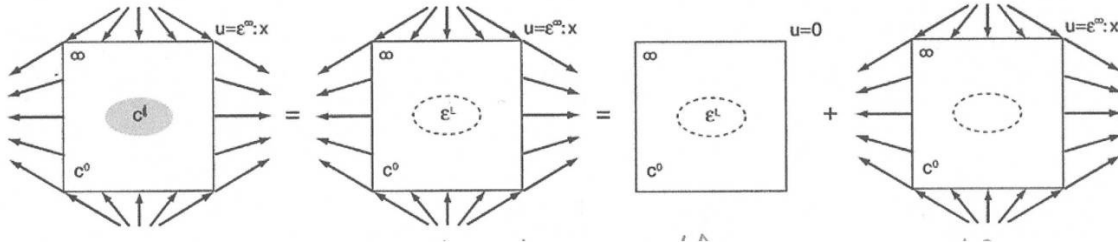
La déformation totale est uniforme dans la région soumise à la déformation libre et s'exprime à l'aide du tenseur d'Eshelby  $S_r^{Esh}$

$$\epsilon = S_r^{Esh} : \epsilon_L$$

Ce tenseur d'Eshelby dépend des caractéristiques élastiques du milieu qui l'entoure, ici  $C_0$ , et de la forme de l'ellipsoïde.

Les expressions utiles du tenseur d'Eshelby sont données en annexe 1.

### 3.2.3 - Problème d'Eshelby hétérogène



**Figure 3-5 : Problème d'Eshelby hétérogène**

Considérons cette fois un milieu infini de caractéristiques élastiques  $C_0$  dans lequel se trouve une hétérogénéité de caractéristique  $C_1$ . Le milieu est chargé par une déformation  $\varepsilon^\infty$  (figure 3-5).

Nous nous trouvons devant un problème d'élasticité hétérogène que nous pouvons transformer en un problème de thermo-élasticité homogène en considérant non plus une hétérogénéité mais une inclusion soumise à une déformation libre de contraintes  $\varepsilon_L$

Cette transformation peut s'écrire :

$$\sigma_1 = C_1 : \varepsilon_1 = C_0 : (\varepsilon_1 - \varepsilon_L) \quad (3.8)$$

Avec

$$\varepsilon_L = S_0 : (C_0 - C_1) : \varepsilon_1 \quad (3.9)$$

Ce problème de thermoélasticité homogène chargé peut lui-même se décomposer en superposant deux problèmes : le première est le problème d'Eshelby homogène pour lequel  $\varepsilon_1 = S^{esh} : \varepsilon_L$ , le deuxième est un problème à solution triviale pour lequel  $\varepsilon_1 = \varepsilon^\infty$

Finalement on trouve

$$\varepsilon_L = \left[ (I - S_0 : C_1)^{-1} + S^{esh} \right]^{-1} : \varepsilon^\infty \quad (3.10)$$

Et donc

$$\begin{aligned}\varepsilon_1 &= [\mathbf{I} + \mathbf{S}^{esh} : (\mathbf{S}_0 : \mathbf{C}_1 - \mathbf{I})]^{-1} : \varepsilon^\infty \\ \varepsilon_1 &= \mathbf{A}_1 : \varepsilon^\infty\end{aligned}\quad (3.11)$$

$\mathbf{A}_1$  est le tenseur de localisation des déformations relatif à la phase 1. Nous avons ici un exemple analytique rare du tenseur de localisation

On peut également l'écrire sous la forme :

$$\mathbf{A}_1 = (\mathbf{C}_1 + \mathbf{C}^*)^{-1} : (\mathbf{C}_0 + \mathbf{C}^*) \quad (3.12)$$

$$\text{Avec } \mathbf{C}^* = \mathbf{C}_0 : ((\mathbf{S}^{esh})^{-1} - \mathbf{I}) \quad (3.13)$$

### 3.2.4 - Application à l'estimation des propriétés des matériaux hétérogènes

#### 3.2.4.1 Cas d'une faible concentration en renforts

Si on a une très faible fraction volumique  $f_1$  d'hétérogénéités  $\mathbf{C}_1$  dans une matrice  $\mathbf{C}_0$ , on peut considérer que les interactions sont négligeables et traiter le problème comme le problème d'Eshelby (inclusion isolée dans un milieu infini).

On a alors :

$$\mathbf{A}_1 = (\mathbf{C}_1 + \mathbf{C}^*)^{-1} : (\mathbf{C}_0 + \mathbf{C}^*) \quad (3-14)$$

$$\mathbf{C}^* = \mathbf{C}_0 : ((\mathbf{S}_r^{Esh})^{-1} - \mathbf{I}) \quad (3-15)$$

En écrivant que

$$\langle \varepsilon \rangle_1 = \mathbf{A}_1 : \bar{\varepsilon} \quad \text{et que} \quad \langle \varepsilon \rangle = \bar{\varepsilon} \quad (3-16)$$

$$\bar{\sigma} = \langle \sigma \rangle = \mathbf{C}^{FC} : \bar{\varepsilon} \quad (3-17)$$

On obtient :

$$\tilde{\mathbf{C}}^{FC} = \mathbf{C}_0 + f_1 (\mathbf{C}_1 - \mathbf{C}_0) : (\mathbf{C}_1 + \mathbf{C}^*)^{-1} : (\mathbf{C}_0 + \mathbf{C}^*) \quad (3-18)$$

Cette estimation qui néglige les interactions entre hétérogénéités n'est valable que pour de faibles concentrations (inférieures à 5% en volume).

#### 3.2.4.2 Modèle de Mori-Tanaka

Ce modèle est très couramment employé pour calculer le tenseur de rigidité effectif des matériaux composites parce qu'il est particulièrement adapté à un milieu hétérogène de type Matrice (au sens phase continue) dans laquelle sont noyées des hétérogénéités ellipsoïdales.

Il s'appuie également sur le problème d'Eshelby hétérogène mais contrairement au modèle des faibles concentrations il prend en compte les interactions entre hétérogénéités. Pour y parvenir il suppose que le renfort est noyé dans un milieu infini ayant les propriétés de la matrice, le tout étant soumis à l'infini à la déformation moyenne de la matrice in-situ dans le composite.

Le composite est constitué d'une matrice continue et de  $n$  phases constituant les hétérogénéités. Une phase est un ensemble d'hétérogénéités dont la géométrie et les propriétés mécaniques, ici les modules d'élasticité sont identiques. Deux hétérogénéités appartiennent à deux phases différentes si elles n'ont pas même élanement (ou orientation) même si leurs propriétés mécaniques sont identiques.

Le tenseur des rigidités de chaque phase est noté  $\mathbf{C}_r$ ,  $r$  variant de 0 pour la matrice à  $n$ .

On peut donc réécrire le problème en utilisant le tenseur  $\mathbf{A}$  défini dans le problème d'Eshelby hétérogène. On le note  $\mathbf{A}_r^{Esh}$ , nous avons vu qu'il s'écrivait :

$$\mathbf{A}_r^{Esh} = (\mathbf{C}_r + \mathbf{C}^*)^{-1} : (\mathbf{C}_0 + \mathbf{C}^*) \quad (3-19)$$

$$\text{Avec } \mathbf{C}^* = \mathbf{C}_0 : \left( (\mathbf{S}_r^{Esh})^{-1} - \mathbf{I} \right) \quad (3-20)$$

On utilise également une autre forme d'écriture pour  $\mathbf{A}_r^{Esh}$

$$\mathbf{A}_r^{Esh} = [\mathbf{I} + \mathbf{S}_r^{Esh} : \mathbf{C}_0^{-1} (\mathbf{C}_r - \mathbf{C}_0)]^{-1} \text{ ce qui revient au même.}$$

Ce tenseur est utilisé pour relier les déformations dans les inclusions à la déformation moyenne dans la matrice « in-situ » dans le composite.

Nous avons donc :

$$\langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle_r = \mathbf{A}_r^{Esh} : \langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle \quad (3-21)$$

L'homogénéisation des déformations conduit à :

$$\bar{\boldsymbol{\varepsilon}} = \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \boldsymbol{\varepsilon}_r = \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \boldsymbol{\varepsilon}_0 \quad (3-22)$$

On trouve donc les relations de localisation des déformations :

$$\varepsilon_0 = \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} : \bar{\varepsilon} \quad \text{et donc} \quad \mathbf{A}_0 = \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} \quad (3-23)$$

$$\varepsilon_r = \mathbf{A}_r^{Esh} \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} : \bar{\varepsilon} \quad \text{et donc} \quad \mathbf{A}_r = \mathbf{A}_r^{Esh} : \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} \quad (3-24)$$

L'homogénéisation des contraintes permet d'établir l'expression générale du tenseur des modules du matériau composite :

$$\tilde{\mathbf{C}} = \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{C}_r \mathbf{A}_r$$

$$\text{Soit } \tilde{\mathbf{C}}^{MT} = \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{C}_r : \mathbf{A}_r^{Esh} \right) : \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} \quad (3-25)$$

On peut également écrire le résultat sous une autre forme :

$$\tilde{\mathbf{C}}^{MT} = \left[ \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r (\mathbf{C}_r + \mathbf{C}^*)^{-1} \right]^{-1} - \mathbf{C}^* \quad (3-26)$$

Dans le cas d'un biphasé, cette expression se simplifie :

(en notant la phase renfort avec l'indice 1)

$$\tilde{\mathbf{C}}^{MT} = (\mathbf{f}_0 \mathbf{C}_0 + \mathbf{f}_1 \mathbf{C}_1 : \mathbf{A}_1^{Esh}) : (\mathbf{f}_0 \mathbf{I} + \mathbf{f}_1 \mathbf{A}_1^{Esh})^{-1} \quad (3-27)$$

Expression identique à l'expression suivante :

$$\tilde{\mathbf{C}}^{MT} = \mathbf{C}_0 + \mathbf{f}_1 (\mathbf{C}_1 - \mathbf{C}_0) : \mathbf{A}_1^{Esh} : (\mathbf{f}_0 \mathbf{I} + \mathbf{f}_1 \mathbf{A}_1^{Esh})^{-1} \quad (3-28)$$

Une application très utile de ces modèles est de pouvoir calculer les contraintes et déformations locales dans la matrice et les renforts par le biais des tenseurs de localisation des déformations et de concentration des contraintes.

Nous avons déjà montré que le tenseur de localisation des déformations s'écrivait :

$$\mathbf{A}_0 = \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} \quad \text{et} \quad \mathbf{A}_r = \mathbf{A}_r^{Esh} \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} \quad (3-29)$$

Il est simple d'en déduire le tenseur de concentration des contraintes :

$$\mathbf{B}_r = \mathbf{C}_r : \mathbf{A}_r : \tilde{\mathbf{S}}$$

Et donc :

$$\mathbf{B}_0 = \mathbf{C}_0 \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{C}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} \text{ et } \mathbf{B}_r = \mathbf{C}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r \mathbf{C}_r \mathbf{A}_r^{Esh} \right)^{-1} \quad (3-30)$$

Le modèle de Mori et Tanaka, souffre cependant de certaines limitations que l'on s'efforcera d'avoir à l'esprit :

- Le mode de prise en compte des interactions n'est pas approprié pour des fractions volumiques de renforts (phases autres que la matrice) supérieures à 30%.
- Son extension aux matériaux multi-phases est délicate car Benveniste a observé [Ben87] et [Dra06] que d'une manière générale le tenseur de rigidité prédit par le modèle n'est pas symétrique. Plusieurs auteurs ont étudié ce point sensible [Qiu90]; [Ben91]; [Fer91] et il ressort que :
  - ✓ pour un composite biphasé, les tenseurs élastiques sont toujours symétriques tant que tous les renforts sont parfaitement alignés ou répartis de manière complètement isotrope (et ce, quelle que soit leur forme).
  - ✓ Si une distribution d'orientation est considérée, la symétrie est garantie si les deux phases matrice et renfort sont isotropes (ce n'est pas le cas pour des fibres de carbone par exemple)
  - ✓ Pour un composite contenant plus de deux phases, la symétrie du tenseur effectif des rigidités est assurée si toutes les phases ont la même forme et rapport de forme et la même orientation.

### 3.2.4.3 Modèle autocohérent

Cette fois, plutôt que de choisir comme milieu de référence une des phases en présence (la matrice  $\mathbf{C}_0$  dans le cas de Mori-Tanaka), on va utiliser le milieu effectif lui-même.

Cette fois, aucune des phases ne jouant un rôle prépondérant par rapport aux autres, on les numérote de 1 à n. D'après Chou et coll. [Cho80] :

$$\tilde{\mathbf{C}}^{AC} = \left[ \sum_{r=1}^n \mathbf{f}_r (\mathbf{C}_r + \mathbf{C}^0)^{-1} \right]^{-1} - \mathbf{C}^* \quad (3-31)$$

Où cette fois  $C^*$  est évaluée pour la forme sphérique ou ellipsoïdale de la distribution des phases et pour le milieu effectif, ce qui rend l'expression implicite.

Dans ce modèle aucune phase n'a de rôle particulier, donc le modèle est peu adapté à des microstructures de type matrice/inclusions, mais il est pertinent pour des biphasés obtenus par métallurgie des poudres ou surtout pour des polycristaux. On l'utilise aussi parfois pour des composites quand la fraction volumique de renforts devient trop importante.

### **3.3 - Application aux matériaux de notre étude : cas de l'élasticité**

Pour prévoir le tenseur de rigidité de notre matériau composite nous nous baserons principalement sur le modèle de Mori-Tanaka avec un problème particulier à résoudre qui est celui de la prise en compte de la distribution d'orientation des fibres.

Nous considérerons donc un matériau à  $n$  phases, la phase 0 étant la matrice (un ensemble de la résine, du thermoplastique et des charges) dans lequel seront réparties des fibres a priori toutes identiques point de vue forme (ellipsoïde) et rapport de forme (rapport longueur sur diamètre) mais caractérisées chacune par une orientation particulière par rapport à la direction d'injection et donc représentant chacune une phase distincte.

Pour prendre en compte cette distribution d'orientation, deux solutions s'offrent à nous, solutions détaillées ci après.

#### ***3.3.1- Mori-Tanaka directe en utilisant la distribution d'orientation discrétisée***

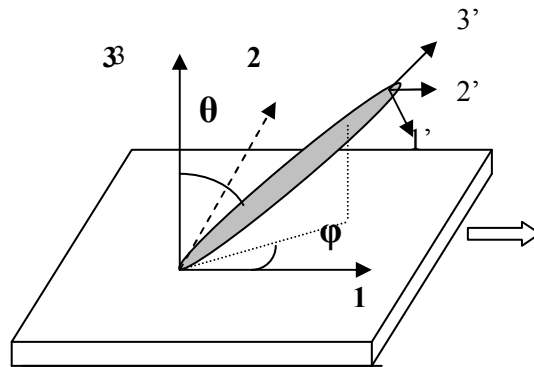
La première solution est d'utiliser le modèle de Mori-Tanaka précédemment décrit en prenant en compte autant de phases qu'il y a d'orientations différentes de fibres.

Les phases considérées sont donc la matrice, isotrope de tenseur de rigidité  $C_0$  et les fibres toutes isotropes et de même tenseur de rigidité  $C_1$  mais orientées chacune (par famille) dans une direction particulière. L'orientation ne va pas influencer sur les tenseurs de rigidité des différentes phases puisqu'ils sont tous isotropes mais va influencer sur le tenseur d'Eshelby. Ce tenseur est en effet toujours exprimé dans un repère particulier lié aux fibres. Si on se trouve en présence de fibres d'orientation différentes il est nécessaire de tout exprimer dans un même repère, qui est un repère macroscopique lié au matériau.

Dans le cas de  $n$  familles de renforts de fraction volumique  $f_r$ , d'orientation  $(\theta_r, \varphi_r)$  on aura :

$$\tilde{\mathbf{C}}^{MT} = \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r [\mathbf{C}_r : \mathbf{A}_r^{Esh}]^{rot} \right) : \left( \sum_{r=0}^n \mathbf{f}_r [\mathbf{A}_r^{Esh}]^{rot} \right)^{-1} \quad (3-32)$$

L'expression de  $\tilde{\mathbf{C}}^{MT}$  donnée ici permet de prendre en compte plusieurs familles de renforts d'orientations quelconques, en faisant intervenir la combinaison de rotation  $(\theta_r, \phi_r)$  de transformation du repère local du renfort dans le repère lié au chargement global



La matrice de passage du repère micro au repère macro s'exprime [Sch03] :

$$t_{ij} = \begin{bmatrix} m * p & -n & m * q \\ n * p & m & n * q \\ -q & 0 & p \end{bmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{aligned} m &= \cos \varphi \\ n &= \sin \varphi \\ p &= \cos \theta \\ q &= \sin \theta \end{aligned}$$

L'opérateur  $\mathbf{Q}$  de rotation, correspond à ce qui est noté  $[ ]^{rot}$  dans l'éq. 3-32 est obtenu par :

$$\mathbf{Q}^{rot}_{ijkl} = t_{im} t_{jn} t_{ko} t_{lp} \mathbf{Q}_{mnop}$$

La symétrie du tenseur de rigidité est assurée puisque on travaille sur deux phases isotropes couplée à une distribution d'orientations.

C'est une méthode lourde à mettre en œuvre surtout si on utilise une discrétisation fine de la distribution d'orientations mais l'avantage principal est que l'on peut avoir accès pour chaque famille à des informations particulières comme par exemple son état de contrainte moyenne en fonction de son orientation par rapport à une direction choisie dans le repère macroscopique.

Si on souhaite calculer les contraintes dans la fibre, exprimées dans le repère de la fibre (le plus approprié ici) on aura alors pour une fibre  $r$  :

$$\boldsymbol{\sigma}_r = \mathbf{B}_r : \bar{\boldsymbol{\sigma}} = \mathbf{C}_r : \mathbf{A}_r : \tilde{\mathbf{C}}^{MT} \quad (3-33)$$

avec

$$A_r = A_r^{Esh} : A_0^{rot} \quad (3-34)$$

### 3.3.2-Mori-Tanaka : procédure en deux étapes utilisant les tenseurs d'orientation

Dans le cas le plus général, pour un composite constitué d'une matrice  $m$  et de  $N$  phases  $r$  alignées (composite unidirectionnel), la formule de Mori-Tanaka pour les rigidités s'écrit : [Ben87], [Dra06]

$$\begin{aligned} C^{UD} &= C_0 + f(C_r - C_0) : A_r^{Esh} : [(1 - f)I + fA_r^{Esh}]^{-1} \\ A_r^{Esh} &= [I + S_r^{Esh} : C_0^{-1} : (C_r - C_0)]^{-1} \end{aligned} \quad (3-35)$$

En termes de souplesses, on a:

$$S^{UD} = (C^{UD})^{-1}$$

Si on incorpore l'orientation des fibres en pondérant les propriétés unidirectionnelles par la fonction de distribution d'orientation  $\psi(\theta, \phi)$ . Avec  $\Omega$  est une sphère unitaire, on peut écrire :

$$\tilde{S} = \int_{\Omega} S^{UD}(\theta, \phi) \psi(\theta, \phi) d\Omega \quad (3-36)$$

L'inconvénient d'utiliser la fonction de distribution d'orientation vient de son obtention longue et difficile expérimentalement. Advani et Tucker [Adv87], Pierard et coll. [Pie04] ont proposé une description simplifiée de l'état d'orientation en utilisant les tenseurs d'orientation.

Si le composite unidirectionnel fictif est isotrope transverse, ses propriétés représentées par des tenseurs  $Q$  d'ordre 4 symétriques, tels que  $Q_{ijkl} = Q_{jikl} = Q_{ijlk} = Q_{klij}$ , peuvent s'écrire comme la somme de 5 termes [Adv87]

$$\begin{aligned} S_{ijkl}^{UD}(\theta, \varphi) &= S_1(p_i p_j p_k p_l) + S_2(p_i p_j \delta_{kl} + p_k p_l \delta_{ij}) \\ &+ S_3(p_i p_k \delta_{ij} + p_l p_j \delta_{ik} + p_j p_l \delta_{ik} + p_j p_k \delta_{il}) + S_4 \delta_{ij} \delta_{kl} + S_5(\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \end{aligned} \quad (3-37)$$

Ou  $\delta_{ij}$  est le symbole de Kronecker et les cinq constantes  $S_i$  sont calculées à partir des 5 constantes indépendantes caractérisant le comportement isotrope transverse du composite unidirectionnel. Si on considère la direction 1 comme axe de symétrie, on a :

$$S_1 = S_{3333}^{UD} - 2 S_{3322}^{UD} + S_{2211}^{UD} - 4 S_{3232}^{UD} + 2 S_{2121}^{UD}$$

$$\begin{aligned}
 S_2 &= S_{3322}^{UD} - S_{2211}^{UD} \\
 S_3 &= S_{3232}^{UD} - S_{2121}^{UD} \\
 S_4 &= S_{2211}^{UD} \\
 S_5 &= S_{2121}^{UD} \quad (3-38)
 \end{aligned}$$

En moyenne, le tenseur de souplesse devient

$$\begin{aligned}
 S_{ijkl} &= \int_{\Omega} S_{ijkl}^{UD}(\theta, \phi) \nu(\theta, \phi) d\Omega \\
 &= S_1 a_{ijkl} + S_2 (a_{ij} \delta_{kl} + a_{kl} \delta_{ij}) + S_3 (a_{ik} \delta_{jl} + a_{il} \delta_{jk} + a_{jl} \delta_{ik} + a_{jk} \delta_{il}) \\
 &+ S_4 \delta_{ij} \delta_{kl} + S_5 (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (3-39)
 \end{aligned}$$

On remarque que le tenseur d'orientation d'ordre 4 ( $a_{ijkl}$ ) est inconnu. Dans notre cas, le tenseur d'orientation mesuré est un tenseur d'ordre 2. Il faut alors estimer des tenseurs d'ordre 4 à partir de ceux d'ordre 2 via les hypothèses des équations de fermeture.

Plusieurs hypothèses de fermeture ont été proposées, comme l'équation linéaire, l'équation quadratique ou l'équation hybride [Dra06].

L'équation linéaire, qui est exacte pour une distribution d'orientation de fibres complètement isotrope peut s'exprimer ainsi :

$$a_{ijkl}^L = -\frac{1}{35} (\delta_{ij} \delta_{kl} + \delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) + \frac{1}{7} (a_{ij} \delta_{kl} + a_{ik} \delta_{jl} + a_{il} \delta_{jk} + a_{kl} \delta_{ij} + a_{jk} \delta_{il} + a_{jl} \delta_{ik}) \quad (3-40)$$

L'équation quadratique, qui est exacte pour des fibres parfaitement alignées :

$$a_{ijkl}^Q = a_{ij} a_{kl} \quad (3-41)$$

Enfin, l'équation hybride, intermédiaire entre les équations linéaire et quadratique, pondérées par un coefficient,  $f$ ,  $0 \leq f \leq 1$ :

$$a_{ijkl}^H = (1-f) a_{ijkl}^L + f a_{ijkl}^Q \quad (3-42)$$

Advani Tucket [Adv87, 90] propose deux expressions pour  $f$ . L'une d'entre elles est :

$$f = 1 - 27 \det(a_{ij}) \quad (3-43)$$

Dans notre étude, nous utiliserons ces équations hybrides pour calculer le tenseur d'orientation d'ordre 4.

### 3.4- Intégration de la déformation par croissance de cavité

Que ce soit dans la matrice ou dans le composite, les micro-porosités sont présentes en quantité non négligeable (12 % en fraction volumique dans la matrice et 14% dans le composite) et surtout jouent un rôle important dans la description du comportement des matériaux puisqu'il semble que la non-linéarité observée du comportement en traction des BMC soit en partie due à l'accroissement de ces cavités sous charge et donc à une réduction de la rigidité instantanée du matériau.

Nous devons donc être capables d'intégrer la présence et la croissance des cavités dans les modèles d'homogénéisation choisis.

Trois problèmes se posent :

- Les micro-porosités sont entourées d'une coquille thermoplastique, faut-il le prendre en compte, quelle incidence sur le comportement global du matériau ?
- Les micro-porosités sont présentes initialement dans le matériau mais ne commencent à grossir qu'à partir d'un certain seuil de contrainte. Comment définir ce seuil ? Il semble de plus que ce seuil soit lié à la taille des porosités et dans les approches classiques d'homogénéisation une hétérogénéité est représentée morphologiquement par sa forme (ellipsoïde) et son élancement mais jamais par sa taille.
- Quelle loi choisir pour la croissance de cavités ? c'est une cavité entouré d'une coquille thermoplastique mais qui croit dans un milieu infini lui-même élastique

Nous apporterons des réponses partielles à l'ensemble de ces questions.

#### **3.4.1- Représentation d'une coquille thermoplastique**

Nous pouvons représenter l'effet de la coquille thermoplastique comme une inclusion enrobée. Différents modèles ont été mis en œuvre afin de montrer l'effet de l'enrobage sur le comportement thermo-élastique global des composites ainsi que sur les concentrations de contraintes dans les différentes phases. Ces modèles sont basés sur le schéma à trois phases de Christensen ou plus récemment les travaux de Mohammed Cherkaoui [Che02] qui ont fourni une nouvelle approche du problème d'inclusions enrobées de forme ellipsoïdale et de matériaux anisotropes à partir d'une démarche micromécanique en étendant la solution élémentaire d'inclusion d'Eshelby à la résolution du problème d'une inclusion enrobée ellipsoïdale en interaction avec un milieu homogène infini de référence. L'étude est restreinte

au cas des matériaux thermoélastiques linéaires, l'épaisseur de l'enrobage  $\Delta a$  est supposée très petite devant les dimensions caractéristiques de l'inclusion  $a$ .

Les équations sont ici particularisées au cas des matériaux isotropes et des inclusions sphériques pour lesquelles les solutions analytiques sont connues.

Il est ainsi possible de donner les relations de localisation dans le cas d'une inclusion simple puis dans le cas d'une inclusion enrobée.

Ainsi, si on note  $\overline{\varepsilon}$  la déformation appliquée à l'infini et  $\varepsilon_1$  la déformation moyenne dans l'inclusion et nous décomposons les déformations en partie sphérique et déviatorique.

Dans le cas particulier de l'inclusion sphérique dans un milieu isotrope, nous pouvons écrire :

- $k_0, k_1, k_c$  les modules de compressibilité de matrice, renfort et composite
- $\mu_0, \mu_1, \mu_c$  les modules de cisaillement de matrice, renfort et composite
- $\alpha_0$  et  $\beta_0$  viennent de la décomposition classique du tenseur d'Eshelby dans le cas

d'une sphère  $\alpha_0 = \frac{3k_0}{3k_0 + 4\mu_0}$  et  $\beta_0 = \frac{6}{5} \frac{k_0 + 2\mu_0}{3k_0 + 4\mu_0}$  avec milieu de référence matrice

- ✓ Si l'inclusion n'est pas enrobée :

$$\varepsilon_{1kk} = \frac{k_0}{k_0 + \alpha_0(k_1 - k_0)} \overline{\varepsilon}_{kk} \text{ et } \varepsilon_{1ij}^{dev} = \frac{\mu_0}{\mu_0 + \beta_0(\mu_1 - \mu_0)} \overline{\varepsilon}_{ij}^{dev}$$

- ✓ Si l'inclusion est enrobée :

$$\varepsilon_{1kk} = \frac{k_0}{k_0 + \alpha_0(k_1 - k_0) + \frac{\Delta a}{a} \left\{ \frac{\alpha_c k_0 (1 - \alpha_0) - \alpha_0 k_c (1 - \alpha_c)}{k_c} \right\} (k_1 - k_c)} \overline{\varepsilon}_{kk}$$

$$\varepsilon_{1ij}^{dev} = \frac{k_0}{\mu_0 + \beta_0(\mu_1 - \mu_0) + \frac{\Delta a}{a} \left\{ \frac{\beta_c \mu_0 (1 - \beta_0) - \beta_0 \mu_c (1 - \beta_c)}{\mu_c} \right\} (\mu_1 - \mu_c)} \overline{\varepsilon}_{ij}^{dev}$$

Nous voyons donc qu'il est théoriquement possible de prendre en compte une inclusion enrobée. Dans notre cas nous heurtons à plusieurs problèmes, l'enrobage n'est pas du tout d'épaisseur négligeable et donc les résultats présentés ici ne doivent en théorie pas pouvoir être appliqués. Le deuxième problème est que nous n'avons pas d'idée précise du module éventuel de rigidité à indiquer pour notre enrobage, nous pourrions prendre comme ordre de grandeur un module d'Young de 10MPa mais nous n'avons pas moyen de le vérifier.

Quand nous avons étudié le problème des inclusions enrobées, nous pensions également faire ressortir l'effet de taille observé sur le seuil de non linéarité en jouant sur l'épaisseur de cet enrobage. Les observations microstructurales nous ont montré que ce n'était pas l'approche adéquate puisque quelles que soient les formulations, le rapport  $\Delta a/a$  restait constant.

Nous avons finalement pris le parti de considérer les porosités sans enrobage. L'approximation ainsi réalisée n'a pu être quantifiée dans le cadre de ce travail.

### 3.4.2 - Seuil de croissance des porosités

Les observations expérimentales nous ont montré que la croissance de cavités ne débutait qu'à partir d'un certain seuil de contraintes et que ce seuil dépendait de la taille des cavités.

Afin de représenter cet effet de taille, tout en conservant notre approche micromécanique nous avons opté pour une approche énergétique des modèles d'homogénéisation, ces approches ont été développées par Mura [Mur87] et utilisées et étendues par Derrien [Der97].

Nous ne présentons ici que les principaux résultats.

Soit un composite D constitué d'une phase matrice et d'une phase hétérogénéité  $\Omega$ .

Si on note  $W$  l'énergie potentielle totale du composite soumis à une contrainte  $\bar{\sigma}$ , et  $W_0$  l'énergie potentielle qui existerait en l'absence d'hétérogénéité nous pouvons exprimer l'énergie d'interaction  $\Delta W$  liée à l'hétérogénéité :

$$\Delta W = W - W_0 = \frac{-1}{2} \int_{\Omega} \bar{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^* d\Omega \quad (3-44)$$

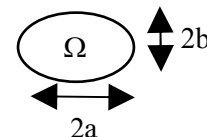
$\varepsilon_{ij}^*$  est la déformation libre de contraintes présente dans l'hétérogénéité, déformation introduite pour résoudre le problème d'élasticité hétérogène et s'exprimant de la manière suivante dans le cas du modèle de Mori-Tanaka :

$$\varepsilon^* = \mathbf{Q}_r : \varepsilon_0 \quad \text{avec} \quad \mathbf{Q}_r = -[(\mathbf{C}_r - \mathbf{C}_0) : \mathbf{S}_r^{Esh} + \mathbf{C}_0]^{-1} : (\mathbf{C}_r - \mathbf{C}_0) \quad (3-45)$$

$$\text{ou bien } \varepsilon^* = [\mathbf{C}_0 (\mathbf{I} - \mathbf{S}_r^{Esh})]^{-1} : \sigma_0 \quad (3-46)$$

$\varepsilon_0$  est la déformation dans la matrice entourant l'hétérogénéité.

Si  $\Omega$  est un ellipsoïde et  $\sigma$  homogène sur D, alors :



$$\Delta W = -\frac{1}{2} \left( \frac{4}{3} \pi a^2 b \right) \bar{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^* \quad (3-47)$$

Si maintenant nous supposons que cette hétérogénéité est une porosité, nous calculons l'énergie libérée lorsqu'elle s'accroît de  $\delta a$  et la notons J :

$$J = \frac{-1}{2\pi a} \frac{\delta W}{\delta a} \quad (3-48)$$

$$\frac{\partial W}{\partial a} = \frac{\partial(\Delta W + W_0)}{\partial a} = \frac{\partial \Delta W}{\partial a} \text{ et } \Delta W = -\frac{1}{2} \left( \frac{4}{3} \pi a^2 b \right) \bar{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^* \quad (3-49)$$

Si l'hétérogénéité est une porosité sphérique de rayon a,

$$\Delta W = -\frac{1}{2} \left( \frac{4}{3} \pi a^3 \right) \bar{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^* \quad (3-50)$$

$$J = \frac{-1}{2\pi a} \frac{\delta \Delta W}{\delta a} = \frac{-1}{2\pi a} (-2\pi a^2) \bar{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^* \quad (3-51)$$

$$J = a \bar{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^* \quad (3-52)$$

La valeur de J est donc une fonction à la fois de la taille de la porosité a, de la contrainte macroscopique imposée  $\bar{\sigma}_{ij}$ , et de la composition du VER par l'intermédiaire de la valeur de  $\varepsilon_{ij}^*$ .

$$J = a \bar{\sigma}_{ij} \left[ C_{0ijkl} (I_{ijkl} - S_{ijkl}^{Esh}) \right]^{-1} \sigma_{0kl} \quad (3-53)$$

Nous supposons que la croissance des porosités débutera quand J atteindra une valeur seuil notée  $J_{\text{critique}}$  à identifier pour notre matériau.

### 3.4.3 - Evolution de la croissance des cavités

Nous donnons ici un aperçu des modèles de croissance des cavités existant dans la littérature pour des cavités croissant dans des milieux élastique ou plastique.

#### 3.4.3.1 Cas d'une croissance dans un matériau plastique :

Un résumé des modèles a été réalisé par Dominique Francois et coll. [Fra09].

Pour une cavité isolée, un des premiers modèles développés est celui de McClintock qui a étudié la croissance d'une cavité cylindrique de rayon  $R$  dans un matériau parfaitement plastique qui s'allonge dans la direction de l'axe de la cavité et qui est soumis à une contrainte radiale  $\Sigma_r$  à l'infini :

$$\frac{dR}{R} = dE_{eq} \left[ \frac{\sqrt{3}}{2} sh \sqrt{3} \left( \frac{\Sigma_h}{\Sigma_{eq}} - \frac{1}{3} \right) - \frac{1}{2} \right] \quad (3-54)$$

$\Sigma_h$  est la contrainte hydrostatique, et  $\Sigma_{eq}$  est la contrainte équivalente von-mise.

Rice et Tracey ont proposé un modèle plus réaliste en partant de cavité sphériques de rayon  $R$  dans un massif infini de comportement rigide parfaitement plastique soumis à un chargement axisymétrique.

$$\frac{dR}{R} = A \cdot \chi \cdot dE_{eq} \exp\left(\frac{3}{2} \chi \frac{\Sigma_h}{\Sigma_{eq}}\right) - B \cdot \chi \cdot dE_{eq} \exp\left(-\frac{3}{2} \chi \frac{\Sigma_h}{\Sigma_{eq}}\right) \quad (3-55)$$

Expression dans laquelle  $\chi=1$  si la contrainte axiale est supérieure à la contrainte radiale et  $\chi=-1$  dans le cas contraire. Les premières estimations donnaient  $A=0.283$  et  $B=0.275$ . Aux forts taux de triaxialité des contraintes, on ne retiendra que le premier terme.

Le modèle de Rice et Tracey a été généralisé par Budianski, Hutchinson et Slutsky pour des matériaux écrouissables obéissant à une loi de viscosité de Norton-Hoff

$$\sigma = \sigma_0 \dot{\epsilon}^m$$

Ils obtiennent :

$$\frac{\dot{R}}{R} = \frac{1}{2} (\text{sign } \Sigma_h) \dot{E}_{eq} \left( \frac{3}{2} m \frac{|\Sigma_h|}{\Sigma_{eq}} + (1-m) [1 + m(0.4175 + 0.0144 \chi (\text{sign } \Sigma_h))] \right)^{\frac{1}{m}} \quad (3-56)$$

En utilisant les travaux de Ponte Castaneda [Pon 91] qui montre que lorsque la matrice se plastifie, les champs de contraintes et de déformations dans chacune des phases se décomposent en une partie moyenne et un champ local variant en tout point du volume, K.Derrien [Der97] a

montré que la surface seuil de plasticité d'un matériau poreux soumis à un champ de contrainte macroscopique  $S$  et contenant une fraction  $1-c_0$  de porosités pouvait s'écrire :

$$\Psi(\Sigma) = \frac{15-6c_0}{9c_0^2} \frac{\Sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} + \frac{9(1-c_0)}{4c_0^2} \frac{\Sigma_h^2}{\sigma_y^2} - 1 = 0 \quad (3-57)$$

Avec  $\sigma_y$  est le seuil d'élasticité de traction monotone.

A partir de cette surface seuil, il est possible de calculer le taux de croissance des cavités

$$\begin{aligned} \frac{\partial \Psi}{\partial \sigma_h} &= fp \frac{dV}{V} = 3fp \frac{dR}{R} \\ \frac{1}{\dot{\varepsilon}_{eq}^p} \frac{dR}{R} &= \frac{1}{3fp} \frac{\partial \Psi / \partial \sigma_h}{\partial \Psi / \partial \sigma_{eq}} \quad (3-58) \end{aligned}$$

$$\frac{1}{\dot{\varepsilon}_{eq}^p} \frac{dR}{R} = \frac{9}{4(3+2fp)} \frac{\sigma_h}{\sigma_{eq}} \quad (3-59)$$

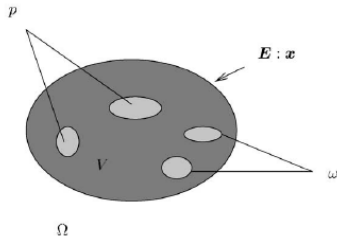
$$\frac{df_p}{f_p} = 3 \frac{dR}{R} = \frac{27}{4(3+2f_p)} tx \cdot d\varepsilon_{eq} \quad (3-60)$$

avec  $tx = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}$  : le taux de triaxialité des contraintes

### 3.4.3.2 Cas d'une croissance dans un matériau poro-élastique

Dans le domaine poro-élastique, Château & Dormieux et coll. ont étudié une approche micromécanique du comportement d'un milieu poreux non saturé dès 1998 [Buh][Cha98]. Par la suite, Dormieux, Kondo et coll. ont été développés ce problème en prenant en compte la coalescence des cavités et des microfissures [Dor02]. Les équations de base de poro-élasticité linéaire ont été présentées dans ses publications [Dor02] [Dor 06]. Ceci permet de calculer le taux de croissance des cavités d'un matériau poreux-élastique linéaire soumis à une sollicitation macroscopique et une pression interne dans les porosités.

On définit un V.E.R subissant une pression  $p$  à l'intérieur des porosités et une déformation macroscopique  $E$ .



Si l'isotropie est assurée aux deux niveaux : macroscopique (les module de compressibilité et de cisaillement sont  $k^{\text{hom}}$  et  $\mu^{\text{hom}}$ ) et microscopique de la phase solide (les module de compressibilité et de cisaillement sont  $k^s$  et  $\mu^s$ ), il est possible de définir un tenseur  $\mathbf{B}$  d'ordre 2 tel que

$$\mathbf{B} = \mathbf{b}\delta \quad \text{avec } \mathbf{b} = 1 - \frac{k^{\text{hom}}}{k^s} \quad \text{et dans ce cas}$$

$$\Sigma = k^{\text{hom}} \text{tr}(\mathbf{E})\delta + 2\mu^{\text{hom}} \mathbf{E}_d - \mathbf{b}\mathbf{p}\delta \quad (3-61)$$

La fraction volumique de porosités s'écrit alors

$$\mathbf{f} - \mathbf{f}_0 = \mathbf{B} : \mathbf{E} + \frac{\mathbf{P}}{\mathbf{M}} \quad (3-62)$$

$$\frac{1}{\mathbf{M}} = \frac{\mathbf{b} - \mathbf{f}}{k^s} \quad (3-63)$$

$$\mathbf{f} - \mathbf{f}_0 = \mathbf{b}\text{tr}(\mathbf{E}) + \frac{\mathbf{P}}{\mathbf{M}} \quad (3-64)$$

Dans notre cas, la porosité ne subit pas la pression du fluide, donc  $p=0$ . Les équations sont simplifiées

$$\mathbf{f} - \mathbf{f}_0 = \mathbf{f}\delta : \langle \boldsymbol{\varepsilon} \rangle_\omega = \mathbf{f}\delta : \langle \boldsymbol{\varepsilon}' \rangle_\omega = \mathbf{B} : \mathbf{E} = \mathbf{b}\text{tr}(\mathbf{E})$$

$$\text{avec } \mathbf{b} = 1 - \frac{k^{\text{hom}}}{k^s} \quad (3-65)$$

$$\text{Ou bien } \mathbf{f} = \left(1 - \frac{k^{\text{hom}}}{k^s}\right) \mathbf{E}_h \quad (\text{Solution de Kondo}) \quad (3-66)$$

Une autre étude de croissance de cavités est celle de Steenbrink et coll. [Ste97]. De ceux cas, la variation de volume de porosité totale durant le processus de déformation est :

$$\dot{\mathbf{f}} = (1 - \mathbf{f}) \text{tr} \mathbf{D}^p + \dot{\mathbf{f}}^e \quad (3-67)$$

Le premier terme  $(1 - \mathbf{f}) \text{tr} \mathbf{D}^p$  du à la déformation plastique, alors que le second terme  $\dot{\mathbf{f}}^e$  est associé à la dilatation élastique. Ce dernier a été estimé dans l'étude de Steenbrink par une solution de Lamé pour une sphère élastique soumis une contrainte hydrostatique :

$$\dot{\mathbf{f}}^e = \mathbf{f}_0 \frac{3 \dot{\sigma}_h}{4 \mu} \quad (3-68)$$

Où  $\mu$  est le module de cisaillement élastique.

F. Zaïri et coll. [Zai08] réécrit l'expression de  $\dot{\mathbf{f}}^e$  en considérant la décohésion interfaciale créée au cours de chargement comme une porosité qui va grossir. Au lieu de la contrainte hydrostatique microscopique, il utilise la contrainte hydrostatique macroscopique en ajoutant un paramètre  $\beta$ . Ce paramètre est introduit pour prendre en compte l'effet de l'interaction fibre-fibre.

$$\dot{\mathbf{f}}^e = \beta \mathbf{f}_0 \frac{3 \dot{\Sigma}_h}{4 \mu} \quad (3-69)$$

### 3.4.3.3 Notre solution

Aucune des solutions trouvées dans la littérature n'est globalement satisfaisante pour représenter notre problème. Nous avons les avons testées, nos cavités grossissent de manière beaucoup plus importante que si on considérait un matériau poro-élastique. Les solutions trouvées pour une cavité dans un milieu élasto-plastique ne sont pas satisfaisante non plus, nous ne sommes pas dans le cas d'une matrice incompressible. Nos premiers essais de simulation ont également montré que la croissance de cavités semblait dépendante du taux de triaxialité des contraintes  $\text{tx}$  dans la matrice, effet peut-être du à la présence de la coquille de thermoplastique.

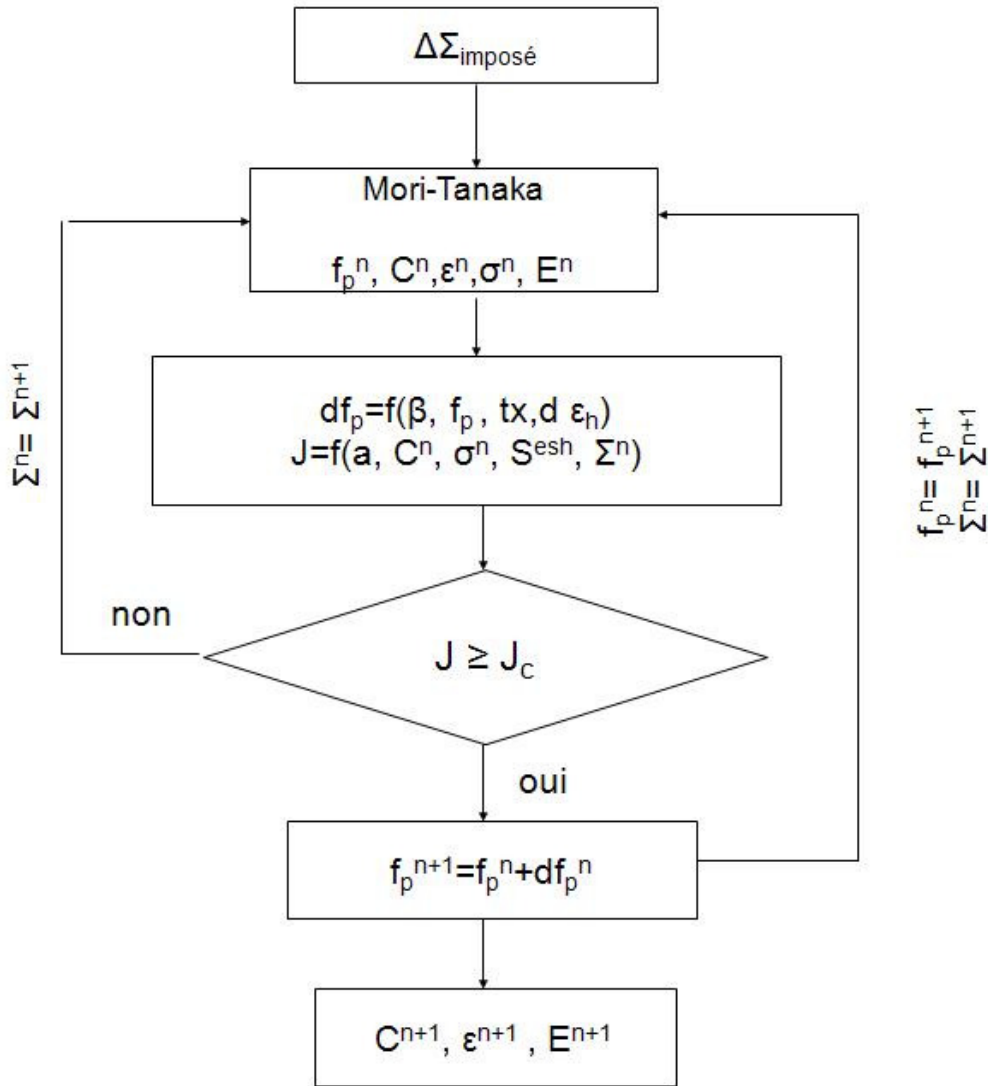
Nous avons finalement retenu une solution de la forme :

$$\boxed{\frac{d\mathbf{f}}{\mathbf{f}} = \beta \text{tx} d\varepsilon_h} \quad (3-70)$$

Où  $t_x$  est le taux de triaxialité,  $\epsilon_h$  est la déformation hydrostatique dans la résine autour de cavité.

L'algorithme ci-dessous (Figure 3-6) décrit la démarche de construction du modèle théorique simulant le comportement d'un matériau élastique poreux prenant en compte la croissance des cavités. Le matériau présente 2 phases : porosité et solide. Les fractions volumiques correspondantes sont  $(f_p, \mathbf{C}^p=0)$  et  $(1-f_p, \mathbf{C}^0)$ .

En utilisant la procédure d'homogénéisation de Mori-Tanaka classique (approche directe), on calcule à chaque incrément de contrainte macroscopique la rigidité macroscopique de la matrice poreuse  $L$  et la déformation macroscopique  $E$  du matériau homogène équivalent. Le taux d'énergie libéré par la porosité est calculé à chaque incrément, si cette valeur est inférieur à la valeur critique, la microstructure est la même qu'à l'étape précédente. S'il est supérieur, la microstructure évolue : la fraction volumique de porosité augmente, produisant ainsi un adoucissement du matériau. Nous présentons l'algorithme correspondant sur la figure suivante.



**Figure 3-6 : Algorithme du modèle de croissance de cavités pour la matrice**

Pour pouvoir appliquer ce modèle à notre matériau, il nous faut identifier expérimentalement la valeur  $J_{\text{critique}}$  et le paramètre  $\beta$ . Si nous disposons de différentes microstructures utilisant la même matrice poreuse, il est alors possible d'identifier ces paramètres sur une microstructure et de les valider sur les autres. La procédure d'identification est décrite dans le chapitre suivant.

### 3.5 - Prise en compte de décohésion d'interface fibre/matrice

#### 3.5.1- Détermination des champs de contrainte locaux

Afin d'intégrer l'endommagement par la décohésion d'interface dans la formulation de la loi de comportement, nous nous intéressons maintenant au calcul des champs de contraintes et de

déformations à l'interface fibre/matrice. Le modèle de Mori-Tanaka élastique nous permet de calculer les champs de contrainte et de déformation dans chacune des phases à travers les tenseurs de localisation et de concentration. Les champs à l'interface fibre/matrice sont déterminés en fonction des contraintes régnant au sein de la fibre ainsi que de la déformation de transformation.

Dans différents travaux, [Esh 57], [Tay 81], [Mur 87] est traitée la discontinuité de contrainte au niveau de l'interface fibre/matrice. La relation entre le saut de contrainte à l'interface renfort-matrice et la déformation de transformation  $\varepsilon_{kl}^*$  dans la fibre peut s'écrire comme suit [Fit96a], [Jen05].

$$\sigma_{int} = \sigma_{ij}^{renfort} \quad (3-71)$$

$$\sigma_{ext} = \sigma_{int} + C_{ijkl}^0 \varepsilon_{kl} \quad (3-72)$$

Avec

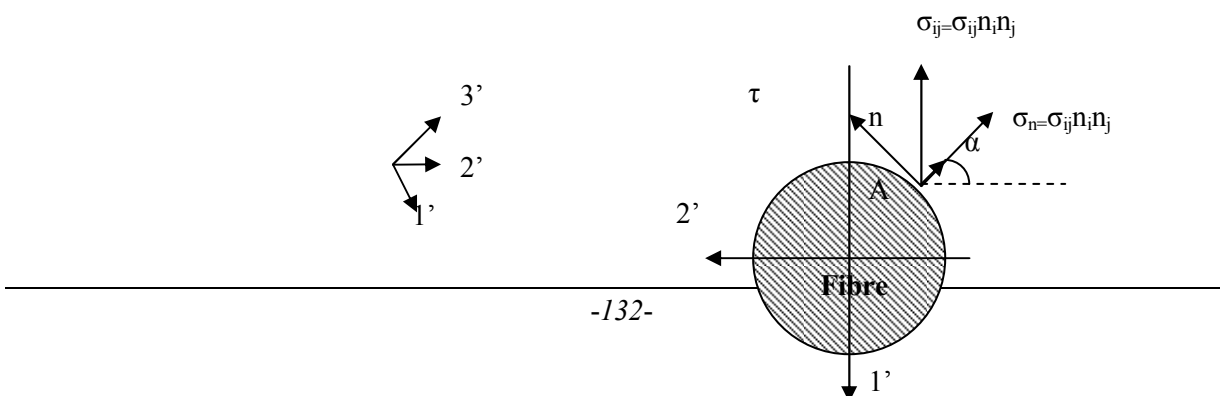
$$\varepsilon_{kl} = -C_{ijkl}^0 \varepsilon_{mn}^* M_{kp} n_q n_l + \varepsilon_{kl}^* \quad (3-73)$$

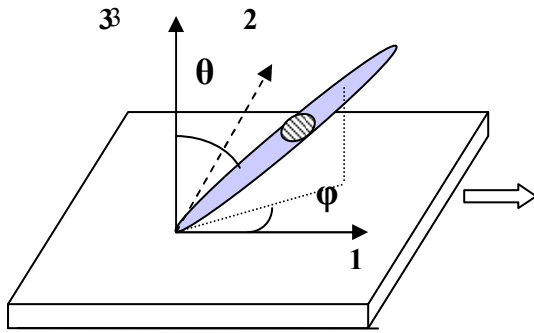
$$M_{kp} = \frac{1}{\mu_0} \left\{ \frac{\delta_{kp} - n_k n_p}{2(1-\nu_0)} \right\} \quad (3-74)$$

$C_{ijkl}^0$  est le tenseur de rigidité de la matrice et  $n$  est le vecteur normal au point de l'interface considéré.

$\mu_0, \nu_0$  sont les constantes d'élasticité de la matrice

On considère une fibre unitaire représentant la famille de fibre orientées  $(\theta, \varphi)$  dans le système d'axe adopté (1,2,3) indiqué sur la figure 3-7. Le vecteur  $\vec{n}$  est considéré comme le vecteur normal extérieur à la fibre au point A et  $\vec{T}$  est le vecteur contrainte sur ce point d'interface.





**Figure 3-7 : Définition d'un point A sur l'interface par trois angles ( $\varphi, \theta, \alpha$ )**

Une autre façon de déterminer l'état de contrainte à l'interface est présenté par Guo [Guo97]. Le tenseur de contrainte dans le renfort de la famille  $r$  est connu. :

$$\sigma_r(\theta, \varphi) = \mathbf{B}_r \Sigma \quad (3-75)$$

La contrainte normale à l'interface  $\sigma_n$  est facilement déterminée en utilisant la propriété de continuité de la contrainte normale à travers l'interface :

$$\begin{cases} \sigma_n = \vec{T} \cdot \vec{n} \\ \vec{T} = \sigma_r \cdot \vec{n} \end{cases} \quad (3-76)$$

La contrainte tangentielle est calculée par l'équation suivante :

$$\tau = \sqrt{\|\vec{T}\|^2 - (\sigma_n)^2} \quad (3-77)$$

Le vecteur  $\vec{n}$  dans le système d'axe (1, 2, 3) est :

$$\vec{n} = \begin{pmatrix} -\cos \alpha \cdot \sin \varphi + \sin \alpha \cdot \cos \theta \cdot \cos \varphi \\ \cos \alpha \cdot \cos \varphi + \sin \alpha \cdot \cos \theta \cdot \sin \varphi \\ -\sin \alpha \cdot \sin \theta \end{pmatrix}_{(1,2,3)} \quad (3-78)$$

Le vecteur contrainte  $\vec{T}$  est déterminé par  $\mathbf{Tj} = (\sigma_r)_{ij} \mathbf{n}_i$  (3-79)

### 3.5.2 - Probabilité de rupture à l'interface fibre/matrice

Le processus de rupture de l'interface fibre/matrice résulte d'une décohésion sur un ou plusieurs sites (points sur l'équateur de la fibre) émanant d'un couplage entre contraintes

normale et tangentielle. La combinaison entre ces deux composantes produit différents seuils macroscopiques d'endommagement en fonction des différents états de sollicitation [Fit95].

Plusieurs formes de critères de rupture interfaciale peuvent être adoptées. Elles consistent en différentes combinaisons de contraintes normales et tangentielles à l'interface. Dans leur travaux, Fitoussi [Fit95, 98], Guo [97] ont utilisé des critères de rupture ayant une forme linéaire ou quadratique. Le critère de type Coulomb est un critère linéaire :

$$R = \sigma_n + \beta\tau \leq R_0 \quad (3-80)$$

$\beta$  et  $R_0$  sont des paramètres à identifier. Ce critère est atteint lorsque  $R$ , la combinaison linéaire de  $\sigma_n$  et  $\tau$  atteint la valeur  $R_0$  [Fit95].

Un critère quadratique sous forme elliptique a été proposé dans les études de Fitoussi et Jendli [Fit 95], [Jen 05], sous la forme :

$$(\sigma_n / \sigma_0)^2 + (\tau / \tau_0)^2 = 1 \quad (3-81)$$

Dans ce critère les contraintes locales, normales et de cisaillement ( $\sigma_n, \tau$ ) au même point de l'interface fibre/matrice sont fonction de la charge macroscopique  $\Sigma$ , de l'orientation des fibres ( $\varphi, \theta$ ), du point considéré sur l'interface fibre/matrice (défini par l'angle  $\alpha$ ) et des caractéristiques mécaniques de chaque phase. Ici, deux paramètres intrinsèques de l'interface ( $\sigma_0, \tau_0$ ) seront identifiés suivant le matériau.

Pour les composites à fibres de verre discontinus, plusieurs études ont montré qu'il existe plusieurs types de dispersions de la microstructure. Par exemple le SMC présente souvent deux types de dispersions [Jen04], le premier type est dû à la présence des zones riches en matrice et d'autres riches en fibres, ceci fait donc appel à la notion de distribution de fraction volumique locale de fibres. Le second type est lié à la présence de porosités parfois relativement volumineuses qui peuvent parfois être très proches des fibres, donc influencer sur l'état de contrainte à l'interface des fibres. D'ailleurs, l'ensimage des fibres est souvent non homogène, ce qui conduit aussi à une source de dispersion des propriétés de l'interface fibre/matrice. C'est là raison pour la quelle, il est nécessaire d'introduire un aspect probabiliste sur le critère de rupture choisi.

Le couplage entre l'aspect probabiliste et le modèle de Mori-Tanaka que nous proposons est effectué à travers l'introduction de fonctions statistiques capables de traduire la cinétique de l'endommagement du type de décohésion [Fit96], [Mer02], [Jen05]. La cinétique des

mécanismes d'endommagement mise en jeu est régie par une probabilité de type Weibull [Jen05] :

$$P_r(\Sigma, \theta, \varphi, \alpha \dots) = 1 - \exp\left[-(f(\sigma_n, \tau, \sigma_0, \tau_0))^m\right] \quad (3-82)$$

La fonction  $f(\sigma_n, \tau, \sigma_0, \tau_0)$  peut prendre la forme d'un des critères de rupture interfaciale cités plus haut (linéaire ou quadratique), le paramètre  $m$  est un coefficient de sensibilité traduisant l'intensité de la dispersion de l'endommagement.

L'initiation de la rupture interfaciale est introduite dans le modèle multi-échelle par l'utilisation d'un critère local statistique Fitoussi, Meraghni et Jendli [Fit96], [Mer02], [Jen05]. Nous avons choisi la forme quadratique du critère de rupture à l'interface fibre-matrice. Il s'écrit donc sous la forme suivante :

$$P_r(\Sigma, \theta, \varphi, \alpha \dots) = 1 - \exp\left(-\left(\left(\sigma_n / \sigma_0\right)^2 + \left(\tau / \tau_0\right)^2\right)^m\right) \quad (3-83)$$

$(\sigma_0, \tau_0, m)$  sont donc les paramètres traduisant la résistance de l'interface fibre/matrice ainsi que la cinétique de l'endommagement du point de vue statistique.

Il y a deux méthodes pour évaluer le critère de rupture d'interface. Le premier consiste à évaluer le critère en chaque point de l'interface afin de déterminer un pourcentage de rupture de l'interface [Fit95], [Guo97]. La seconde méthode, consiste à évaluer le critère afin de rechercher le point pour lequel le critère est maximum [Jen05].

Dans notre étude, la décohésion à l'interface ne joue pas de rôle dans le déclenchement de la non-linéarité. Nous nous intéressons alors à l'évaluation de la fraction volumique des fibres déchaussées. Ainsi nous utiliserons la deuxième méthode dans la suite de l'étude.

### **3.5.3 - L'évolution de l'endommagement par décohésion d'interface**

Une fois que le critère est atteint sur un des points de l'interface fibre-matrice, il y a décohésion. Cette décohésion produit une diminution de la participation de la fibre au renforcement du composite. Il nous faut donc traduire cet effet. Plusieurs solutions ont été proposées. Elles procèdent toutes par le remplacement de la fibre décollée par un « renfort équivalent ».

#### **3.5.3.1 Renfort équivalent [Fit95]**

Une des approches proposées pour prendre en compte la présence des fissures et de l'existence de frottement interfacial est celle de Fitoussi. Le principe de ce modèle est basé sur l'étude de l'endommagement provoqué au niveau de l'interface. On remplace le système (a) (renfort déchaussée) par le système (b) de la figure 3-8 correspondant à une hétérogénéité non endommagée (changement de la rigidité du renfort dans la direction du décollement) possédant des caractéristiques mécaniques telles que les deux systèmes soient équivalents du point de vue des champs de contrainte.

Pour chaque chargement macroscopique donné, l'état d'endommagement interfacial de cette hétérogénéité est exprimé par des paramètres locaux. L'évolution de la rigidité résiduelle est déterminée par l'état d'endommagement atteint en fonction des contraintes interfaciales calculées par le modèle de passage micro-macro.

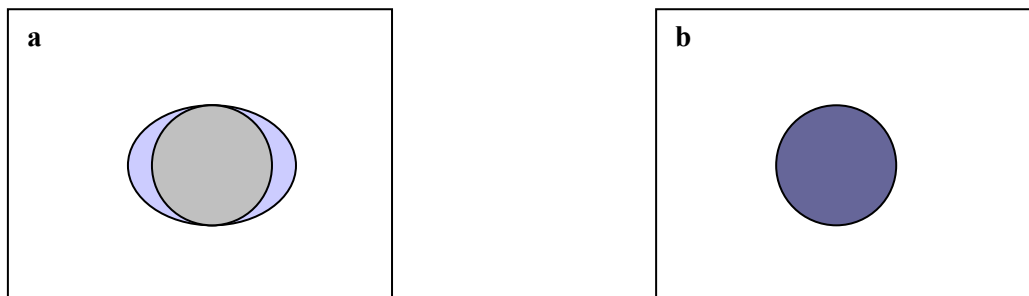


Figure 3-8 : Schéma de la méthode renfort équivalent [Fit95]

a) décohésion interface

b) Renfort équivalent

[Guo97] propose de remplacer le renfort endommagé par une quantité équivalente de matrice..

Des études récentes présentent la décohésion d'interface comme des microfissures, et donc la matrice + les microfissures sont remplacés par une matrice endommagée [Mer02], [Jen05].

Jendli [Jen05] propose de simplement amoindrir leur participation tout en continuant à leur donner un comportement isotrope. Grace à des calculs par éléments finis, [Fit95] estime cette dernière à 50% de celle d'une fibre non décollée. Ce résultat est repris par Jendli dans son approche. De plus, la présence de la fissure est simulée par l'introduction d'une hétérogénéité de rigidité nulle.

3.5.3.2 Remplacement de fibre déchaussée par un vide

F.Zairi et coll. [Zai08] ont proposé une autre méthode de prise en compte de la décohésion fibre/matrice. Après création de la décohésion, celle-ci est considérée comme une cavité. Chaque cavité est considérée comme un ellipsoïde de forme aplatie (penny shape) avec une rigidité nulle. Les fibres déchaussées ne contribuent plus au renforcement du composite.

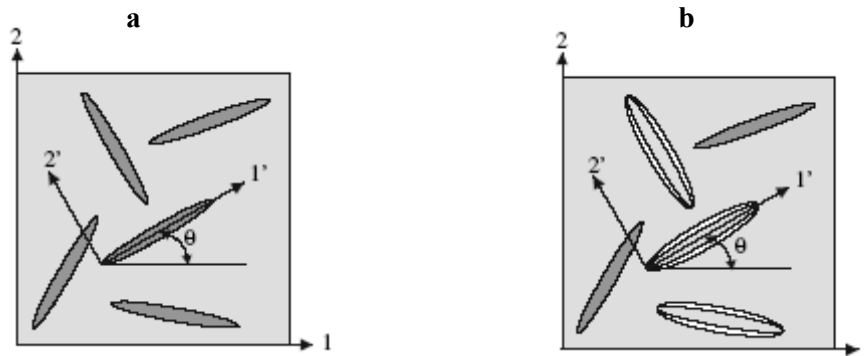


Figure 3-9 : Schéma du système composite avec décohésion d'interface [Zai08]

a) composites non-endommagé

b) composite avec décohésion d'interface

Dans notre étude, on se base sur l'idée de Zairi, qui est de remplacer des fibres endommagées par un renfort équivalent ayant une caractéristique mécanique nulle. Le composite comprend donc trois phases : matrice, fibres renforçantes, fibres déchaussées. La décohésion d'interface apparaît après le seuil de non-linéarité lorsque le critère local de décohésion à l'interface fibre-matrice est atteint. Il est donc nécessaire de prendre en compte l'aspect probabiliste pour estimer le taux des fibres endommagées. Pour la  $i$ -ème famille de fibres d'orientation défini par  $(\theta, \varphi)$ , la fraction volumique des fibres endommagées  $f_d^i$  est déterminée par le pourcentage des fibres endommagées par rapport à la fraction volumique totale de fibres  $f^i$  de cette famille. On va donc remplacer la fibre endommagée par un vide. Pour chaque famille de renfort, on calcule la valeur maximale de la probabilité de rupture atteinte sur l'interface (en fonction de l'angle  $\alpha$  autour de fibre) :  $\max \text{Pr}(\alpha)$ . La fraction volumique des fibres endommagées est calculée à travers la probabilité de rupture  $\max \text{Pr}(\alpha)$  à chaque incrément de charge :

$$f_d^i = f^i \cdot \text{Pr}(\varphi, \theta, \alpha)_{\max \alpha}$$

C'est donc cette proportion des fibres qui sera remplacée par une deuxième phase de fibres à caractéristique nulle pour chaque famille d'orientation  $(\theta, \varphi)$ .

### 3.5.4- Algorithme du modèle d'endommagement à l'interface fibre/matrice

L'endommagement par décohesion des fibres est intégré dans le modèle suivant l'algorithme présenté sur le schéma ci-après :

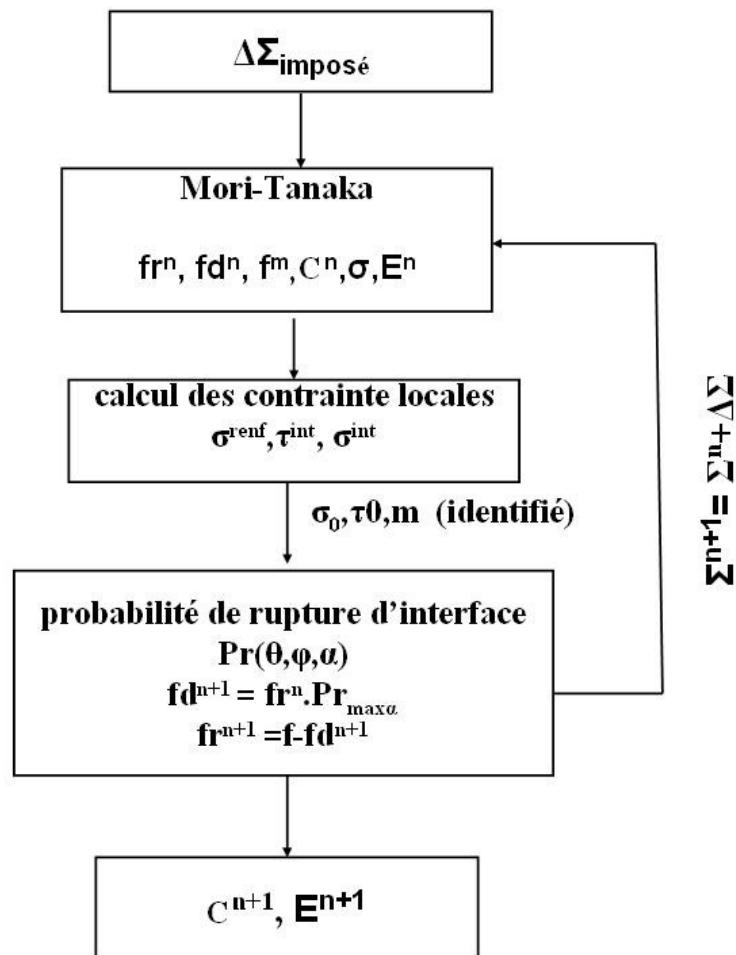


Figure 3-10 : Algorithme du modèle d'endommagement de l'interface fibre/matrice

Le composite présente donc 3 phases : matrice ( $f^m$ ), fibre renforçante ( $fr$ ) et fibre endommagée ( $fd$ ).

$$\theta^n, \varphi^n, f, fd^n, fr^n, f^m$$

$$f = fr^n + fd^n, f^n + f^m = 1$$

Au départ :  $fd^0 = 0, fr^0 = f$  : taux de fibres initial de la formulation

A chaque incrément  $n+1$  du chargement :  $fd^{n+1} = Pr^n \cdot fr^n$

On définit alors un nouveau matériau

$$\theta^n, \varphi^n, f, fd^{n+1}, fr^{n+1}, f^m$$
$$f = fr^{n+1} + fd^{n+1}, f^n + f^m = 1$$

A chaque incrément de charge, l'introduction des fibres endommagées de caractéristique nulle produit une diminution progressive de la rigidité du composite. L'endommagement est caractérisé par une chute de module Young en fonction du chargement.

### 3.6 - Algorithme final du modèle

On peut considérer que le composite BMC est physiquement composé de quatre phases : la résine UP/ST/PS, les micro-porosités, les charges ATH, les fibres (et ou billes) de verre.

Nous allons réaliser la modélisation micromécanique de ce matériau en plusieurs étapes en considérant que le BMC est composé d'une matrice primaire poreuse renforcée par des fibres ou billes de verre.

Plusieurs raisons guident ce choix :

- si nous considérons la résine comme étant la matrice du composite dans le modèle de Mori-Tanaka, la fraction volumique des hétérogénéités (porosités, ATH, verre) sera beaucoup trop importante pour rester dans un cadre de validation du modèle.
- Toujours en considérant la résine comme matrice du composite, nous aurons plusieurs familles de renforts de propriétés différentes et donc nous serons directement dans un cadre pour lequel le modèle de Mori-Tanaka donne des résultats critiquables du point de vue de la symétrie du tenseur de rigidité

Dans la suite nous adopterons donc les dénominations suivantes :

- Matrice primaire : Résine UP/ST/PS + Charges ATH
- Matrice primaire poreuse ou Matrice (du composite) : Matrice primaire + porosités
- Composite BMC : Matrice + fibres (et ou billes ) de verre.

La matrice primaire est élastique, isotrope, nous la définirons uniquement par son tenseur de rigidité. Ce tenseur sera déterminé expérimentalement et par méthode inverse.

La matrice ou matrice primaire poreuse a un comportement élastique non linéaire compte tenu de la croissance des cavités au cours du chargement. Sa composition varie avec le chargement.

Le composite est donc une matrice renforcée de fibres ou billes de verre. Les fibres de verre sont susceptibles de se déchausser au cours du chargement. On a ici encore une microstructure évolutive

Le comportement du composite est donc réalisé en deux étapes d'homogénéisation :

Homogénéisation 1 :

- matrice + fibres = composite

Homogénéisation 2 :

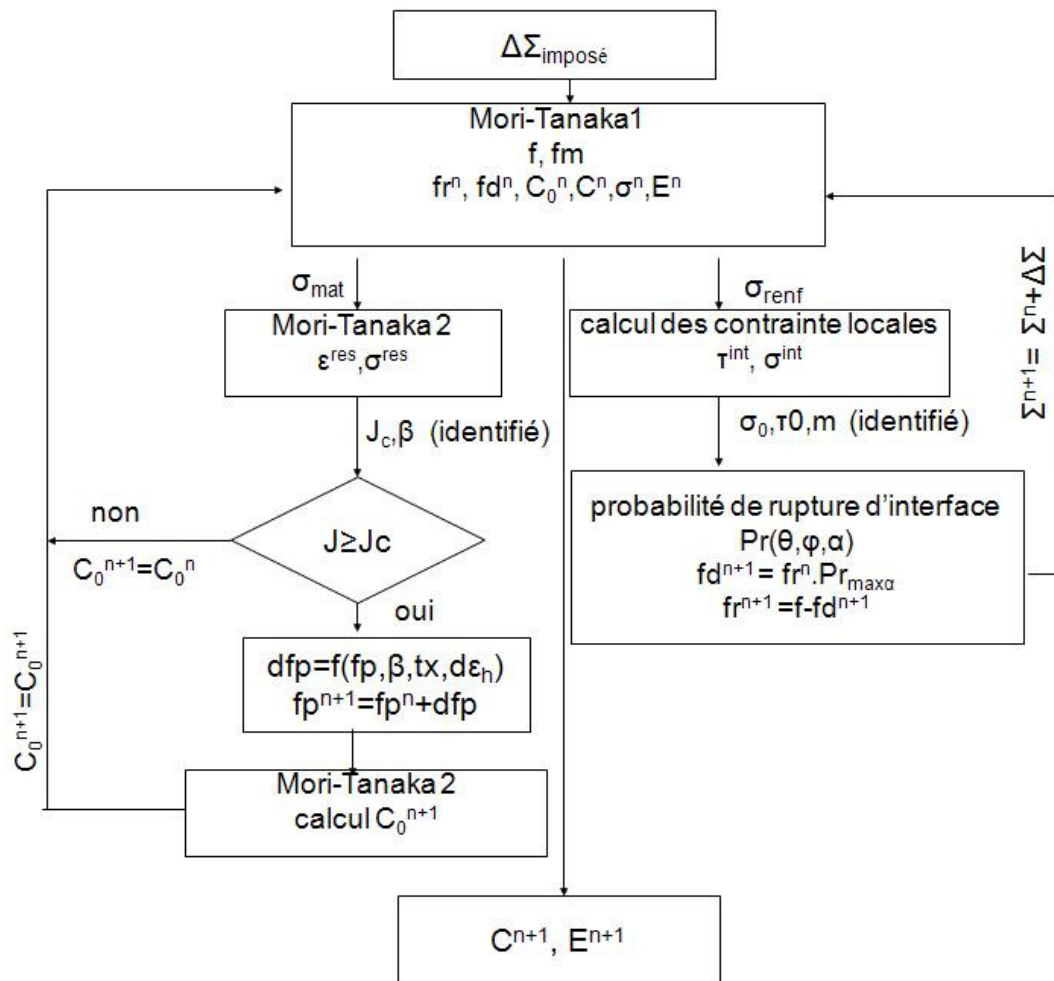
- matrice primaire (résine + charges) + trous = matrice poreuse primaire = matrice

**Étape1:** La matrice de rigidité du composite  $C$  sera calculée par la procédure Mori\_Tanaka1 :

$(f^m, C_0)$  : fraction volumique et matrice de rigidité de la matrice

$(f, C_r)$  : fraction volumique et matrice de rigidité des fibres et  $f=1-f^m$ . Cette fraction de fibres est elle-même décomposée en  $f=f_r+f_d$ ,  $f_r$  fraction de fibres intactes,  $f_d$  fraction de fibres déchaussées. Les contributions respectives de  $f_r$  et  $f_d$  varient avec le chargement.

**Étape2:** La matrice est obtenue par homogénéisation de la matrice primaire  $(1-f_p, C_s)$  et des trous  $(f_p, C_p=0)$ . La fraction volumique de trous évolue avec le chargement compte tenu du phénomène de croissance de cavités.



**Figure 3-11: Algorithme du modèle d'endommagement par croissance de cavité et décohésion d'interface fibre/matrice**

A chaque incrément de chargement, on calcule l'état de contrainte dans la matrice ainsi que dans les renforts.

L'état de contrainte dans la matrice nous permet de calculer le taux de libération d'énergie potentielle  $J$ , et en deuxième étape d'homogénéisation le taux de croissance de cavité. Si le  $J$  est encore inférieur à  $J$  critique, on repart avec la même matrice primaire poreuse. Si le critère  $J_{\text{Critique}}$  est atteint, la fraction volumique des porosités évolue, une matrice primaire poreuse nouvelle avec une rigidité  $C'_0$  plus souple est considérée à l'incrément suivant.

Dans l'étape d'homogénéisation matrice + renforts, l'état de contrainte dans les fibres nous permet de calculer les contraintes à l'interface fibre/matrice et donc la probabilité de rupture interfaciale. Quand la rupture interfaciale apparaît pour une famille de fibres d'orientation donnée, les contributions respectives fibres intactes et fibres endommagées de cette famille sont réactualisées dans l'incrément de contrainte suivant.



## Chapitre 4

### Préviation du comportement de la matrice

---

*Résumé : Dans le chapitre 4, nous avons adapté le modèle à la description du comportement de la matrice (Résine poreuse + Charges) représentative du composite.*

*Nous avons ainsi simulé le comportement de différentes formulations de matrice en faisant varier la taille des particules d'alumine et nous avons des résultats tout à fait cohérents avec les mesures expérimentales, nous confortant dans le choix de la représentation et de la modélisation et attestant du caractère prédictif de cette modélisation.*

---

<b>Chapitre 4 - Préviation du comportement de la matrice.....</b>	<b>143</b>
4.1 - Introduction.....	144
4.2 - Détermination des propriétés de la matrice primaire par méthode inverse.....	144
4.3 - Identification des paramètres de la loi de comportement .....	145
4.4 - Validation : Préviation de la loi de comportement des différentes formulations.....	150
4.5 - Conclusion .....	152

---

## 4.1 - Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'utiliser les modèles d'homogénéisation et les résultats expérimentaux afin de prévoir le comportement de la matrice du composite BMC.

Nous rappelons que nous adoptons les dénominations suivantes :

- ✓ Matrice primaire : Résine UP/ST/PS + Charges ATH
- ✓ Matrice primaire poreuse ou Matrice (du composite) : Matrice primaire + porosités
- ✓ Composite BMC : Matrice + fibres (et ou billes) de verre.

Plusieurs problèmes se posent :

- Nous ne disposons pas de matrice seule : la matrice in-situ des composites étudiés n'a pas exactement la même formulation que les matrices étudiées au chapitre 2. Le taux de charges minérales de type ATH est différent. Nous devons donc avoir recours à une méthode inverse pour déterminer la rigidité de la matrice in-situ. Les résultats seront exposés dans le chapitre 5.
- Nous avons identifié au chapitre 2 un mécanisme d'endommagement en croissance de cavités dans la matrice, mécanisme susceptible d'expliquer le comportement non linéaire observé. Nous devons valider cette hypothèse.
- L'intérêt de nos approches réside dans leur caractère prédictif, nous devons donc montrer que les algorithmes mis en place sont suffisamment robustes pour donner des résultats pertinents quand on change la formulation de cette matrice. Nous le ferons en travaillant sur plusieurs formulations.

## 4.2- Détermination des propriétés de la matrice primaire par méthode inverse

Nous disposons de trois formulations de la matrice F8, F9, F10. Rappelons que ce sont des systèmes UP/St/TP chargés à 60% en masse de charge d'aluminium tri hydraté ATH mais avec des charges de différentes tailles. Les micro-vides occupent donc la même fraction volumique pour les trois matrices mais présentent des tailles différentes. L'analyse expérimentale (chapitre2) a mis en évidence que les propriétés élastiques ne sont pas influencées par la taille des micro-porosités de retrait.

La matrice est considérée comme un matériau biphasé : matrice primaire + trous.

Nous disposons de certains résultats expérimentaux : le module Young, le coefficient de Poisson de la matrice et le pourcentage de porosités. D'après l'étude de S.Teyssier, l'ordre de grandeur de la fraction volumique des porosités mesurée dans le composites est de 12%, et donc égale à 14% dans la matrice [Tey02]. Nous pouvons retrouver les propriétés élastiques de la matrice primaire par méthode inverse et le modèle Mori-Tanaka.

Connaissant la valeur moyenne du module d'Young de la matrice (F8, F9, F10), soit 8.5 GPa ainsi que la fraction volumique de porosité soit 14 %, on peut calculer le module d'Young  $E_0$  de la matrice primaire ou résine chargée qui est de 11 GPa. Le coefficient de Poisson est de 0.33

### 4.3 - Identification des paramètres de la loi de comportement

Nous avons identifié au chapitre 2 un mécanisme d'endommagement de la matrice en croissance de cavités, cette croissance débutant pour un seuil de contrainte critique qui correspond au seuil de non linéarité du matériau.

Si nous voulons prévoir la loi de comportement de la matrice en dehors du domaine élastique nous devons donc identifier les paramètres représentatif du seuil de non linéarité de la croissance

#### 4.3.1 - Détermination du seuil de non-linéarité

Au chapitre 3 nous avons supposé que la croissance de cavités débutait pour un taux de libération d'énergie critique  $J_{critique}$ .

Rappelons en référence au paragraphe 3.4.1 du chapitre3, la formule du taux de libération d'énergie autour d'un trou calculé par le modèle Mori-Tanaka [Der97] :

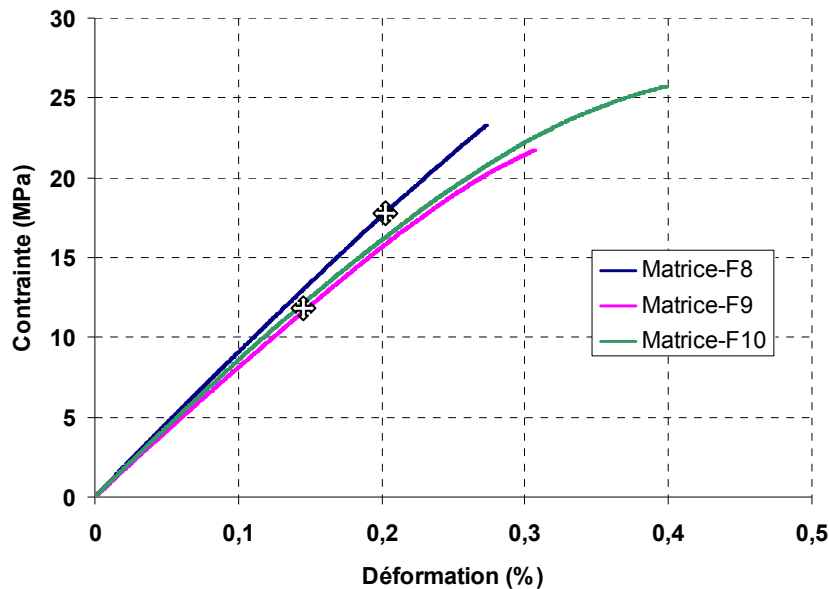
$$J = a \sum_{ij} \left( (C_0)_{ijkl} \left( I_{ijkl} - S_{ijkl}^p \right) \right)^{-1} (\sigma_0)_{kl}$$

La valeur de J calculée par la méthode de Mori-Tanaka dépend à la fois de la taille moyenne de porosité a, de la contrainte macroscopique  $\Sigma_{ij}$  et d'un terme d'interaction micro-macroscopique par le biais du tenseur d'Eshelby et du calcul du tenseur des contraintes à l'échelle microscopique dans la matrice  $\sigma_0$  (ici la matrice primaire : résine chargée).

Quand trois formulations de matrice F8, F9 et F10 sont soumises au même chargement macroscopique, les tenseurs d'Eshelby associés aux porosités sont identiques dans les trois cas de même que la contrainte à l'échelle microscopique  $\sigma_0$ .

Seule la taille des porosités est différente pour les trois formulations et donc conduira à une valeur de  $J$  différente pour une contrainte macroscopique imposée.

A partir des courbes expérimentales de la formulation F9, on détermine le seuil de non-linéarité  $\Sigma_{seuil}$  soit 10MPa et la taille de porosité  $2a$  soit 33 $\mu$ m. En utilisant le modèle Mori-Tanaka élastique, le paramètre  $J_{critique}$  a été identifié par méthode inverse, égal à  $J_{cr}=10$  MPa.mm.



**Figure 4-1 : Validation du  $J_{critique}$  pour les trois formulations de la matrice**

La valeur de  $J_{critique}$  identifiée pour la matrice F9 a été validée pour les deux autres formulations F8, F10. Pour chacune de ces deux formulations on a utilisé  $J_{critique}$  pour calculer la contrainte seuil correspondante. Les résultats de modélisation sont :  $\Sigma_{seuil}=17$ MPa pour F8 ( $2a=8.9\mu$ m) et  $\Sigma_{seuil}=10$ MPa pour F10 ( $2a=31\mu$ m). En comparant aux résultats expérimentaux, soit respectivement  $16,2 \pm 1.8$  MPa et  $11.8 \pm 1.3$  MPa) (Figure 4-1), on a trouvé un écart respectivement de 4.7% et 10%. L'écart un peu plus important trouvé pour la formulation 10 est cohérent : pour cette formulation nous avons un mélange de particules de grande taille et de petite taille, nous avons introduit dans le modèle une taille de porosité moyenne mais nous n'avons pas pu tenir compte de certaines porosités de très petites tailles qui sont difficilement décelables. Nous sous-estimons donc un peu la contrainte seuil mais compte tenu de la dispersion observée dans les résultats expérimentaux c'est tout à fait acceptable.

Nous avons donc bien validé un coté prédictif du modèle de seuil.

Nous pouvons aller plus loin dans le caractère prédictif et prévoyant par exemple les surfaces seuil de non-linéarité, ce qui permet d'étendre le modèle aux essais bi-axiaux par exemple. Nous n'avons par contre pas de résultat expérimental à mettre en regard de la simulation.

Le matériau est isotrope donc la surface seuil pour la sollicitation monotone en traction est un quart de cercle (Figure 4-2).

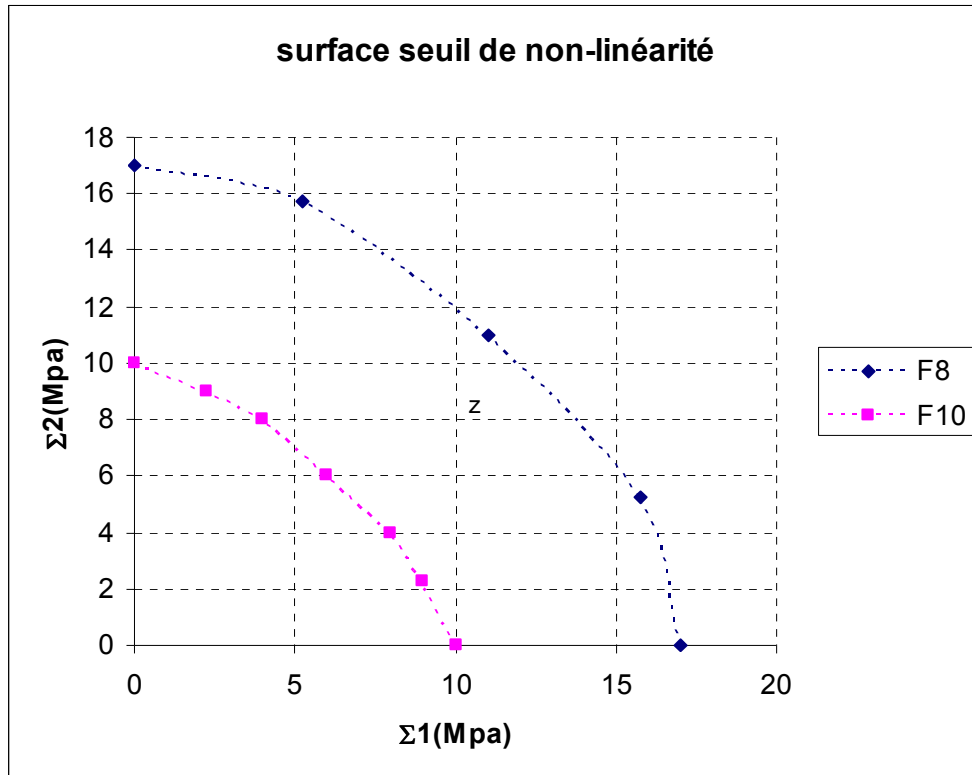


Figure 4-2 surface seuil de non linéarité

Dans le cas de la formulation 9, la taille de porosité est très proche de celle de la formulation 10, donc le surface seuil de non-linéarité est superposée avec celui de la formulation F10.

#### 4.3.2 - Identification du paramètre d'évolution de croissance de cavités

Rappelons que l'évolution de la croissance de cavité est une fonction du taux de triaxialité et de la déformation hydrostatique dans la résine solide (paragraphe 3.4.2).

$$\frac{df_p}{f_{p0}} = \beta \cdot tx \cdot d\varepsilon_h \Rightarrow df_p = \beta f_{p0} \cdot tx \cdot d\varepsilon_h$$

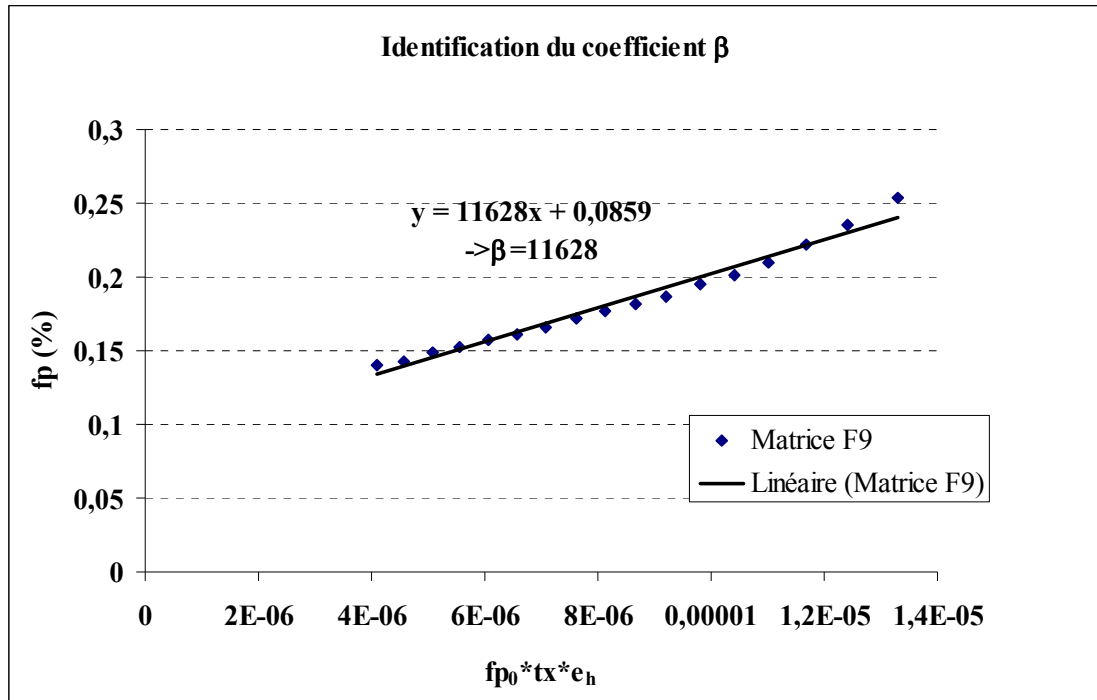
Notre modèle de croissance de cavité rend compte de la non-linéarité à travers l'évolution de la microstructure : à chaque niveau de chargement, on a un nouveau matériau avec une nouvelle fraction volumique de porosité  $f_p$ , donc un nouveau module d'Young. L'approche proposée est donc une procédure incrémentale avec microstructure évolutive.

Nous avons trois formulations de la matrice. Chacune d'elles contient la même fraction volumique de porosité. Par conséquent, pour un même état de contrainte macroscopique, l'état de contrainte dans la matrice solide est le même. Le paramètre d'interaction  $\beta$  est donc commun aux trois microstructures.

On va identifier ce paramètre  $\beta$  sur la formulation F9 et tenter de valider ce résultat sur les autres formulations. Choisissons une courbe de traction de la formulation F9, on va prendre 25 points correspondant à 25 pas de chargement de 1Mpa jusqu'à rupture. Les 11 premiers points se situent dans le domaine élastique donc le module d'Young est constant. Pour les points 12 à 25, on peut calculer un module Young sécant à chaque point. En utilisant le modèle Mori-Tanaka élastique en méthode inverse, on peut calculer la fraction volumique des porosités correspondante de manière à retrouver le module d'Young sécant correspondant à chaque point.

$\Sigma_{macro}$ (MPa)	$\epsilon_{macro}$ (%)	$E_m$ (MPa)	fp identifié(%)	$\epsilon_h$ résine (%)	tx
...	...	...	...	...	...
12	0,1444	8,31E+03	0,152	0,0119	0,33
13	0,1581	8,22E+03	0,157	0,013	0,33
14	0,1717	8,15E+03	0,161	0,0141	0,33
15	0,1859	8,07E+03	0,166	0,0152	0,33
...	...	...	...	...	...
22	0,2994	7,35E+03	0,210	0,0236	0,33
23	0,3206	7,17E+03	0,222	0,025	0,33
24	0,3449	6,96E+03	0,235	0,0266	0,33
25	0,3746	6,67E+03	0,254	0,0285	0,33

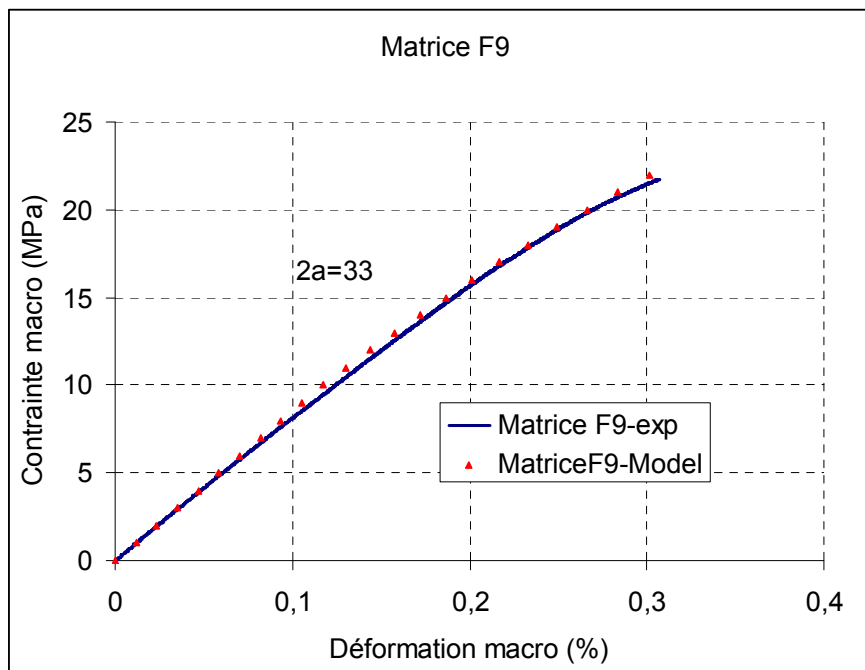
**Tableau 4-1 : Identification du taux des porosités de la formulation F9**



**Figure 4-3 : Identification du coefficient d'évolution de croissance  $\beta$**

La pente de la courbe (Figure 4-3) nous donne la valeur  $\beta$  soit 11628.

Ayant identifié la valeur  $J_{critique} = 10 \text{MPa} \cdot \text{mm}$  et le coefficient  $\beta = 11628$ , on construit notre modèle de croissance de cavité d'après l'algorithme du paragraphe 3.4.3. On obtient ainsi une simulation de la courbe de traction de la formulation F9. Voir la Figure 4-3 qui valide ces deux valeurs identifiées.



**Figure 4-3 Prédiction du comportement de la matrice F9**

#### 4.4 - Validation : Prédiction de la loi de comportement des différentes formulations

En identifiant la fonction de  $\beta(f_p)$  et la valeur  $J_{critique}$  de la formulation F9, on peut prévoir le comportement des autres formulations, F8 et F10. Les courbes simulées sont en bonne corrélation avec les courbes expérimentales. L'approche énergétique couplée à l'algorithme de croissance de cavités donne donc des résultats tout à fait cohérents avec les résultats expérimentaux.

Le caractère prédictif du modèle est validé au moins en traction simple. La construction du modèle permet de l'utiliser pour n'importe quel type de chargement (monotone) mais nous n'avons pu le valider expérimentalement.

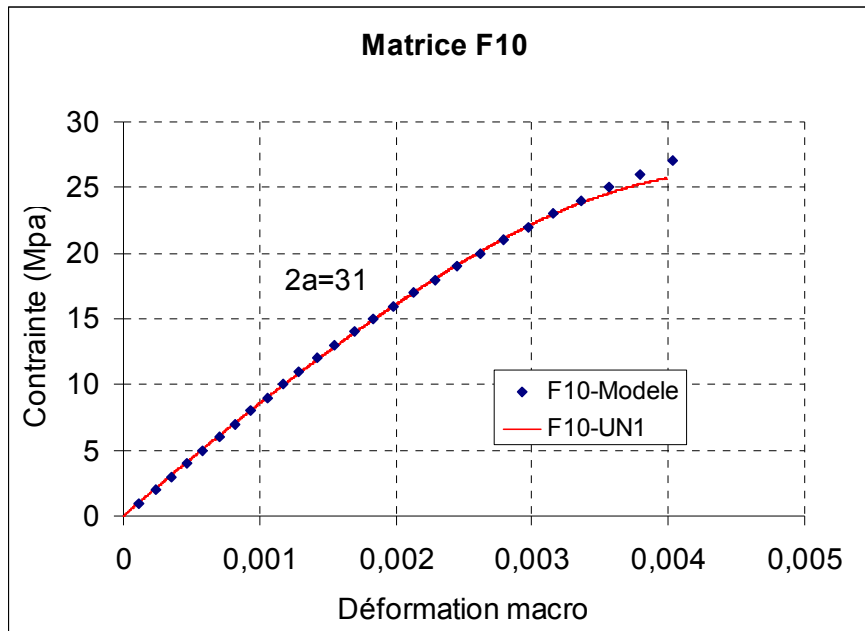


Figure 4-4 Validation du coefficient de la croissance  $\beta= 11628$  pour F10

L'allure de la courbe ci-dessus illustre le mécanisme de déformation par croissance de cavités.

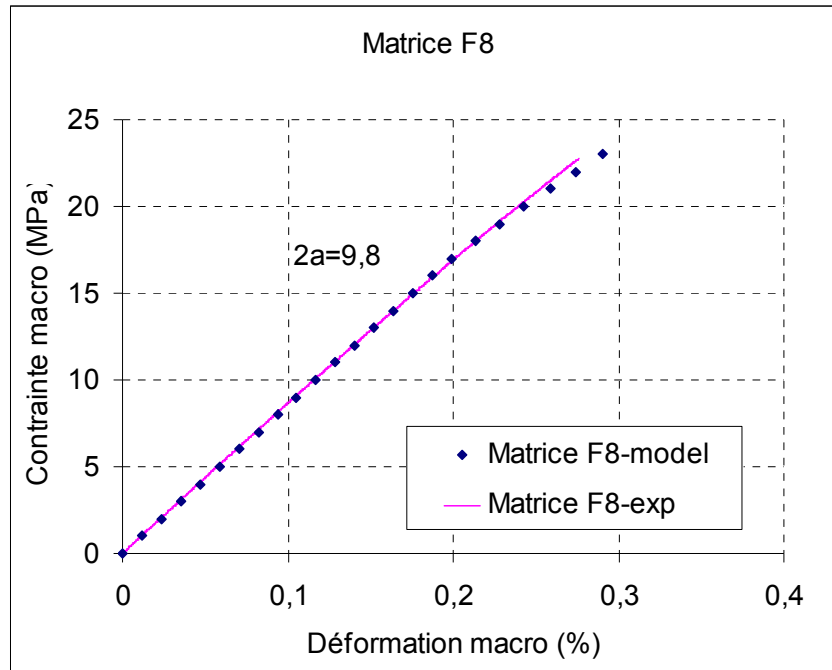


Figure 4-5 Prédiction du comportement de la matrice F8

**Prédiction du seuil de non-linéarité de la courbe charge/décharge**

Em – expérimental (GPa)	fp identifié (%)	2a correspondant ( $\mu\text{m}$ )	$\Sigma$ seuil prévu (MPa)	$\Sigma$ y expérimental (Mpa)
8,29	0,152	33,96	11	
8,22	0,157	34,3	11	11.5
8,12	0,163	34,78	11	10.5
7,91	0,176	35,81	10	10.3
7,7	0,189	36,83	10	9.1

Tableau 4-2 : Prédiction du seuil de non-linéarité des trajets de charges de la formulation F9

Comme présenté dans la partie expérimentale (paragraphe 2.4.2.8), les essais de charge-décharge montrent un seuil de linéarité qui diminue après chaque rechargement. Ceci est dû à la non refermeture totale des porosités. A chaque rechargement on redémarre avec un matériau nouveau qui contient davantage de porosités que le matériau de départ. Nous pouvons évaluer cette fraction volumique de porosités en nous basant sur la mesure du module d'Young au rechargement. Nous avons effectué ces identifications puis recalculé à chaque fois le nouveau

seuil de non-linéarité. Les résultats sont présentés Tableau 4-2 et donnent les mêmes tendances que l'expérience. Ceci valide un peu plus notre critère de non-linéarité.

## **4.5 - Conclusion**

Un modèle d'homogénéisation de type Mori-Tanaka a été choisi pour modéliser le comportement du matériau. Ce modèle prédit bien les propriétés élastiques des composites et des matrices multi-phasées.

Le caractère prédictif du modèle est validé au moins en traction simple. La construction du modèle permet de l'utiliser pour n'importe quel type de chargement (monotone) ce qui sera utile lors de la modélisation du matériau composite BMC, puisque dans un cas de chargement uniaxial du composite, l'état de contrainte dans la matrice sera lui triaxial.

# Chapitre 5

## Pr evision du comportement des composites BMC

---

*R esum e : Dans le chapitre 5, le mod ele est cette fois utilis e pour le comportement des composites BMC. Nous avons fait varier  a la fois les formulations en jouant sur les distributions d'orientations de fibres mais  egalement sur le taux de fibres en effectuant des m elanges fibres de verre, billes de verre. Nous avons  egalement fait varier les directions de sollicitations pour tenir compte du comportement anisotrope de ces mat eriaux.*

---

Chapitre 5 - Pr�evision du comportement des composites BMC.....	153
5.1 - Introduction.....	154
5.2 - Pr�ediction des propri�etes �elastiques .....	154
5.3 - Pr�ediction des seuils de non-lin�earit�e des composites .....	161
5.4 - Identification des param�etres du crit�ere de d�ecohe�sion d'interface .....	163
5.5 - Validation du mod�ele pour diff�erents composites .....	169
5.6 - Comparaisons de trois mod�eles : croissance de cavit�e, d�ecohe�sion d'interface, combinaison des deux .....	171
5.7 - Extension du mod�ele pour les composites fictives .....	172
5.8 - Conclusion .....	174

---

## 5.1 - Introduction

Nous avons identifi e les composites BMC comme  tant des matrices (UP/ST/PS + charges ATH + trous) renforc es par des fibres (et ou des billes) dont la distribution d'orientation varie avec le proc ed e de fabrication.

Pour mod eliser le comportement de ce composite nous devons donc conna tre le comportement m ecanique, de la matrice « in-situ », la distribution d'orientation des fibres, ainsi que les m ecanismes d'endommagement  ventuels se produisant au cours du chargement.

Au chapitre 4, nous avons montr e que nous  tions en mesure de pr evoir le comportement de la matrice sous chargement multiaxial (monotone) en fonction des propri et es et proportion relative de ses constituants. Nous int egrerons donc cette approche dans la mod elisation du BMC, non pas en int egrant directement une loi de comportement de matrice mais en r ep tant l'approche incr ementale d evelopp ee au chapitre 3 au cas de la matrice « in-situ ». Nous devons tout d'abord estimer le comportement  lastique de la matrice « in-situ » puisqu'il ne correspond   aucune des formulations test ees au chapitre 4.

Dans une deuxi eme  tape nous devons int egrer au mod ele la prise en compte de la distribution d'orientation des renforts, puis les  ventuelles d ecoh esions d'interface pouvant intervenir sous charge.

Nous r ep terons les simulations pour tous les composites fabriqu es et test es afin de v erifier la validit e de notre approche ainsi que son caract ere pr edictif.

## 5.2 - Pr ediction des propri et es  lastiques

### *5.2.1 - Identification des propri et es  lastiques de la matrice du composite*

Nous savons que la formulation F10 est la plus proche de la formulation de la matrice du composite, puisque nous avons la m eme r epartition de taille de charges ATH.

Nous disposons de la Formulation 10 de la matrice fabriqu ee qui contient 60% en masse de charges ATH (42 % en volume) et 40% massique (58 % en volume) de r esine poreuse. La

formulation du composite contient elle 40% massique de charges et 20% massique de verre [paragraphe 2.2.1.1] Donc si on regarde la matrice du composite, elle contient finalement 37 % en fraction volumique de charges ATH et 63 % de r esine poreuse.

Nous devons d eterminer le tenseur de rigidit e de la matrice primaire (r esine charg ee) in-situ puisqu'ensuite la matrice du composite sera compos ee de cette matrice primaire poreuse.

Nous avons recours  a une m ethode inverse pour d eterminer ces donn ees.

Nous supposons connues les caract eristiques  elastiques des particules ATH (donn ees issues de la litt erature  $E=468$  GPa).

Nous consid erons dans un premier temps, la matrice F10, contenant 42% de ATH et 58% de r esine poreuse. Exp erimentalement nous avons d etermin e un module d'Young de 8.5 GPa pour F10. Nous utilisons un mod ele auto-coh erent inverse pour d eterminer les constantes  elastiques de la r esine poreuse. Nous utilisons ce mod ele plut ot que Mori-Tanaka en raison du fort taux de charges. Une fois d etermin ees les constantes de la r esine poreuse, nous en d eduisons celles de la r esine seule ( $E=3.4$  GPa).

Nous connaissons maintenant les constantes  elastiques de la r esine, des charges et nous connaissons la r epartition de ces diff erents constituants dans la matrice du composite, nous pouvons donc calculer les caract eristiques  elastiques de la matrice in-situ ( $E= 6.5$  GPa) mais surtout celles de la matrice primaire in-situ (r esine + charges) et c'est ce qui nous servira d'entr ee au mod ele.

Finalement les constantes  elastiques de la r esine primaire « in-situ » sont :

$E_0=8.6$  GPa, et  $\nu=0.33$

### **5.2.2 - Pr ediction des propri et es  elastiques des diff erents composites**

A partir des r esultats d'analyse d'image, on peut d eterminer l'orientation des fibres de deux fa cons : la distribution discr etis ee des fibres et le tenseur d'orientation des fibres.

La m ethode d'utilisation des tenseurs d'orientation des fibres [Dra06] est rapide pour calculer des modules mais entra ene une perte d'information sur l'orientation des familles de fibres.

La m ethode utilisant la distribution des fibres en discr etisant des combinaisons  $(\varphi, \theta)$  est beaucoup plus fastidieuse mais nous permet de choisir le nombre d'angles discr etis es et surtout de calculer l' etat de contrainte dans chaque famille de fibres en fonction de leur orientation, ce qui peut  etre tr es utile dans la description de l'endommagement.

Si on ne s'int resse qu'au tenseur de rigidit  du mat riau composite, la m thode utilisant les tenseurs d'orientation est la plus rapide. Pour mod liser la loi de comportement nous aurons obligatoirement recours   la deuxi me m thode.

Le but ici est d j  de v rifier que les deux m thodes donnent des r sultats coh rents et similaires dans la description du tenseur de rigidit , puis de choisir une discr tisation optimale pour la deuxi me m thode.

### 5.2.2.1 M thode utilisant le tenseur d'orientation

Consid rons un composite 20% en masse de fibres, soit 14% en volume.

Dans le mod le Mori-Tanaka  lastique on a deux phases : 86 % volumique de matrice ( $E_m=6.5$  GPa,  $\nu_m=0.27$ ) et 0.14% volumique de fibres ( $E_f=72$  GPa,  $\nu_f=0.28$ )

On va tester le mod le dans trois cas : toutes les fibres sont align es suivant le sens longitudinal (sens1), toutes les fibres sont align es dans le sens transversal, toutes les fibres sont align es   45  par rapport au sens 1 et on va calculer les modules d'Young dans les trois directions principales.

Unidirectionnel sens 1	Unidirectionnel sens 2	Unidirectionnel � 45�
$A_{20F-0^\circ} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$	$A_{20F-90^\circ} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$	$A_{20F-45^\circ} = \begin{bmatrix} 0.5 & 0.5 & 0 \\ 0.5 & 0.5 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$
$E_{1c} = 14.61$ GPa $E_{2c} = 8.12$ GPa $E_{3c} = 8.12$ GPa	$E_{1c} = 8.12$ GPa $E_{2c} = 14.61$ GPa $E_{3c} = 8.12$ GPa	$E_{1c} = 8.64$ GPa $E_{2c} = 8.64$ GPa $E_{3c} = 8.12$ GPa

**Tableau 5-1 : Validation du mod le  lastique 'tenseur' pour des cas simples**

Le Tableau 5-1 montre que si toutes les fibres sont align es dans le sens 1, on a trouv  un module d'Young tr s important 14.61 GPa par rapport aux deux autres directions. Le mat riau est orthotrope donc on trouve le  $E_{2c}$  et  $E_{3c}$  sont identiques. Le deuxi me cas est l'inverse du cas 1. Dans le troisi me cas on a trouv  une sym trie entre le sens1 et 2, ce qui est coh rent avec l'orientation des fibres. Donc le mod le est valid  pour des cas simples.

Maintenant on va passer   nos composites 20F Xmold, 20F Plaque –Inject e, 15 F Xmold et 15B Xmold :

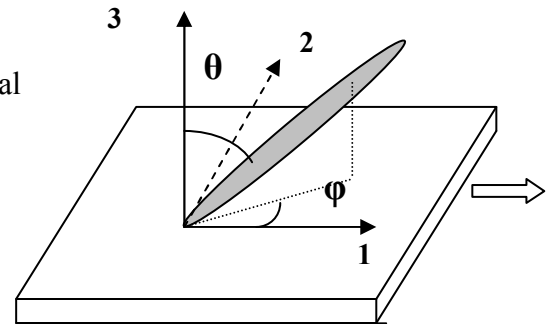
20F Plaque Inject�ee	20F Xmold	15F Xmold	15B Xmold
$A_{20F-Pl-I} =$ $\begin{bmatrix} 0.551 & 0.076 & 0.025 \\ 0.076 & 0.416 & 0.004 \\ 0.025 & 0.001 & 0.032 \end{bmatrix}$	$A_{20F-Xmold} =$ $\begin{bmatrix} 0.874 & 0.032 & -0.020 \\ 0.032 & 0.104 & 0.004 \\ -0.020 & 0.004 & 0.022 \end{bmatrix}$	$A_{15F-Xmold} =$ $\begin{bmatrix} 0.727 & -0.015 & 0.025 \\ -0.015 & 0.239 & 0.003 \\ 0.025 & 0.003 & 0.034 \end{bmatrix}$	$A_{15B-Xmold} =$ $\begin{bmatrix} 0.680 & -0.014 & 0.297 \\ -0.014 & 0.118 & 0.0004 \\ 0.297 & 0.0004 & 0.202 \end{bmatrix}$
$E_{1c} = 8.96$ GPa $E_{2c} = 8.45$ GPa $E_{3c} = 8.01$ GPa $C_{33} = 9.8$ GPa $E_{2c}/E_{1c} = 0.95$	$E_{1c} = 11.18$ GPa $E_{2c} = 8.07$ GPa $E_{3c} = 8.01$ GPa $C_{33} = 9.8$ GPa $E_{2c}/E_{1c} = 0.70$	$E_{1c} = 9.81$ GPa $E_{2c} = 8.14$ GPa $E_{3c} = 8.10$ GPa $C_{33} = 9.9$ GPa $E_{2c}/E_{1c} = 0.83$	$E_{1c} = 8.80$ GPa $E_{2c} = 8.10$ GPa $E_{3c} = 8.20$ GPa $C_{33} = 10.1$ GPa $E_{2c}/E_{1c} = 0.92$

**Tableau 5-2 : R esultats du mod ele  elastique utilisant le tenseur d'orientation pour les 4 composites.**

Les r esultats montrent que  $E_{1c}$  et  $E_{2c}$  qui sont respectivement les modules dans le sens longitudinal et dans le sens transversal du composite sont proches des r esultats exp erimentaux.

Le rapport d'anisotropie est tr es proche de celui du r esultat exp erimental (0.95 pour le cas 20F Plaque Inject ee, 0,83 pour le 15F Xmold)

Dans le cas du 20F Xmold l'anisotropie est plus prononc ee dans le mod ele que dans l'exp erience. Le 15B est par contre, l eg erement sous-estim e. L' ecart dans tous les cas est inf erieur  a 10%, donc la pr evision des propri etes  elastiques de ce mod ele est tr es acceptable.



### 5.2.2.2 M ethode en utilisant la discr etisation des familles de fibres

L'Analyse d'Images nous donne un fichier Excel qui a compt e tous les fibres avec leur orientation ( $\theta, \varphi$ ). On construit dans notre mod ele un sous programme qui nous permet de classifier toutes les fibres en choisissant une discr etisation sur  $\theta$  et  $\varphi$ . En choisissant le nombre de points de discr etisation, le sous programme va compter et va nous donner les fractions volumiques de chaque famille.

Pour les cas des composites unidirectionnel, le nombre de points discr etis es n'influence pas les r esultats, on peut les comparer avec ceux de la m ethode utilisant le tenseur d'orientation.

Unidirectionnelle sens 1	Unidirectionnelle sens 2	Unidirectionnelle à 45°
$\varphi=0^\circ, \theta=90^\circ$	$\varphi=90^\circ, \theta=0^\circ$	$\varphi=45^\circ, \theta=45^\circ$
$E_{1c}= 13.17 \text{ GPa (9.8\%)}$ $E_{2c}= 8.09 \text{ GPa (0.4\%)}$ $E_{3c}= 8.09 \text{ GPa (0.4\%)}$	$E_{1c}= 8.09 \text{ GPa}$ $E_{2c}= 13.17 \text{ GPa}$ $E_{3c}= 8.09 \text{ GPa}$	$E_{1c}= 8.59 \text{ GPa (0.6\%)}$ $E_{2c}= 8.59 \text{ GPa (0.6\%)}$ $E_{3c}= 8.09 \text{ GPa (0.4\%)}$

**Tableau 5-3 : Validation du modèle élastique ‘discrétisé’ pour des cas simples**

Le Tableau 5-3 montre que les résultats de cette méthode sont cohérents avec ceux de la méthode utilisant le tenseur d’orientation, l’écart (% dans la parenthèse) est inférieur à 10%. Donc les deux méthodes sont cohérentes.

Pour les vrais composites, l’orientation des fibres est plutôt aléatoire, donc le nombre de points de discrétisation devient important. Par contre, si la discrétisation est trop fine, le temps de calcul est très long. Pour choisir le nombre de points de discrétisation, il faut faire un compromis entre la précision et le temps de calcul.

#### 5.2.2.3 Choix du nombre de $(\varphi, \theta)$ discrétisation

Pour la formulation 20F, la fraction volumique de fibres est de 14%.

On va choisir deux solutions pour discrétiser la distribution des fibres. Pour le cas 2D, on considère que toutes les fibres sont dans le plan ( $\theta=90^\circ$ ). Donc ce qu’on entre dans le modèle c’est la répartition des fibres en fonction de  $\varphi$ .

Pour l’éprouvette 20F-Plaque- Injectée, on a les fractions volumiques correspondantes avec les combinaisons  $(\varphi, \theta)$  dans le cas 2D

$\theta \backslash \varphi$	-90	-60	-30	0	30	60	90
0	0	0	0	0	0	0	0
90	0,0132	0,1965	0,2325	0,2783	0,1735	0,0821	0,0238
180	0	0	0	0	0	0	0

**Tableau 5-4: Répartition 2D des fibres de l’échantillon 20F Plaque-Injectée**

On va comparer avec le choix de 7, 13 et 37 points de discrétisation de  $\varphi$

20F-PI-I	2D (7x3)	2D (13x3)	2D (37x3)	Tenseur	Exp�erimentale
$E_{1c}$ (GPa)	10.58	10.65	10.69	8.96	$9.75 \pm 0.82$
$E_{2c}$ (GPa)	9.04	8.99	8.97	8.45	$9.15 \pm 0.09$
$E_{3c}$ (GPa)	8.17	8.17	8.17	8.02	
$C_{33}$ (GPa)	9.81	9.81	9.81	9.8	
$E_{2c}/E_{1c}$	0.85	0.84	0.84	0.95	0.95

**Tableau 5-5 : Comparaisons deux discr etisation de  $\phi$**

Le tableau nous montre que la discr etisation fine (37 points de  $\phi$ ) nous donne des r esultats plus proches de ceux obtenus avec l'utilisation du tenseur d'orientation. Donc   partir de maintenant, on utilise 37 points discr etis es de  $\phi$ .

Pour le 20F X mold, les fibres sont orient es de mani re privil eg ee dans le sens d'injection, on ne trouve pas de diff erence entre 2 discr etisations : (13x3) et (37x3), donc si c'est n ecessaire, pour aller plus rapidement on peut utiliser la discr etisation de 13 point de  $\phi$ .

Dans un second temps, apr es avoir conserv e le choix de 37 points discr etis ees pour  $\phi$ , on va choisir le nombre de  $\theta$  discr etis e pour faire la discr etisation du calcul 3D. Cette fois-ci, on compare entre 7 et 19 points de discr etisation de  $\theta$ .

$\theta \backslash \phi$	-90	-60	-30	0	30	60	90
0	0	0	0	0	0	0	0
30	0	0	0	0	0	0	0
60	0	0,0087	0,0029	0,0117	0,0026	0,0016	0
90	0,0132	0,1041	0,1157	0,1295	0,0659	0,0493	0,0238
120	0	0,0837	0,1139	0,1372	0,1049	0,0313	0
150	0	0	0	0	0	0	0
180	0	0	0	0	0	0	0

**Tableau 5-6 : R epartition 3D des fibres de l' chantillon 20F Plaque Inject ee**

20F-PI-I	3D (7x7)	3D (7x19)	tenseur	expérimentale
E <sub>1c</sub> (GPa)	9.82	9.85	8.96	9.75 ± 0.82
E <sub>2c</sub> (GPa)	8.85	8.88	8.45	9.15 ± 0.09
E <sub>3c</sub> (GPa)	8.14	8.14	8.02	
C <sub>33</sub> (GPa)	10.05	10.02	9.8	
E <sub>2c</sub> /E <sub>1c</sub>	0.90	0.90	0.95	0.94

**Tableau 5-7 : Comparaisons deux discrétisation de  $\theta$**

On a trouvé qu'il y avait peu de différences entre les deux cas de 7 et 19 valeurs de discrétisation de  $\theta$ , donc pour économiser du temps, on a choisi 7 valeurs de  $\theta$  discrétisées.

#### 5.2.2.4 Comparaison des modélisations 2D/3D

Référence	20F Xmold		20F Plaque Injectée		15B Xmold	
	2D (37x3)	3D (37x7)	2D (37x3)	3D (37x7)	2D (37x3)	3D (37x7)
E <sub>1c</sub> (GPa)	11.43	11.19	10.69	9.88	9.25	8.79
E <sub>2c</sub> (GPa)	8.05	8.47	8.97	8.83	8.24	8.23
E <sub>3c</sub> (GPa)	8.15	8.15	8.17	8.14	8.22	8.19
C <sub>33</sub> (GPa)	9.81	9.89	9.81	10.05	10.07	10.16
E <sub>2c</sub> /E <sub>1c</sub>	0.70	0.76	0.84	0.90	0.89	0.93

**Tableau 5-8 : Comparaisons des modélisations 2D/3D des deux formulations**

Dans le cas 20F-Xmold, le calcul 2D est acceptable. Dans le cas de 20F Plaque Injectée, l'orientation est aléatoire, l'influence des fibres hors plan est plus remarquable. Dans le cas 15B-Xmold, l'effet hors plan des fibres est le plus important, ainsi l'écart est élevé donc un calcul 3D est nécessaire.

	20F-Xmold			20F Plaque Injectée		
	Modèle (37x7)	Expérience	Erreur	Modèle (37x7)	Expérience	Erreur
E <sub>1c</sub> (GPa)	11.19	10.76±0.67	10.2 %	9.88	9.75±0.82	1.3 %
E <sub>2c</sub> (GPa)	8.47	9.24 ± 0.45	8.3%	8.83	9.15± 0.52	3.5 %
E <sub>3c</sub> (GPa)	8.15			8.14		
C <sub>33</sub> (GPa)	9.89			10.05		
E <sub>2c</sub> /E <sub>1c</sub>	0.76	0.86	11.6%	0.90	0.95	5.3 %

**Tableau 5-9 : Comparaison modélisation/expérience pour la formulation 20F**

Le Tableau 5-9 nous montre la comparaison des r esultats mod ele/ exp erience, les  ecarts sont de 1  a 11%, qui permet de valider le mod ele de discr etisation pour le composite 20F Xmold et 20F Plaque Inject ee.

R�eference	15F-Xmold			15B-Xmold		
	Mod�ele (37x7)	Exp�erience	Erreur	Mod�ele (37x7)	Exp�erience	Erreur
E <sub>1c</sub> (GPa)	10.55	10.41 ± 0.96	1.3 %	8.79	9.27 ± 1.23	5.2 %
E <sub>2c</sub> (GPa)	8.27	9.06 ± 0.42	8.7 %	8.23	8.5 ± 0.7	3.2 %
E <sub>3c</sub> (GPa)	8.17			8.19		
C <sub>33</sub> (GPa)	10.01	14.1		10.16	15	
E <sub>2c</sub> /E <sub>1c</sub>	0.78	0.87	10.3 %	0.94	0.92	2.1 %

**Tableau 5-10 : Comparaison mod elisation/exp erience pour la 15F Xmold et 15B Xmold**

Le Tableau 5-10 illustre les r esultats du mod ele en comparant avec les r esultats exp erimentaux des composites 15F Xmold et 15B Xmold. Ces deux composites sont valid es aussi.

On a donc construit deux mod eles Mori-Tanaka  elastiques qui permettent de pr edire les propri et es  elastiques du composite  a partir de la microstructure. La m ethode utilisant le tenseur d'orientation est simple, facile  a utiliser, et rapide, mais elle ne permet pas de calculer l' etat de contrainte  a chacune des phases, donc ne permet pas de pr edire un comportement non-lin eaire. La m ethode de discr etisation est plus lourde, mais cela nous permet de pr edire un comportement non-lin eaire :  elastoplastique [Der97], [Lep01]  elastique endommageable [Fit95], visco endommageable [Jen05.] Grace  a notre sous-programme de discr etisation automatique, l'utilisation de cette m ethode devient aussi plus simple.

Donc, on va maintenant d evelopper ce mod ele dans le domaine non-lin eaire, en prenant en compte la croissance de cavit es et la d ecohe sion d'interface.

### 5.3 - Pr ediction des seuils de non-lin earit e des composites

Rappelons en r eference au paragraphe 3.4.1 du chapitre3, la formule du taux de lib eration d' energie autour d'un trou calcul ee par le mod ele Mori-Tanaka [Der97] :

$$J = \mathbf{a} \sum_{ij} \left( (\mathbf{C}_0)_{ijkl} \left( \mathbf{I}_{ijkl} - \mathbf{S}_{ijkl}^p \right) \right)^{-1} (\sigma_0)_{kl} = \mathbf{a} \sum_{ij} \varepsilon_{ij}^*$$

La valeur de J calculée par la méthode de Mori-Tanaka dépend à la fois de la taille de porosité a, de la déformation virtuelle équivalente  $\varepsilon_{ij}^*$  qui varie en fonction de l'orientation des fibres.

Pour les trois formulations des composites, lorsqu'elles ont subi un même chargement macroscopique ( $\Sigma_{ij}$ ), la taille de porosité a est identique (F10 : 2a soit 31 $\mu$ m). Donc J varie en fonction de l'orientation des fibres.

Les porosités de la matrice F10 et des composites sont du même type, donc on va utiliser la valeur  $J_{critique}$  trouvée au chapitre 4 pour prédire le seuil de non-linéarité des composites.

En utilisant le paramètre  $J_{critique}$  soit 10 MPa.mm, on a trouvé des seuils de non-linéarité du composite 20F Xmold (Figure 5-2) qui ne sont pas loin des valeurs expérimentales.

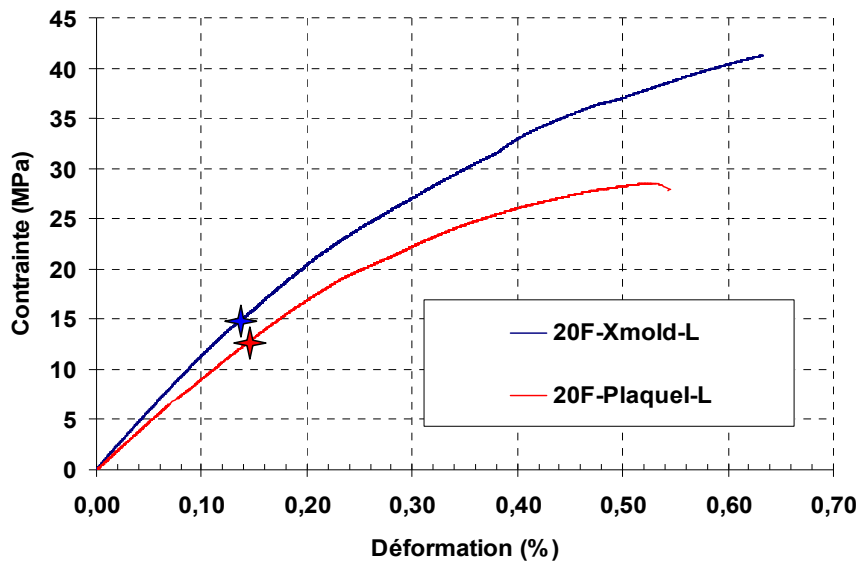


Figure 5-2 : Seuil de non-linéarité de composite 20F Xmold-L et 20F Plaque Injectée L

Pour mieux comparer modélisation/expérience, on regarde le tableau récapitulatif :

Ref	expérience	Modèle	Réf.	expérience	Modèle
20F Xmold L	13.32 ± 2.11	15	15F Xmold L	14.35 ± 3.17	15
20F Xmold T	11.44 ± 1.22	11	15F Xmold T	12.67 ± 1.59	11
20F Plaque I-L	12.09 ± 2.85	13	15B Xmold L	12.08 ± 1,56	11
20F Plaque I-T	12.34 ± 1.68	12	15B Xmold T	11.58 ± 2,19	11

Tableau 5-11 : Prédiction des seuils de non-linéarité des composites

Le Tableau montre que la valeur de  $J_{critique}$  qui est identifi ee sur la matrice F9, donne une bonne pr evision du seuil de non-lin earit e pour toutes les formulations de composites. Apr es le seuil, la croissance des cavit es est d eclench ee. Donc notre crit ere J de non-lin earit e est valid e pour les trois formulations de la matrice et pour les quatre formulations des composites.

Imaginons le cas de chargements complexes, par exemple la bi-traction, on peut faire une extension du mod ele. On peut pr evoir la surface seuil de non-lin earit e de chaque formulation de composite, en faisant des tractions dans le sens longitudinal et transversal (Figure 5-3).

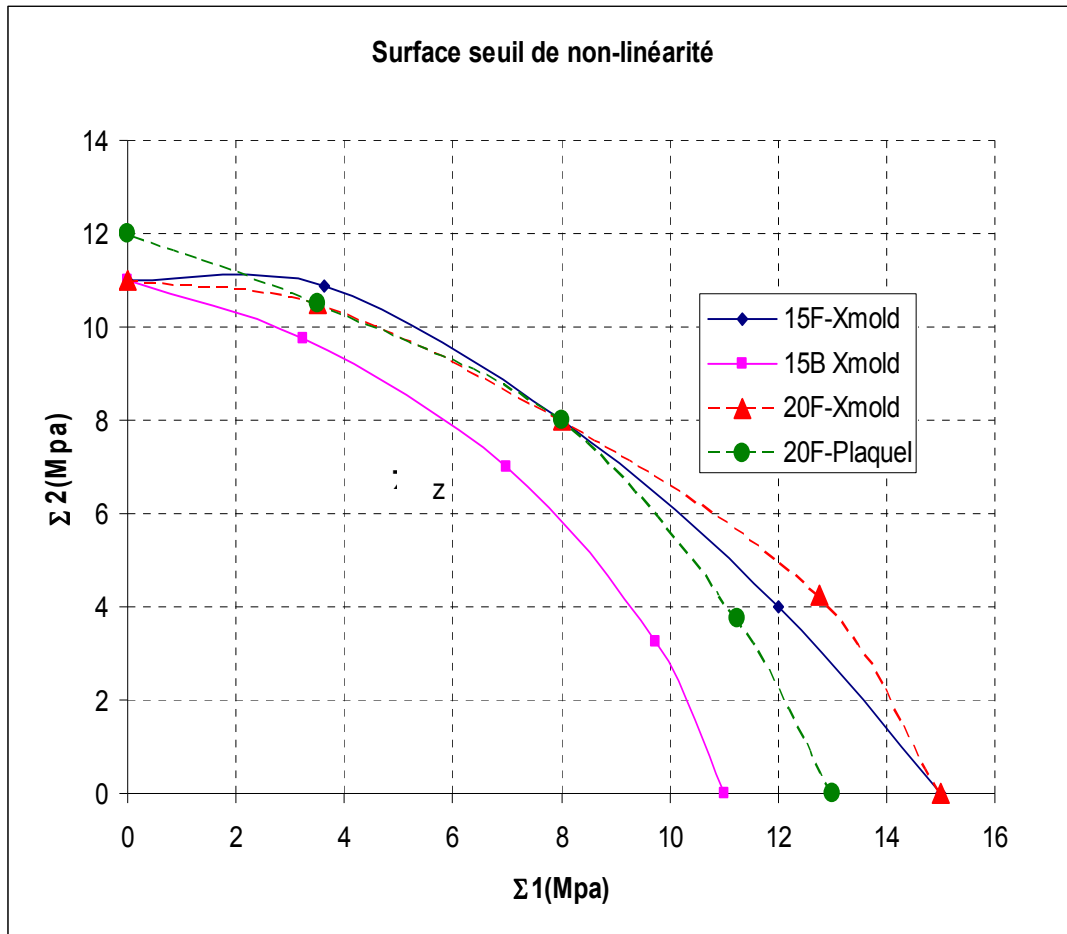


Figure 5-3 : Surface seuil de non-lin earit e des composites pour les bi-tractions

Observant la Figure, on note que la zone  elastique du composite 15BXmold est la plus petite. Les composites 20F Xmold, 20F Plaque inject ee et 15F Xmold sont plus rigides dans le sens 1 que dans le sens 2. Dans le cas de la bi- traction  $\Sigma_1 = \Sigma_2$ , avec une contrainte sup erieure   8MPa, les comportements ne sont plus  elastiques pour aucun des quatre composites.

#### 5.4 - Identification des param etres du crit ere de d ecoh esion d'interface

Comme expliqué dans le chapitre 3, paragraphe 3.5.2, pour prendre en compte la décohésion fibre/matrice dans le modèle, il faut identifier les paramètres  $(\sigma_0, \tau_0, m)$  qui représentent les caractéristiques de l'interface et la statistique de rupture interfaciale.

Sous sa forme déterministe, le critère local de rupture interfacial s'écrit :

$$\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^2 + \left(\frac{\tau}{\tau_0}\right)^2 = 1$$

Sous sa forme statistique, il s'écrit :

$$P_r(\Sigma, \theta, \varphi, \alpha \dots) = 1 - \exp\left(-\left(\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^2 + \left(\frac{\tau}{\tau_0}\right)^2\right)^m\right)$$

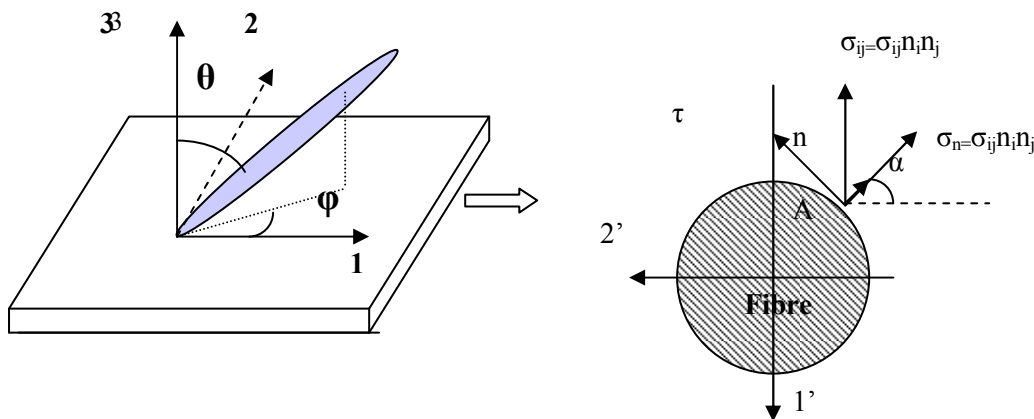


Figure 5-4: Système de l'axe de fibres par rapport au repère global

**Démarche d'identification des paramètres du critère local d'endommagement d'interface**

On se propose d'identifier ces paramètres sur la formulation 20F Xmod et de les valider par la suite sur les autres formulations. Nous devons d'abord fixer les intervalles de variation possibles des paramètres du critère. Pour cela, nous nous fondons sur une hypothèse liée à l'endroit du premier endommagement : Le premier endommagement d'interface fibre/ matrice se produit toujours sur les fibres orientées à 90° par rapport à l'axe de traction sous l'effet d'une contrainte

normale pure sur le point d'interface contenu dans le plan de traction. Cette hypoth ese est fond ee sur les r esultats des essais in-situ.

Les essais in-situ montrent que pour 20F-Xmold longitudinale, la d ecohe sion interface d ebute vers  $0.9R_m$ , et pour 20F-Xmold transversale, elle apparait plut ˆot autour de  $0.64 R_m$ . On observe la courbe de traction de formulation 20F-Xmold, dans le sens longitudinal la valeur de  $0.9R_m$  soit 35MPa. La d emarche d'identification consiste ˆa imposer ces valeurs de contraintes macroscopiques et ˆa calculer les profils correspondant de contraintes locales ˆa l'interface ainsi que les profils correspondants des valeurs atteintes par le crit ere local de rupture d'interface. Les intervalles de variation possibles des valeurs prises par les param etres du crit ere seront alors balay ees lors d'une identification par mod ele inverse qui conduira ˆa l'identification des trois valeurs  $(\sigma_0, \tau_0, m)$  permettant de fiter au mieux les courbes de traction obtenues pour le 20F-Xmold. Finalement, ces valeurs devront ˆetre valid ees sur les courbes des autres formulations.

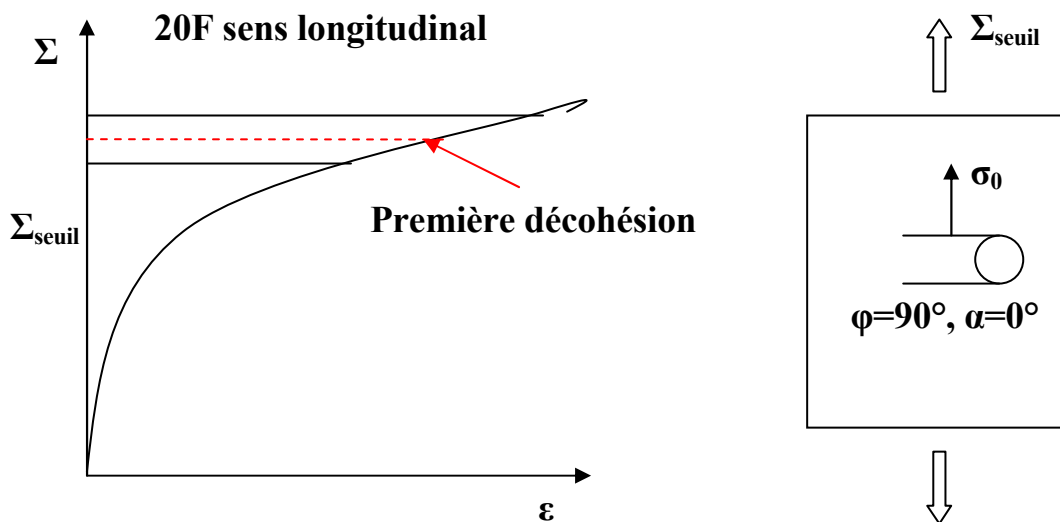


Figure 5-5 : Hypoth ese de premier endommagement interfacial

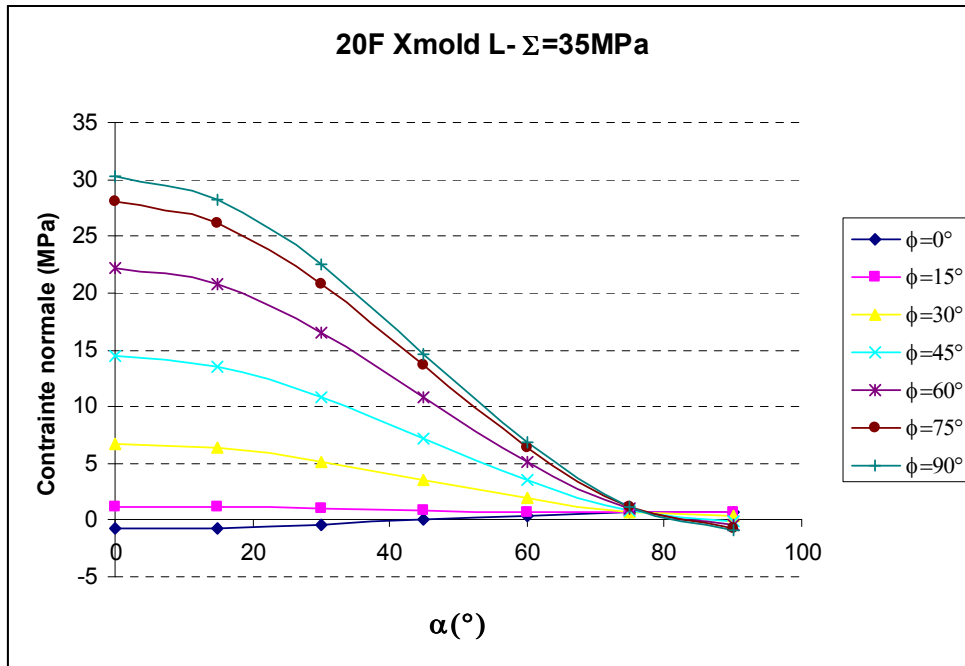


Figure 5-6: Profil de la contrainte normale pour  $\theta=90^\circ$ ,  $\phi [0^\circ,90^\circ]$  avec un pas d'incrément, de  $\Delta\alpha=15^\circ$

Lorsque l'on impose la contrainte macroscopique correspondant au seuil d'endommagement interfacial, on trouve une première estimation de la valeur de  $\sigma_0$ . Elle se trouve proche de la valeur maximale de contrainte normale à l'interface calculée au seuil du premier endommagement sur les fibres orientées à  $90^\circ$  par rapport à l'axe de traction et sur le point d'interface défini par un angle  $\alpha=0^\circ$  (point contenu dans le plan de la plaque et subissant le maximum de contrainte normale). Sur la base du résultat de la figure 5-6, on choisit donc de faire varier la valeur de  $\sigma_0$  dans l'intervalle  $[30, 40]$ .

Par ailleurs, on doit s'assurer que le premier endommagement se produit bien sur les interfaces des fibres orientées à  $90^\circ$  par rapport à l'axe de traction sous l'effet d'une contrainte normale pure. Par conséquent, le critère de rupture interfaciale doit être donc maximal pour une orientation de fibre  $\Phi=90^\circ$ . Pour avoir une idée de l'ordre de grandeur de  $\tau_0$ , on fixe la valeur  $\sigma_0$ , par exemple  $\sigma_0=36\text{MPa}$  et on calcule les profils d'évolution du critère de rupture d'interface pour différentes valeurs de  $\tau_0$ . On se rend compte sur la figure suivante que cela n'est vérifié qu'à partir d'une valeur minimal de  $\tau_0$  donnée. En effet, si la valeur de  $\tau_0$  est trop faible, le critère est atteint grâce à la participation d'une contrainte de cisaillement sur une orientation de fibre différente de  $90^\circ$ , ce qui ne correspond pas à la réalité.

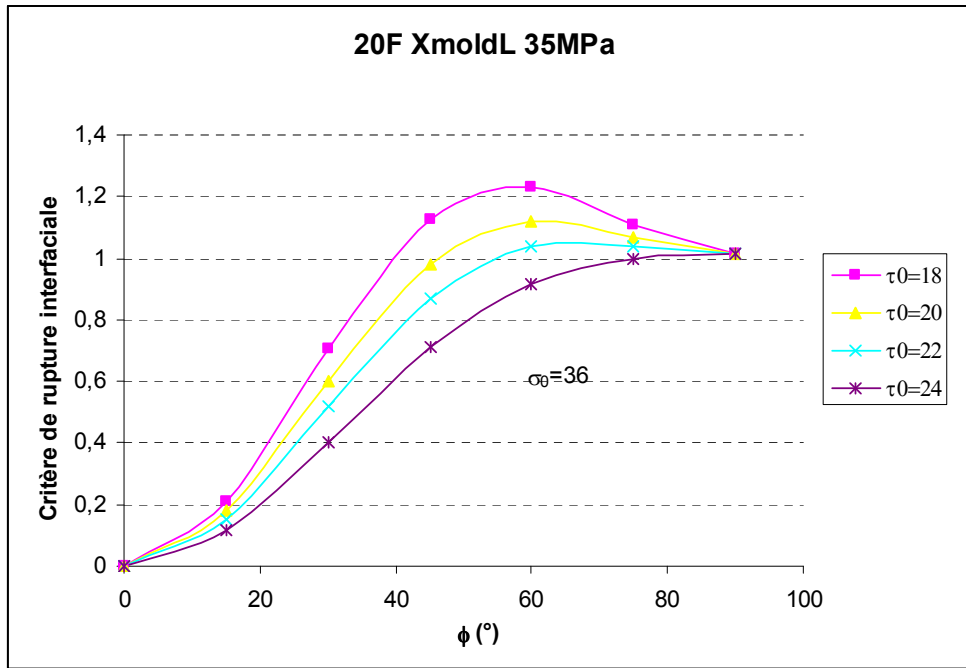


Figure 5-7: Profil du critère quadratique pour  $\Sigma_{macro}=35MPa$ , en balayant la valeur de  $\tau_0$

Par exemple, si on choisit une valeur de  $\sigma_0=36 MPa$ , la valeur de  $\tau_0$  doit forcément être supérieure ou égale à 24 MPa. Par conséquent, on choisit alors de balayer l'intervalle de  $\tau_0$  suivant [24MPa,34MPa].

Dans la littérature citée au chapitre 3, le paramètre de type weibull,  $m$ , qui conditionne la cinétique des ruptures interfaciales varie entre 1 et 10. C'est donc l'intervalle de variation choisi pour  $m$ .

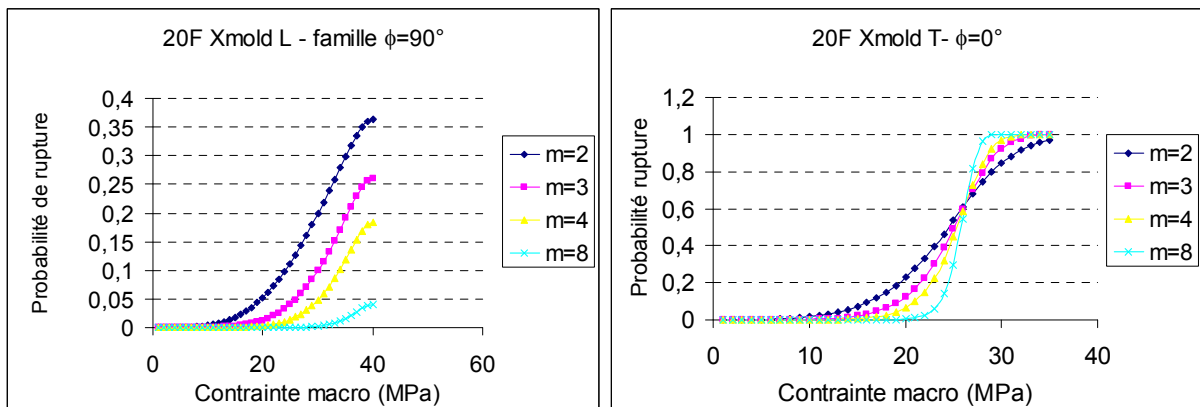
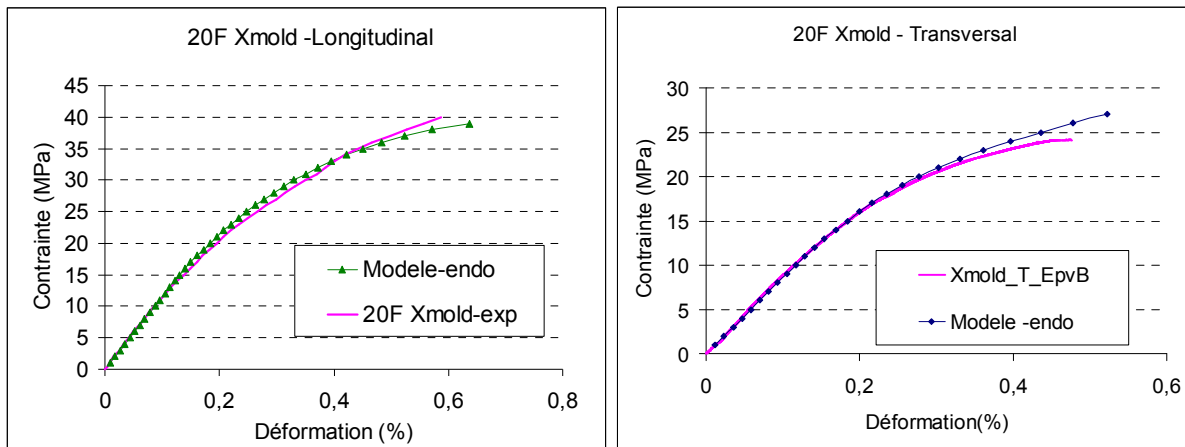


Figure 5-8 : Influence de  $m$ , paramètre statistique de type Weibull

Finalement, la d emarche d'identification de type mod ele inverse nous conduit   la combinaison de param etres suivante :  $(\sigma_0, \tau_0, m) = (36, 24, 3)$ . On voit sur les figures suivantes que ce jeu de param etre nous donne une bonne coh erence entre les courbes exp erimentales et celles issues de la mod elisation pour les deux directions de traction : longitudinale et transversale.

Notons enfin que la valeur identifi ee de  $m=3$  conduit   une probabilit e de rupture dans le sens longitudinal plus faible que celle obtenue pour le sens transversal, ce qui est coh erent avec les r esultats des essais in-situ.

Donc,



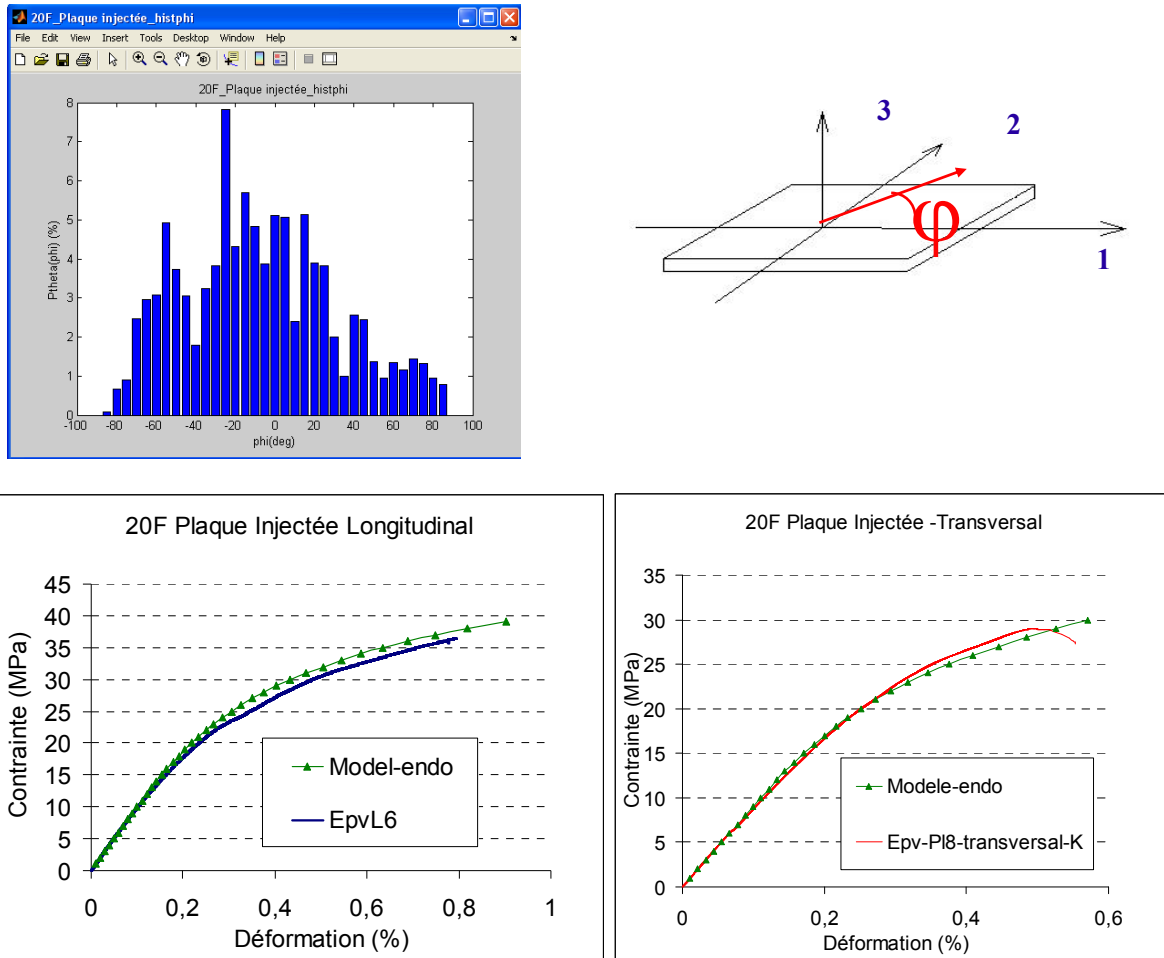
**Figure 5-9: Pr evision les lois de comportement de composite 20F Xmold**

On a donc construit notre mod ele d'endommagement   partir de l'algorithme d crit dans le paragraphe 3.5.4. Cela nous permet de prendre en compte la croissance de cavit e et la d cohesion   l'interface fibre/matrice en parall ele. Les courbes de mod elisation de la formulation 20F Xmold dans le sens longitudinal et transversal sont concordantes avec les courbes exp erimentales. En observant l' volution des fractions volumiques des fibres d chauss ees dans le cas du 20F Xmold transversal, on a vu que l'interface fibres/matrice est d chauss ee   16 MPa donc pour une contrainte sup erieure au seuil de non lin earit e. Ceci nous confirme que c'est bien la croissance de cavit e qui a d clench e la non-lin earit e dans le composite.

Les valeurs  $(\sigma_0, \tau_0, m) = (36, 24, 3)$  sont donc un bon choix, on va les utiliser pour pr edire les comportements d'autres composites.

### 5.5 - Validation du mod ele pour diff erents composites

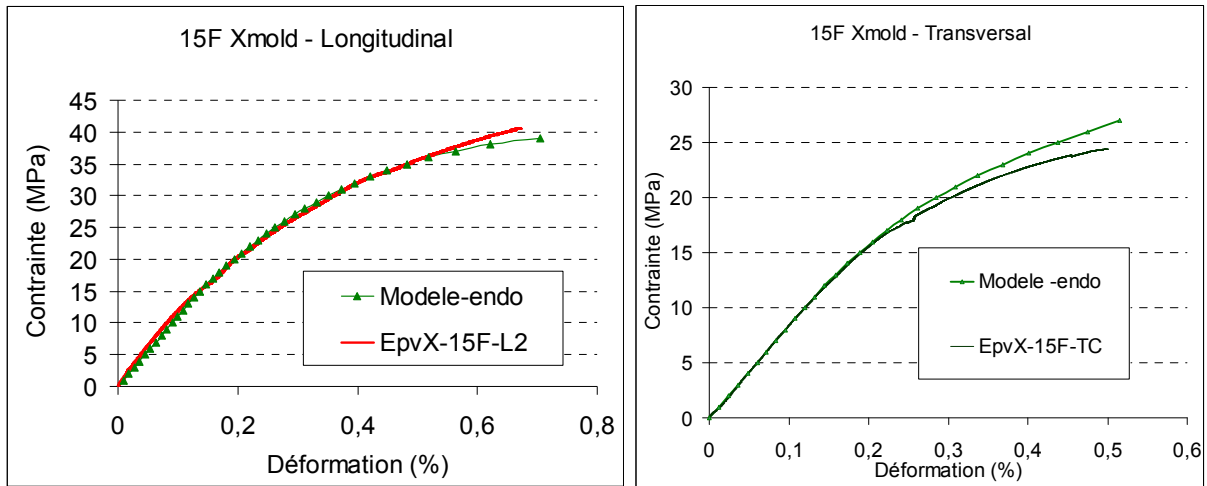
La premi ere comparaison se fait pour le composite 20F Plaque Inject ee. Notons dans la partie de calcul  elastique, que ce composite est tr es sensible au nombre de points de discr etisation, donc on a utilis e la discr etisation (37x7) points de ( $\varphi$ ,  $\theta$ ). Les r esultats sont illustr es dans la Figure 5-10



**Figure 5-10 : Pr evision de la loi de comportement du composite 20F plaque Inject ee**

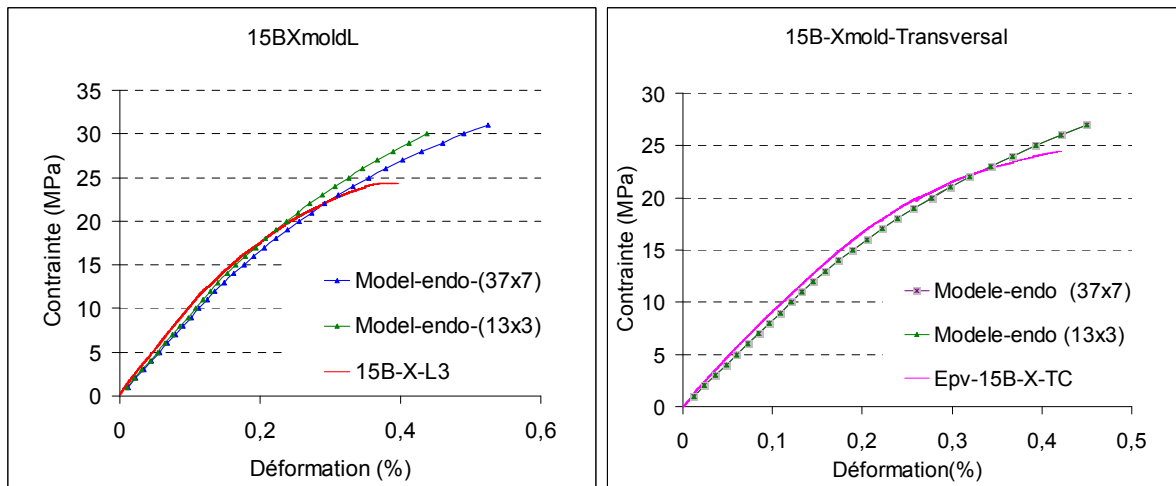
Dans le cas du composite 20F plaque Inject ee, les courbes de traction sont bien reproduites par le mod ele d'endommagement dans le sens longitudinal ainsi que dans le sens transversal. (Figure 5-10).

On compare maintenant les r esultats de mod elisation du composite 15F Xmold avec ceux de l'exp erience. Il est  a noter que cette formulation contient 5% de billes de verre, et pourtant l'orientation des 15% de fibre est privil egi ee dans le sens d'injection (sens longitudinal)



**Figure 5-11 : Prédiction des lois de comportement du composite 15F X mold**

Le modèle prédit bien le comportement du composite 15F dans le sens longitudinal, il est cependant légèrement sur-estimé dans le sens transversal mais les résultats sont satisfaisants avec un écart maximal de 8%.

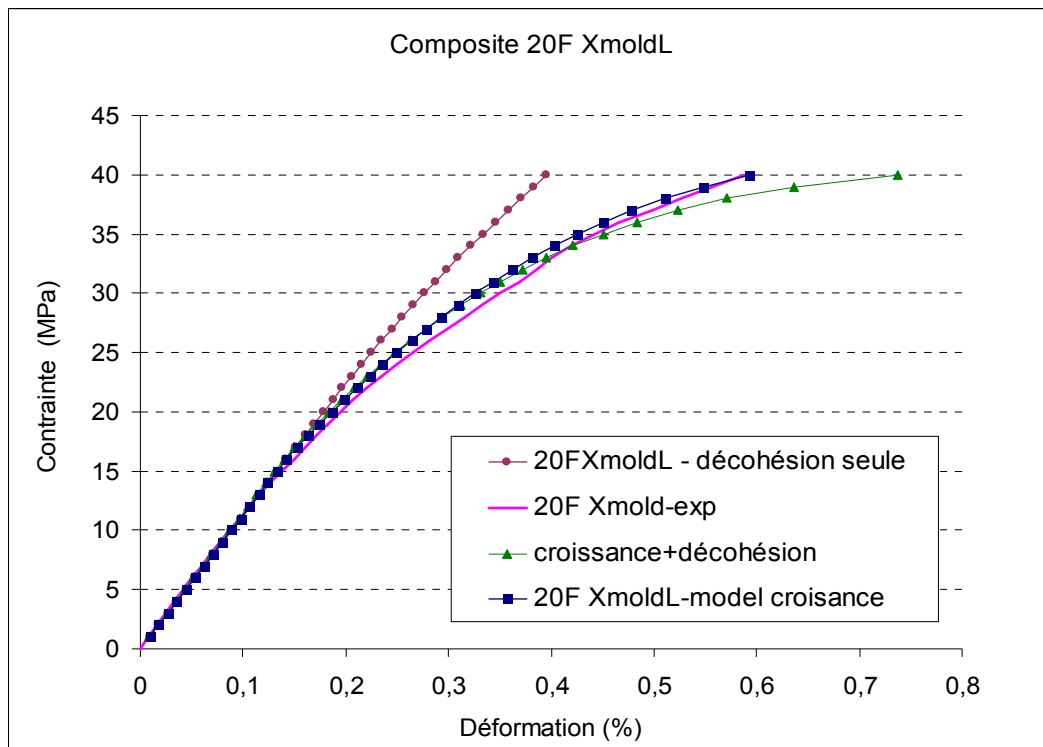


**Figure 5-12 : Prédiction des lois de comportement du composite 15B X mold**

Pour la formulation 15B, on a retrouvé l'effet du choix de nombre des points discrétisés. Dans le cas de la traction longitudinale, on peut voir l'écart important entre la discrétisation (37x7) par rapport celle du (13x3). Il est évident que la discrétisation plus fine donne le résultat le plus proche de l'expérience. Dans le cas de la traction transversale, les deux discrétisations donnent le même résultat. Ceci peut être expliqué par l'effet hors plan remarquable des fibres de la formulation 15B, qui a besoin d'une discrétisation fine. Les résultats du modèle sont ainsi satisfaisants.

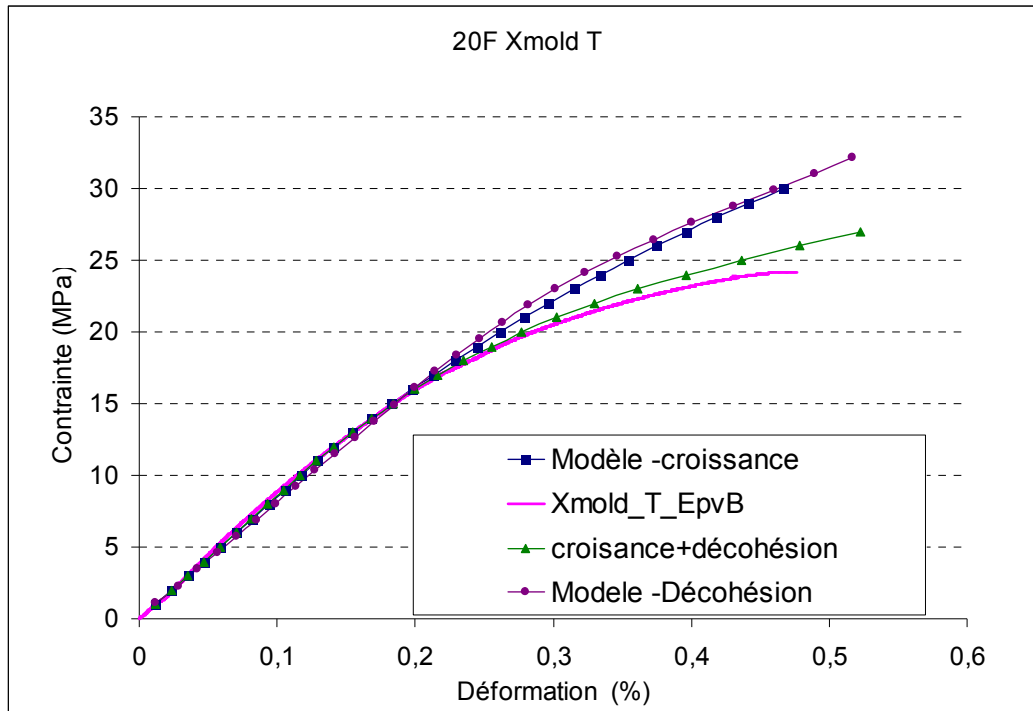
## 5.6- Comparaisons de trois mod eles : croissance de cavit e, d ecoh esion d'interface, combinaison des deux

Notre mod ele nous permet de pr edire le comportement endommageable du type de croissance de porosit e seul, du type de d ecoh esion d'interface seul, ou combine les deux types d'endommagement. On va comparer les pr evisions de ces trois cas pour le composite 20F X mold.



**Figure5-13 : Comparaison des trois types d'endommagement du composite 20F X mold longitudinale**

Les r esultats de mod elisation de traction dans le sens longitudinal montrent que le mod ele croissance de cavit e seul et le mod ele endommagement combin e sont assez proches de la courbe de traction (Figure 5-13). La mod elisation de d ecoh esion  a l'interface fibre/matrice seule surestime l' etat de contrainte. Donc pour le composite bien orient e, le comportement en traction dans le sens privil egi e des fibres est domin e par la croissance de cavit es. L'explication est qu'il y a peu de fibres orient ees  a 90  par rapport  a l'axe de traction, donc l'effet de d ecoh esion est moins important.



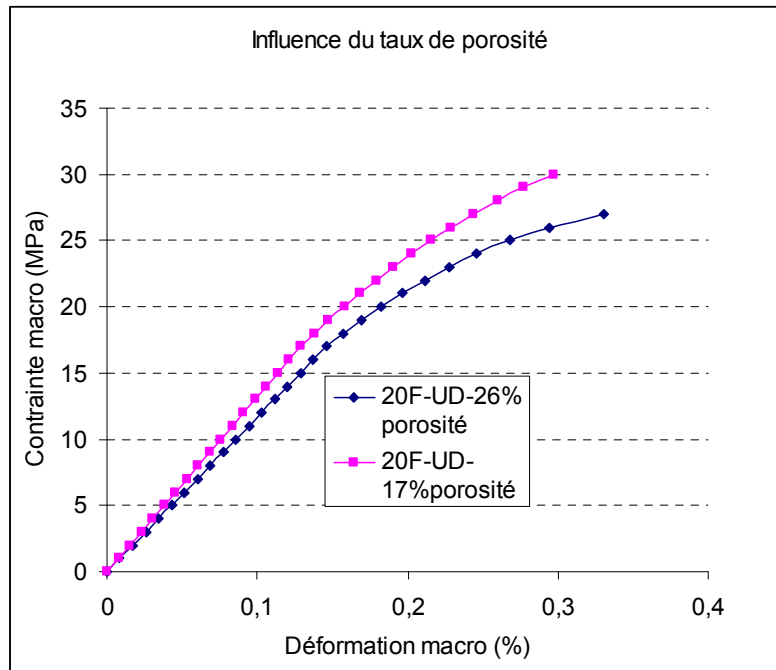
**Figure 5-14: Comparaison de trois types d'endommagement du composite 20F Xmold transversale**

Dans le cas de la traction transversale, les deux modélisations de la croissance de cavité seule et de la décohésion à l'interface seule donnent des résultats surestimés par rapport à ceux de l'expérience. L'endommagement par décohésion d'interface est primordial dans ce cas de traction perpendiculaire avec le sens privilégié des fibres. D'autre part, les fibres contribuent moins à la rigidité du composite, donc l'état de contrainte dans la matrice devient important, qui est favorise la croissance de cavités. Donc le modèle combiné des deux types d'endommagement est le meilleur choix.

On a testé les modèles pour les composites 15F Xmold et 15B Xmold, et on a trouvé la même remarque que celle pour le 20F Xmold. Le modèle de croissance de cavité seul peut prédire de manière assez satisfaisant le comportement de ces composites dans le sens longitudinal, par contre dans le sens transversal, il est indispensable de prendre en compte la décohésion à l'interface fibre/ matrice.

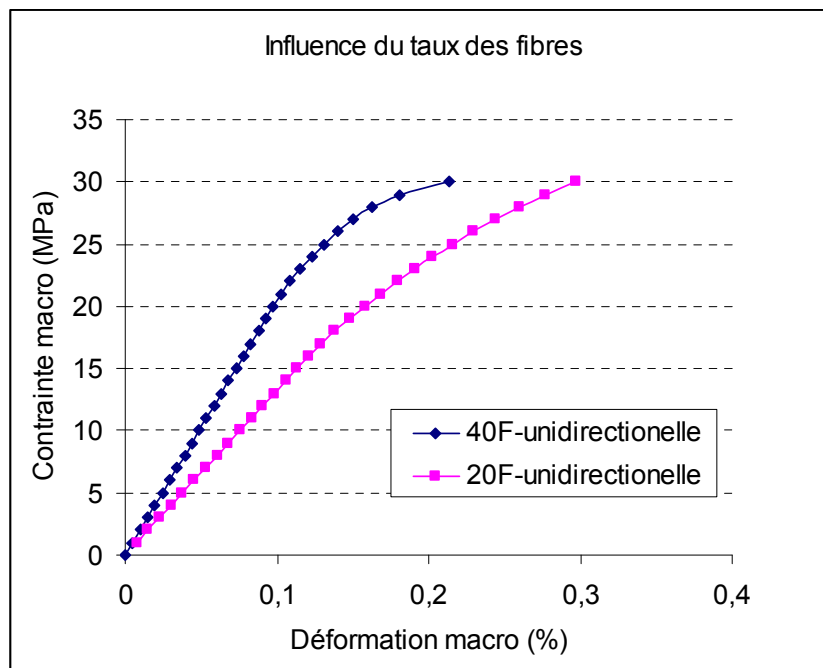
## 5.7 - Extension du modèle pour les composites fictifs

Imaginons que l'on ait des composites 20F unidirectionnels. On peut étudier l'influence du taux initial de porosité sur le comportement du composite (Figure 5-15).



**Figure 5-15: Composite 20F unidirectionnelle-Influence du taux de porosité**

Les résultats de modélisation mettent en évidence que lorsque le composite contient moins de porosité le comportement est plus rigide, et la non-linéarité vient plus tard.



**Figure 5-16 : Influence du taux de fibres au comportement des composites**

En variant le taux de fibre de 20 % à 40% en masse, on peut prédire le comportement de ce composite fictif. La Figure 5-16 montre que le composite à 40% en masse des fibres présente

une rigidité très forte par rapport à celle à 20% de fibres, le seuil de non-linéarité est plus élevé, mais après ce seuil, la non-linéarité est plus prononcée

## 5.8 - Conclusion

Ce chapitre a présenté les résultats de différentes prévisions du comportement des composites BMC.

La prédiction des propriétés élastiques des composites s'est faite par un modèle Mori-Tanaka élastique. Les deux méthodes pour prendre en compte l'orientation des fibres donnent des résultats satisfaisants. La méthode utilisant le tenseur d'orientation des fibres nous permet de calculer très rapidement le tenseur de rigidité du composite, cette méthode peut être couplée avec des logiciels de calcul de l'injection comme Mold Flow qui fournissent les tenseurs d'orientation, et donc servir pour le calcul de structure en élastique des pièces injectées.

La prédiction du seuil de non-linéarité par le critère du taux d'énergie libéré  $J_{critique}$  par une porosité est vérifiée pour tous les composites. L'avantage de ce critère est qu'il est capable de prendre en compte la taille de porosité, qui est liée à la morphologie de la matrice du composite.

Le modèle combiné des deux types d'endommagement : croissance de cavité et décohésion d'interface fibre/ matrice présente une bonne prévision du comportement de toutes les formulations de composite BMC. Ce modèle nous permet aussi de prendre en compte la croissance de cavité seule, ou la décohésion à l'interface seule dans le cas où le résultat expérimental a mis en évidence l'un ou l'autre de ces phénomènes.

Il est très facile d'étendre le modèle dans le cas des chargements complexes : bi traction, tri traction, essais de cisaillement grâce à la construction 3D du modèle.

Nous avons bien répondu au cahier des charges de l'étude puisque nous avons fourni un outil permettant d'optimiser les formulations des composites BMC mais aussi éventuellement des composites SMC, il suffit dans ce cas de désactiver la partie croissance de cavités. Bien entendu un tel outil ne peut être utilisé sans un minimum d'identification préalable.

---

# Conclusions générales et perspectives

---

Le travail présenté dans ce mémoire consiste à comprendre l'influence de la microstructure sur le comportement mécanique des composites BMC (matrice polyester chargée de fibres de verre courtes) afin d'optimiser leur formulation.

Nous avons choisi de réaliser cet objectif en nous appuyant sur des approches multi-échelles nécessitant d'une part une compréhension et une identification des mécanismes de déformation et d'endommagement se produisant à une échelle microscopique, d'autre part le choix de modèles d'homogénéisation appropriés.

L'étude bibliographique (Chapitre 1) réalisée a montré que la dénomination BMC s'applique à des matériaux tous basés sur une résine thermodurcissable (Résine Polyester/Styrène/Agent anti-retrait thermoplastique) renforcée de charges minérales et de fibres de verre, ces matériaux pouvant être mis en forme par injection ou compression. Sous cette dénomination commune, on trouve finalement des matériaux au comportement très différents suivant le choix du type de thermoplastique, du type de charges minérales et du type de procédé d'élaboration qui aura une influence significative sur la répartition des fibres de verre dans le matériau.

La nature de l'agent anti-retrait va jouer sur la répartition, la taille et la morphologie des microporosités présentes dans le matériau. Le choix de cet agent anti-retrait est dicté le plus souvent par la nature des pièces à fabriquer et donc dans notre étude ce choix est imposé.

Les charges minérales ont un pouvoir renforçant mais également un rôle majeur lors de l'élaboration du matériau, leur quantité est contrôlée afin d'optimiser la rhéologie du matériau en cours de réticulation, elles ont également un rôle important dans la compensation du retrait et la prévention de fissuration lors de la réticulation.

La répartition et l'orientation des fibres de verre est directement liée au procédé l'élaboration et aura des conséquences directes sur les propriétés mécaniques de la pièce finie.

Nous avons donc décidé dans notre campagne expérimentale (Chapitre 2) de faire varier au maximum les formulations de BMC testées afin de comprendre le rôle joué par chacun des

constituants du mélange. L'étude devant être représentative des pièces fabriquées par Schneider Electric nous n'avons étudié qu'un agent anti-retrait, le polystyrène, et un seul type de charges minérales, des particules d'alumine de différentes tailles. Nos pièces ont été fabriquées selon deux procédés, injection et compression.

Nous avons ainsi mis en évidence le rôle majeur joué par l'agent anti-retrait dans notre composite. Les micro-vides de retrait de compensation apparaissant durant la phase de réticulation se présentent sous forme de porosités entourées d'une coquille thermoplastique qui jouent un rôle majeur dans le comportement du matériau. La taille et la fraction volumique de ces porosités s'accroît considérablement sous charge et conduit à une non linéarité marquée du comportement à la fois de la matrice (résine + charges d'alumine) aussi du composite. Ce phénomène est directement lié à la nature du thermoplastique utilisé et n'est pas présent dans la plupart des formulations étudiées dans la littérature. La taille des charges d'alumine joue également un rôle majeur puisqu'elle va influencer la distribution et la taille des micro-vides de compensation de retrait.

Pour comprendre l'importance jouée par l'orientation des fibres dans le composite sur le comportement mécanique, nous avons travaillé sur des pièces injectées ou compressées. Nous avons ainsi pu fabriquer et tester des orientations variées, privilégiée dans le sens de l'injection, aléatoire, 2D ou 3D conduisant à une anisotropie plus ou moins marquée du comportement. L'influence de l'orientation ne se limite pas à la détermination du tenseur de rigidité du matériau, nous avons observé sous chargement des décohésions de fibres apparaissant à environ 70% de la charge à rupture, toutes les fibres ne sont pas décollées, le pourcentage de décohésions est directement fonction de l'orientation des fibres par rapport à la direction de sollicitation.

En conclusion, nous avons montré que le comportement du composite se décomposait en trois phases. Une première phase élastique linéaire, la rigidité et l'anisotropie étant liée au taux de renforts et à leur répartition. Une deuxième phase durant laquelle les cavités grossissent et entraînent une diminution du module d'Young apparent du matériau et donc conduisent à un comportement non linéaire du matériau. Une troisième phase durant laquelle le comportement non linéaire est accentué par le phénomène de décohésion de fibres de verre. Les deux mécanismes d'endommagement se produisent jusqu'à rupture totale de l'éprouvette.

Dans le chapitre 3, nous avons choisi des modèles d'homogénéisation aptes à rendre compte de nos observations expérimentales. Nous nous sommes basés sur le modèle de Mori-Tanaka, largement utilisé dans le domaine des composites parce que bien adapté à une microstructure matrice continue et renforts. Pour rendre compte de la distribution d'orientation des fibres de verre nous avons testé deux solutions, la première très rapide qui utilise cette distribution représentée de manière compacte sous la forme d'un tenseur d'orientation, et la deuxième plus complète qui utilise la distribution discrétisée de l'orientation. Nous avons validé les deux méthodes et choisi la deuxième qui nous permet de suivre l'état de contrainte cours du chargement dans chaque famille de fibre, quelle que soit son orientation.

Nous avons utilisé une approche énergétique du modèle pour déterminer le seuil de croissance des cavités, approche nous permettant de prendre en compte l'importance de la taille des porosités dans la détermination de ce seuil.

Nous avons ensuite identifié une loi de croissance de cavités puis une loi de décohésion de fibres, ces lois étant introduites dans le modèle par le biais du calcul des contraintes à l'échelle microscopique dans la matrice et à l'interface fibre/matrice.

Dans le chapitre 4, nous avons adapté le modèle à la description du comportement de la matrice (Résine poreuse + Charges) représentative du composite.

Nous avons ainsi simulé le comportement de différentes formulations de matrice en faisant varier la taille des particules d'alumine et nous avons des résultats tout à fait cohérents avec les mesures expérimentales, nous confortant dans le choix de la représentation et de la modélisation et attestant du caractère prédictif de cette modélisation.

Dans le chapitre 5, le modèle est cette fois utilisé pour le comportement des composites BMC. Nous avons fait varier à la fois les formulations en jouant sur les distributions d'orientations de fibres mais également sur le taux de fibres en effectuant des mélanges fibres de verre, billes de verre. Nous avons également fait varier les directions de sollicitations pour tenir compte du comportement anisotrope de ces matériaux.

Les résultats sont tout à fait satisfaisants et très cohérents. Le modèle peut être étendu à des sollicitations plus complexes.

Notre étude a donc permis la mise en œuvre d'un modèle de prédiction du comportement mécanique anisotrope de BMC en fonction des caractéristiques de ses constituants (comportement mécanique, morphologie) et indirectement fonction du procédé d'élaboration moyennant la connaissance des distributions d'orientation induites par ce procédé.

Une des perspectives de ce travail est de développer le modèle sous chargement thermique, ou dans le domaine dynamique, donc pour les sollicitations sous choc, ou bien encore sous chargement cyclique.

La démarche employée ici pourrait être reconduite, la base du modèle resterait un modèle d'homogénéisation de type Mori-Tanaka, ce qui peut changer ce sont les mécanismes de déformation et d'endommagement identifiés à l'échelle microscopique. Ils pourront soit être identiques avec des seuils d'activation différents, soit complètement différents (rupture de fibres ...) auquel cas de nouvelles extensions du modèle devront être réalisées.

Dans le cas du chargement cyclique, notre modèle de croissance de cavités devrait être complété pour rendre compte de la refermeture non linéaire et incomplète des cavités.

---

# Références Bibliographiques

---

[Adv87] Advani S.G. and Tucker III C.L., The use of tensors to describe and predict fiber orientation in short fiber composites, *J. Rheol.*, 31 (8), 1987, 751-784.

[Bat05] Claude Bathias et coll. *Matériaux composites* DUNOD, Paris 2005

[Baz02] Bazant ZP. *Scaling of structural strength*, ed. H.P. Ltd. 2002, London. 280.

[Ben87] Benveniste Y., A new approach to the application of Mori-Tanaka's theory in composite materials, *Mechanics of Materials*, 6, 1987, 147-157.

[Ben91] Benveniste Y., Dvorak G.J., Chen T., On diagonal and elastic symmetry of the approximate effective stiffness tensor of heterogeneous media, *J. Mech. Phys. Solids*, 39 (7), 1991, 927-946.

[Bla92] Blanc R, Agassant JF, Vincent M. Injection molding of unsaturated polyesters compounds. *Polym eng Sci* 32 (1992): 1440-1450

[Boe90] Boey FYC. Reducing the void content and its variability in polymeric fibre reinforced composite test specimens using a vacuum injection moulding process. *Polymer Testing* 1990 ; 9(6)

[Bou06] P.Bourget, C. Deliat, B. Gaspard-huit, H.J Etudes. PFE : Caractérisation des mécanismes d'endommagement d'un matériau composite BMC. LIM-ENSAM. 2006, Paris.

[Bou94] Bourgeois N., « Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement et de l'endommagement d'un composite à matrice métallique : Al/SiCp », Thèse de l'Ecole Centrale de Paris, 1994

[Boy06] N. Boyard, A. Millischer, V.Sobotka, J-L. Bailleul, D. Delaunay. Behaviour of a moulded composite part: Modelling of dilatometric curve (constant pressure) or pressure (constant volume) with temperature and conversion degree gradients. 2006 *Composites Science and Technology*

[Buc91] Bucknall, CB; Partridge,IK; Phillips,MJ; Mechanism of shrinkage control in polyester resins containing low-profile additives. Vol.32.N°4.636-640.1991

[Car90] G. P. Carman, K.L.Reifsnider. Micromechanics of short-fibre composites. 1990 Composites science and Technology

[Che02] Mohammed Cherkaoui, Michael R. Haberman, Yves H. Berthelot, J. Jarzynski Micromechanical modeling of viscoelastic voided composites in the low-frequency approximation, J. Acoust. Soc. Am., Vol. 112, No. 5, Pt. 1, Nov. 2002, 1937-1943

[Cho80] Chou T-W, Nomura S, Taya M., A self-consistent approach to the elastic stiffness of short-fiber composites, J. Compos Mater, 14, 1980, 178-188.

[Com07] Compositec, Connaissance des matériaux SMC/BMC. Cours de la formation de Compositec 2007.

[Dan02] M.-L. Dano, G. Gendron, H. Mir Mechanics of Damage and Degradation in Random Short Glass Fiber Reinforced Composites.2002Journal of thermoplastic composite materials

[Dan06] M-L Dano, G. Gendron. Experimental Characterization of Damage in Random Short Glass Fiber Reinforced Composites.2006Journal of thermoplastic composite materials

[Der05] R. Derosa, E. Telfeyan, G.Gaustad, S.Mayes. Strength and Microscopic Investigation of Unsaturated Polyester BMC Reinforced with SMC-Recyclate. 2005. Journal of Thermoplastic Composite Materials

[Der97] Derrien K., « Modélisation par des méthodes d'homogénéisation de l'endommagement et de la rupture de composite Al/SiCp », Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Centre de Paris, 1997

[Der99] Derrien K., Baptiste D., Guedra-Degeorges D., Foulquier J., "Multiscale modeling of the damaged plastic behavior and failure of Al/SiCp composites ». International Journal of Plasticity, Volume 15, Issue 6, 1999, Pages 667-685

[Des96] N.Deslandes, Etude des interactions de solvants avec un matériau composite à matrice polyester. Rapport de thèse ENSAM Paris

[Des98] N.Deslandes,V.Bellenger,F.Jaffiol,J.Verdu . Relationship between morphology and solvent interactions of a polyester composite material. 1998 Composites Part A

**[Dis92]** Dissado LA and Fothergill JC. Electrical degradation and breakdown in polymers. IEE Materials and devices, ed. Morgan Parkman and Overshott. Vol. 9. 1992, London: Peter Perigrinus Ltd. p.601.

**[Dor02]** L. Dormieux, A. Molinari; D. Kondo, Micromechanical approach to the behaviour of poroelastic materials, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 50, pp.2203-2231, 2002

**[Dor06]** Microporomechanics, Luc Dormieux, Djimedo Kondo, Franz-Josef Ulm, Wiley, ISBN: 978-0-470-03188-9, 2006

**[Dra06]** D. Dray. Prédiction des propriétés thermo élastiques d'un composite injecté et chargé de fibres courtes. Rapport de Thèse LIM-ENSAM. 2006, Paris

**[Esh57]** Eshelby J.D., « The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems », Proc. Roy. Soc. Lond., A241, pp.376-396, 1957

**[Fau88]** M. Faudree, E. Bayer, A. Hiltner. Characterisation of Damage and Fracture Processes in Short Fibre BMC Composites by Acoustic Emission.1988Journal of Composite Materials

**[Fer91]** Ferrari M., Asymmetry and the high concentration limit of the Mori-Tanaka effective medium theory, Mechanics of Materials, 11, 1991, 251-256.

**[Fit05]** J. Fitoussi, F. Meraghni, Z. Jendli, G. Hug, D. Baptiste. Experimental methodology for high strain-rates tensile behaviour analysis of polymer matrix composites. 2005 Composites sciences and Technology

**[Fit95]** J.Fitoussi. Etude micromécanique de l'influence de l'endommagement à l'interface fibre/matrice sur le comportement de composites organiques à renforts discontinus, Thèse de l'ENSAM Paris.1995.

**[Fit96a]** Fitoussi J., Bourgeois N., Guo G., D. Baptiste, Prediction of the anisotropic damaged behavior of composites materials: introduction of multilocal failure criteria in a micro-macro relationship. Computational Materials Science 5.1996; pp 87-100.

**[Fit96b]** Fitoussi J., Guo G., Baptiste D, Determination of a tridimensional failure criterion at the fiber/matrix interface of an organic matrix/discontinuous reinforcement composite. Composites Science and Technology. 1996 ; 56 : 755-760.

**[Fit98]** J. Fitoussi, G. Guo & D. Baptiste, A statistical micromechanical model of anisotropic damage for S.M.C , Composites Science and Technology 58 ( 1998) 759 763

**[Fran09]** Dominique François , André Pineau , André Zaoui Comportement mécanique des matériaux-Volume 2 Viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture et mécanique du contact, Editeur : Hermès - Lavoisier pp. 2009

**[Guo97]** Guo G., «Etude micromécanique du comportement de structures composites à renforts discontinus », Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Centre de Paris, 1997

**[Hua96]** Yan-Jyi Huang, Chiou-Ming Liang, Volume shrinkage characteristics in the cure, Polymer Vol. 37 No. 3, pp. 401-412, 1996

**[Jen04]** Jendli Z., Meraghni F., Fitoussi J., Baptiste D, Micromechanical analysis of strain rate effect on damage evolution in Sheet Molding Compound composites. Composites Part A: Applied Science & Manufacturing, 2004; 35: 779-785.

**[Jen05]** Jendli.Z. Analyse et modélisation multi-échelles du comportement mécanique sous sollicitation rapides de composites SMC.2005 Rapport de thèse ENSAM Paris.

**[Lem85]** Lemaître J., Chaboche J.L., « Mécanique des Matériaux Solides », Dunod, Paris, 1985

**[Lep01]** E. Le Pen, D. Baptiste, Composites Science and Technology, Volume 61, Issue 15, November-December 2001, Pages 2317-2326 “Prediction of the fatigue-damaged behaviour of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites by a micro–macro approach »

**[Lep99]** Eric Le Pen Approche micromécanique du comportement en fatigue d'un matériau composite à matrice aluminium renforcé par fibres d'alumine. Rapport de thèse ENSAM Paris 1999

**[LeT08]** Thai Hung Le, Thesis 2008, Rhéologie et microstructures des matériaux composites à matrice polymère thermodurcissable chargée minéralement et renforcée par des fibres de verre

**[Li00a]** W. Li, L.J. Lee, Low temperature cure of unsaturated polyester resins with thermoplastic additives I. Dilatometry and morphology study, Polymer 41 (2000) 685–696

**[Li00b]** W. Li, L.J. Lee, Low temperature cure of unsaturated polyester resins with thermoplastic additives II. Structure formation and shrinkage control mechanism, *Polymer* 41 (2000) 697–710

**[Lop07]** Luis Lopez, Benoit Maitrinal, Eric Maire, Emission Acoustique - Rapport\_PFE\_Schneider\_07

**[Mae87]** Zenichiro MAEKAWA, Hiroyuki Hamada, Tsuneo Horino, Kazuo Yagi, Atsushi Yokoyama. Degradation behaviour of Bulk Molding Compound in Acid Environments. 1987. Journal of the Society of Materials Science, Japan

**[Mav96]** C.Mavon. Les composites BMC : influence des constituants sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Rapport de Thèse à Université de Franche-Comté. 1996, Besançon

**[Mer02]** Meraghni F., Desrumaux F., Benzeggagh M. L, Implementation of a constitutive micromechanical model for damage analysis in glass mat reinforced composites structures. *Composites Science and Technology* 2002 ; 62 : 2087-2097.

**[Mir07]** Thomas Mireau et Thomas Leverger. PFE : *Caractérisation mécanique de composite BMC*, par. LIM-ENSAM. 2007, Paris.

**[Mor73]** Mori T., Tanaka K. “Average stress in the matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusion”, *Acta Metall.*, 21, pp. 571-574, 1973

**[Mur87]** Mura T., « *Micromechanics of defects in solids* », Martinus Nijhoff, 2nd Ed., 1987

**[Org08]** Laurent Orgéas, Pierre J.J. Dumont, Thai-Hung LE, Denis Favier. Lubricated compression of BMC, a concentrated and fibre-reinforced granular polymer suspension. *Rheol Acta* (2008) 47:677-688

**[Pie04]** Pierard O., Friebel C., Doghri I., Mean-field homogenization of multi-phase thermo-elastic composites: a general framework and its validation, *Composites Science and Technology*, 64, 2004, 1587-1603.

**[Qiu90]** Qiu Y.P., Weng G.J., *On the application of Mori-Tanaka's theory involving transversely isotropic spheroidal inclusions*, *Int. J. Engng. Sci.*, 28 (11), 1990, 1121-1137.

**[Reg08]** G.Régnier, D. Dray. A simplified Methode to Determine the 3D Orientation of Injection Molded Fiber-Filled Polymer, *Polymer engineering and science*, 2008, 2159-2168

**[Ruf93]** M. Ruffier, Mélanges polyester insaturé-polyacétate de vinyle, étude de la morphologie et de la compensation du retrait de polymérisation. Rapport de thèse INSA Lyon, 1993

**[Sch03]** J. Schjødt-Thomsen, Pyrz R., *Mech. of Mat.* 2003, 33(10), 531-544.

**[Ser00]** Serre Christelle ; Erre René. Etude physico chimique de la surface de matériaux composites à matrice polyester : cas particulier du BMC. Rapport de thèse. Université d'Orléans. 2000

**[Ste97]** Steenbrink, A.C., Van der Giessen, E., Wu, P.D., 1997. Void growth in glassy polymers. *J. Mech. Phys. Solids* 45, 405–437.

**[Sus91]** Suspene, L ; Fourquier, D ; Yang,YS ; Application of phase diagrams in the curing of unsaturated polyester resins with low-profile additives. *Polymer*.Vol.3.2.N°9.1593-1640.1991

**[Tey01]** S.Teyssier , X.Brancaz, S.Bres, G. Peix , B. Ohl' G.Merle , Analyse globale de l'orientation dans un BMC et relation avec les propriétés mécaniques, *Revue des Composites et Matériaux Avancés*. Volume X – n°X/2001, p1-10

**[Tey02]** Sylvie Teyssier. Analyse globale de l'orientation dans un BMC et relation avec les propriétés mécaniques. Rapport de Thèse. 2002, Université de Savoie, LMOPS, UMR CNRS 5041

**[Vay02]** M.Vayer, C.Serré, N.Boyard, C.Sinturel, R.Erre. Surface morphologies of composites based on unsaturated polyester pre-polymer.2002 *Journal of materials science*

**[Wei83]** Weiss J and Bord C. *Les matériaux composites - structure - constituants - fabrication*, ed. Les Editions de l'Usine Nouvelle. 1983, Paris. 1152.

**[Yan06]** D.G. Yang, K.M.B. Jansen, L.J. Ernst, G.Q. Zhang, H.J.L. Bressers, J.H.J. Janssen. Effect of filler concentration of rubbery shear and bulk modulus of molding compounds. 2006 *Microelectronics reliability*

**[Yan88]** Yang S, Lee J; Microstructure formation in the cure of unsaturated polyester resins. *Polymer*, 1988, Vol.29, p.1793-1800.

**[Zai08]** F. Zaïri, M. Naït-Abdelaziz, J.M.Gloaguen, A. Bouaziz, J.M. Lefebvre, Micromechanical modelling and simulation of chopped random fiber reinforced polymer composites with progressive debonding damage, *International Journal of Solids and Structures* 45 (2008) pp.5220–5236

**[Zha00]** Z. Zhang, S. Zhu, Microvoids in unsaturated polyester resins containing poly (vinyl acetate) and composites with calcium carbonate and glass fibers, *Polymer* 41 (2000) 3861–3870

### Expression du tenseur d'Eshelby :

Le tenseur d'Eshelby s'exprime en notation à quatre indices

$$S_{ijkl} = P_{ijpq} (C_0)_{pqkl}$$

$$\text{avec } P_{ijpq} = \frac{1}{16\pi} \int_{-1}^1 \int_0^{2\pi} \left( A_{ip}^{-1} K_q K_j + A_{jq}^{-1} K_p K_i + A_{jp}^{-1} K_q K_i + A_{iq}^{-1} K_p K_j \right) d\varphi dx$$

$$K = \left[ \sqrt{1-x^2} \cos \varphi \quad \lambda \sqrt{1-x^2} \sin \varphi \quad \lambda x \right], \quad A_{ij} = A_{ji} = (C_0)_{ipjq} K_p K_q$$

Les seules caractéristiques des matériaux qui interviennent sont l'éclatement des fibres  $\lambda = \frac{l}{d}$  et le tenseur des modules élastiques  $C_0$  de la matrice. L'intégrale peut être calculée numériquement par exemple par une méthode de Gauss.

### Cas particulière

#### 1) Matrice isotrope, renfort ellipsoïdal

Lorsque le comportement reste élastique la matrice est isotrope de coefficient de Poisson  $\nu_0$  et les composantes de  $S_r$  ont une expression analytique.

Pour des inclusions sphériques, les expressions sont simples:

$$S_{1111} = \frac{7 - 5\nu_0}{15(1 - \nu_0)}$$

$$S_{1122} = \frac{5\nu_0 - 1}{15(1 - \nu_0)}$$

$$S_{1212} = \frac{4 - 5\nu_0}{15(1 - \nu_0)}$$

Pour les renforts ellipsoïdaux, les composantes du tenseur d'Eshelby s'écrivent, dans le cas où l'axe de révolution des ellipsoïdes est l'axe 3 :

**En posant, pour**  $\lambda = \frac{l}{d} > 1$ ,  $\gamma = \lambda \frac{\lambda\sqrt{\lambda^2 - 1} - \log(\lambda + \sqrt{\lambda^2 - 1})}{\sqrt[3]{\lambda^2 - 1}}$ ,

$$\begin{aligned}
 S_{1111} &= \frac{3\lambda^2}{8(1-\nu_0)(\lambda^2 - 1)} + \gamma \left[ \frac{1 - 2\nu_0}{4(1-\nu_0)} - \frac{9}{16(\lambda^2 - 1)(1-\nu_0)} \right] \\
 S_{2211} &= \frac{1}{4(1-\nu_0)} \left[ \frac{\lambda^2}{2(\lambda^2 - 1)} - \gamma \left( 1 - 2\nu_0 + \frac{3}{4(\lambda^2 - 1)} \right) \right] \\
 S_{3311} &= \frac{1}{2(1-\nu_0)} \left[ \gamma \left( 1 - 2\nu_0 + \frac{3}{2(\lambda^2 - 1)} \right) - \left( 1 - 2\nu_0 + \frac{1}{\lambda^2 - 1} \right) \right] \\
 S_{1133} &= \frac{1}{4(1-\nu_0)} \left[ \frac{3\lambda^2}{\lambda^2 - 1} - 1 + 2\nu_0 - \frac{2\lambda^2}{\lambda^2 - 1} \right] \\
 S_{3333} &= \frac{1}{2(1-\nu_0)} \left[ 1 - 2\nu_0 + \frac{3\lambda^2 - 1}{\lambda^2 - 1} - \gamma \left( 1 - 2\nu_0 + \frac{3\lambda^2 - 1}{\lambda^2 - 1} \right) \right] \\
 S_{3232} &= \frac{1}{4(1-\nu_0)} \left[ 1 - 2\nu_0 - \frac{\lambda^2 + 1}{\lambda^2 - 1} - \frac{\gamma}{2} \left( 1 - 2\nu_0 - \frac{3(\lambda^2 + 1)}{\lambda^2 - 1} \right) \right] \\
 S_{1212} &= \frac{1}{4(1-\nu_0)} \left[ \frac{\lambda^2}{2(\lambda^2 - 1)} + \gamma \left( 1 - 2\nu_0 - \frac{3}{4(\lambda^2 - 1)} \right) \right]
 \end{aligned} \tag{4.1}$$

2) matrice isotrope, renfort disque plat (penny-shape)

$$\begin{aligned}
S_{1111} &= \left( \frac{13 - 8\nu_0}{32(1 - \nu_0)} \right) \pi \lambda \\
S_{3333} &= 1 - \left( \frac{1 - 2\nu_0}{1 - \nu_0} \right) \frac{\pi \lambda}{4} \\
S_{1122} &= \left( \frac{8\nu_0 - 1}{32(1 - \nu_0)} \right) \pi \lambda \\
S_{1133} &= \left( \frac{2\nu_0 - 1}{8(1 - \nu_0)} \right) \pi \lambda \\
S_{3311} &= \frac{\nu_0}{1 - \nu_0} \left( 1 - \frac{4\nu_0 + 1}{8\nu_0} \pi \lambda \right) \\
S_{3131} &= \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{\nu_0 - 2}{1 - \nu_0} \frac{\pi \lambda}{4} \right) \\
S_{1212} &= \left( \frac{7 - 8\nu_0}{32(1 - \nu_0)} \right) \pi \lambda
\end{aligned} \tag{4.2}$$

Ce type d'inhomogénéité est utilisé pour prendre en compte l'endommagement par microfissuration dispersive de la matrice ou par rupture de renfort. Les fissures sont considérées comme des ellipsoïdes aplatis et les perturbations qu'elles provoquent sont liées à leur élancement  $\lambda = \text{hauteur} / \text{diamètre}$  et au coefficient de Poisson de la matrice (isotrope).

3) matrice isotrope, cylindres circulaires :

$$\begin{aligned}
S_{3333} &= 0 \\
S_{1111} &= \frac{5 - 4\nu_0}{8(1 - \nu_0)} \\
S_{1122} = S_{2211} &= \frac{4\nu_0 - 1}{8(1 - \nu_0)} \\
S_{1133} = S_{2233} &= \frac{\nu_0}{2(1 - \nu_0)} \\
S_{3311} = S_{3322} &= 0 \\
S_{1212} &= \frac{3 - 4\nu_0}{8(1 - \nu_0)} \\
S_{3131} = S_{3232} &= \frac{1}{4}
\end{aligned}$$

## Notations utilisées

## Notation générales

---

$\alpha_0$	Décomposition classique du tenseur d'Eshelby dans le cas d'une sphère
$\beta_0$	Décomposition classique du tenseur d'Eshelby dans le cas d'une sphère
$\mu$	Module de cisaillement
$\nu$	Coefficient de Poisson
$\rho$	Densité du composite
$\varepsilon$ ( $\varepsilon_{ij}$ )	Tenseur de déformation microscopique
$\varepsilon_0$	Tenseur de déformation de la matrice
$\varepsilon_r$	Tenseur de déformation du renfort
$\varepsilon_h$	Déformation hydrostatique microscopique
$\varepsilon_{vm}$	Déformation Von Mises microscopique
$\bar{\varepsilon}$	Déformation moyenne
$\sigma$ ( $\sigma_{ij}$ )	Tenseur de contrainte microscopique
$\sigma_0$	Tenseur de contrainte dans la matrice
$\sigma_r$	Tenseur de contrainte dans le renfort
$\sigma_n$	Contrainte « normale » à l'interface
$\tau$	Contrainte « cisaillement » à l'interface
$\sigma_h$	Contrainte hydrostatique microscopique
$\sigma_{eq}$	Contrainte équivalente microscopique (Von Mises)
$\Sigma_h$	Contrainte hydrostatique macroscopique
$\Sigma_{eq}$	Contrainte équivalente macroscopique
$\varphi$	Angle fibre/ direction d'injection
$\theta$	Angle « hors plan » de fibre
$\delta$	Fonction de Dirac
$\Omega$	Volume d'intégration
$t_x$	Taux de triaxialité
$\beta$	Paramètre d'évolution de croissance

**A-a :**


---

$2a_0$	Taille initiale des porosités
$2a$	Taille des porosités
$\mathbf{A} (\mathbf{A}_{ij})$	Tenseur de localisation d'ordre 2
$\mathbf{A}(\mathbf{x})$	Tenseur de localisation des déformations au point $x$
$\mathbf{A}_0$	Tenseur de localisation des déformations de la matrice
$\mathbf{A}_r$	Tenseur de localisation de la famille $r$ du renfort
$\mathbf{A}^{\text{Esh}}$	Tenseur de localisation de la solution d'Eshelby

**B-b :**


---

$\mathbf{B}(\mathbf{B}_{ij})$	Tenseur de concentration de contrainte d'ordre 2
$\mathbf{B}(\mathbf{x})$	Tenseur de concentration de contrainte au point $x$
$\mathbf{B}_0$	Tenseur de concentration de contrainte - matrice
$\mathbf{B}_r$	Tenseur de concentration de contrainte - famille du renfort $r$

**C-c :**


---

$\mathbf{C} (\mathbf{C}_{ij})$	Tenseur de rigidité d'ordre 2
$\mathbf{C}_0$	Tenseur de rigidité - matrice
$\mathbf{C}_r$	Tenseur de rigidité - renfort
$\tilde{\mathbf{C}}$	Tenseur de rigidité effectif du composite
$\tilde{\mathbf{C}}^{FC}$	Tenseur de rigidité - cas d'une faible concentration en renforts
$\tilde{\mathbf{C}}^{UD}$	Tenseur de rigidité - composite unidirectionnel
$\tilde{\mathbf{C}}^{MT}$	Tenseur de rigidité - modèle Mori-Tanaka

**D-d :**


---

$d$	Diamètre des fibres
$D^p$	Déformation plastique

**E-e :**


---

$E$	Déformation macroscopique
$E_h$	Déformation hydrostatique macroscopique
$E_{eq}$	Déformation équivalente macroscopique

---

$E_{1c}$	Module d'Young dans le sens 1 du composite
$E_{2c}$	Module d'Young dans le sens 2 du composite
$E_{3c}$	Module d'Young dans le sens 3 du composite

**F-f :**


---

$f$	Fraction volumique totale en fibres
$f_d$	Fraction volumique - fibres endommagées
$f_f$	Fraction volumique - fibres intactes
$f_m$	Fraction volumique de la matrice
$f_p$	Fraction volumique des porosités

---

**I-i :**

$I$	Tenseur unité
-----	---------------

**J-j :**


---

$J$	Taux de variation d'énergie d'interaction
$J_{critique}$	Valeur « seuil » de croissance de cavité de J

**K-k :**


---

$k$	Module de compressibilité
-----	---------------------------

**L-l :**


---

$l$	Longueur moyenne des fibres
-----	-----------------------------

**P-p :**


---

$P_r$	Probabilité de rupture interfaciale
$p$	Pression statique

**Q-q :**


---

$Q_r$	Tenseur intermédiaire
-------	-----------------------

**R-r :**


---

$R$	Rayon de porosité sphérique
-----	-----------------------------

---

**S-s :**

---

---

$\mathbf{S}_r^{Esh}$	Tenseur d'Eshelby
$\mathbf{S} (S_{ij})$	Tenseur de souplesse d'ordre 2
$\mathbf{S}_0$	Tenseur de souplesse de la matrice
$\mathbf{S}_r$	Tenseur de souplesse du renfort
$\tilde{\mathbf{S}}^{UD}$	Tenseur de souplesse d'un composite unidirectionnel
$\tilde{\mathbf{S}}$	Tenseur de souplesse effectif du composite

**U-u :**

---

---

U	Déplacement
---	-------------

**W-w :**

---

---

$\mathbf{W}$	Energie potentielle
$\mathbf{W}_0$	Energie potentielle en l'absence d'hétérogénéité

## PREVISION DE LA LOI DE COMPORTEMENT DES COMPOSITES BMC

**RESUME :** Les pièces élaborées par le groupe Schneider Electric sont principalement utilisées dans les domaines de la Basse Tension de Puissance, la Moyenne Tension et le Contrôle Industriel et fortement contraintes sur les plans diélectrique, mécanique et thermique. Cette étude traite des matériaux de type BMC appliqués dans l'industrie électrotechnique pour répondre à ces besoins. Si les BMC sont tous élaborés à base de résine polyester, d'un agent anti retrait, et de charges et renforts minéraux, ils diffèrent entre eux par le choix du procédé de fabrication mais aussi par la nature et la proportion de chacun des constituants du mélange. La conception des pièces et le choix du matériau composite permettant de remplir les fonctions principales demandées à une pièce ne sont donc pas triviaux et s'appuient encore largement sur un savoir-faire empirique. L'objectif de Schneider Electric est donc de disposer à terme d'un outil d'aide à la conception des pièces en décrivant les propriétés mécaniques des BMC en fonction de leur formulation et en optimisant ensuite le choix du matériau composite en fonction du cahier des charges demandé. Nous proposons ici de mettre en place les éléments nécessaires à l'établissement d'un modèle prédictif permettant de déduire la loi de comportement des composites BMC en fonction des propriétés de ses constituants. La démarche proposée est fondée sur une approche multi échelle d'homogénéisation des milieux aléatoires. Une analyse expérimentale complète nous permet de déterminer de manière précise la microstructure du matériau, son influence sur les propriétés mécaniques macroscopiques mais aussi de mettre en évidence les spécificités de cette classe de matériaux. Les résultats sont ensuite intégrés dans un modèle de type Mori-Tanaka élastique couplé à la prise en compte de l'endommagement par croissance de cavités et décohésion de fibres.

**Mots clés :** Composite BMC, endommagement, modèles d'homogénéisation, croissance de cavités, décohésion de fibres, optimisation, Mori-Tanaka.

## PREVISION OF THE BEHAVIOUR LAW OF BMC COMPOSITES

**ABSTRACT :** Schneider Electric is developing technical parts used in the area of Low Voltage Power, medium voltage and industrial control. These parts are highly constrained in terms of dielectric, mechanical and thermal properties. This study is carried out on BMC materials (Bulk Molding Compound), applied in electrical industry and expected to answer all the properties mentioned before. In general, all the BMC composites are based on polyester resin used with low shrink additive and mineral fillers. One can obtain different properties by the method of processing and varying the amount or the nature of each component of the formulation. The design of pieces and the choice of the composite materials allow us to reach the main properties expected for such application. The main objective of Schneider Electric is to create a tool for the design of these BMC pieces, describing their mechanical properties as a function of the proposed formulation. We have proposed an approach to establish a numerical model allowing us to predict the behavior of BMC composites based on the properties of each constituent of the formulation. The proposed approach is based on a multi-scale homogenization of random media. The experimental results allowed us to determine precisely the micro-structure of the materials and its influence on the macroscopic scale (mechanical properties). They have permitted us to highlight the specificities of this class of materials. The results are integrated into a model of Mori-Tanaka type, coupled with the inclusion of damages like the formation of voids growth and the debonding of fibers.

**Keywords :** BMC composite, damage, homogenization, voids growth, debonding of fibers, Mori-Tanaka