

Bibliographie

- [1] C. Banwell and E. Mc. Cash, « Fundamentals of molecular spectroscopy », Mc Graw-Hill ed., 1994.
- [2] J.G. Williams, « Stress Analysis of Polymers », Ellis Horwood series in engineering science, 2nd ed.
- [3] C. Baley, B. Lamy, « Propriétés mécaniques des fibres de lin utilisées comme renforts de matériaux composites », Revue des Composites et des Matériaux Avancés, Vol. 10, 7-24, 2000.
- [4] B. Miller, P. Muri, L. Rebenfeld, « A microbond method for determination of the shear strength of a fibre/resin interface », Composite Science and Technology, 28, 17-32, 1987.
- [5] P. Compston, P.Y.B. Jar, P. Davies, « Matrix effect on the static and dynamic interlaminar fracture toughness of glass-fibre marine composites », Composite Part B, 29B, 505-516, 1998.
- [6] Vetrotex, « Memento 1998 », 1998.
- [7] E. Pisanova, S. Zhandarov, E. Mäder, « How can adhesion be determined from micro-mechanical tests ? », Composites Part A, 32, 425-434, 2001.
- [8] C. Baley, Y. Grohens, F. Busnel, P. Davies, « Application of interlaminar test to marine composites. Relation between glass fibre/polymer interfaces and interlaminar properties of marine composites », Applied Composite Materials, 11, 77-98, 2004.
- [9] J.T. Ash, W.M. Cross, D. Svalstad, J.J. Kellar, L. Kjerengtroen, « Finite Element Evaluation of the Microbond Test : Meniscus effects, Interphase Region, and Vise Angle », Composites Science and Technology, 63, 641-655, 2003.
- [10] P. Herrera-Franco, W. Wu, L. Madhukar, L.T. Dzral, « Comtemporary Methods for Measurement of Fibre-matrix Interfacial Shear Strength », 46th Annual Conference, Composite Institute, The Society of Plastics Industry, 1991.

- [11] J.R. Day, M. Marquez, I. Verpoest, F. Jones, « Interfacial Phenomena in Composites Materials », Butterworth Heinemann ed., London, 73-76, 1991.
- [12] S. Venkatakrishnaiah and L.R. Dharani, « Interfacial Stresses in a Microbond Pull-out Specimen », *European Journal of Mechanics/Solids*, 13, 311-325, 1994.
- [13] R.J. Sheer and J.A. Nairn, « A comparison of Several Fracture Mechanics Methods for Measuring Interfacial Toughness with Microbond Test », *Journal of Adhesion*, 53, 45-68, 1995.
- [14] C.H. Liu and J.A. Nairn, « Analytical and Experimental Methods for Fracture Mechanics Interpretations of Microbond Test Including the Effects of Frictions and Thermal Stresses », *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 19, 59-70, 1999.
- [15] D.A. Biro, P. Mclean, Y.Deslandes, « Application of the Microbond Technique : Characterization of Carbon Fibre-epoxy Interfaces », *Polymer Engineering and Science*, 37, 1250-1256, 1991.
- [16] L. Carpentier, A. Chateauminis, P. Kapsa, M. Kharrat, « Caractérisation par micro-indentation instrumentée de composites verre/matrice thermodurcissable », *Rapport d'essais*, Ecole Centrale de Lyon, 1997.
- [17] X. Diran, B. Hilaire, J.P. Soulier, M. Nardin, « Interfacial shear strength in glass-fibre/vinylester-resin composites », *Composites Science and Tehnology*, 56, 533-539, 1996.

Chapitre 6

Essais mécaniques sur composites monolithiques - Influence de la matrice

Dans ce Chapitre, nous passons maintenant à l'échelle macroscopique en s'intéressant aux propriétés mécaniques des stratifiés monolithiques utilisés en construction navale de plaisance. Plus précisément, l'objectif est de regarder l'influence de la matrice et de son éventuelle fragilité sur les propriétés des composites. Plusieurs essais, faisant intervenir des sollicitations quasi-statique et dynamique, sont employés pour évaluer les propriétés mécaniques et les processus d'endommagements de composites verre/polyester.

6.1 Procédure expérimentale

6.1.1 Matériaux et mise en oeuvre

Les résines utilisées sont identiques à celles étudiées dans le Chapitre précédent. Elles sont renforcées par des fibres de verre E présentent sous quatre configurations de renforts :

- des mats de type émulsion (Vetrotex M123) de grammage 300 g/m^2 ,
- des tissus équilibrés (taffetas) de grammage 500 g/m^2 ,
- des rovimats composés de taffetas de verre de 500 g/m^2 cousus à un mat de 300 g/m^2 (500 T2 / 300 - Chomarat),
- des nappes de fibres unidirectionnelles Cotech de grammage 300 g/m^2 (Sicomini).

Les plis composites et les stratifiés sont réalisés par moulage au contact (Figure 6.1). Les renforts, imprégnés manuellement, sont soit compactés au rouleau ébulleur soit à l'aide

d'une presse hydraulique. La presse permet d'obtenir des taux de renforcement supérieurs à ceux obtenus par compactage manuel. Dans ce cas, les épaisseurs des plaques (et donc les taux de fibres) sont contrôlées à l'aide de cales. Pour éliminer l'exédent de résine en surface, des tissus d'arrachage (Peeltex/Sicommin) sont employés. Rappelons que les composites sont transformés à température ambiante (18/20°C) et que, comme précédemment, les résines sont catalysées avec du P MEC dans des proportions comprises entre 1 et 1,5 % en masse. Une fois les plaques réticulées, elles subissent toutes un cycle de polymérisation de 24 heures à température ambiante suivi d'une post-cuisson de 16 heures à 40°C.



FIG. 6.1 – Réalisation de plaques stratifiées par moulage au contact.

Les taux massiques de fibres M_f des stratifiés sont ensuite déterminés suivant deux méthodes :

- par pesée, le taux de fibres est le rapport entre la masse de renfort et la masse de la plaque. Cette mesure permet d'obtenir le taux de fibres moyen de la plaque.
- par calcination suivant la norme NF T 57 102 avec un minimum de 4 échantillons. Le taux de fibres est le rapport entre la masse de résidu et la masse de l'échantillon. La taille des échantillons étant modeste, cette mesure est plus « locale » que la première.

Par la suite, nous raisonnerons en taux volumique de fibres en négligeant la présence de porosités. Dans ce cas, le taux massique de matrice $M_m = 1 - M_f$. Le passage entre taux massique et taux volumique de renfort est alors effectué à l'aide de la relation :

$$V_f = \frac{M_f/\rho_f}{M_f/\rho_f + M_m/\rho_m} \quad (6.1)$$

avec, ρ_f et ρ_m les masses volumiques respectives des fibres et de la matrice. Enfin, à partir du taux volumique V_f , l'épaisseur h d'un pli composite peut être estimée en fonction de sa masse surfacique (grammage) en utilisant l'expression :

$$h = \frac{\text{grammage}}{V_f \rho_f} \quad (6.2)$$

A partir des plaques, les éprouvettes de composites sont découpées aux dimensions désirées à l'aide d'une scie circulaire. La scie comporte un disque diamanté pour effectuer des découpes propres.

6.1.2 Essais mécaniques classiques

6.1.2.1 Traction

Les essais de traction sur composites sont réalisés suivant la norme NF T 57 101. Les éprouvettes, parallélépipédiques, d'épaisseur h (inférieure à 10 mm) ont les cotes suivantes : largeur b de 20 mm et longueur l de 200 mm. Les essais sont réalisés avec une vitesse de 2 mm/min sur une machine de traction MTS synergie 1000 munie d'un capteur d'effort de 10 kN. Les déplacements sont mesurés à l'aide d'un extensomètre Hansfield HSC d'une longueur entre couteaux de 50 mm. Les courbes effort/déplacement relevées permettent d'obtenir un module d'élasticité, une contrainte à rupture et un allongement à rupture.

6.1.2.2 Cisaillement interlaminaire

Les essais de cisaillement interlaminaire sont des essais de flexion trois points sur appuis rapprochés. Ils sont réalisés à l'aide de la norme NF ISO 4585. Les éprouvettes, de forme parallélépipédique, ont une épaisseur h et une largeur b . La distance entre les appuis, l , est de 5 fois l'épaisseur. Cet essai est simple et rapide à réaliser mais il ne permet pas de mesurer directement un module de cisaillement. Une contrainte de cisaillement apparente, τ_{app} , est calculée en utilisant la relation suivante :

$$\tau_{app} = \frac{3F}{4bh} \quad (6.3)$$

où, F est la force maximale relevée au cours de l'essai.

6.1.3 Essais mécaniques non standards

6.1.3.1 Essai DCB

La rupture interlaminaire de stratifiés en mode I est caractérisée à l'aide d'un montage DCB (Double Cantilever Beam) ou « double poutre encastrée » (Figure 6.2). Les éprouvettes comportent un défaut (film en polypropylène d'épaisseur $8 \mu m$) placé à mi-épaisseur lors de la stratification des plaques. Des blocs en aluminium sont collés en extrémité d'éprouvette côté défaut afin d'appliquer l'effort. Ce type d'essai, normalisé ISO 15024-2001 depuis peu, permet de suivre l'amorçage puis la propagation d'une fissure à partir du défaut. Les essais sont réalisés sur une machine de traction Instron 4502 UTM (Universal Testing Machine). La géométrie des éprouvettes et les conditions expérimentales sont les suivantes : épaisseur $h = 5 - 6 mm$, largeur $b = 20 mm$, longueur $L = 200 mm$, longueur initiale du défaut $a_0 = 50 mm$ et vitesse de charge $v = 2 mm/min$. Au cours de l'essai, l'avancement a de la fissure est relevé en fonction de l'effort F appliqué et de l'ouverture δ de l'éprouvette. Les courbes obtenues présentent trois zones bien distinctes (Figure 6.3) :

- a) une première montée en charge qui se solde par l'amorçage de la fissure,
 - b) une deuxième montée en charge correspondant à la croissance de la fissure,
 - b) une troisième zone où la charge diminue et qui correspond à la propagation de la fissure.
- L'amorçage est défini au moment où un changement de pente est observé sur la première partie de la courbe effort/ouverture. La propagation de la fissure intervient après sa croissance et est considérée comme stable lorsqu'un plateau est observé sur la dernière partie de la courbe.

Le taux de restitution d'énergie G_I est utilisé pour quantifier la fissuration. La résistance au délaminage d'un stratifié est souvent caractérisée par le taux critique de restitution d'énergie G_{Ic} déterminé à l'amorçage de la fissure. Ensuite, dans la phase de propagation, il est courant de suivre le taux de restitution d'énergie, appelé G_{Ip} , en fonction de l'avancement de fissure. Cela nous renseigne sur la capacité du stratifié à propager une fissure déjà initiée. L'expression du taux de restitution d'énergie s'exprime par :

$$G_I = \frac{F^2}{2b} \frac{dC}{da} \quad (6.4)$$

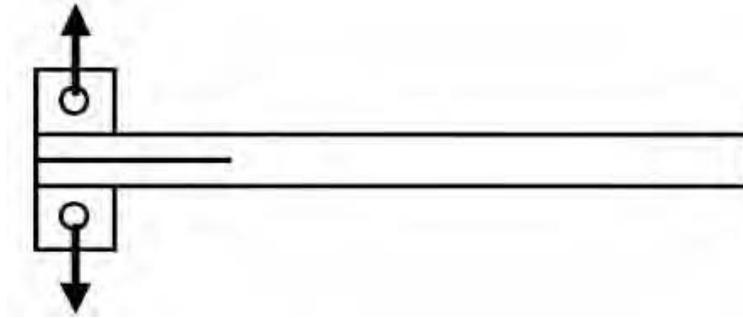


FIG. 6.2 – Epreuve DCB.

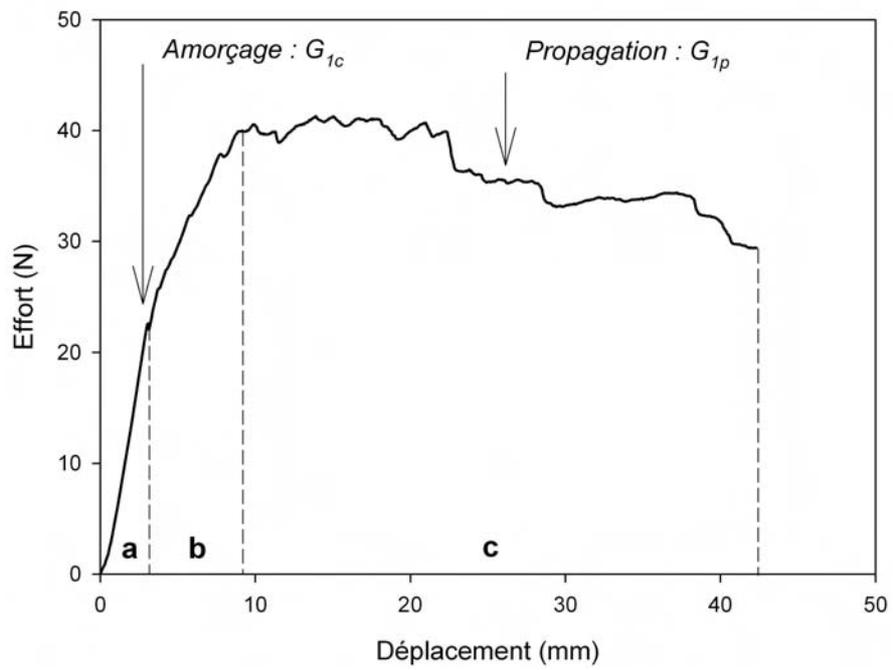


FIG. 6.3 – Courbe effort/déplacement relevée lors d'un essai DCB.

avec, C la complaisance du système telle que :

$$C = \frac{\delta}{F} \quad (6.5)$$

La complaisance, déterminée par la méthode de Berry [1], est exprimée en fonction de a^n par la relation :

$$C = ka^n \quad (6.6)$$

où l'exposant n est déterminé expérimentalement et correspond à la pente de la courbe des variations de $\ln(C)$ en fonction de $\ln(a)$ et k est une constante (Figure 6.4).

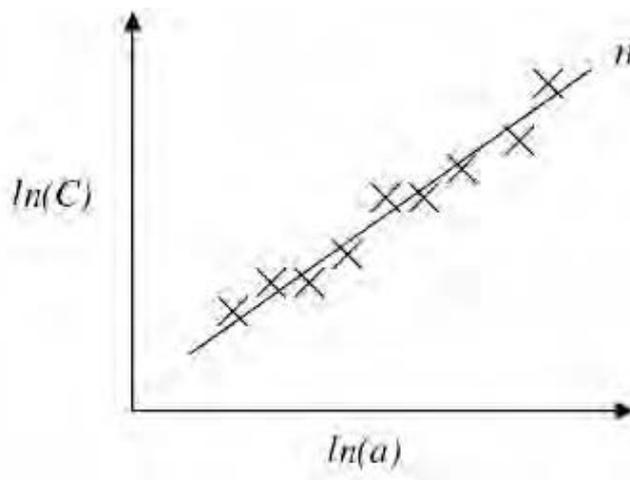


FIG. 6.4 – Détermination expérimentale du coefficient n .

Finalement, le taux de restitution d'énergie est calculé en utilisant l'expression :

$$G_I = \frac{nF\delta}{2ba} \quad (6.7)$$

6.1.3.2 Essais de flexion quatre points « End Notched end Flexion » (4ENF)

La résistance au délaminage en cisaillement (mode II) est étudiée en utilisant des essais de flexion quatre points 4ENF. Les éprouvettes sont rigoureusement les mêmes que celles employées pour les essais DCB et présentent un défaut initial a_0 de 50 mm de longueur. Le détail du montage et du positionnement des éprouvettes est illustré Figure 6.5. Les essais

sont réalisés avec une vitesse de traverse de 1 mm/min sur une machine de traction Instron 4502 UTM.

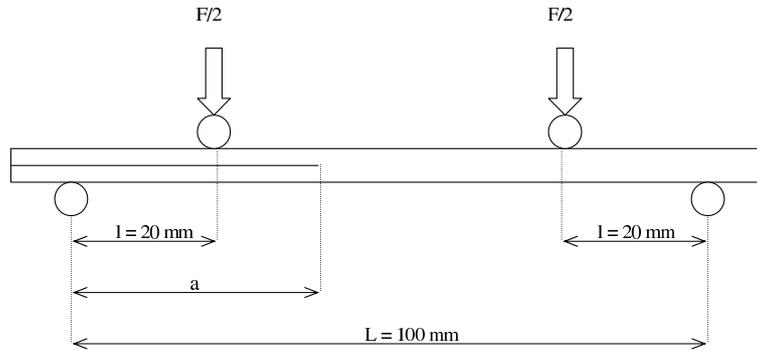


FIG. 6.5 – Montage de flexion quatre points ENF.

L'analyse des résultats est effectuée en utilisant la méthode expérimentale proposée par Martin et Davidson [2]. Le taux critique de restitution d'énergie en mode II, G_{IIc} , est évalué à partir de l'effort F et de la largeur b de l'éprouvette à l'aide de la relation suivante :

$$G_{IIc} = \frac{F^2 m}{2b} \quad (6.8)$$

m est un paramètre déterminé expérimentalement et correspond à la pente de la courbe des variations de la complaisance C en fonction de la longueur de fissure a . Comme pour les essais de mode I, l'amorçage de la fissuration est identifié par le changement de pente observé sur les courbes effort/déplacement relevées au cours des essais. Ainsi, le G_{IIc} est défini comme l'énergie critique de déformation déterminée à l'amorçage de la fissuration en mode II.

6.1.3.3 Impact

Afin d'étudier le comportement de stratifiés sous sollicitations dynamiques, des essais d'impact par poids tombant ont été réalisés. Le montage (Figure 6.6) comporte un mât duquel est lâché un projectile sans vitesse initiale. Le projectile, d'une masse de 1,6 kg, est en acier et mesure 150 mm de long avec une extrémité hémisphérique de diamètre 50 mm. Il est instrumenté d'un accéléromètre piézoélectrique (ENDEVCO 2255B-1) situé à l'intérieur de l'embout hémisphérique. Un dispositif anti-rebond constitué d'une pince électromagnétique à déclenchement automatique empêche un second choc. Les plaques composites à tester,

carrées avec un côté de 150 mm, reposent sur une pièce de section cylindrique (diamètre extérieur 142 mm et épaisseur 33 mm) fixée au bâti. L'acquisition des données de l'accéléromètre, temps d'impact (en ms) et signal (en mV), est effectuée à l'aide d'un oscilloscope. L'accéléromètre a une calibration de 0,8483 mV/g.



FIG. 6.6 – Montage de l'essai d'impact.

6.1.4 Suivi de l'endommagement

6.1.4.1 Emission acoustique

Lorsque l'on sollicite mécaniquement un composite (essai de traction par exemple), il émet des événements acoustiques qui résultent de la libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques de pression ou de contraintes. Ces ondes se propagent au sein du matériau et traduisent ses évolutions internes. L'émission acoustique est une technique de suivi en temps réel de l'endommagement. Elle est très sensible aux instabilités passagères ou locales qui, pour les composites, sont dues à des mécanismes de rupture ou de propagation de fissures. Les émissions acoustiques donnent naissance, par l'intermédiaire d'un capteur piézoélectrique, à un signal électrique généralement défini par la relation suivante [3] :

$$V = V_0 e^{(-\eta t)} \sin \omega t \quad (6.9)$$

où, η et ω sont des caractéristiques du capteur décrivant respectivement son coefficient d'amortissement et sa fréquence de vibration et V_0 est l'amplitude maximale du signal. La détection de ce signal, assimilé à une sinusoïde amortie, se fait à partir d'une tension seuil V_s supérieure au bruit de fond. Chaque impulsion dépassant cette tension est appelée coup. Le signal est appelé « évènement » et est préamplifié afin d'éviter toute perturbation par le milieu environnant. Le paramètre choisi pour suivre l'évolution du matériau est le nombre de coups qui permet de décrire l'évolution de la quantité acoustique en fonction du temps ou d'un paramètre de sollicitation. Le nombre de coups n est proportionnel au logarithme de l'amplitude comme le décrit la relation suivante :

$$n = \frac{\omega}{2\pi\eta} \ln \left(\frac{V_0}{V_s} \right) \quad (6.10)$$

Au cours d'un essai mécanique, le principe consiste à compter puis à cumuler le nombre de coups qui sont ensuite enregistrés en fonction du temps, de la contrainte ou de la déformation. L'intérêt d'une telle méthode est qu'elle rend directement compte de la quantité d'endommagement présente dans le matériau. La Figure 6.7 montre l'évolution du nombre de coups cumulés en fonction de l'allongement appliqué lors d'un essai de traction sur composite. Ce type de courbe montre bien la notion de cumul d'endommagement caractérisant la rupture des composites.

Le matériel utilisé expérimentalement est une chaîne d'émission acoustique EPA (Euro Physical Acoustics) couplée au logiciel Mistras. Le signal est mesuré avec de deux capteurs piezoélectriques (EPA Pico 3461, 500 Hz) préamplifiés (préamplificateurs PAC 1220 A, 40 dB) qui permettent de localiser des endommagements dans la zone centrale de l'éprouvette. Lors des essais de traction, les capteurs sont placés de part et d'autre de l'extensomètre et le couplage capteur/échantillon est effectué avec du savon liquide. La Figure 6.8 montre le dispositif expérimental utilisé.

6.1.4.2 Visualisation des dommages

Suite aux essais d'impact sur plaques stratifiées, l'identification de l'endommagement est tout d'abord effectuée par un contrôle visuel. La translucidité des composites verre/polyester

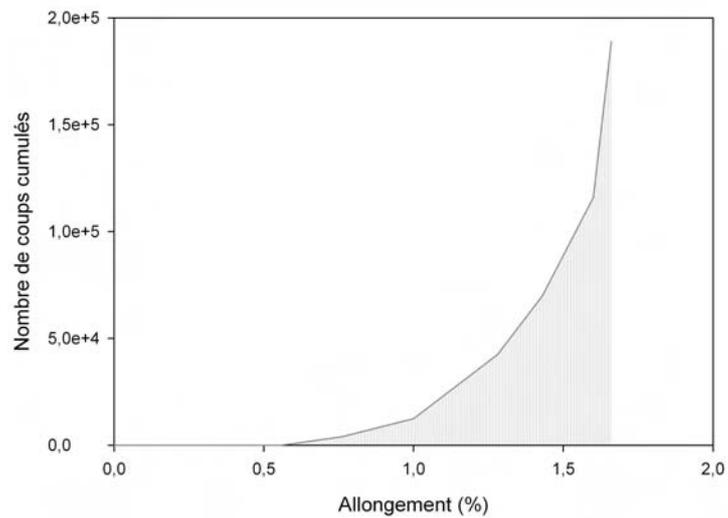


FIG. 6.7 – Evolution de la quantité acoustique en fonction de l’allongement appliqué lors d’un essai de traction sur composite.

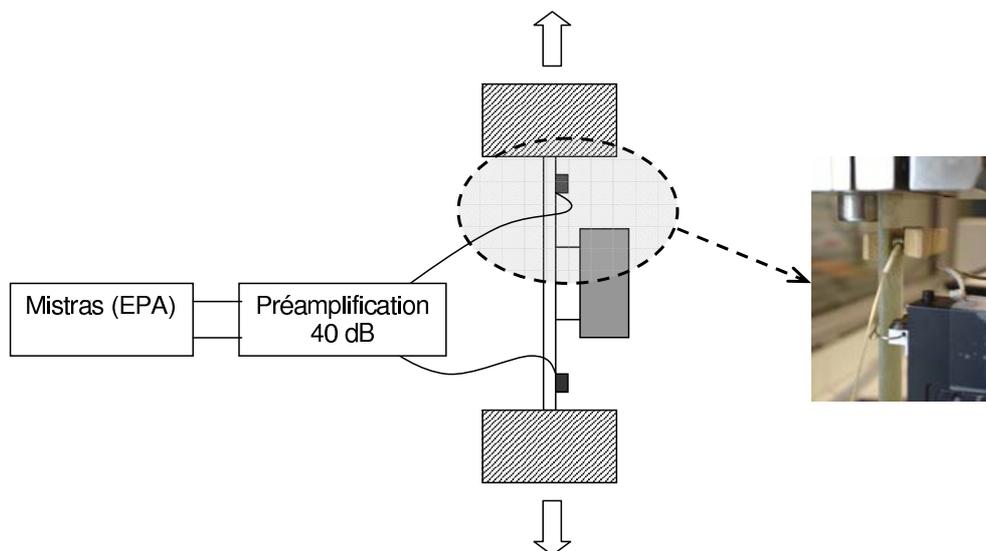


FIG. 6.8 – Dispositif expérimental d’émission acoustique.

permet effectivement d'observer des zones blanchies caractéristiques de la création de dommages. Les résines employées étant de nature et de couleur différentes, la visualisation de l'endommagement est ensuite faite de manière plus précise à l'aide d'une technique ultrasonore. Le principe est de mesurer la réponse d'un signal ultrasonore traversant la pièce à tester. Un système SOFRATEST est utilisé, la plaque test étant immergée dans un bac d'eau douce et déposée sur un réflecteur métallique. Un transducteur (WS50-5-P2 / 5 MHz) de tâche focale $1,1 \text{ mm}^2$ à $25,4 \text{ mm}$ de distance est fixé à une canne qui balaye l'échantillon avec un pas de $0,5 \text{ mm}$. La présence d'endommagements conduisant à de fortes atténuations du signal par rapport au matériau sain, les cartographies obtenues mettent en évidence la taille des zones endommagées. La mesure étant sensible aux irrégularités de la surface des stratifiés, les plaques sont aussi cartographiées avant impact pour bien identifier les défauts initiaux (Figure 6.9).

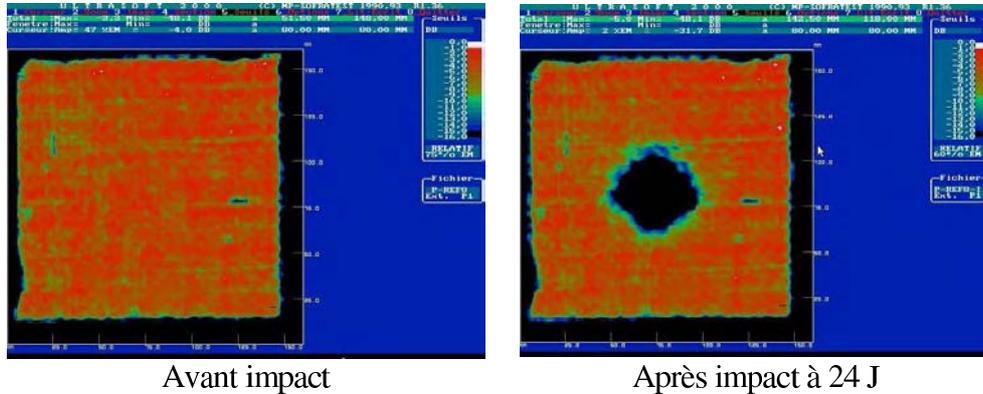


FIG. 6.9 – Exemple de cartographies ultrasoniques obtenues avant et après impact sur plaques stratifiées.

En complément de cette technique, les stratifiés sont découpés suivant la diagonale et reçoivent un pénétrant coloré. Ce dernier est sensible à un éclairage ultraviolet et permet de révéler les zones endommagées dans l'épaisseur du matériau. La combinaison de ces différentes observations procure de bonnes informations sur les mécanismes de délaminage des composites impactés et doit permettre de comparer des résines entre elles.

6.2 Propriétés mécaniques des stratifiés monolithiques

6.2.1 Cisaillement interlaminaire sur empilements

En premier lieu, nous nous sommes intéressés à l'essai de flexion trois points avec appuis rapprochés, ou de cisaillement interlaminaire, car il est très utilisé pour caractériser les stratifiés à usage marin. Cet essai permet en effet d'utiliser des éprouvettes qui peuvent être directement prélevées sur des structures réelles afin d'effectuer des contrôles qualité [4]. Cependant, l'état de contrainte généré dans l'éprouvette est complexe et fait intervenir des sollicitations de traction, compression et cisaillement. Les zones situées sous les appuis sont des lieux de concentrations de contraintes, en particulier sous l'appui central. Tous ces facteurs conduisent à un mode de fissuration complexe dans l'éprouvette. Les paramètres qui influencent l'essai sont nombreux : taux de fibres, porosités, séquence de l'empilement, conditions aux limites, ... Par ailleurs, plusieurs auteurs [5, 6] ont montré que cet essai est sensible à la qualité de la liaison fibre/matrice et aux propriétés de la matrice. Les résines polyester sélectionnées pour les essais sont les suivantes :

- deux résines orthophtaliques (*SO1* et *SO3*),
- deux résines DCPD faible teneur en styrène (*LS2* et *LS3*),
- deux résines DCPD mixtes faible teneur et faible émission de styrène (*LES2* et *LES3*).

Elles sont transformées manuellement par moulage au contact et renforcées par deux types d'empilements :

- I : 24 plis de fibres unidirectionnelles (300 g/m²). Après imprégnation, les plis sont compactés à la presse. Le taux de fibres moyen obtenu est de 48% en volume.
- II : 5 mats (300 g/m²) et 4 tissus équilibrés (taffetas 500 g/m²) en commençant par un pli de mat puis en alternant mat et tissu. Les stratifiés, compactés manuellement, ont un taux volumique de fibres moyen de 26%. Notons que ce type d'empilement est proche de ceux utilisés par les constructeurs de bateaux de plaisance.

Les contraintes apparentes de cisaillement relevées au cours des essais sont regroupées dans le Tableau 6.1. Les valeurs, comprises entre 20 et 30 MPa, sont caractéristiques de celles habituellement mesurées sur des stratifiés verre/polyester transformés en construction navale de plaisance [7].

Empilement	Résine	Taux volumique de fibres (%)	Contrainte de cisaillement apparente (MPa)
I	SO3	48,5	27 ± 1
	LS3	47,7	33 ± 2
	LES3	50,0	28 ± 3
II	SO1	26,9	21 ± 1
	LS2	25,9	20 ± 1
	LES2	25,2	21 ± 1

TAB. 6.1 – Résultats des essais de cisaillement interlaminaire.

Tout d’abord, on constate que les deux empilements, de nature et de taux de fibres différents, ne donnent pas les mêmes contraintes apparentes de cisaillement. L’empilement I (30 MPa), avec un taux de fibre plus élevé, conduit à des contraintes moyennes de cisaillement supérieures à celles de l’empilement II (20 MPa). L’influence du taux de fibres et de la séquence d’empilement est donc visible. En revanche, la contrainte de cisaillement interlaminaire est très peu sensible à la nature de la résine polyester. Les valeurs des contraintes sont effectivement similaires pour toutes les résines d’un empilement. Pour les matériaux étudiés, l’utilisation de résines polyester fragiles à faible teneur en styrène n’influence donc pas la contrainte de cisaillement interlaminaire.

6.2.2 Propriétés en traction d’un stratifié renforcé par des mats

Nous avons choisi d’étudier les propriétés de résines renforcées par des mats de verre car l’objectif n’est pas de caractériser tous les renforts employés en construction navale de plaisance. Les mats sont des renforts très utilisés pour la fabrication des coques de bateaux. Ils permettent effectivement de mouler des surfaces complexes et de monter rapidement en épaisseur (augmentation rapide de la raideur en flexion). Au moulage au contact, ils offrent toutefois des taux de renforcement limités, compris entre 15 et 25% en volume suivant l’intensité du compactage effectué.

Trois résines polyester sont utilisées : une polyester orthophtalique *SO1* et deux polyesters DCPD, *LS2* et *LES2*. Les taux de renforcement, déterminés par calcination, varient entre 13 et 21%. Le Tableau 6.2 regroupe les résultats obtenus. Les matrices testées ayant des modules d’Young très proches (de l’ordre de 3000 MPa, cf. Chapitre 5), on remarque en premier lieu que le module d’élasticité d’un pli de mat est proportionnel au taux de fibres. La Figure 6.10 présente le module d’élasticité (expérimental et théorique) d’un pli de mat en fonction du taux volumique de renfort. Cette évolution du module est correctement ap-

prochée par les expressions de Gay présentées au Chapitre 3. L'allongement et la contrainte à rupture semblent à leur tour peu influencés par la nature de la résine polyester, les différences relevées provenant de la dispersion des propriétés habituellement observée sur ce type de stratifié [7, 8]. Si la contrainte de rupture est proportionnelle au taux volumique de fibres (Figure 6.11), l'allongement à rupture y est peu sensible. Pour décrire l'évolution de la contrainte à rupture, une loi des mélanges modifiée (cf. Chapitre 3) donne satisfaction en prenant comme contrainte à rupture moyenne des fibres de verre $\sigma_f^r = 1,8 \text{ GPa}$. Finalement, l'utilisation de résines polyester limitant les émissions de styrène n'a pas d'influence sur la valeur de la contrainte à rupture en traction d'un pli de mat.

Résine	Taux volumique de fibres (%)	Module d'élasticité (MPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Allongement à rupture (%)
SO1	13,0	6081 ± 208	62 ± 9	1,4 ± 0,2
	16,7	7560 ± 420	97 ± 6	1,6 ± 0,1
	17,8	8270 ± 397	99 ± 4	1,6 ± 0,1
	18,0	8042 ± 533	109 ± 7	1,7 ± 0,1
	21,1	8958 ± 708	110 ± 9	1,6 ± 0,1
LS2	12,9	6349 ± 549	75 ± 7	1,3 ± 0,1
	16,9	7202 ± 543	83 ± 9	1,6 ± 0,2
	17,3	7302 ± 517	75 ± 6	1,1 ± 0,2
	19,0	8171 ± 444	104 ± 9	1,7 ± 0,2
LES2	13,4	6669 ± 586	62 ± 7	1,0 ± 0,1
	14,2	7153 ± 275	71 ± 4	1,2 ± 0,1
	18,2	8111 ± 332	93 ± 9	1,4 ± 0,2
	19,7	8380 ± 634	95 ± 7	1,3 ± 0,1

TAB. 6.2 – Résultats de traction de résines renforcées par des mats de verre.

6.2.3 Discussion

Les propriétés mécaniques d'empilements (mat/roving et UD) ont été étudiées en flexion trois points avec appuis rapprochés, cet essai étant très utilisé pour effectuer des contrôles qualité en construction navale. Les contraintes de cisaillement interlaminaires obtenues sont influencées par le taux de fibres et la séquence de l'empilement. En revanche, bien que les polyesters testées soient de natures différentes, la fragilité de la matrice ne semble pas avoir d'effets sur la résistance au cisaillement interlaminaire. L'essai de flexion trois points avec appuis rapprochés étant influencé par de nombreux paramètres (contraintes et modes de fissurations complexes, propriétés des interfaces, propriétés de la matrice, présence de

6.2. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES STRATIFIÉS MONOLITHIQUES

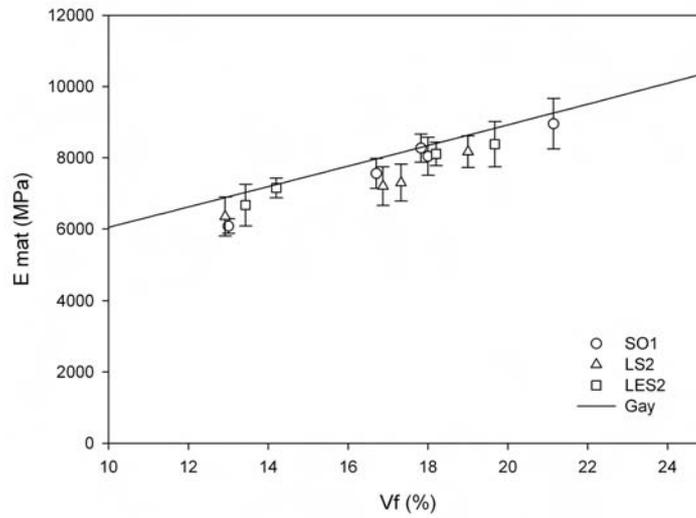


FIG. 6.10 – Module d'élasticité d'un pli de mat en fonction du taux volumique de fibres.

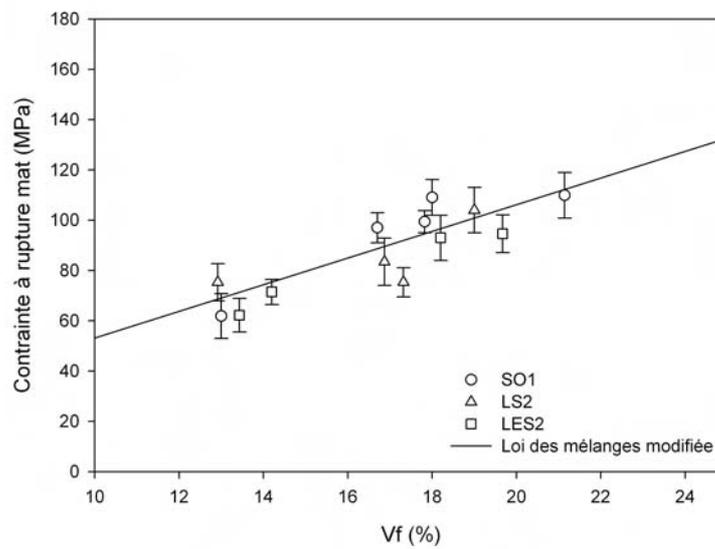


FIG. 6.11 – Contrainte à rupture d'un pli de mat en fonction du taux volumique de fibres.

porosités ...), les résultats sont difficilement exploitables pour quantifier uniquement le rôle joué par la matrice dans un composite.

En complément, des essais de traction ont été effectués sur des résines polyester renforcées par des mats de verre. Les résultats obtenus confirment l'idée selon laquelle les performances en traction d'un pli de mat (rigidité et résistance) sont pilotées par celles des fibres au travers le taux de renfort. Autrement dit, la fragilité éventuelle d'une résine polyester DCPD n'aura que peu d'incidence sur les propriétés à rupture d'un composite renforcé par du mat. Finalement, en utilisant des essais mécaniques classiques, la matrice semble ne remplir que la fonction de liant, les fibres apportant les performances mécaniques du composite. Ceci est assez rassurant pour les utilisateurs et peut expliquer pourquoi peu d'études ont été réalisées précédemment sur le comportement mécanique des résines limitant les émissions de styrène.

Pourtant, la rupture des composites résultant d'un cumul d'endommagement, les résultats obtenus avec ces essais classiques n'offrent qu'une partie de la réponse. En conséquence, nous nous intéressons dans le prochain paragraphe à l'influence de la matrice sur l'endommagement de stratifiés monolithiques.

6.3 Etude de l'endommagement

6.3.1 Endommagement en traction d'un stratifié renforcé par des mats

Lorsque l'on sollicite en traction une résine polyester renforcée par des mats de verre, la courbe contrainte/déformation n'est linéaire qu'au début de la sollicitation (Figure 6.12), la non linéarité augmentant avec la croissance des endommagements [9]. La limite de linéarité est souvent considérée comme le seuil d'endommagement, c'est à dire la déformation limite au delà de laquelle s'initient et se développent des discontinuités de manière irréversible. Plus précisément, des endommagements se développent pour de faibles allongements (fissures dans la matrice, rupture de la liaison interfaciale et déchaussement de fibres) et créent des micro-discontinuités qui influencent le comportement global du matériau et expliquent la présence d'une non-linéarité. Meraghni et al. [10, 11, 12] ont étudié par émission acoustique le développement chronologique des dommages dans des stratifiés verre/polyester et notent que les premiers endommagements apparaissent dans la matrice (correspondant à la fissuration des mèches orientées transversalement à la direction de sollicitation). Puis,

lorsque la déformation augmente, la coalescence des fissures dans la matrice conduit à la décohésion des interfaces. Les ruptures de fibres n'apparaissent qu'au stade final de l'accumulation des dommages. En résumé, la rupture des composites stratifiés résulte d'un cumul d'endommagement.

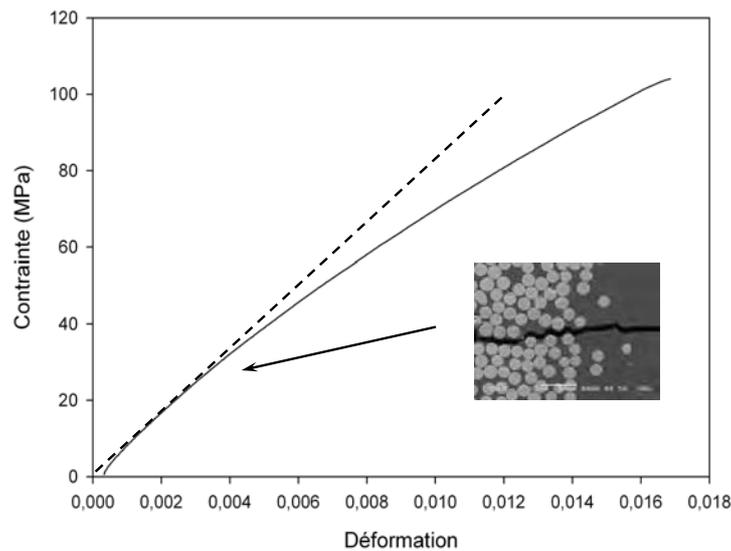


FIG. 6.12 – Courbe de traction d'une résine polyester renforcée de mat de verre. Le début de l'endommagement (seuil de linéarité) correspond à la rupture des mèches transverses.

Des essais de traction couplés à de l'émission acoustique sont réalisés sur trois résines polyester (*SO1*, *LS2*, *LES2*) et une résine vinylester (*SV2*) renforcées de mats de verre. Transformées par moulage au contact, leur taux de renforcement est proche de 18% en volume. Pour chaque référence de résine, 5 éprouvettes sont testées. L'objectif est de regarder l'influence de la résine sur le début de l'endommagement des stratifiés. La difficulté majeure de l'émission acoustique est l'interprétation des signaux en terme de mécanismes d'endommagement et de sa localisation. Dans les composites, qui sont des matériaux anisotropes et hétérogènes, les phénomènes de propagation, de dispersion et de réflexion des ondes acoustiques sont effectivement très complexes. Toutefois, pour des composites renforcés par des mats, Meraghni et Benzeggagh [10] ont montré qu'il est possible d'attribuer des intervalles d'amplitudes acoustiques à différents mécanismes d'endommagement. La plage d'amplitude entre 40 et 60 dB fait intervenir l'apparition puis la croissance de microfissurations matricielles. Pour nos essais, nous avons alors fixé arbitrairement le seuil de

détection du début de l'endommagement à un niveau de 40 dB. Le Tableau 6.3 regroupe les contraintes et les allongements relevés au seuil d'endommagement de chaque résine.

On observe des différences importantes. Le seuil d'endommagement des polyesters DCPD (*LS2* et *LES2*) intervient pour des contraintes et allongements nettement plus faibles que pour la polyester orthophtalique (*SO1*) et la vinylester (*SV2*). Les écarts moyens minimums sont de 25% par rapport à la polyester orthophtalique et de 37% par rapport à la vinylester. Le seuil d'endommagement d'un pli renforcé par du mat de verre est donc influencé par la nature de la résine employée.

Résine renforcée par des mats de verre	Taux volumique de fibres (%)	Contrainte au début de l'endommagement (MPa)	Allongement au début de l'endommagement (%)
SO1	17	52 ± 3	0,35 ± 0,02
LS2	19	42 ± 4	0,28 ± 0,02
LES2	18	36 ± 6	0,22 ± 0,03
SV2	18	62 ± 3	0,44 ± 0,01

TAB. 6.3 – Essais de traction couplés à de l'émission acoustique. Contraintes et allongements déterminés au début de l'endommagement de résines polyester et vinylester renforcées de mat de verre.

6.3.2 Propriétés en traction transverse d'un pli renforcé par des fibres unidirectionnelles

Afin de compléter les résultats d'endommagement obtenus avec des plis de mat, les propriétés en traction transverse d'un pli renforcé par des fibres unidirectionnelles sont étudiées. La résistance de ce type de composite est faible (inférieure à celle de la matrice) et correspond souvent aux premiers endommagements (rupture du premier pli) d'un empilement [15]. La rupture se produit après initiation et développement d'endommagements dans la matrice et à l'interface fibre/matrice. Rappelons que la résistance en traction transverse d'un pli UD, étudiée par plusieurs auteurs, est influencée par de nombreux paramètres tels que :

- la déformation à rupture de la matrice [16],

- la qualité de la liaison fibre/matrice [16],
- le pourcentage de fibres [17],
- la température de sollicitation [17],
- la répartition des fibres dans le composite [18] (il existe des zones riches en fibres et d'autres riches en matrice),
- la variation du diamètre des fibres [19],
- les contraintes résiduelles provenant, à la fois de la différence de coefficient de dilatation thermique entre les fibres de verre et la matrice et du retrait important des résines polyester,
- la présence de défauts comme les porosités qui altèrent les propriétés mécaniques d'un stratifié. L'origine de ces défauts dépend, soit des composants et du cycle de cuisson, soit de la méthode d'imprégnation [20].

Tout d'abord, l'influence de la proportion de renfort sur les propriétés en traction transverse d'une résine polyester orthophtalique (*SO1*) est étudiée. Le taux volumique de fibres varie entre 0% (performance de la résine non renforcée) et 60% (taux de fibres pouvant être atteint avec des procédés de type infusion). On note une augmentation du module d'élasticité transverse (mesuré sur une plage de 0 à 0,1% d'allongement) avec le pourcentage de fibre (Figure 6.13), augmentation qui est bien estimée avec le modèle proposé par Chamis (cf. Chapitre 3). En revanche, l'allongement à rupture diminue lorsque le taux de fibres augmente (Figure 6.14). Le faible allongement à rupture (et donc la faible résistance) en traction transverse d'un UD s'explique par la répartition non homogène des déformations au sein du composite avec des concentrations entre les fibres [22]. En augmentant le taux de fibres, on augmente les concentrations de déformations entre les fibres et la résistance du pli UD diminue. On respecte cet aspect dans la perte de résistance observée expérimentalement.

Dans un deuxième temps, nous avons regardé l'influence de la matrice sur les propriétés transverses d'un pli UD. Comme précédemment, quatre résines sont sélectionnées : trois polyesters (*SO1*, *LS2*, *LES2*) et une vinylester (*SV2*). Les stratifiés, réalisés par moulage au contact, ont des taux de fibres proches de 40% en volume. Le Tableau 6.4 présente les résultats obtenus. Les modules d'élasticité transverses des pli UD sont similaires pour toutes les résines. Les modules d'Young des résines étant très proches, la rigidité transverse d'un pli UD est directement dépendante du taux de fibres. Par contre, sa rupture est sensible à la nature de la résine utilisée. Par rapport aux résines standards testées (polyester orthophtalique et vinylester), les polyesters DCPD renforcées de fibres unidirec-

tionnelles conduisent effectivement à des contraintes et allongements à rupture transverses inférieurs. Ces résultats confirment l'idée selon laquelle l'endommagement d'un stratifié dépend directement de la nature de la résine employée pour sa stratification.

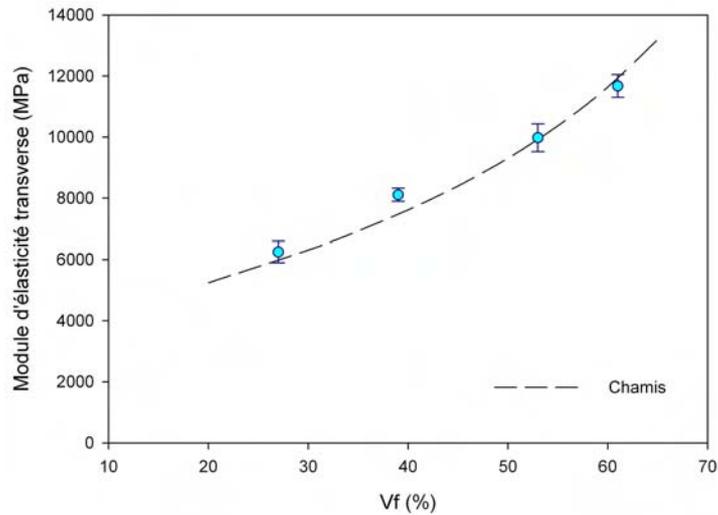


FIG. 6.13 – Evolution du module d'élasticité transverse d'un pli UD en fonction du taux volumique de fibres.

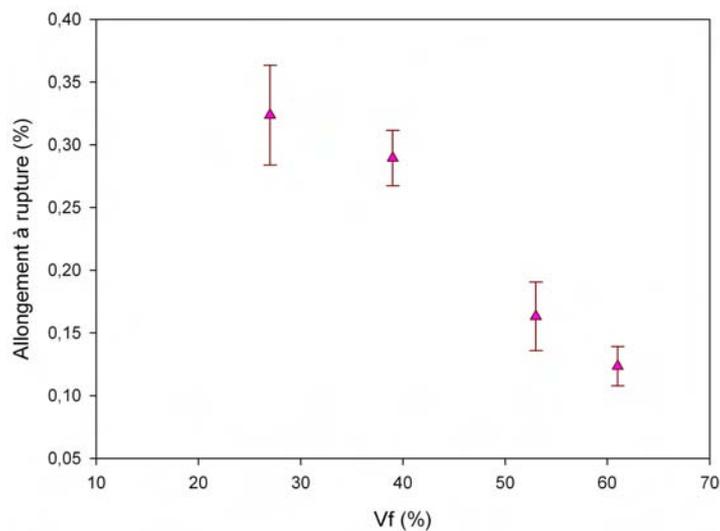


FIG. 6.14 – Allongement à rupture d'un pli UD sollicité en traction transverse en fonction du taux volumique de fibres.

Résine renforcée de fibres unidirectionnelles	Taux volumique de fibres (%)	Module d'élasticité transverse (MPa)	Contrainte à rupture transverse (MPa)	Allongement à rupture transverse (%)
SO1	39	8111 ± 216	22 ± 1	0,32 ± 0,02
LS2	37	7721 ± 442	18 ± 1	0,25 ± 0,01
LES2	38	8471 ± 738	18 ± 1	0,24 ± 0,02
SV2	39	7599 ± 592	29 ± 3	0,43 ± 0,02

TAB. 6.4 – Propriétés de plis UD sollicités en traction transverse.

6.3.3 Analyse des résultats et discussion

Des essais de traction sur des résines polyester renforcées par des mats couplés à de l'émission acoustique ainsi que des essais de traction transverse sur des plis UD ont permis d'étudier l'endommagement de stratifiés à usage naval. Nous nous sommes intéressés au seuil d'endommagement et en particulier à l'influence de la matrice sur celui-ci. Pour cela, quatre résines ont été sélectionnées en fonction de leur allongement à rupture (de 0,9 à 3,2 %), les deux polyesters DCPD ayant les allongements à rupture les plus faibles. Le seuil d'endommagement est identifié par le début de l'émission acoustique de plis de mats et par la rupture des plis UD sollicités transversalement. Pour chaque type d'essai, l'allongement est relevé au début de l'endommagement. Le graphe de la Figure 6.15 montre l'évolution de l'allongement au seuil d'endommagement en fonction de l'allongement à rupture de la résine.

Les résultats obtenus illustrent que le début d'endommagement d'un stratifié est fonction de la nature de la résine utilisée au travers son allongement à rupture. En effet, l'allongement au seuil d'endommagement ne dépend pas du type de renfort puisque dans le mat des fibres transverses sont toujours présentes. Plus la résine est fragile et plus le début d'endommagement est précoce, ce qui pénalise les résines polyester DCPD. Pour nos essais, en faisant l'hypothèse d'une relation linéaire, l'allongement au seuil d'endommagement A_{endo} s'exprime en fonction de l'allongement à rupture de la matrice A_m^r par la relation :

$$A_{endo} = 0,09A_m^r + 0,16 \quad (6.11)$$

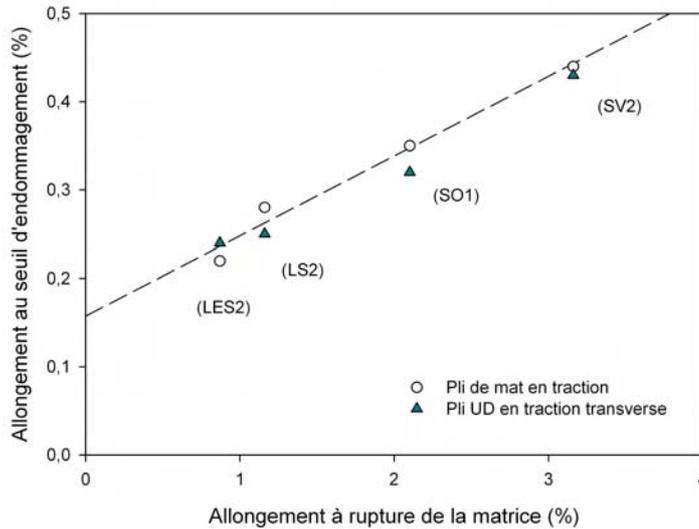


FIG. 6.15 – Allongement au seuil d'endommagement d'un stratifié en fonction de l'allongement à rupture de la matrice.

Une coque de bateau de plaisance est généralement constituée de plis renforcés par une alternance de mats et de tissus, il s'agit donc de composites au caractère anisotrope peu marqué. La notion de déformations ou d'allongements admissibles peut être alors utilisée pour étudier les panneaux de coque après homogénéisation. Il est aussi possible d'étudier l'empilement pli par pli à l'aide d'un critère formulé en terme de déformation. Raisonner en terme de déformations (ou allongements) offrent des avantages non négligeables. Par exemple, la possibilité de définir des déformations admissibles qui sont fonction des déformations des fibres ou de la matrice et d'utiliser des jauges qui permettent une mesure directe des déformations. Différents auteurs proposent des allongements admissibles pour les stratifiés verre/polyester. Ils sont regroupés dans le Tableau 6.5.

Référence	Allongement admissible
Norme NF T 57 900 (1987)	0,20 %
Manera (1988)	0,20 à 0,25 %
Mayer (1993)	0,30 %
Smith (1990)	$0,2 A_m^r$ à $0,3 A_m^r$
Résultats de la présente étude	$A_{\text{endo}} = 0,09 A_m^r + 1,6$

TAB. 6.5 – Allongements admissibles proposés pour des composites verre/polyester.

Pour la polyester orthophtalique standard testée (*SO1*) nous trouvons un allongement admissible du composite de 0,35% ce qui est proche des valeurs de la littérature. En dessous de cet allongement, des microfissurations existent mais elles peuvent être considérées comme non critiques à ce stade. Enfin, le rapport de l'allongement au seuil d'endommagement A_{endo} sur l'allongement à rupture A^r d'un stratifié dépend aussi clairement des propriétés de la matrice et évolue de 15 à 26% pour les résines testées (Figure 6.16).

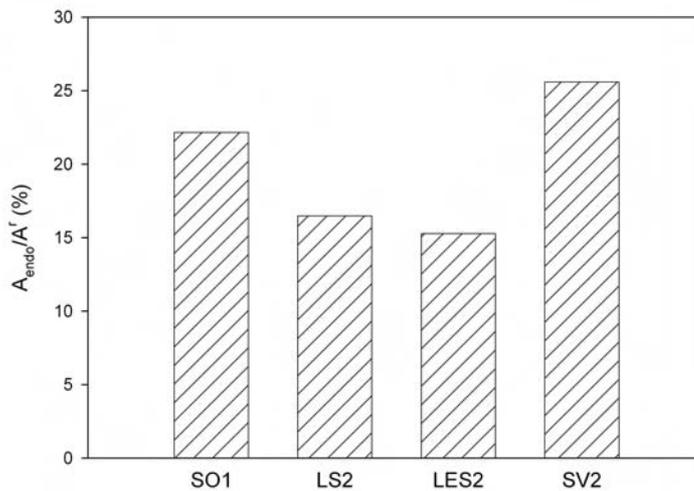


FIG. 6.16 – Influence de la matrice sur le rapport allongement au début d'endommagement sur allongement à rupture d'un stratifié.

6.4 Délaminage et impact

6.4.1 Résistance au délaminage de résines polyester renforcées de fibres unidirectionnelles

6.4.1.1 Influence de la nature de la résine

Trois résines polyester ont été sélectionnées pour étudier l'influence de la matrice sur la résistance au délaminage de stratifiés renforcés par des fibres unidirectionnelles : une polyester orthophtalique standard (*SO3*), une polyester DCPD faible teneur en styrène (*LS3*) et une polyester DCPD mixte (faible teneur et faible émission) de nouvelle génération qui présente une très faible teneur en styrène (*LES3*). Le taux de fibres moyen des stratifiés

est de 49% en volume. Cinq éprouvettes de type DCB sont testées par référence de résine. Pour les essais de mode I, notons que les fibres unidirectionnelles associées à une épaisseur suffisante confèrent une rigidité importante aux bras de l'éprouvette et permettent de limiter les phénomènes de grands déplacements géométriques. Dans ces conditions, l'hypothèse de petits déplacements de la RDM est respectée (rapport déplacement/longueur de fissure $< 0,4$) et il n'est pas nécessaire d'introduire de facteur correctif pour le calcul de la complaisance.

a) Délaminage en mode I (ouverture)

D'une manière générale, nous observons que la fissure s'initie naturellement et se propage de façon régulière sauf pour la référence *LES3* pour laquelle la propagation de la fissuration est très instable. Les énergies critiques de déformation G_{Ic} déterminées à l'amorçage de la fissuration, ainsi que les valeurs de G_{Ip} déterminées pendant la propagation entre 100 mm et 140 mm de longueur de fissure sont regroupées dans le Tableau 6.6.

Résine renforcée de fibres unidirectionnelles	h (mm)	G_{Ic} (J/m ²)	G_{Ip} (J/m ²)
SO3	6,0 ± 0,3	81 ± 17	770 ± 71
LS3	5,7 ± 0,3	89 ± 3	477 ± 38
LES3	5,6 ± 0,1	112 ± 48	342 ± 156*

* propagation instable

TAB. 6.6 – G_{Ic} et G_{Ip} de résines polyester renforcées de fibres unidirectionnelles.

Les valeurs obtenues, de l'ordre de 90 J/m² en moyenne, sont représentatives de ce type de composite UD de verre/résine polyester et comparables à celles de la littérature [2]. Aux vues des dispersions et des variations d'épaisseurs des éprouvettes, peu de différences sont observées entre les résines. L'utilisation de polyesters DCPD ne semble donc pas affecter le G_{Ic} d'un stratifié renforcé de fibres unidirectionnelles.

Pour analyser les essais DCB lors de la propagation de fissure, il est courant de tracer l'évolution de l'énergie de déformation G_{Ip} en fonction de la longueur a de fissure. La Figure 6.17 présente les courbes obtenues pour les polyesters étudiées. On constate des différences importantes entre les résines. Contrairement aux deux références *SO3* et *LS3* pour lesquelles on observe une évolution progressive de la fissuration, la polyester *LES3* conduit à une progression chaotique de la fissure qui se résume en quelques sauts instables au cours des essais. Cette caractéristique est pénalisante, car le stratifié réalisé avec cette

résine n'est pas capable de stabiliser la propagation d'une fissure en mode I. Par ailleurs, les polyesters *SO3* et *LS3* présentent des allures de courbes similaires. Elles sont bi-linéaires avec une première partie correspondant à la croissance de la fissure puis une deuxième qui traduit sa stabilisation. Cependant, dans la deuxième partie des courbes, on constate que l'énergie de déformation continue à croître légèrement. Cela laisse supposer la présence de ponts de fibres qui sont des phénomènes coûteux en énergie et courants avec des renforts unidirectionnels. Cette tendance est surtout visible pour la polyester orthophtalique *SO3* qui présente en outre des valeurs de G_{Ip} quasiment deux fois plus importantes que la polyester DCPD *LS3*. En terme de propagation de fissure, les deux polyesters DCPD, *LS3* et *LES3*, présentent donc des performances nettement moins bonnes que la polyester standard *SO3*.

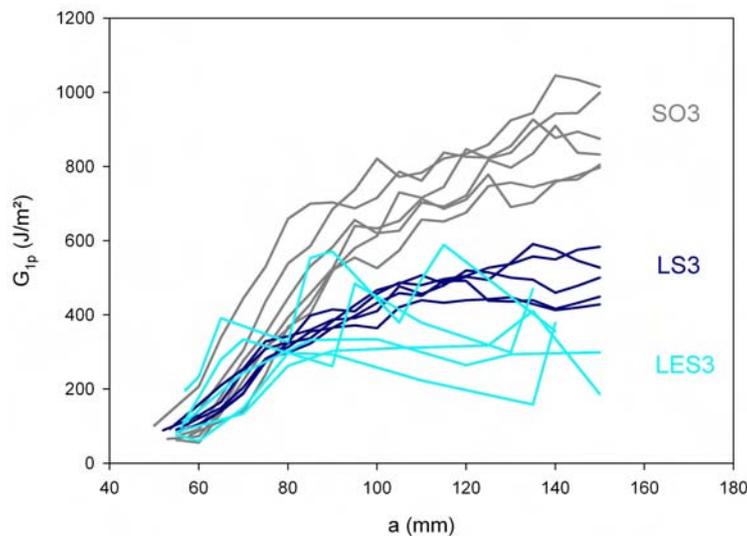


FIG. 6.17 – Evolution de G_{Ip} en fonction de la longueur de fissure.

L'essai normalisé DCB utilise uniquement les valeurs de l'énergie critique de déformation à l'amorçage car plusieurs auteurs [24, 25, 26] ont mis en évidence l'influence de la raideur de l'éprouvette sur les valeurs obtenues en propagation. Pour un même matériau, plus la raideur de l'éprouvette augmente et plus le G_{Ip} est important. Les valeurs de G_{Ip} ne sont donc pas intrinsèques mais dépendent de l'ouverture des bras. Dans notre étude, la raideur des éprouvettes des matériaux testés est identique avec des épaisseurs et des taux de fibres similaires. En faisant l'hypothèse que la géométrie de la zone interlaminaire est équivalente pour les trois stratifiés, la comparaison des résultats met donc en évidence

une vraie différence de comportement. Les faciès de rupture de la Figure 6.18 illustrent ces différences. Les références *SO3* et *LS3* présentent le même type de faciès avec de nombreux ponts de fibres et des fissures superposées (zones blanches). Cela contraste avec le faciès lisse (très peu de ponts de fibres) de la polyester DCPD nouvelle génération *LES3*. La présence de ponts de fibres traduit une zone d'endommagement multi-sites caractérisée par beaucoup d'amorçages de fissures. A l'inverse, lorsque l'on observe peu ou pas de ponts de fibres la fissure s'est propagée dans la matrice entre deux plis.

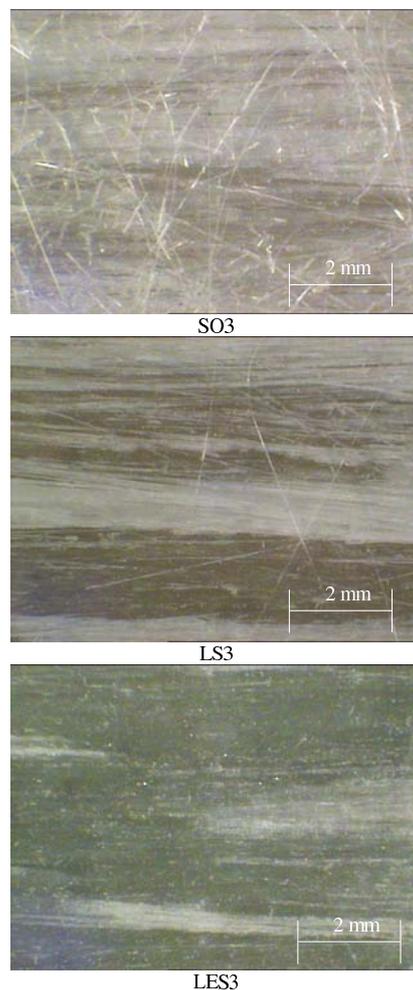


FIG. 6.18 – Faciès de rupture en mode I.

b) Délaminage en mode II (cisaillement)

Pour les essais 4ENF, les références *SO3* et *LES3* ont été testées. La Figure 6.19 montre des courbes effort/déplacement types relevées au cours des essais. On constate pour les

deux résines la présence d'une zone de propagation durant laquelle la charge augmente de manière régulière. En traçant l'évolution du G_{IIp} en fonction de la longueur de fissure a , une augmentation régulière du même type est observée (Figure 6.20). La propagation de fissure étant stable, l'essai 4ENF permet donc d'identifier précisément l'amorçage de la fissuration.

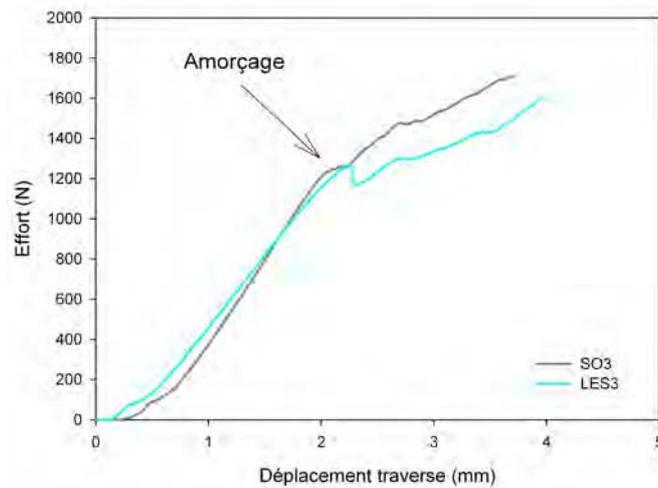
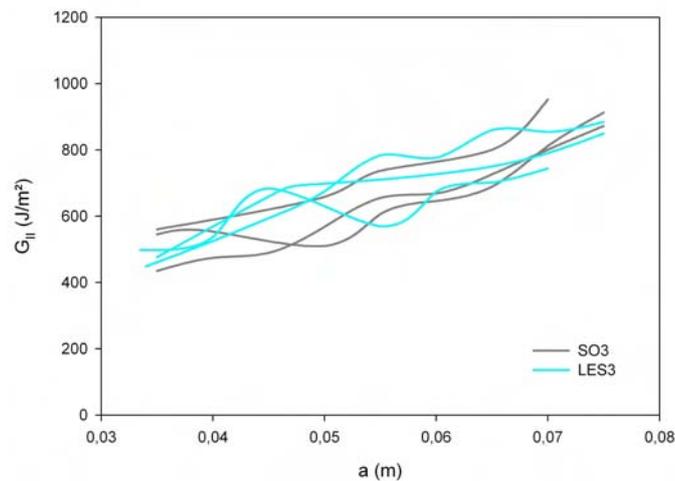


FIG. 6.19 – Courbes type de délamination en mode II.

FIG. 6.20 – Evolution du G_{II} en fonction de la longueur a de fissure.

Par ailleurs, les valeurs de G_{IIc} calculées à l'amorçage, de l'ordre de 500 J/m^2 , sont très proches pour les deux résines (Tableau 6.7). Ces résultats montrent donc que le comportement des résines *SO3* et *LES3* renforcées de fibres unidirectionnelles est similaire en mode II. Les photographies des faciès de rupture regroupées Figure 6.21 confirment cette tendance. Les zones délaminées sont en effet lisses et très peu de ponts de fibres sont visibles. Ces observations ne permettent pas d'expliquer les augmentations de la charge et du G_{IIp} relevées lors de la propagation de fissure mais révèlent la présence de mécanismes supplémentaires faisant intervenir certainement des frottements entre les bras des éprouvettes.

Résine renforcée de fibres unidirectionnelles	h (mm)	G_{IIc} (J/m ²)
<i>SO3</i>	$5,8 \pm 0,2$	514 ± 67
<i>LES3</i>	$5,6 \pm 0,1$	475 ± 25

TAB. 6.7 – Valeurs de G_{IIc} déterminées à l'amorçage de la fissuration.

A ce jour, les essais de délaminage en mode II ne sont pas normalisés mais permettent d'étudier les mécanismes de délaminages en cisaillement observés lors de sollicitations d'impact. J. Masters [27] constate en effet que le G_{IIc} est un bon indicateur de la résistance à l'impact. Cependant, les essais 4ENF réalisés n'ont pas mis en évidence une influence de la fragilité de la résine sur les propriétés en mode II de composites UD.

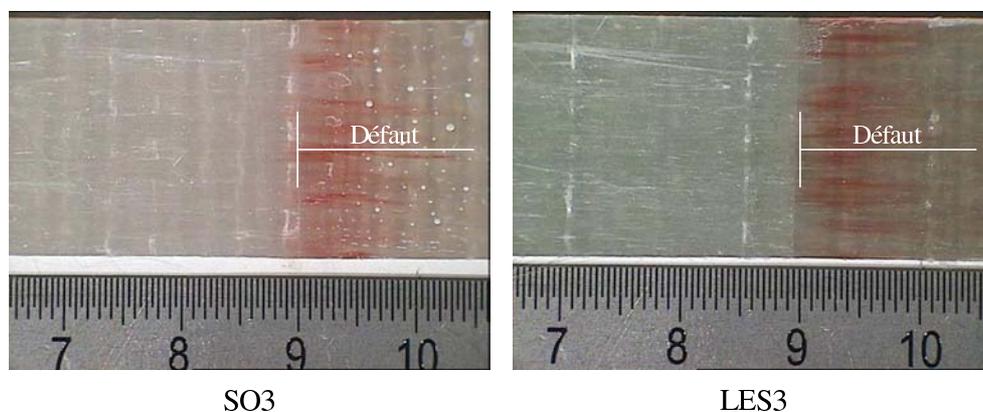


FIG. 6.21 – Faciès de rupture en mode II.

6.4.1.2 Influence de la thixotropie

Généralement, les résines commerciales, comme celles qui sont utilisées pour cette étude, présentent toutes des charges thixotropes dans des proportions inférieures au pourcent. Ces charges permettent d'ajuster la viscosité de la résine afin de rendre plus commode l'imprégnation des renforts sur des surfaces inclinées. On peut penser que la thixotropie, qui est un paramètre de formulation des résines, peut avoir des conséquences sur les propriétés mécaniques des stratifiés et en particulier sur la tenacité interlaminaire. Afin d'en évaluer l'importance, les propriétés mécaniques d'une résine polyester standard (SO4) sont étudiées en faisant varier la teneur en agents thixotropes. Cette résine, fournie par Cray Valley, fait intervenir des charges thixotropes à base de silice et se décline en trois lots comprenant : 0, 0,5 et 1,0% en masse de charges.

Tout d'abord, les résines seules sont testées en traction. Les résultats, présentés dans le Tableau 6.8, montrent que la teneur en agents thixotropes semble influencer les propriétés de la polyester orthophtalique standard. Par rapport à la résine non chargée, une diminution des propriétés à rupture (contrainte et l'allongement) ainsi qu'une augmentation du module d'Young sont observées. Les valeurs sont toutefois dispersées et doivent de ce fait être utilisées avec prudence. Contrairement aux résines transformées précédemment, les trois résines SO4 conduisent à l'inclusion de nombreuses porosités. Cet effet est d'autant plus marquant que la thixotropie est importante et peut expliquer ces dispersions.

Résine Thixotropée	Module d'élasticité (MPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Allongement à rupture (%)
SO4 (0 %)	3751 ± 48	41 ± 19	1,3 ± 0,7
SO4 (0,5 %)	4119 ± 134	31 ± 6	0,8 ± 0,2
SO4 (1,0 %)	4245 ± 105	28 ± 5	0,7 ± 0,2

TAB. 6.8 – Propriétés en traction d'une polyester orthophtalique thixotropée.

Des essais DCB sont ensuite réalisés sur les résines renforcées de fibres unidirectionnelles de verre. Les stratifiés ont des taux moyens de renfort de l'ordre de 43% en volume. Le Tableau 6.9 regroupe les valeurs du taux critique de restitution d'énergie obtenues. En introduisant des charges thixotropes dans la résine, on observe une baisse non négligeable du G_{Ic} . Lors de la propagation, si on regarde l'évolution de la longueur de fissure en fonction de l'énergie de déformation G_{Ip} (Figure 6.22), une légère baisse est relevée : la valeur moyenne du G_{Ip} passe de 900 à 700 J/m² en introduisant 1% de charges (- 25%).

Résine thixotropée renforcée de fibres unidirectionnelles	Epaisseur (mm)	G_{Ic} (J/m ²)
SO4 (0 %)	6,9 ± 0,2	148 ± 25
SO4 (0,5 %)	6,5 ± 0,2	77 ± 13
SO4 (1,0 %)	6,1 ± 0,4	72 ± 18

TAB. 6.9 – Influence de la thixotropie sur l'énergie critique de déformation G_{Ic} d'une polyester renforcée de fibres unidirectionnelles.

Pour des raisons de mise en oeuvre, les formulations de résines commerciales présentent en très grande majorité des charges thixotropes. Les essais réalisés ont montré que l'ajout de telles charges peut avoir une l'influence sur les propriétés en traction des résines polyester orthophtaliques et sur la tenacité interlaminaire de composites UD de verre/résine polyester. En mode I, la perte de propriétés est toutefois modérée en propagation et ne remet pas en cause la validité des résultats obtenus précédemment avec des résines thixotropées.

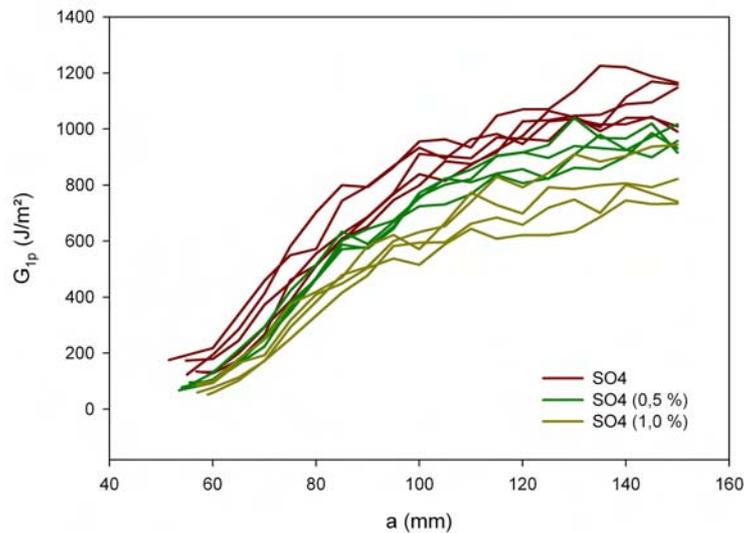


FIG. 6.22 – Polyester orthophtalique thixotropée. Evolution de G_{I_p} en fonction de la longueur de fissure d'un composite UD.

6.4.2 Résistance à l'impact

Pour qualifier la résistance au délaminage des stratifiés monolithiques, des essais matériaux existent : DCB (mode I), ENF (mode II) et MMB (mode I et mode II). Ils privilégient des

modes de sollicitations purs et des renforts uniques (UD, tissus, ...) afin d'identifier et de comprendre les mécanismes de fissuration des matériaux (éventuellement à diverses vitesses de sollicitation). Par contre, ce qui compte pour des stratifiés monolithiques destinés aux structures de bateaux c'est plutôt la résistance à l'impact et un essai de choc est plus représentatif des chargements rencontrés.

En complément des essais de délaminage en mode I et II, des essais de choc ont été réalisés sur deux résines : une polyester orthophtalique standard (*SO3*) et une polyester DCPD de nouvelle génération à très faible teneur en styrène (*LES3*). Mises en oeuvre par moulage au contact, elles sont renforcées par 5 plis de rovimat ce qui permet d'obtenir des stratifiés proches de ceux transformés par les constructeurs de bateaux de plaisance. Les taux de fibres moyens obtenus sont compris entre 28 et 30% en volume. Sept hauteurs de chute ont été utilisées pour impacter les plaques (200 à 1900 mm), les énergies correspondantes variant de 3 à 30 J. Un échantillon est testé pour chaque niveau d'énergie sauf pour 16 J où l'essai a été répété. Au moment du choc, l'accéléromètre placé dans l'impacteur donne accès à deux informations : le temps d'impact (ms) et l'accélération γ . En prenant en compte la masse m du projectile, l'effort d'impact F est calculé avec la relation classique : $F = m\gamma$. Suite au contrôle ultrason (US) des échantillons, la mesure de la surface projetée des zones délaminées est effectuée à partir des clichés ultrasonores. L'ensemble des clichés réalisés sont regroupés en Annexe 5. Le Tableau 6.10 présente les résultats obtenus.

En analysant les données de l'accéléromètre, on constate en premier lieu que les valeurs des temps d'impact sont similaires (entre 4 et 4,5 ms en moyenne) quelle que soit la résine et la hauteur de chute. De plus, les efforts d'impact, proportionnels à la hauteur de chute, sont comparables pour les deux résines. Les plaques sont donc soumises au même type de sollicitation dynamique pour tous les essais et les résines peuvent être comparées entre elles. L'essai semble reproductible car deux impacts à 16 J conduisent à des zones endommagées très similaires. Les résultats obtenus à partir des clichés ultrasonores montrent des différences notables, la référence *LES3* conduisant à des surfaces délaminées projetées plus importantes que la référence *SO3*. La Figure 6.23 présente l'évolution des surfaces délaminées projetées en fonction de l'énergie d'impact. Deux parties se distinguent sur les courbes : un domaine d'endommagement où la surface délaminée projetée croît rapidement en fonction de l'énergie d'impact jusqu'à une valeur d'environ 8 J puis un domaine de propagation de fissure après 8 J. Dans le domaine de propagation, les surfaces délaminées projetées évoluent de manière linéaire par rapport à l'énergie d'impact. Pour la référence *LES3*, une pente plus importante traduit une évolution plus rapide des dommages par

rapport à la référence *SO3*.

Hauteur de chute (mm)	Energie (J)	Temps d'impact (ms)		Effort d'impact (N)		Aire délaminee (mm ²)	
		SO2	LS2	SO2	LS2	SO2	LS2
200	3,2	4,4	4,5	332	281	33	65
300	4,7	3,8	5,3	489	400	72	88
500	7,9	3,9	4,6	706	527	528	371
750	11,8	4,3	4,9	744	694	614	916
997	15,7	4,2	4,5	871	827	605	995
1000	15,8	4,1	4,4	943	831	618	988
1500	23,7	4,7	4,4	1108	1106	995	1322
1900	30,0	4,5	4,3	1360	1297	1178	1822

TAB. 6.10 – Résultats des essais d'impact.

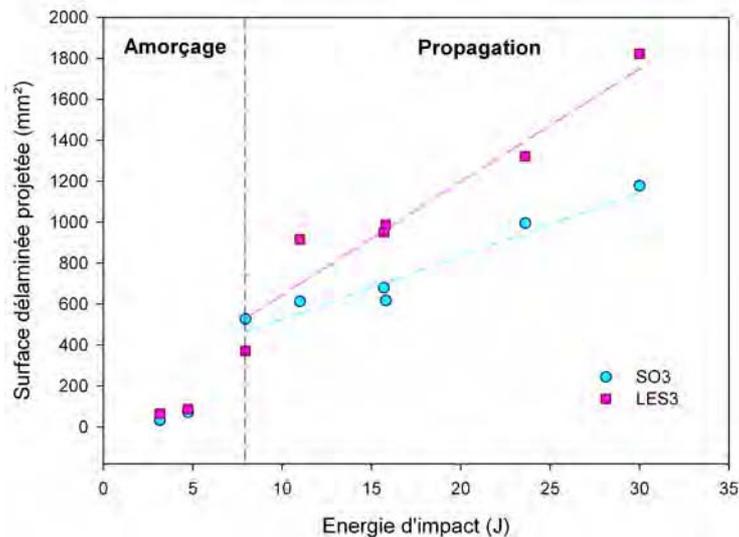


FIG. 6.23 – Evolution des surfaces délaminee projetées en fonction de l'énergie d'impact.

Pour illustrer ces résultats, la Figure 6.24 présente des photographies des zones endommagées après un impact de 16 J pour les deux résines. En vue de dessus, les photographies et les cartographies US montrent que la référence *LES3* conduit à des zones endommagées

plus importantes que la référence *SO3*. Par ailleurs, les photographies prises dans l'épaisseur des éprouvettes révèlent la grande complexité des mécanismes d'endommagement des stratifiés renforcés par des rovimats. Les formes des zones endommagées obtenues avec les deux résines sont toutefois différentes. La résine *SO3* conduit à une zone endommagée en forme de tronc cône « classique », la base du cône se trouvant du côté non impacté de la plaque. On observe aussi la présence d'une zone centrale quasi-saine à la verticale du contact projectile/plaque qui traverse l'épaisseur de la plaque. Les endommagements sont multiples avec des délaminages et des fissures transverses intralaminaires importantes. Par contre, la zone endommagée de la résine *LES3* présente une forme elliptique centrale. Les endommagements se caractérisent par des délaminages et peu de fissures transverses. Globalement, le délaminage se révèle être le type d'endommagement principal pour les deux résines. Il se produit essentiellement en mode II (cisaillement).

Les photos de l'endommagement des stratifiés dans l'épaisseur sont intéressantes car elles permettent, en mesurant les tailles des délaminages, d'évaluer une surface délaminée cumulée pour chaque matériau. Cette mesure, réalisée pour une énergie d'impact de 16 J, donne des surfaces délaminées cumulées de 1950 mm² pour la résine *SO3* et de 3100 mm² pour la résine *LES3*. Soit environ trois fois plus que les surfaces délaminées projetées.

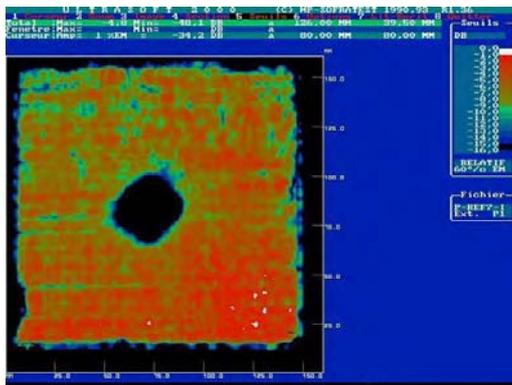
CHAPITRE 6. ESSAIS MÉCANIQUES SUR COMPOSITES MONOLITHIQUES -
INFLUENCE DE LA MATRICE



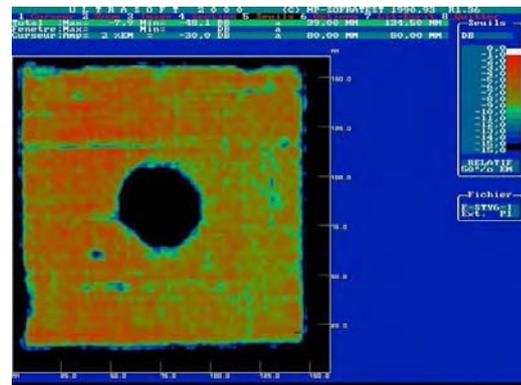
SO3 – Impactée 16 J



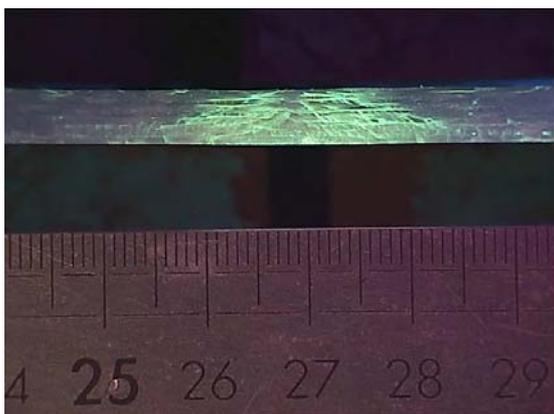
LES3 – Impactée 16 J



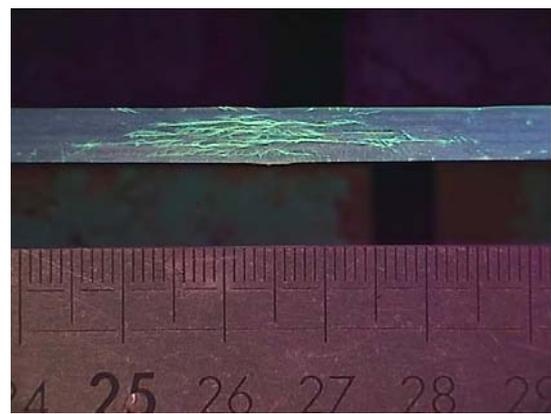
SO3 – Scan US



LES3 – Scan US



SO3 – Endommagement dans l'épaisseur



LES3 – Endommagement dans l'épaisseur

FIG. 6.24 – Endommagements des stratifiés impactés à 16 J.

6.4.3 Bilan

L'étude consacrée aux propriétés mécaniques de stratifiés monolithiques transformés à partir de résines commerciales conduisent aux conclusions suivantes :

a) L'utilisation d'essais classiques de caractérisation (cisaillement interlaminaire, traction) ne permet pas de mettre en évidence l'influence de la matrice sur les propriétés à rupture d'un stratifié verre/polyester.

b) La rupture des composites n'est pas instantanée mais est l'aboutissement d'un cumul d'endommagements. Pour des sollicitations quasi-statiques, cette notion d'endommagement est quantifiable à l'aide d'essais de traction transverse sur plis UD et en utilisant, par exemple, des essais de traction couplés à de l'émission acoustique. Les résultats obtenus montrent que le début de l'endommagement des stratifiés verre/polyester est fortement influencé par la nature de la matrice. Les résines polyester formulées pour limiter les émissions de styrène, qui présentent de faibles allongements à rupture, conduisent à un développement précoce d'endommagements dans le stratifié.

c) La rupture des composites marins, matériaux hétérogènes, est un phénomène complexe qui fait intervenir plusieurs mécanismes d'endommagements et des délaminages. Des essais DCB sur composites UD ont permis de mesurer la tenacité interlaminaire en mode I de stratifiés verre/polyester. Durant la phase de propagation, la fragilité de la résine est un paramètre qui influence de manière conséquente le taux de restitution d'énergie G_{Ip} . Par rapport aux polyesters standards, les résines limitant les émissions de styrène conduisent à des performances nettement moins bonnes en terme de propagation de fissure en mode I et parfois, pour des résines très fragiles, à de fortes instabilités de fissuration. En revanche, avec des essais 4ENF, l'influence de la fragilité de la matrice sur la résistance au délaminage de composites UD en mode II n'a pas été mise en évidence. Par ailleurs, pour des raisons de mise en oeuvre, les résines commerciales sont en très grande majorité thixotropées. L'ajout de charges thixotropes influence modérément la tenacité interlaminaire de polyesters renforcées de fibres unidirectionnelles.

d) Afin de se rapprocher des sollicitations réellement subies par les composites à usage naval, des essais de choc ont été réalisés sur un empilement représentatif de ceux rencontrés sur les bateaux de plaisance. La nature des dommages observés après impact montre la très grande complexité des mécanismes de rupture au sein des stratifiés renforcé à la fois par des tissus et des mats de verre. Par ailleurs, les surfaces endommagées (projetées et cumulées), mesurées pour différentes énergies d'impact, dépendent de la nature de la résine

polyester employée. Des résines fragiles conduisent en effet à des surfaces délaminées plus importantes, traduisant un moins bon comportement au choc par rapport aux polyesters standards. L'utilisation de résines limitant les émissions de styrène présentant de faibles allongements n'est donc pas sans conséquences sur les mécanismes de rupture au sein des stratifiés verre/polyester à usage marin.

Bibliographie

- [1] J.P. Berry, « Determination of fracture surface energies by the cleavage technique », *Journal of Applied Physics*, 34, 1963.
- [2] R.H. Martin and B.D. Davidson, « Mode II fracture toughness evaluation using a four point bend end notched flexure test », 4th International on Deformation and Fracture of Composites, Manchester, 243-252, 1997.
- [3] R.G. Liptal, « Acoustic emission from composite materials », *Composite Material Testing and Design*, ASTM STP 497.285, 1973.
- [4] F. Roselli and M.H. Santare, « Comparison of the short beam shear (SBS) and interlaminar shear device (ISD) tests », *Composite Part A*, 28A, 587-594, 1997.
- [5] F. Hoecker, K. Friedrich, H. Blumberg, J. Karger-Kocsis, « Effects of fiber/matrix adhesion on off-axis mechanical response in carbon-fibre/epoxy-resin composites », *Composites Science and Technology*, 54, 317-327, 1995.
- [6] P. Herrera-Franco, W.L. Wu, M. Madhukar, L.T. Dzral, « Contemporary methods for measurement of fibre-matrix interfacial shear strength », 46th Annual Conference, Composite Institute, The society of the Plastics Industry, 1991.
- [7] Projet National Composites Navals, Bureau Veritas, Ministère de l'Industrie - Convention N° 89.2.90.1016, 1993.
- [8] P. Casari, « Analyse de la variabilité du comportement de stratifiés à usage marin : approche probabilisée à l'échelle du pli », Thèse de Doctorat, ENS Cachan, 1997.
- [9] J. Fitoussi, G. Guo, D. Baptiste, « A statistical micromechanical model of anisotropic damage for SMC composites », *Composites Science and Technology*, 58, 759-763, 1998.
- [10] F. Meraghni and M.L. Benzeggagh, « Micromechanical modelling of matrix degradation in randomly oriented discontinuous-fibre composites », *Composites Science and Technology*, 55, 171-186, 1995.

-
- [11] F. Meraghni, C.J. Blakerman, M.L. Benzeggagh, « Effects of interfacial decohesion on stiffness reduction in random discontinuous-fibre composite containing matrix micro-cracks », *Composites Science and Technology*, 56, 541-555, 1996.
- [12] F. Meraghni, F. Desmuraux, M.L. Benzeggagh, « Implementation of a constitutive micro-mechanical model for damage analysis in glass mat reinforced composite structures », *Composites Science and Technology*, 62, 2087-2097, 2002.
- [13] M.R. Piggott, « Load bearing fibre composites », Pergamon Press, Oxford, 1980.
- [14] M.R. Piggott, « How the interface controls the properties of fibre composites », *Progress in Science and Engineering of Composites, ICCM 4*, Tokyo 1982.
- [15] R.F. Gibson, « Principle of composites material mechanics », Mc Graw-Hill International (ed.), New York, 1994.
- [16] K. Benzarti, L. Cangemi, F. Dal Maso, « Transverse properties of unidirectional glass/epoxy composites : influence of fibre surface treatments », *Composite part A*, 2001.
- [17] J.M.M. De Kok and H.E.H. Meijer, « Deformation, yield and fracture of unidirectional composites in transverse loading. 1. Influence of volume fraction and test-temperature », *Composite part A*, 1999.
- [18] L. Zhang, L.J. Ernst, H.R. Brouwer, "Transverse behaviour of unidirectional composite (glass fibre reinforced unsaturated polyester). Part I. Influence of fibre packing geometry." *Mechanics of materials*, 27, 13-26, 1998.
- [19] A.A. Gusen, P.J. Hine, I.M. Ward, « Fibre packing and elastic properties of transversely random unidirectional glass/epoxy composite », *Composites Science and Technology*, 60, 535-541, 2000.
- [20] C. Baley, « Coefficient de sécurité dans les structures en matériaux composites utilisés en construction navale et dans l'industrie », *Rapport DRET 08-04, MMT, Vol1*, 1993.
- [21] C.S. Smith, « Design of Marine Structures in Composite Materials », Elsevier Applied Science, London, 1990.
- [22] J.A. Kies, « Maximum strains in the resin of fibre glass composites », *US Naval Research Laboratory, Report N°5752*, 1962.
- [23] P. Compston, P.Y.B. Jar, P. Davies, « Matrix effect on static and dynamic interlaminar fracture toughness of glass-fibre marine composites », *Composites Part B*, 29B, 505-516, 1998.

- [24] P. Davies, W. Cantwell, C. Moulin, H. H. Kausch, « A study of the delamination resistance of IM6/PEEK composites », *Composites Science and Technology*, 36, 153-166, 1989.
- [25] A. J. Russell and K. N. Street, *Proc. ICCM4, Tokyo*, 279, 1982.
- [26] Y. J. Prel, P. Davies, M. L. Benzeggah, F.X de Charentenay, « Mode I and mode II delamination of thermosetting and thermoplastic composites », 2nd ASTM Symposium on Fatigue and Fracture, Cincinnati, 1987, ed. P.A. Lagace, ASTM STP 1012, 69-251, 1989.
- [27] J.E. Masters, « Correlation of impact and delamination resistance in interleaved laminates », *ICCM 6 / ECCM2, Vol3, London*, 96-107, 1987.

Chapitre 7

Influence de l'environnement marin

Les matériaux transformés en construction navale vont évoluer au cours de leur vie dans un environnement particulièrement agressif combinant les effets des sollicitations mécaniques, de l'eau de mer, de la température, des rayonnements UV, ... Dans ce Chapitre, nous nous intéressons à mesurer les effets de deux paramètres sur les propriétés des composites verre/polyester : la température et le vieillissement en eau de mer.

7.1 Matériaux et techniques expérimentales

7.1.1 Résines et stratifiés mis en oeuvre

Quatre résines ont été sélectionnées pour l'étude de durabilité : une polyester orthophtalique standard (*SO1*), une polyester DCPD faible teneur en styrène (*LS2*), une polyester DCPD mixte faible teneur et faible émission de styrène (*LES2*) et une vinylester (*SV2*). Pour les essais sur composites, ces résines sont renforcées par 5 plis de mat (Vetrotex M123, 300 g/m²) et 4 plis de tissu équilibré (taffetas, 500 g/m²) de verre en commençant par un pli de mat puis en alternant mats et tissus. La stratification est effectuée par moulage au contact et les taux volumiques de renforts moyens obtenus par compactage manuel sont de : 21% pour *SO1*, 22% pour *LS2*, 20% pour *LES2* et 22% pour *SV2*. Pour les essais en température, la polyester *SO1* est employée. Renforcée, elle fait intervenir deux empilements différents : 6 plis de tissus équilibrés de verre (taffetas 500 g/m²) et 5 plis de mèches unidirectionnelles (Cotech 300 g/m² - Sicomin). Transformés par moulage au contact avec compactage manuel, les taux volumiques de fibres de ces deux empilements sont respectivement de 32% et 28%.

Comme pour les essais précédents, les résines et les composites sont transformés à température ambiante et catalysés avec du P MEC (1 à 1,5% en masse). Un cycle de polymérisation de 24 heures à température ambiante suivi d'une post-cuisson de 16 heures à 40°C est utilisé afin d'obtenir un état de réticulation reproductible et représentatif de celui rencontré sur des pièces réelles.

7.1.2 Essais mécaniques

7.1.2.1 A température ambiante

Traction sur résines

Les propriétés mécaniques en traction des résines non renforcées sont mesurées à partir d'éprouvettes en forme d'haltères usinées dans des plaques obtenues par coulée. Les recommandations de la norme ISO 527 sont utilisées avec notamment une vitesse de charge de 2 mm/min. Les essais sont réalisés sur une machine de traction Instron 4502 UTM (Universal Testing Machine) et les déplacements sont mesurés à l'aide d'un extensomètre Instron 2620-602 de longueur entre couteaux de 25 mm.

Flexion trois points sur stratifiés

L'essai de flexion trois points a été retenu pour l'étude de vieillissement en eau de mer sur composites. Cet essai est facile à mettre en oeuvre et se rapproche des sollicitations que rencontrent les panneaux de bordé des bateaux de plaisance. Les éprouvettes parallélépipédiques ont une épaisseur h et une largeur b . Les conditions d'essai respectent les spécifications de la norme NF T 57 105 avec une vitesse de charge de 2 mm/min et une distance l entre appuis de 16 fois l'épaisseur. Cet essai donne accès à un module d'élasticité apparent et à une contrainte apparente de rupture en flexion. Le module d'élasticité de flexion E_f , obtenu à partir de la pente a des courbes effort/déplacement relevées au cours des essais, s'exprime par :

$$E_f = \frac{al^3}{4bh^3} \quad (7.1)$$

En utilisant l'effort maximal F_{max} de chaque essai, les contraintes apparentes de rupture en flexion des éprouvettes σ_f sont calculées à l'aide de la relation :

$$\sigma_f = \frac{3lF_{max}}{2bh^2} \quad (7.2)$$

7.1.2.2 En température

Les essais mécaniques quasi-statiques de traction et de flexion sont réalisés sur une machine de traction MTS Synergie RT 1000 munie d'une enceinte climatique permettant de réguler la température de travail avec une précision de $\pm 1^\circ\text{C}$. Les éprouvettes à tester sont placées dans l'enceinte avant les mesures afin de les amener à la température désirée. Le contrôle de la température locale des éprouvettes est effectué à l'aide d'un thermocouple. Pour les essais de traction, un extensomètre Hansfield HSC permet de mesurer précisément les déplacements des éprouvettes en température.

Essais sur résines seules

La référence SO1 est testée en traction (Norme ISO 527) et sa tenacité est mesurée par des essais de flexion trois points sur éprouvettes entaillées (ISO 13586). Cette résine étant suffisamment ductile, les éprouvettes sont pré-entaillées avec une scie et une fissure naturelle est créée à l'aide d'une lame de rasoir neuve. Le facteur critique d'intensité de contrainte K_{Ic} et l'énergie critique de déformation G_{Ic} sont calculés pour chaque température en utilisant les modules d'élasticité mesurés en traction et en faisant l'hypothèse d'un coefficient de Poisson égal à 0,35. Pour compléter, des essais de DMA sont réalisés suivant la norme ISO 6721 (1 Hz, 3 °C/min) sur un DMA 2980 de chez T.A. Instruments. Une température de transition vitreuse est mesurée lors du changement de pente observé sur les courbes module de conservation (E')/température.

Essais sur composites

La résistance au cisaillement interlaminaire des résines renforcées de tissus équilibrés est mesurée en flexion trois points avec appuis rapprochés selon la norme NF ISO 4585. Des essais de traction transverse sur pli UD complètent la caractérisation des composites. Ils sont réalisés en suivant les spécifications de la Norme NF T 57 101.

7.1.3 Conditions de vieillissement accéléré en milieu marin

Les résines et composites étudiés sont placés directement après la post-cuisson dans des bacs d'eau de mer naturelle qui sont au besoin chauffés. Afin d'éviter toute contamination avec les produits de la dégradation des éprouvettes, l'eau des bacs est renouvelée en permanence. Le vieillissement des résines non renforcées est effectué à une température de 40°C tandis que les composites sont vieillis à trois températures différentes : 20, 40 et 60°C. La cinétique d'absorption d'eau des divers matériaux est déterminée expérimentalement en mesurant la prise de poids de l'échantillon en fonction du temps d'immersion à 40°C.

Cette méthode gravimétrique est classique et simple pour établir des cinétiques d'absorption d'eau. Les pesées sont réalisées sur une balance SARTORIUS LA 310 S de précision 0,1 mg et d'étendue de mesure de 160 g. Avant la mesure, les échantillons sont enlevés des bacs et essuyés avec du papier absorbant pour les sécher superficiellement. La prise de poids M d'un échantillon à l'instant t , exprimée en pourcent, s'écrit :

$$M = \frac{M_t - M_0}{M_0} * 100 \quad (7.3)$$

Pour ces mesures, les échantillons de résines non renforcées sont des éprouvettes normalisées de traction en forme d'haltères tandis que les stratifiés sont de forme carrée de côté 50 mm. Avant chaque essai mécanique, les matériaux reposent 30 minutes à température ambiante puis sont séchés avec du papier absorbant. Suite aux pesées, la cinétique de d'absorption d'eau des matériaux à 40°C est obtenue en traçant des courbes du type :

$$M = f(t^{1/2}) \quad (7.4)$$

Si le comportement est modélisable par les lois de Fick, le pourcentage d'eau absorbée à la saturation M_s et le calcul de la pente a de la partie linéaire de la courbe permettent d'accéder à un coefficient de diffusion D à l'aide de la relation suivante :

$$D = \frac{\pi}{16} \left(\frac{a}{M_s} \right)^2 \quad (7.5)$$

Pour prendre en compte les effets de bords dans la détermination de D , des coefficients correctifs β sont calculés en fonction de la géométrie des éprouvettes. Ils sont déterminés en utilisant l'expression 4.10 présentée au Chapitre 4. Le Tableau 7.1 regroupe les valeurs obtenues.

	Résine	Stratifié
Longueur (mm)	150	50
Largeur (mm)	10	50
Epaisseur (mm)	4	5
β	1,43	1,20

TAB. 7.1 – Cotes des éprouvettes utilisées pour l'étude des cinétiques de diffusion.

7.2 Influence de la température sur les propriétés mécaniques d'une résine polyester

La température est un paramètre important de l'environnement auquel sont soumises les structures navales. Nous considérons qu'un bateau de plaisance peut évoluer dans une plage extrême de températures variant entre -15°C et 60°C . Cela correspond par exemple à des conditions climatiques qui peuvent être très froides l'hiver en Europe du nord et très chaudes l'été sous les tropiques. Les températures ne sont pas pour autant uniformes dans toute la structure : les parties immergées étant soumises à la température de l'eau et les zones en contact avec l'air subissant à la fois les effets de la température ambiante et des rayonnements solaires. Pour les surfaces en contact avec l'eau, les variations de température sont modérées et comprises entre 5°C et 30°C . En revanche, les températures relevées sur les ponts peuvent rapidement atteindre 60°C en été. Les principaux paramètres influençant la température de surface sont [1] : la couleur du matériau, l'inclinaison de la surface par rapport à l'horizontale, la ventilation ou encore le contact avec des matériaux ayant des caractéristiques thermo-optiques différentes. Pour les bateaux à moteur, la source de chaleur peut aussi être liée à la présence de moteurs et de divers équipements. Les températures peuvent donc être très différentes suivant les zones considérées et générer une modification du comportement matériau. De telles variations entraînent par ailleurs des dilatations thermiques conduisant à l'apparition de contraintes mécaniques dans la structure. Dans la suite, on propose d'étudier les propriétés mécaniques en température de résines seules et de composites à usage naval.

7.2.1 Propriétés mécaniques de la résine seule

La polymérisation de la résine polyester orthophtalique standard *SO1* utilisée ici a été étudiée au Chapitre 5 et montre que dans les conditions retenues, elle présente une réticulation incomplète (taux de réticulation de 88 %) et une température de transition vitreuse mesurée par DSC de 58°C. En premier lieu, des essais de traction sont réalisés en faisant varier la température d'essai de -15°C à 60°C. Les courbes contrainte/déformation obtenues sont présentées Figure 7.1. On remarque d'emblée une forte dépendance du comportement en traction de la résine vis à vis de la température. Habituellement élasto-plastique à température ambiante, le comportement présente peu ou pas de zone plastique aux basses températures de l'étude (-15°C et 20°C). L'importance de la plasticité croît avec l'augmentation de la température et devient prépondérante aux hautes températures (40°C et 60°C). Cette différence de comportement est illustrée par les propriétés élastiques de la résine regroupées dans le Tableau 7.2. Le module d'élasticité, élevé à -15°C (4869 MPa), baisse continuellement sur tout la plage de température pour atteindre une valeur de 1172 MPa à 60°C. L'effet inverse est observé pour l'allongement à rupture : partant de valeurs très faibles aux basses températures (0,5 / 0,7%) il croît rapidement à partir de 20°C pour atteindre un maximum à 60°C (7,7%). Les contraintes, calculées à partir des sections initiales des éprouvettes, sont apparentes et présentent un maximum à température ambiante. Elles augmentent de -15°C à 20°C (de 22 à 49 MPa) puis diminuent ensuite pour les températures plus élevées (de 49 à 16 MPa). Les essais de DMA en flexion trois points confirment la tendance observée en traction aux températures élevées. Entre 30°C et 60°C, une chute du module d'élasticité (de 3471 MPa à 1540 MPa) et une augmentation de l'amortissement sont observées traduisant une augmentation importante du caractère visqueux de la résine. La Figure 7.2 présente un exemple de courbes relevées lors d'un essai de DMA.

Pour compléter l'étude des propriétés mécaniques de la résine seule, sa tenacité est mesurée en température à l'aide de l'essai de flexion trois points sur des éprouvettes entaillées qui présentent une fissure naturelle. Les résultats (Tableau 7.2) montrent une augmentation continue des valeurs de K_{Ic} et de G_{Ic} sur la plage de température considérée. Cette évolution est en accord avec les résultats de traction pour lesquels on observe une augmentation similaire de l'allongement à rupture en fonction de la température. Autrement dit, plus la température est élevée, plus la résine est tenace et plus son allongement à rupture augmente. Notons qu'en présence d'une fissure naturelle, les valeurs de K_{Ic} et de G_{Ic}

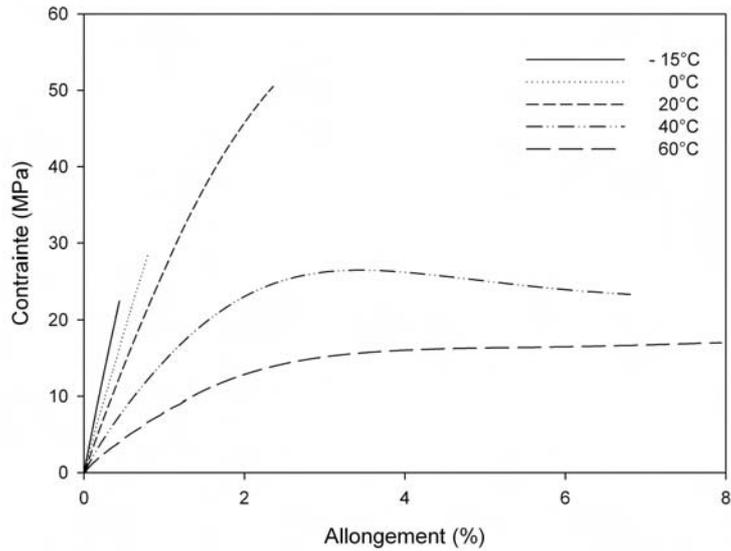


FIG. 7.1 – Courbes de traction de la référence *SO1* en température.

Température (°C)	Module d'Young (MPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Allongement à rupture (%)	K_{Ic} (MPa.m ^{1/2})	G_{Ic} (J/m ²)
- 15	4869 ± 326	22 ± 4	0,5 ± 0,1	0,25 ± 0,08	11 ± 4
0	4289 ± 480	27 ± 4	0,7 ± 0,1	0,29 ± 0,09	17 ± 7
20	3077 ± 192	49 ± 7	2,1 ± 0,5	0,36 ± 0,11	37 ± 13
40	1588 ± 280	24 ± 3	3,8 ± 0,5	0,42 ± 0,09	97 ± 38
60	1172 ± 266	16 ± 2	7,7 ± 0,3	0,72 ± 0,19	388 ± 191

TAB. 7.2 – Propriétés mécaniques de la référence *SO1* en température.

7.2. INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES D'UNE RÉSINE POLYESTER

mesurées à température ambiante sont en total accord avec celles mesurées par Compston [2] sur une résine similaire ($K_{Ic} = 0,419 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

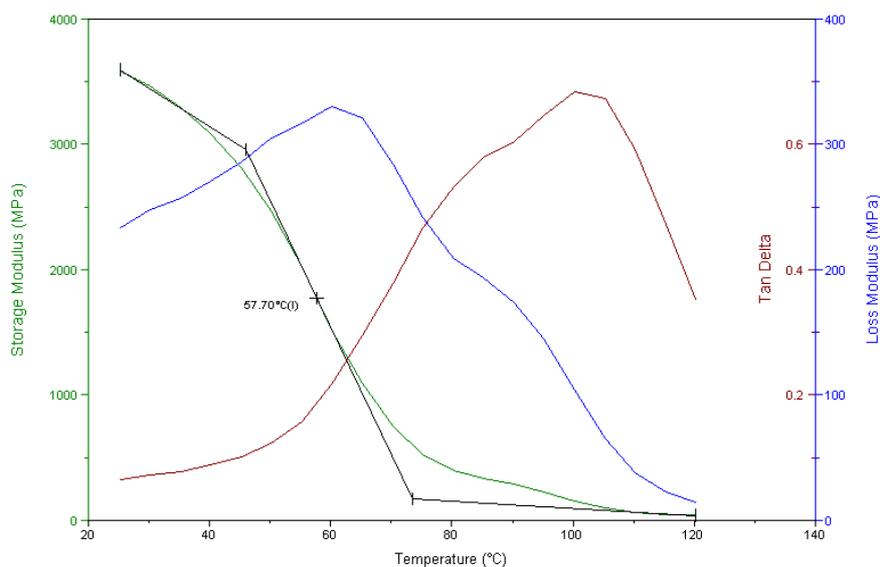


FIG. 7.2 – Exemple de courbes relevées lors d'un essai de DMA sur la référence SO1.

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes entaillées (Figure 7.3) est effectuée par microscopie électronique à balayage. Suivant la température considérée, les faciès de rupture observés dans la zone de propagation de fissure sont très différents : lisses à -15°C ce qui révèle une rupture de type « fragile » et très irrégulier à 60°C caractéristique d'une rupture « ductile ». Ces observations viennent illustrer les différences de comportement relevées en traction : élastique fragile aux basses températures et élasto-plastique avec une ductilité importante aux températures élevées. Les essais réalisés montrent donc une forte dépendance du comportement mécanique de la résine polyester SO1 vis à vis de la température entre -15°C et 60°C . Rappelons que la référence étudiée ici est une résine proposée par les fournisseurs pour la réalisation de navires et que son état de réticulation est représentatif de celui d'un produit industriel. La résine étant partiellement réticulée, il est important de remarquer que pour une température de 60°C on se situe dans sa plage de transition vitreuse. Les températures de transition vitreuse de cette résine, déterminées à la fois en DSC (cf. Chapitre 4) et par DMA, sont proches et ont pour valeurs respectives 58°C et 57°C . A partir de ces températures, le comportement de la résine devenant visqueux, cela peut poser par exemple des problèmes de fluage. Dans le code de construction des

plastiques armés NFT 57900 [3], une température maximale d'utilisation est fixée à $T_g - 20^\circ\text{C}$. Si 60°C est considérée comme la température maximale d'usage (relevée sur des ponts de bateaux au mouillage l'été en plein soleil), cela pose un problème dans le choix de ce type de matrice. Par ailleurs, la résine testée présente un caractère fragile aux basses températures avec notamment des allongements à rupture très faibles ($< 0,7\%$).

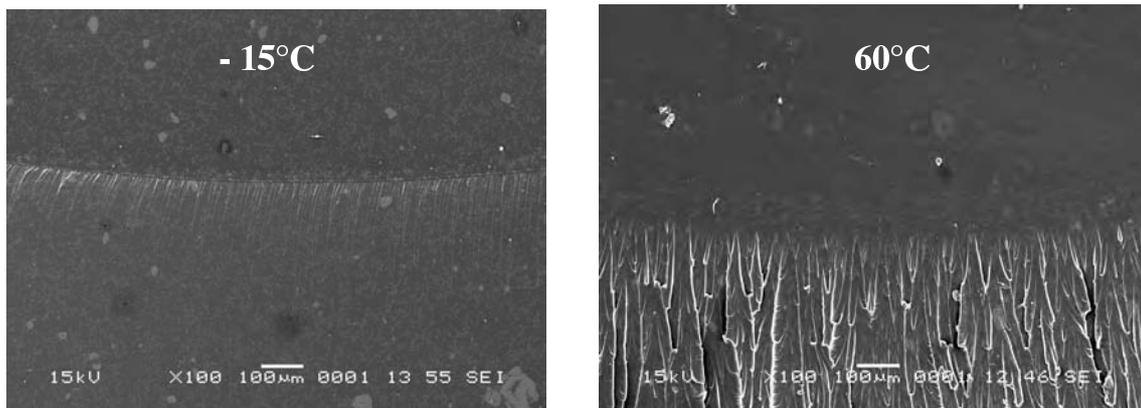


FIG. 7.3 – Faciès de rupture des éprouvettes de K_{Ic} de la référence $SO1$ à -15°C et 60°C .

7.2.2 Propriétés du composite

Les propriétés de la résine $SO1$ renforcée de fibres de verre sont étudiées en température avec des essais de cisaillement interlaminaire sur un empilement de taffetas et des essais de traction transverse sur composite UD. Le Tableau 7.3 présente les résultats obtenus entre -15°C et 60°C . Bien que le comportement de la résine soit fortement dépendant de la température, la contrainte de cisaillement interlaminaire évoluent peu entre -15°C et 40°C . Même si une légère augmentation de la contrainte est observée, l'écart maximum relevé ne dépasse pas 15% et montre que les propriétés en cisaillement interlaminaire de l'empilement de taffetas sont peu affectées par la température entre -15°C et 40°C . En revanche, une chute brutale de la contrainte de cisaillement interlaminaire est observée à 60°C (Figure 7.4). Cela peut s'expliquer par le fait, qu'à cette température, la résine se situe dans sa plage de transition vitreuse et présente un caractère visqueux important.

Le comportement en température des composites UD sollicités en traction transverse est quant à lui directement dépendant de celui de la matrice (Figure 7.5). Les courbes contrainte/allongement sont linéaires jusqu'à rupture pour des températures comprises

7.2. INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES
D'UNE RÉSINE POLYESTER

Température (°C)	Taffetas	UD		
	Contrainte de cisaillement interlaminaire (MPa)	Module d'élasticité transverse (MPa)	Contrainte à rupture transverse (MPa)	Allongement à rupture transverse (%)
-15	22 ± 2	7974 ± 463	13 ± 2	0,17 ± 0,03
0	23 ± 1	7571 ± 483	14 ± 1	0,19 ± 0,02
20	24 ± 1	6114 ± 561	16 ± 1	0,26 ± 0,01
40	26 ± 1	4065 ± 209	17 ± 1	0,71 ± 0,04
60	15 ± 1	2112 ± 203	14 ± 1	1,50 ± 0,06

TAB. 7.3 – Résultats des essais mécaniques sur composites *SO1* en température.

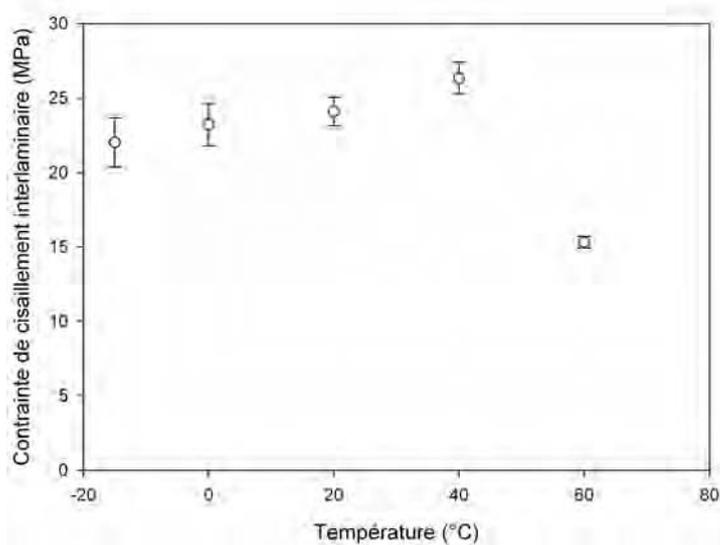


FIG. 7.4 – Polyester *SO1* renforcée de taffetas. Evolution de la contrainte de cisaillement interlaminaire en température.

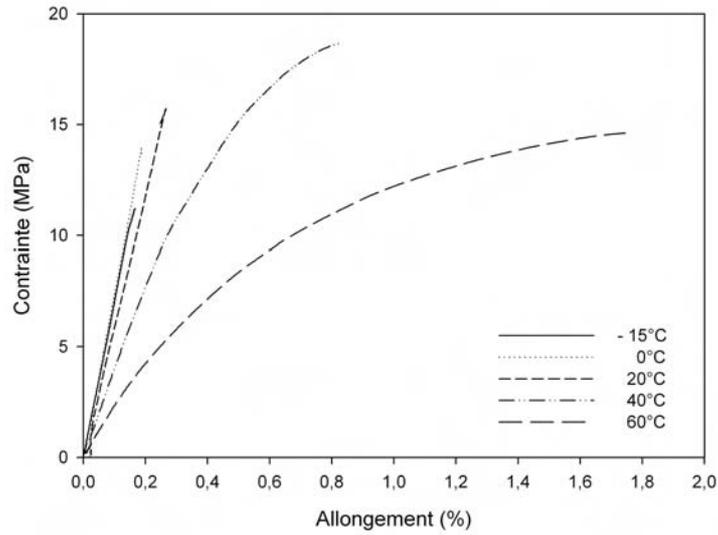


FIG. 7.5 – Courbes de traction transverse en température de la résine *SO1* renforcées par des fibres unidirectionnelles.

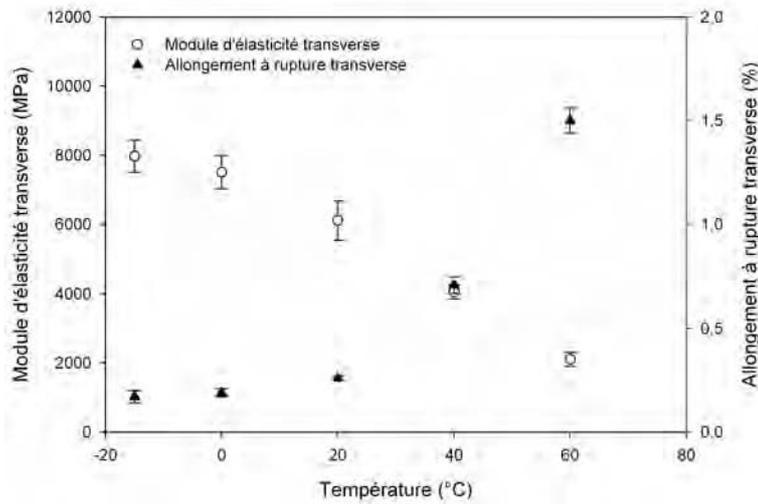


FIG. 7.6 – Polyester *SO1* renforcée par des fibres unidirectionnelles. Evolution du module d'élasticité et de l'allongement à rupture transverse en température.

7.2. INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES D'UNE RÉSINE POLYESTER

entre -15°C et 20°C . Par contre, à 40°C et 60°C , elles sont non linéaires et font apparaître les effets de l'augmentation importante de la ductilité de la résine à ces températures. On constate en effet que le module d'élasticité transverse, de l'ordre de 8 GPa à -15°C , baisse avec l'augmentation de la température pour atteindre un minimum de 2 GPa à 60°C . Inversement, l'allongement à rupture transverse, très faible à -15°C (0,17%), augmente avec la température et est maximal à 60°C (1,5%). Ces évolutions sont illustrées par le graphe de la Figure 7.6.

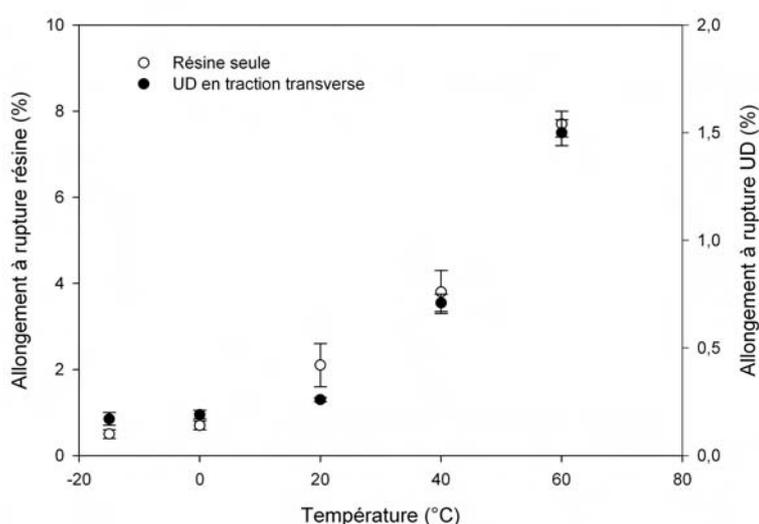


FIG. 7.7 – Polyester *SO1*. Evolution des allongements à rupture de la matrice et d'un composite UD sollicité transversalement en fonction de la température.

Au Chapitre précédent, nous avons vu que les premiers endommagements des stratifiés monolithiques interviennent dans les mèches sollicitées transversalement et que l'allongement à rupture d'un pli UD en traction transverse correspond à l'allongement au seuil d'endommagement d'un stratifié de même nature. En température, les principaux paramètres susceptibles d'influencer la rupture d'un UD en traction transverse sont : les propriétés de la matrice, celles des interfaces et la présence de contraintes résiduelles. La Figure 7.7 présente simultanément les évolutions des allongements à rupture de la matrice et du pli UD sollicité transversalement en fonction de la température. Elles sont équivalentes même si l'allongement à rupture transverse de l'UD est très faible et qu'il est toujours inférieur à celui de la matrice. Les résultats obtenus laissent alors penser que le seuil d'endommagement des stratifiés verre/polyester est fonction de la température de sollicitation ; de basses températures (-15°C , 0°C) pouvant conduire par exemple à des endommagements

précoces par rapport à l'ambiante (20°C). Une augmentation de température rend la résine plus ductile et devrait retarder l'apparition d'endommagement. Cependant, les polyesters partiellement réticulées présentent des T_g souvent inférieures à la température maximale d'usage qui a été définie (60°C). Cette particularité est gênante car des problèmes de fluages sont à craindre pour des températures d'utilisation élevées (> 50°C).

7.3 Vieillessement accéléré

La diffusion de l'eau dans les stratifiés à usage marin et la dégradation que cela entraîne dépendent de nombreux paramètres [4] comme notamment la nature chimique de la résine de stratification. La nature des résines pouvant être très variée, l'objectif de cette étude est de regarder le comportement au vieillissement accéléré en milieu marin de résines limitant les émissions de styrène. Deux résines polyester DCPD sont sélectionnées : une faible teneur en styrène (*LS2*) et une mixte faible teneur et faible émission de styrène (*LES2*). Elles sont comparées à deux résines standards : une polyester othophtalique (*SO1*) et une vinylester (*SV2*).

7.3.1 Diffusion

Les résines, seules et renforcées, sont immergées dans de l'eau de mer à une température de 40°C. Leur cinétique de diffusion est étudiée pendant une durée de 9 mois.

7.3.1.1 Résines non renforcées

Les courbes de prise de masse des résines tracées en fonction de $t^{1/2}$ sont regroupées Figure 7.8. Les trois résines polyester ont un comportement similaire et ne montrent pas de véritable plateau de saturation. Une augmentation de la prise de masse est observée après un pseudo-palier surtout pour les références *LS2* et *LES2*. La vinylester présente en revanche un comportement différent avec une cinétique de diffusion d'eau plus lente. En première approximation, nous utilisons tout de même une loi de Fick pour modéliser les courbes de diffusion. Afin d'évaluer le coefficient de diffusion D des résines, un pourcentage d'eau absorbé à saturation M_s est déterminé entre 7 et 9 *jours*^{1/2} au niveau du pseudo-plateau de saturation. Le Tableau 7.4 regroupe les résultats obtenus. Les polyesters ont des valeurs de M_s et de D très proches et arrivent à saturation pour une durée de 8 *jours*^{1/2} environ soit pour 2 mois d'immersion. Elles sont du même ordre de grandeur que les valeurs présentent

dans la littérature [5, 6, 7]. Les résultats obtenus montrent que les deux résines polyester limitant les émissions de styrène testées ont une cinétique d'absorption d'eau comparable à celle de la résine polyester orthophtalique standard.

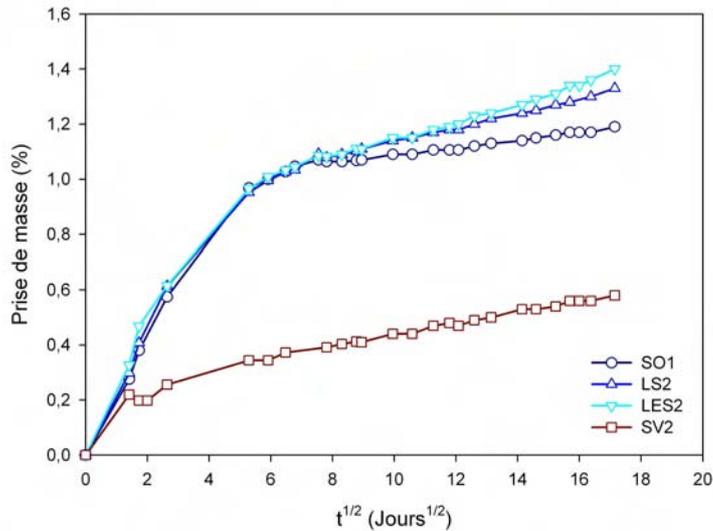


FIG. 7.8 – Comportement à la sorption d'eau des résines immergées dans de l'eau de mer à 40°C pendant 9 mois.

Résine	Ms (%)	D (mm ² /h)
SO1	1,07	0,0029
LS2	1,10	0,0030
LES2	1,09	0,0026
SV2	0,56	0,0019

TAB. 7.4 – Pourcentage d'eau absorbée à saturation M_s et coefficient de diffusion D des résines immergées dans de l'eau de mer à 40°C.

7.3.1.2 Stratifiés

Contrairement aux résines, le comportement de diffusion d'eau des stratifiés verre/polyester ne présente pas de saturation après 9 mois d'immersion à 40°C. Les courbes obtenues (Figure 7.9) montrent toutefois que la prise de masse des résines polyester renforcées présentent

une évolution comparable au cours du temps. Comme pour les résines seules, la vinylester renforcée s'illustre par une faible proportion d'eau absorbée et une cinétique de diffusion plus lente que celles des résines polyester.

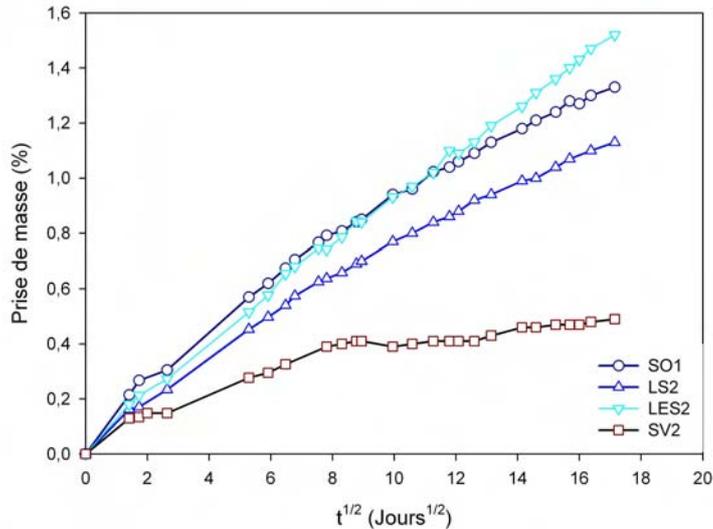


FIG. 7.9 – Comportement à la sorption d'eau des composites immergés dans de l'eau de mer à 40°C pendant 9 mois.

7.3.1.3 Analyse

La diffusion d'eau dans les composites répond à des mécanismes complexes qui font intervenir la matrice, les fibres, les interfaces, les défauts et les porosités. Pour illustrer les effets des fibres et des interfaces, la prise de masse peut être normalisée suivant la proportion de matrice dans le composite (rapport entre la prise de masse du composite et le taux massique de matrice). En supposant que le comportement de la matrice dans le composite est le même que celui de la résine seule, le paramètre introduit est la prise de masse due à la matrice dans le composite. Un exemple des courbes obtenues, tracées en fonction de $t^{1/2}$, est présenté sur la Figure 7.10 pour la référence *SO1*. Les courbes des autres résines présentent des allures proches et sont regroupées en Annexe 6. Sur ces courbes, on constate tout d'abord que la prise de masse du composite n'atteint pas de plateau mais continue à croître. Les composites ne présentent donc pas un comportement de diffusion Fickien classique ce qui indique la présence de mécanismes supplémentaires. Ce type de comportement est courant et a déjà été observé par plusieurs auteurs [7, 8].

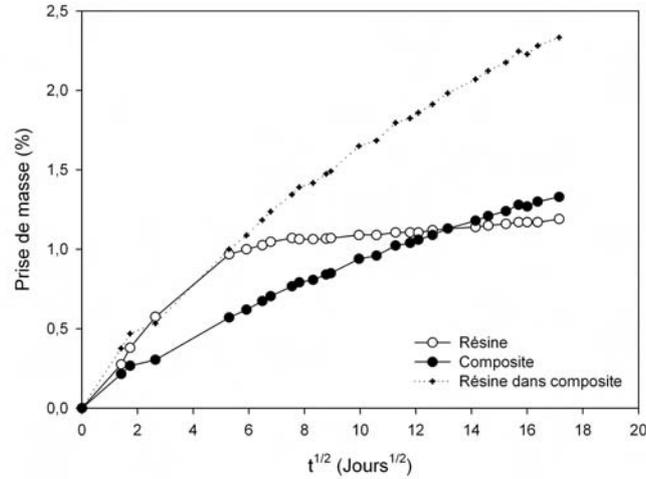


FIG. 7.10 – Référence SO1. Prises de masses de la résine seule, du composite et due à la matrice dans le composite en fonction de $t^{1/2}$.

La comparaison entre la prise de masse de la résine et la prise de masse de la résine dans le composite montre que pour les polyesters, la prise de masse du composite est dominée par la diffusion d'eau dans la matrice avant environ 8 $jours^{1/2}$ (soit pendant les deux premiers mois d'immersion). Au delà, la prise de masse de la résine dans le composite diverge et devient supérieure à la prise de masse de la résine. En considérant que la surface d'échange de la matrice au contact de l'eau évolue peu au cours du vieillissement, cela suggère la présence d'autres mécanismes de diffusion probablement dûs aux interfaces. Pour la résine vinyloxyester, la prise de masse de la résine dans le composite étant toujours supérieure à la prise de masse de la résine seule, on peut penser que la diffusion d'eau dans le composite est multiple dès le début de l'immersion. La prise de masse de la résine vinyloxyester étant très faible, son influence sur celle du composite est de fait moins visible. Afin d'illustrer ces phénomènes, les effets attribués aux fibres et aux interfaces sont estimés en soustrayant la prise de masse de la résine seule à la prise de masse de la résine dans le composite. Les courbes de la Figure 7.11 décrivent l'évolution de la prise de masse attribuée aux fibres et aux interfaces en fonction de $t^{1/2}$.

Pour les résines polyester, il existe une partie négative en début de courbe entre 25 et 50 jours. Jacquement [5] explique cela par l'effet retardateur des renforts de verre dans la diffusion. Les fibres de verre, dont le coefficient de diffusion et l'absorption d'eau sont négligeable par rapport à la résine seule, peuvent constituer un obstacle à la diffusion d'eau dans un composite. Pour la vinyloxyester ce phénomène n'est pas observé. Au delà de 7 $jours^{1/2}$

environ (1 mois et demi), une augmentation de la prise de masse intervient. Attribuée aux interfaces, elle est supérieure pour les polyester par rapport à la vinylester. L'augmentation de la prise de masse de cette dernière est effectivement plus faible mais commence beaucoup plus tôt, après une semaine d'immersion environ. Par ailleurs, les références *SO1* et *LES2* présentent un comportement très proches tandis que la référence *LS2* montre une prise de masse plus modérée. Ces résultats ne permettent pas de différencier les résines polyester limitant les émissions de styrène de la polyester orthophtalique standard.

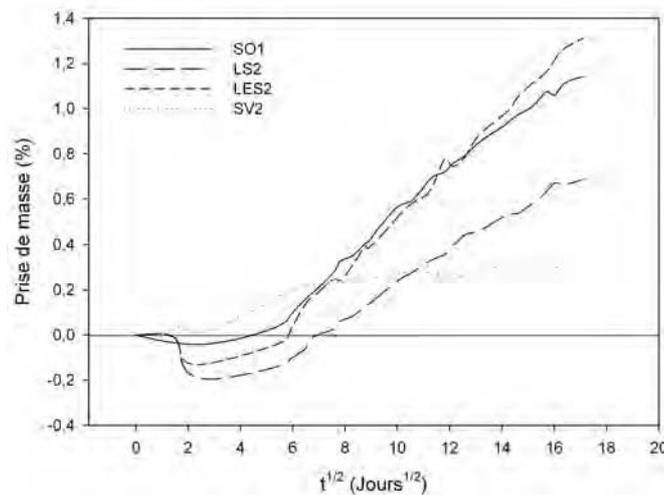


FIG. 7.11 – Prise de masse attribuée aux fibres et aux interfaces.

7.3.2 Evolution des propriétés mécaniques des résines

Des essais de traction ont été effectués sur les quatre références de résine ayant subi une immersion en eau de mer à 40°C. L'ensemble des résultats obtenus est regroupé en Annexe 6. Rappelons qu'avant d'être placées dans les bacs de vieillissement, les résines subissent un cycle de polymérisation (24 heures ambiante puis 16 heures à 40°C) qui ne leur confère pas une réticulation complète (cf Chapitre 5). La Figure 7.12 montre les courbes effort/déplacement d'une polyester faible teneur en styrène (*LS2*) et d'une vinylester (*SV2*) obtenues avant et après 9 mois de vieillissement. Même si le comportement initial de ces deux résines est différent, les conditions de vieillissement en eau de mer semblent avoir les mêmes conséquences sur celui-ci. Après 9 mois d'immersion, on observe en effet que la partie non-linéaire des courbes tend à disparaître avec une augmentation de la pente et

une chute importante du déplacement à rupture. Une évolution similaire est observée pour les références *SO1* et *LES2*.

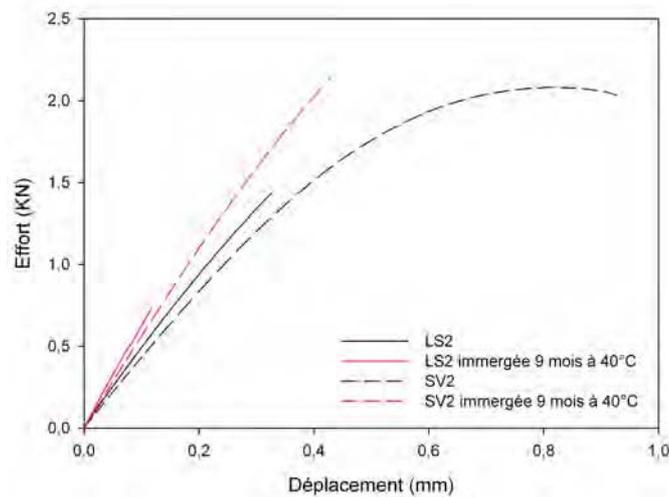


FIG. 7.12 – Evolution des courbes effort/déplacement de traction des résines *LS2* et *SV2* suite à une immersion en eau de mer à 40°C pendant 9 mois.

Le Tableau 7.5 présente l'évolution des propriétés mécaniques de traction des résines vieilles par rapport à leurs propriétés initiales. Une augmentation du module d'élasticité est observée. Elle est modérée et relativement proche pour les trois polyesters (< 16%) mais est plus sensible pour la vinylester (30%). Le point important est la perte d'allongement à rupture qui est conséquente pour l'ensemble des résines : 35% pour la référence *LES2* et comprise entre 50% et 60% pour les trois autres. La contrainte de rupture suit aussi cette tendance pour les polyesters avec une chute comprise entre 30% et 45%. La contrainte de rupture de la vinylester vieillie est quant à elle proche de sa contrainte initiale (-13%).

Résine immergée 9 mois à 40°C	Module d'Young (%)	Contrainte à rupture (%)	Allongement à rupture (%)
SO1	+ 16	- 45	- 62
LS2	+ 15	- 40	- 60
LES2	+ 4	- 30	- 35
SV2	+ 30	- 13	- 50

TAB. 7.5 – Evolution des propriétés mécaniques de traction des résines immergées en eau de mer 9 mois à 40°C.

Les graphes des Figures 7.13 et 7.14 montrent respectivement l'évolution du module d'élasticité et de l'allongement à rupture en traction des résines au cours du vieillissement. On constate tout d'abord une augmentation progressive du module d'élasticité de toutes les résines jusqu'à environ deux mois d'immersion puis une stabilisation. L'allongement à rupture chute de manière importante pendant les deux premiers mois de vieillissement puis évolue peu ensuite. Il est intéressant de remarquer que le temps de stabilisation de ces propriétés correspond au moment où la saturation des résines en eau de mer a été définie au paragraphe précédent. Par ailleurs, les tendances observées peuvent être attribuées à la fois à la diffusion d'eau dans le polymère mais aussi à l'évolution de son état de réticulation. Les résines n'étant pas stabilisées, l'énergie thermique apportée par l'eau de mer à 40°C favorise la poursuite de la réaction de polymérisation. Les résultats d'essais de DMA réalisés en flexion trois points sur les trois références de résines polyester confirment cette hypothèse (Tableau 7.6). Après 9 mois de vieillissement en eau de mer à 40°C, on constate des augmentations similaires de la température de transition vitreuse (environ + 20°C) et du module de conservation pour toutes les résines.

La reprise de réticulation peut expliquer l'augmentation du module d'élasticité en traction mais difficilement la totalité de la chute observée pour l'allongement à rupture. Par exemple, nous avons vu au Chapitre 3 que pour la référence *SO1* une post-cuisson de 72 heures à 50°C permettait d'obtenir une résine presque totalement réticulée (taux de réticulation de 95 %). Dans ces conditions, cette résine a un module d'élasticité d'environ 3500 MPa et un allongement à rupture de 1,7 %. Suite à deux mois de vieillissement, la résine *SO1* présente un module d'élasticité identique mais un allongement à rupture environ deux fois plus faible (0,9 %). La diffusion d'eau dans les résines influence donc fortement l'allongement à rupture en traction. Cependant, les phénomènes qui influencent l'allongement à rupture

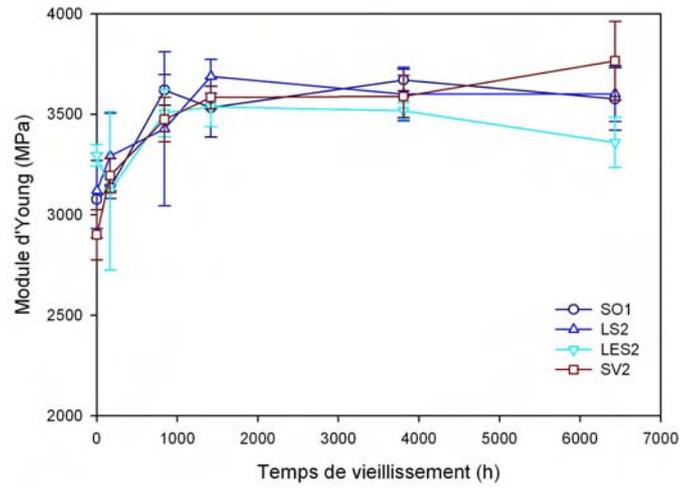


FIG. 7.13 – Evolution du module d'élasticité des résines au cours du vieillissement en eau de mer à 40°C.

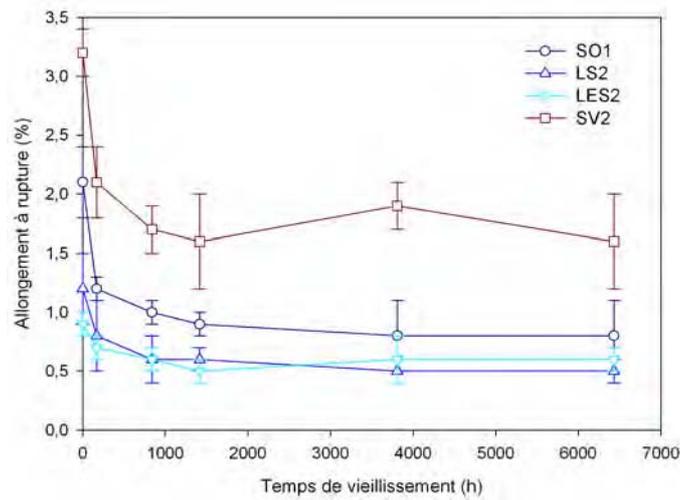


FIG. 7.14 – Evolution de l'allongement à rupture des résines au cours du vieillissement en eau de mer à 40°C.

sont complexes, ils font intervenir la présence de contraintes résiduelles (dues au retrait et à la température de polymérisation) et probablement la cinétique de réticulation.

Référence	E' à 30°C (MPa)	Tg (°C)
SO1	3471	57,7
LS2	3865	57,7
LES2	3483	57,7
SO1 vieillie	3763	72,7
LS2 vieillie	4151	77,7
LES2 vieillie	3647	77,7

TAB. 7.6 – Résultats d'essais de DMA réalisés sur des résines polyester non vieilles et vieilles en eau de mer à 40°C pendant 9 mois.

Le graphe de la Figure 7.15 présente l'évolution de l'allongement à rupture des résines en fonction de leur prise de masse. Pour toutes les résines, on constate une baisse de la ductilité (chute de l'allongement à rupture) avec l'augmentation de la prise de masse. Cet effet est d'autant plus marqué que la résine présente initialement des allongements à rupture importants (vinylester). Les polyesters limitant les émissions de styrène *LS2* et *LES2*, qui présentent initialement de faibles allongements à rupture, sont en proportion moins sensibles aux effets de la diffusion d'eau que la polyester standard *SO1* et la vinylester *SV2*. Elles ont un comportement identique et restent très fragiles après vieillissement. A titre de comparaison, il faudra approximativement deux mois de vieillissement en eau de mer à 40°C à la polyester standard *SO1* pour voir son allongement à rupture atteindre ceux des références *LS2* et *LES2* non vieilles.

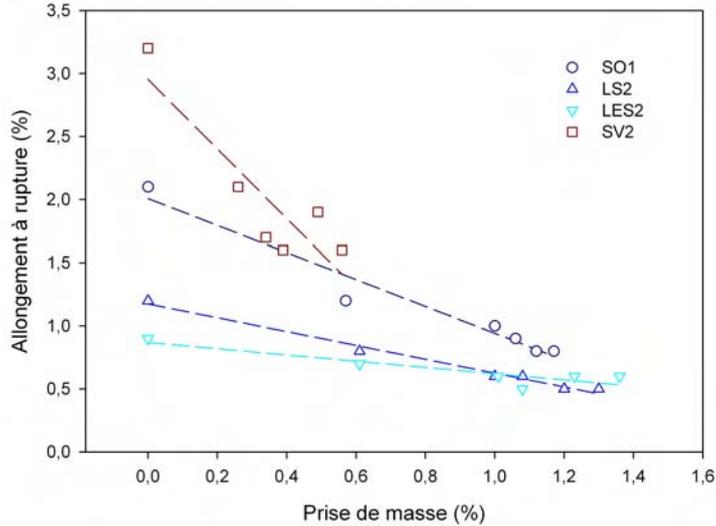


FIG. 7.15 – Evolution de l’allongement à rupture d’une résine en fonction de sa prise de masse.

7.3.3 Evolution des propriétés de flexion des stratifiés

Les résines renforcées sont vieilles en eau de mer à trois températures différentes : 20°C, 40°C et 60°C. Testées en flexion trois points, elles présentent un comportement similaire avec des courbes effort/déplacement très proches. La Figure 7.16 montre les courbes effort/déplacement de la référence *LS2* relevées après 9 mois de vieillissement aux trois températures. On constate que la pente de la partie linéaire des courbes évolue peu au cours du vieillissement et ce quelque soit la température d’immersion. En revanche, l’effort de rupture chute progressivement à 20°C et 40°C puis brutalement à 60°C. L’ensemble des propriétés de flexion mesurées au cours du vieillissement sont regroupés en Annexe 6. Le Tableau 7.7 montre l’évolution du module et de la contrainte de rupture apparente en flexion après 9 mois de vieillissement pour les quatre résines. Le module d’élasticité de flexion des stratifiés évolue très peu suite au vieillissement quelque soit la température de l’eau de mer et la nature de la résine utilisée. Les variations observées sont comprises entre - 11% et + 17% et correspondent aux dispersions relevées habituellement sur ce type de matériau [7]. Une légère baisse est toutefois visible pour les résines vieilles à 60°C. A l’inverse, des différences significatives sont observées pour les contraintes en fonction de la température de vieillissement. A 20°C, qui est une température proche de la température moyenne de l’eau de mer relevée dans les zones tempérées, la contrainte apparente

de rupture perd entre 12% et 22% par rapport à sa valeur initiale. A 40°C, la baisse est plus sensible et est comprise entre 24% et 29%. Enfin, le vieillissement à 60°C conduit à une chute de la contrainte de 47% à 60%. Les températures de 40°C et de 60°C permettent d'accélérer la dégradation des stratifiés et conduisent, après 9 mois d'immersion, à des contraintes apparentes de rupture en flexion respectivement de 2 à 4 fois inférieures par rapport à un vieillissement à 20°C. Notons que l'essai de flexion trois points est sévère par rapport à la traction puisque les surfaces les plus dégradées de l'éprouvette se retrouvent être les zones les plus sollicitées (déformations maximales en peau).

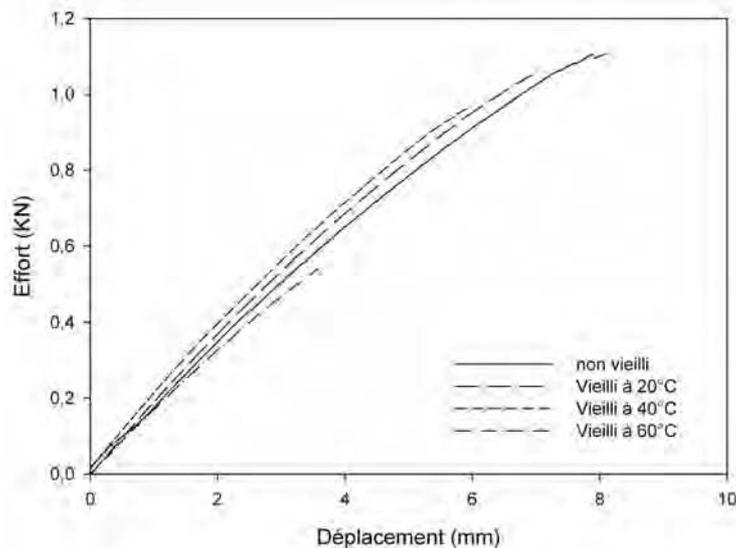


FIG. 7.16 – Courbes effort/déplacement en flexion trois points de la résine *LS2* après un vieillissement en eau de mer de 9 mois à trois températures : 20°, 40°C et 60°C.

Les graphes des Figures 7.17 montrent l'évolution de la contrainte apparente de rupture en flexion en fonction de la température d'immersion. Pour les trois températures, on observe que l'essentiel de la chute de la contrainte de rupture se produit durant les deux premiers mois de vieillissement. La résistance des stratifiés en flexion trois points étant principalement conditionnée par la résistance des plis extérieurs, ces observations traduisent une évolution des propriétés de surface des éprouvettes. Ensuite, la contrainte continue à diminuer mais de manière moins prononcée. Il est intéressant de remarquer que les trois références *SO1*, *LS2* et *SV2* présentent des contraintes apparentes à rupture similaires quelque soit la température et le temps de vieillissement. Les niveaux de contraintes de la

Résine vieille 9 mois	Eau de mer à 20°C		Eau de mer à 40°C		Eau de mer à 60°C	
	Module de flexion (%)	Contrainte apparente de rupture en flexion (%)	Module de flexion (%)	Contrainte apparente de rupture en flexion (%)	Module de flexion (%)	Contrainte apparente de rupture en flexion (%)
SO1	+6	-15	+12	-24	-11	-60
LS2	+9	-18	+5	-28	-2	-55
LES2	+8	-22	+17	-29	-6	-57
SV2	+7	-12	-8	-29	0	-47

TAB. 7.7 – Evolution des propriétés de flexion des stratifiés vieillis en eau de mer pendant 9 mois et à trois températures.

CHAPITRE 7. INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT MARIN

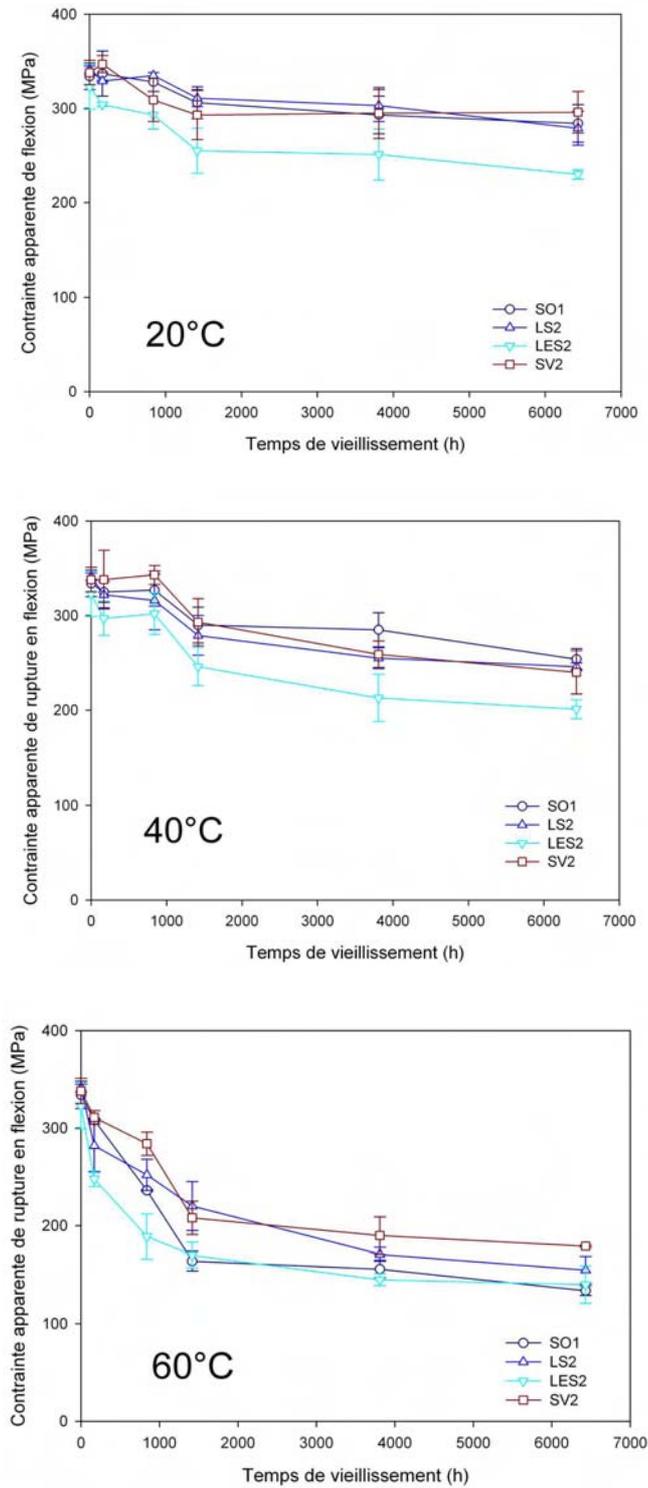


FIG. 7.17 – Evolution de la contrainte apparente à rupture en flexion des stratifiés au cours du vieillissement en fonction de la température d'immersion.

résine *LES2* sont en revanche un peu plus faibles en raison d'un taux de fibres inférieur aux autres résines. Par ailleurs, on constate qu'à 60°C la perte de contrainte est légèrement plus rapide pour la résine *LES2*. A cette température, la dégradation des éprouvettes est importante et conduit à des pertes locales de matière. Ce sont des conditions sévères de vieillissement qui engendrent des baisses conséquentes de résistance des stratifiés. Au regard de ces résultats, la nature des résines utilisées pour ces essais a peu d'influence sur l'évolution des propriétés en flexion de stratifiés vieillis en milieu marin. Les propriétés de flexion sont avant tout dominées par la proportion de renforts des résines.

Cependant, ces résultats peuvent paraître étonnants car les résines non renforcées testées présentent des propriétés initiales et des cinétiques de dégradation en eau de mer parfois très différentes. Par exemple, la résine vinylester, avec des performances mécaniques et une résistance en milieu marin très supérieures aux polyesters, ne permet pas de limiter la perte de propriétés en flexion trois points des stratifiés vieillis. Cela peut s'expliquer d'une part par la complexité des mécanismes de dégradations en milieu marin faisant intervenir à la fois l'hydrolyse de la matrice et des interfaces ainsi que la présence de contraintes dues aux gonflements différentiels. Mais aussi par le fait que les stratifiés aient été testés en flexion trois points, sollicitation pour laquelle la rupture des éprouvettes est très sensible à la dégradation en surface. Enfin, il est important de rappeler que les essais de vieillissement accéléré en eau de mer réalisés ici sont très sévères pour les matériaux (pas de gel-coat, plusieurs faces attaquées, températures parfois élevées) si bien qu'il est difficile d'établir des équivalences temps/température pour des conditions réelles de dégradation (panneaux protégés par un gel-coat, température ambiante).

7.4 Bilan

Dans ce Chapitre, les effets de l'environnement marin sur les propriétés de composites verre/polyester ont été étudiés au travers deux points : la température et le vieillissement en eau de mer.

Pour prendre en compte le maximum de conditions climatiques, on considère que les bateaux de plaisance sont susceptibles de rencontrer des températures variant entre -15°C et 60°C. Les essais de traction et de DMA réalisés montrent que la ductilité d'une résine polyester standard croît avec l'augmentation de température. Elle présente un comportement élastique fragile entre -15°C et 0°C et un caractère visqueux avec des allongements à rupture importants entre 40°C et 60°C. Ces différences de comportement conditionnent les

propriétés en traction transverse de composites UD ce qui permet de mettre en évidence l'influence de la température sur le seuil d'endommagement des stratifiés verre/polyester. Par ailleurs, les résines transformées en construction navale n'étant que partiellement réticulées, leurs températures de transition vitreuse sont faibles et parfois inférieures à la température maximale définie plus haut (60°C). Cette particularité est gênante, car dans la plage de transition vitreuse de la matrice, des phénomènes de fluages sont à craindre. Finalement, si 60°C est définie comme la température maximale d'usage, il convient d'utiliser une matrice qui présente une T_g supérieure. Cela peut être un polyester complètement réticulé ($T_g = 75/80^{\circ}\text{C}$) ou un vinylester.

A température ambiante, la cinétique de diffusion d'eau dans les polymères et composites est lente et il est souvent nécessaire d'accélérer le phénomène en utilisant des températures d'essais supérieures en laboratoire. Les essais de vieillissement accéléré en eau de mer ont permis de comparer des résines polyester limitant les émissions de styrène à des résines standards. D'une part, la cinétique de diffusion de ce type de résines est très proche de celle observée sur des polyesters orthophtaliques standards. La perte de propriétés mécaniques en traction est aussi proportionnellement identique durant le vieillissement ; ces résines étant fragiles au départ, elles le restent après vieillissement. L'influence de la nature de la matrice sur le vieillissement des composites testés en flexion trois points est en revanche moins évidente. Les mécanismes de dégradations des stratifiés sont en effet complexes (matrice et interfaces) et la nature du chargement mécanique conduit à solliciter préférentiellement les zones les plus dégradées des éprouvettes. En définitif, bien que plus fragiles et de chimie différente, les polyesters limitant les émissions de styrène ont un comportement au vieillissement accéléré en eau de mer similaire à celui des polyesters orthophtaliques standards.

Bibliographie

- [1] J. Verdu, « Vieillissement des plastiques », AFNOR Technique, 1984.
- [2] P. Compston, P.Y.B. Jar, P. Davies, « Matrix effect on the static and dynamic interlaminar fracture toughness of glass-fibre marine composites », *Composites Part B*, 29B, 505-516, 1998.
- [3] NFT 57 900, « Réservoirs et appareils en matières plastiques renforcées. Code de construction », Norme Française, AFNOR, 1987.
- [4] B. Mortaigne, « Vieillissement des composites - Mécanismes et méthodologie d'étude », *Techniques de l'ingénieur*, 2005.
- [5] R. Jacquemet, « Etude du comportement au vieillissement sous charge de stratifiés polyester/verre E en milieu marin », Thèse de Doctorat, 1989.
- [6] P. Castaing, « Vieillissement des matériaux composites verre-polyester en milieu marin : délaminage d'origine osmotique », Thèse de Doctorat, 1992.
- [7] E.P. Geller and D.M. Turley, « Seawater immersion ageing of glass-fibre reinforced polymer laminates for marine applications », *Composites Part A*, 30, 1259-1265, 1999.
- [8] P. Davies, F. Mazéas, P. Casari, « Sea water aging of glass reinforced composites : shear behaviour and damage modelling », *Journal of Composite Materials*, Vol. 35, 1343-1372, 2001.

Chapitre 8

Passage matériau-structure

Des essais de caractérisation ont permis de mesurer l'influence de la matrice sur les propriétés mécaniques des composites marins renforcés de fibres de verre. Nous regardons à présent dans quelle mesure les propriétés de la matrice peuvent aussi intervenir dans la réalisation et le dimensionnement des bateaux de plaisance. La structure des bateaux de plaisance est en effet complexe et nécessite généralement d'assembler un réseau de raidisseurs et un pont à la coque (Figure 8.1). Ces opérations d'assemblages sont très souvent critiques et s'effectuent par collage ou reprise de stratification. Dans un premier point, nous regardons comment les propriétés d'une matrice peuvent être intégrées dans le dimensionnement d'une structure. Puis, nous proposons d'étudier l'influence des conditions de mise en oeuvre et de la matrice sur la qualité de reprise de stratification.



FIG. 8.1 – Détail de la structure d'une coque de bateau de plaisance réalisée en composite monolithique.

8.1 Comportement de panneaux monolithiques soumis à une pression uniforme

En introduisant les efforts subis par les coques de bateaux de plaisance au Chapitre 1, nous avons mis en évidence l'importance des pressions agissant sur les panneaux de bordé. Ces pressions ont un caractère dimensionnant et peuvent atteindre plusieurs bars dans des cas extrêmes. Les panneaux soumis à de tels efforts se déforment et l'amplitude de déformation dépend non seulement de la rigidité du matériau mais aussi pour beaucoup de paramètres géométriques (longueur, largeur, épaisseur).

8.1.1 Etude de sensibilité aux hypothèses de calculs

Dans les pratiques de dimensionnement des bateaux de plaisance, des expressions de type résistance des matériaux basées sur l'hypothèse de calcul en petits déplacements sont très utilisées. Nous proposons d'étudier la validité de ces hypothèses en examinant le comportement d'un panneau rectangulaire soumis à une pression uniforme. On considère un panneau de dimensions et d'échantillonnage proches de ceux rencontrés sur des voiliers de taille moyenne (12 m). Pour simplifier, la pression exercée sur le panneau est considérée comme uniforme. Les calculs sont réalisés à l'aide du code de calcul par éléments finis ABAQUS.

8.1.1.1 Détail du modèle

Le panneau étudié est rectangulaire de grande dimension $L = 1200\text{ mm}$, de petite dimension $S = 600\text{ mm}$ et d'épaisseur t . Ses quatre côtés sont encastés et il est soumis à une pression uniforme P . Les stratifiés mis en oeuvre en pratique présentent un caractère orthotrope peu marqué avec une grande proportion de mat et de tissus équilibrés. L'échantillonnage du panneau est défini en ce sens et comprend des fibres de verre présentant sous forme de mats de 450 g/m^2 et de taffetas équilibrés de 800 g/m^2 . L'empilement considéré est symétrique, comporte 7 plis (4 plis de mat et 3 plis de taffetas) et fait alterner mats et tissus en commençant par un pli de mat. On considère que le stratifié est transformé par moulage au contact, les renforts étant imprégnés d'une résine polyester. Les taux volumiques moyens de fibres obtenus par cette méthode de stratification sont de 17% pour les mats et 30% pour les taffetas. Les propriétés des fibres de verre et de la matrice polyester qui seront utilisées par la suite sont regroupées dans le Tableau 8.1.

	Matrice polyester	Fibre de verre E
ρ (Kg/m ³)	1200	2560
E (MPa)	3000	72000
G (MPa)	1100	29200
ν	0,35	0,25

TAB. 8.1 – Propriétés de la matrice polyester et des fibres de verre E.

Les propriétés élastiques des plis sont déterminées à partir du taux de fibres à l'aide des expressions micromécaniques présentées au Chapitre 3. Les relations de Gay sont utilisées pour les plis de mat tandis qu'un pli de taffetas est assimilé à la superposition de deux plis UD croisés à 90°C ; les propriétés du pli UD de référence étant évaluées avec les expressions de Chamis. Les propriétés élastiques de l'empilement sont ensuite déterminées à l'aide d'une méthode classique d'homogénéisation. On se ramène alors à un matériau homogène équivalent dont les caractéristiques élastiques seront utilisées comme données matériaux pour les calculs éléments finis. Le repère de sollicitation (O, 1, 2, 3) du panneau est défini de telle sorte que les directions 1, 2 et 3 correspondent respectivement à sa grande dimension L , à sa petite dimension S et à son épaisseur t . Les axes principaux des plis sont confondus avec les directions 1 et 2 du repère global de sollicitation. Le Tableau 8.2 présente les épaisseurs et les propriétés des plis et de l'empilement.

	Epaisseur (mm)	E_{11} (MPa)	E_{22} (MPa)	G_{12} (MPa)	ν_{12}
Mat	1,05	7982	7982	3003	0,33
Taffetas	1,03	15529	15529	2333	0,14
Empilement	7,30	11295	11295	2718	0,22

TAB. 8.2 – Propriétés élastiques des plis et de l'empilement.

Le modèle numérique du panneau est réalisé sous ABAQUS en utilisant des éléments plaques (quadrangles à huit nœuds). Le matériau choisi est homogène, anisotrope et permet de prendre en compte les propriétés équivalentes des composites homogénéisés. Le code offre la possibilité d'effectuer des calculs en grands déplacements ; cette option sera sélectionnée ou non suivant les besoins de l'étude. Le modèle, encastré à ses limites, est soumis à une pression uniforme sur une plage de 300 mbar. Les résultats obtenus conduisent

8.1. COMPORTEMENT DE PANNEAUX MONOLITHIQUES SOUMIS À UNE PRESSION UNIFORME

à comparer les déplacements hors du plan (suivant la direction 3), la flèche maximale w_0 étant relevée au centre du panneau. La Figure 8.2 présente le détail du maillage et de la déformée du modèle.

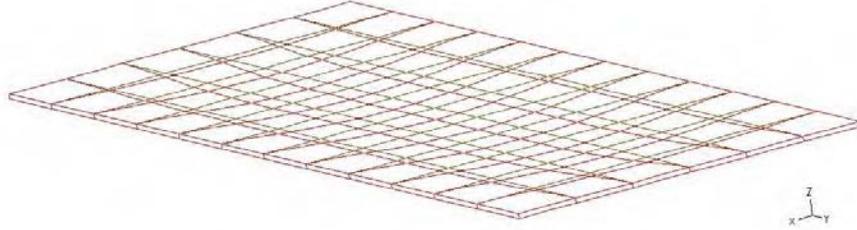


FIG. 8.2 – Plaque rectangulaire monolithique soumise à une pression uniforme. Maillage et déformée du modèle éléments finis.

8.1.1.2 Résultats et discussion

Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 8.3. Pour ce type de panneau verre/polyester, les valeurs des flèches maximales au centre montrent que les deux solutions (petits et grands déplacements) divergent rapidement. Elles sont identiques jusqu'à environ 20 mbar ce qui correspond à de très petits déplacements : flèche maximale au centre $< 0,003 S$. Pour des panneaux isotropes encastrés et soumis à une pression uniforme, Timoshenko [1] propose de calculer en petits déplacements la flèche maximale au centre en utilisant la relation :

$$w_0 = \phi \frac{PS^4}{D} \quad (8.1)$$

avec, ϕ un coefficient fonction du rapport d'aspect L/S du panneau et D la rigidité en flexion de la plaque exprimée par :

$$D = \frac{Eh^3}{12(1 - \nu^2)} \quad (8.2)$$

L'empilement considéré conduisant à un stratifié quasi-isotrope, cette relation peut s'appliquer dans notre exemple. A 20 mbar de pression, la flèche au centre du panneau calculée avec cette relation analytique est identique aux résultats numériques obtenus ($w_0 = 1,7$ mm). Pour des pressions supérieures, les solutions en petits déplacements diffèrent de celles en grands déplacements avec un écart qui croît à mesure que la pression augmente. Les flèches relevées avec un calcul en grands déplacements sont toujours inférieures à celles

obtenues en petits déplacements. Pour une pression de 300 mbar, l'écart entre les deux solutions, proche de 60%, est très important. Le graphe de la Figure 8.3 présente l'évolution de la flèche maximale au centre du panneau en fonction de la pression appliquée. Le comportement géométrique devient rapidement non linéaire en grands déplacements tandis qu'il reste linéaire en petits déplacements. Les résultats obtenus montrent que le comportement de ce type de panneau renforcé de verre est très sensible aux hypothèses de calculs. Cette sensibilité dépend principalement de trois paramètres :

- la rigidité du matériau composite utilisé qui est fonction de la nature du renfort et du procédé de transformation employé (taux de fibres),
- le rapport d'aspect L/S du panneau,
- l'épaisseur qui intervient à la puissance 3 dans la rigidité de flexion de la plaque.

Pression (mbar)	20	50	100	200	300
w_0 en petits déplacements (mm)	1,7	4,5	9,0	18,0	27,0
w_0 en grands déplacements (mm)	1,7	3,8	6,0	8,5	11,0
Ecart entre les deux solutions (%)	0	16	33	53	59

TAB. 8.3 – Flèche maximale au centre du panneau w_0 .

D'un point de vue modélisation, notons l'importance des conditions aux limites appliquées au panneau. En pratique, il n'existe pas d'encastrement parfait et des degrés de liberté en rotation sont susceptibles d'apparaître aux limites et de provoquer des déplacements plus importants. Quoi qu'il en soit, les panneaux rencontrés sur des bateaux de plaisance sont des structures souples en raison de leur géométrie et des composites utilisés pour leur fabrication. Soumis à des pressions d'eau, ce type de panneaux se déforme de manière importante avec l'apparition rapide de grands déplacements. L'utilisation des relations de la résistance des matériaux basées sur l'hypothèse de petits déplacements est donc limitée à un domaine restreint de comportement. A titre de comparaison, le règlement DNV [2] propose un critère de flèche de 0,01 S qui est supérieur à celui obtenu ici (0,003 S). Notons que lors du Projet National Composite Naval [3], il a été montré une bonne corrélation entre des calculs éléments finis en grands déplacements et des mesures réalisées sur des panneaux réels d'échantillonnages comparables à celui étudié ici. Par ailleurs, les pressions exercées sur les panneaux de bordés sont complexes (pas toujours uniformes) et proviennent à la fois de la pression hydrostatique de l'eau (proportionnelle à la profondeur d'immersion) et des pressions dynamiques dues à la vitesse du bateau et à la rencontre avec les vagues.

8.1. COMPORTEMENT DE PANNEAUX MONOLITHIQUES SOUMIS À UNE PRESSION UNIFORME

Ces pressions dépendent donc de la taille du navire et des conditions de navigation qu'il rencontre. Elles sont généralement inférieures à 1 bar mais peuvent, dans des conditions extrêmes de déferlement de vagues (mer du sud), être estimées à plus de 3 bars [4]. De telles pressions conduisent donc à des déplacements importants.

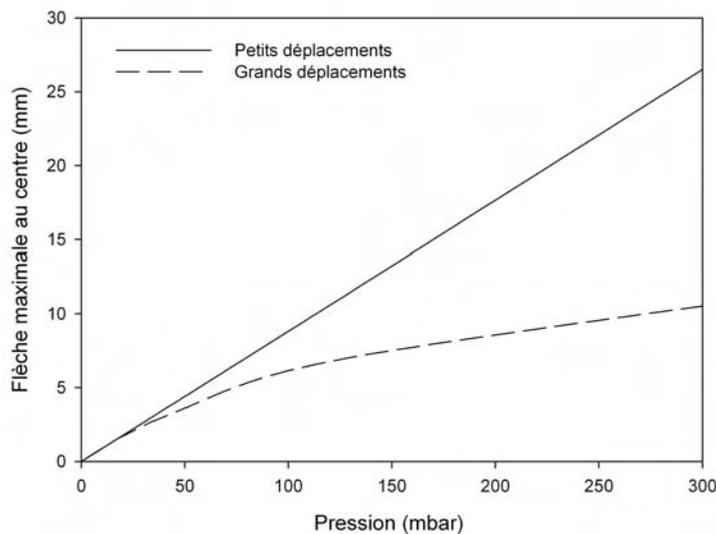


FIG. 8.3 – Evolution de la flèche maximale au centre du panneau en fonction de la pression appliquée et des hypothèses de calcul.

Toutefois, nous sommes bien dans le cas de petites déformations comme le montre la Figure 8.4 qui présente l'évolution de la déformation maximale du panneau ε_{11} en fonction de la pression appliquée. En raison des conditions d'encastrement, la déformation maximale ε_{11} est située au milieu du petit côté du panneau et ne dépasse pas 0,4% sur la plage de pression considérée. Concernant les propriétés de la matrice, il est important de noter que le module d'élasticité d'une résine DCPD n'influence pas le déplacement global du panneau car il est très proche de celui d'une résine polyester orthophtalique standard. En revanche, si on regarde les déformations, on constate que l'on se situe dans la plage d'endommagement des stratifiés verre/polyester. A ce titre, des différences sont à prévoir car l'allongement à rupture des résines polyester peut varier de 0,8 à 2,5 %.

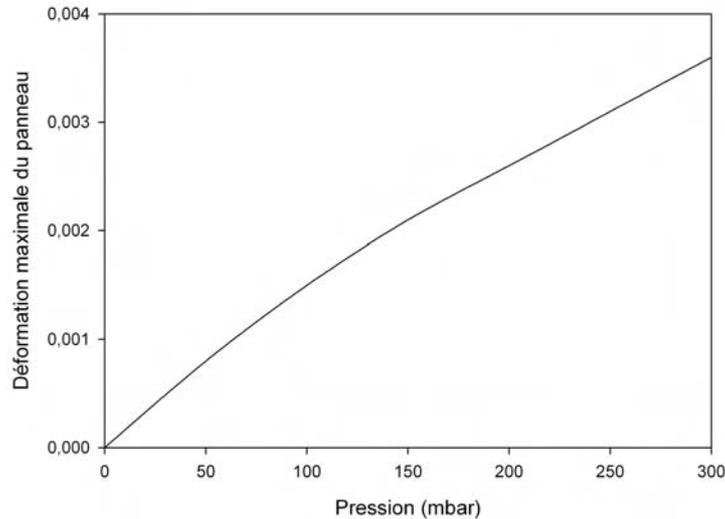


FIG. 8.4 – Evolution de la déformation maximale du panneau en fonction de la pression appliquée.

8.1.1.3 Bilan

Dans ce paragraphe, nous nous sommes intéressé au comportement géométrique de panneaux monolithiques verre/polyester soumis à une pression uniforme. Le panneau étudié présente des cotes et un échantillonnage représentatifs de ceux rencontrés sur des panneaux réels de bateaux de plaisance de taille moyenne. Des calculs numériques ont permis de mettre en évidence l'importance des hypothèses de calculs. Du fait de son élancement et de la faible rigidité du matériau, le comportement géométrique du panneau devient rapidement non linéaire et le calcul de sa déformée nécessite d'utiliser une hypothèse en grands déplacements. Néanmoins, les déformations maximales du panneau restent faibles ($< 0,4\%$) mais supérieures au seuil d'endommagement des stratifiés monolithiques verre/polyester.

8.1.2 Réalisation d'un essai de gonflement de plaques

Le dimensionnement des coques des bateaux de plaisance étant effectué à partir de panneaux sous pression, il nous est apparu intéressant de développer un essai de gonflement de plaque circulaire ou « Bulge test ». Cet essai permet notamment de caractériser le comportement géométrique non linéaire de plaques composites verre/polyester. Sa conception se veut simple et doit permettre une mise en oeuvre et une utilisation accessible ; il est

8.1. COMPORTEMENT DE PANNEAUX MONOLITHIQUES SOUMIS À UNE PRESSION UNIFORME

potentiellement utilisable par les chantiers navals. Des essais préliminaires sur des plaques en aluminium ainsi qu'une modélisation éléments finis du comportement de la plaque ont permis de valider le montage expérimental. Ensuite, les essais sur composites sont effectués sur des plaques de résine polyester renforcées par des mats de verre.

8.1.2.1 Montage expérimental / Essai et modélisation de plaques renforcées de mat de verre

Le montage de « Bulge test » est constitué d'un bâti sur lequel la plaque à tester est déposée et d'une pompe à vide qui permet de créer une dépression dans l'enceinte formée par l'ensemble bâti/échantillon. L'étanchéité est réalisée par une graisse de couplage et la dépression maximale applicable est de 1 bar. Les déplacements hors du plan sont mesurés à l'aide de 5 comparateurs répartis suivant le diamètre de la plaque. Les photographies de la Figure 8.5 présentent le montage réalisé. Pour plus de détails, les plans des pièces sont regroupés en Annexe 7. Sur les plaques composites, une jauge triaxiale est disposée en supplément au centre afin de mesurer précisément les déformations du point central dans trois directions 0° , $+45^\circ$ et -45° . Les plaques ont un diamètre moyen de l'ordre de 450 mm et les conditions aux limites de contact avec le bâti sont de type appuis simples. Le rayon de courbure de la zone d'appui est de 5 mm comme pour l'essai de flexion trois points.



FIG. 8.5 – Montage expérimental et instrumentation des plaques.

Les stratifiés marins faisant intervenir une grande part de mat de verre, nous proposons de caractériser des plaques de résine polyester standard renforcées par ce type d'armure. Deux plaques sont réalisées par moulage au contact en imprégnant 4 plis de mat de 600 g/m^2 d'une résine polyester standard (référence *SO1*). Le compactage des renforts est effectué

manuellement, il conduit à des épaisseurs moyennes de 4,1 mm et à des taux de fibres moyens de 23% en volume. Une fois réticulées, elles subissent une post-cuisson de 16 heures à 40°C avant d'être découpées aux dimensions voulues. La découpe est effectuée à l'aide d'une meule munie d'un disque diamanté afin d'obtenir des surfaces propres. Avant de réaliser les essais de gonflement, le module apparent des plaques est déterminé en flexion trois points (NF T 57105) à partir d'éprouvettes prélevées dans les chutes. Il est de 8030 MPa (± 307 MPa). En parallèle aux essais de caractérisation, une modélisation éléments finis des plaques de mat est effectuée avec le code de calcul ADINA. Le modèle est axisymétrique 2D avec des éléments plaques de type quadrangle à huit nœuds. Il comporte 6 éléments dans l'épaisseur, une centaine dans la longueur et repose sur un appui simple. Les calculs sont réalisés en grands déplacements et petites déformations avec un comportement matériau élastique linéaire et isotrope. Le module d'élasticité des plaques utilisé pour les calculs est celui mesuré expérimentalement en flexion trois points. La Figure 8.6 présente le maillage et la déformée du modèle éléments finis réalisé.

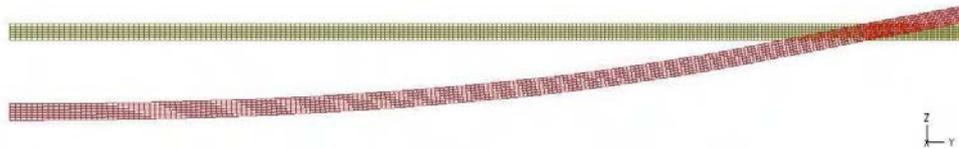


FIG. 8.6 – Plaque circulaire simplement appuyée et soumise à une pression uniforme. Maillage et déformée du modèle éléments finis axisymétrique 2D.

8.1.2.2 Résultats et discussion

Tout d'abord, les essais de gonflement montrent que les déformations relevées au centre des plaques sont identiques dans les trois directions 0° , $+45^\circ$ et -45° . Cette particularité est observée sur toute la plage de chargement comme le montre le graphe de la Figure 8.7 qui présente l'évolution des microdéformations de la jauge en fonction de la pression appliquée.

8.1. COMPORTEMENT DE PANNEAUX MONOLITHIQUES SOUMIS À UNE PRESSION UNIFORME

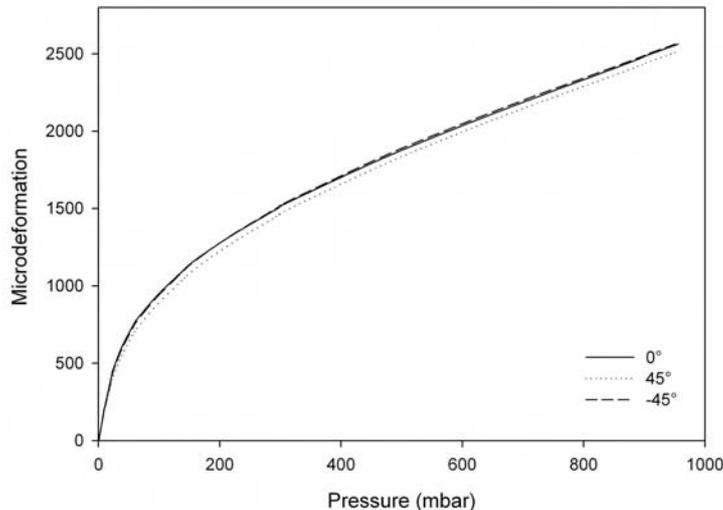


FIG. 8.7 – Evolution des déformations au centre d’une plaque de mat en fonction de la pression appliquée.

Ces résultats confirment bien que le comportement des composites renforcés par des mats de verre est isotrope dans le plan. On remarque par ailleurs un comportement géométrique non linéaire très marqué avec une limite de linéarité atteinte pour de faibles pressions de l’ordre de 30 mbar. Pour ce type de composites renforcés par des mats, les déformations au centre de la plaque sont importantes et dépassent les 0,17 % dès 400 mbar. Ce niveau de déformation correspond à celui relevé au début de l’endommagement de stratifiés réalisés avec les résines polyester les plus fragiles (résines limitant les émissions de styrène). La plage de pression couverte par le montage permet donc d’étudier l’endommagement de plaques verre/polyester stratifiées au contact. Mais, avec les épaisseurs en présence, la rupture n’est pas atteinte. Par ailleurs, on observe une très bonne corrélation entre calculs numériques et données expérimentales comme le montre le graphe de la Figure 8.8 qui présente l’évolution de la flèche au centre d’une plaque en fonction de la pression exercée. Il en est de même pour le calcul de la déformée qui correspond bien aux flèches relevées par les comparateurs comme le montre le graphe de la Figure 8.9. Ces résultats nous permettent de valider les conditions aux limites du montage pour des essais sur des plaques composites. De plus, la première partie des courbes expérimentales pression/déplacement au centre est linéaire. Le déplacement w_0 au centre de la plaque est alors proportionnel à la pression P appliquée et nous sommes en présence d’une relation du type :

$$P = aw_0 \quad (8.3)$$

avec, a la pente de la partie linéaire de la courbe. Pour une plaque circulaire isotrope, simplement supportée et soumise à une pression uniforme, Timoshenko [1] propose une relation analytique permettant de déterminer la flèche maximale au centre. Fonction du rayon r de la plaque elle s'exprime par :

$$w_0 = -\frac{Pr^4}{64D} \quad (8.4)$$

où D correspond à la rigidité en flexion exprimée précédemment par la relation 8.2. Par identification avec l'expression 8.3, il vient :

$$E = -\frac{3ar^4(1 - \nu^2)}{16h^3} \quad (8.5)$$

avec ν le coefficient de Poisson pris égal à 0,33. La plaque renforcée par des mats étant isotrope dans le plan, cette relation s'applique ici. Le module d'élasticité de flexion déterminé à partir des essais de gonflement est de 7740 MPa (± 250 MPa) et est très proche de celui mesuré en flexion trois points.

8.1.2.3 Bilan

Les essais et les simulations numériques de gonflement de plaques polyester circulaires renforcées par des mats de verre sont en très bon accord. Ils conduisent à deux conclusions :

- Les valeurs de déformations relevées à 0° , $+45^\circ$ et -45° au centre permettent de confirmer qu'une plaque de résine polyester renforcée par des mats de verre et soumise à une pression uniforme est isotrope dans son plan.

- L'essai de « Bulge test » est simple d'utilisation et est désormais validé pour des composites renforcés de verre. Les solutions numériques sont proches des données expérimentales et il est possible de déterminer un module d'élasticité de flexion avec le montage développé.

L'utilisation de cet essai devrait aussi permettre d'étudier l'endommagement des stratifiés (avec une chaîne d'émission acoustique) dans des conditions de sollicitations plus réalistes que celles d'essais uniaxiaux sur éprouvettes.

8.1. COMPORTEMENT DE PANNEAUX MONOLITHIQUES SOUMIS À UNE PRESSION UNIFORME

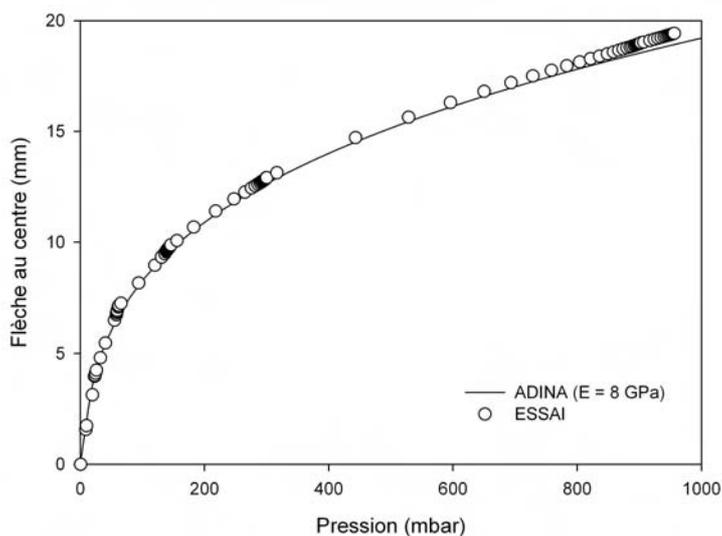


FIG. 8.8 – Plaque de résine polyester renforcée par des mats de verre. Evolution de la flèche au centre en fonction de la pression appliquée.

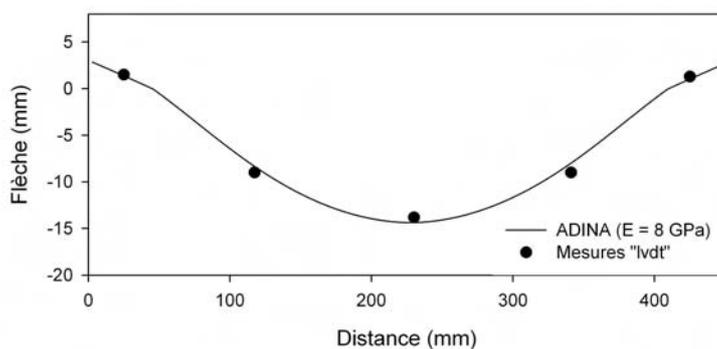


FIG. 8.9 – Plaque de résine polyester renforcée par des mats de verre. Allure de la déformée pour une pression de 400 mbar.

8.2 Dimensionnement

Le paragraphe précédent concernait l'étude des matériaux vers la structure, nous nous intéressons maintenant au dimensionnement en prenant comme base de travail la démarche de contrôle d'un échantillonnage de la récente norme ISO 12215 [5]. L'objectif est de voir dans quelle mesure le choix d'une résine peut influencer le dimensionnement de structures navales, en particulier lorsque l'on remplace une résine standard par une résine à faible teneur en styrène.

8.2.1 Epaisseur minimale de bordé

Pour les composites monolithiques qui constituent la grande majorité des matériaux utilisés pour la fabrication des coques de bateaux de plaisance, la norme ISO 12215 propose de déterminer les épaisseurs d'échantillonnage à l'aide d'un unique critère de résistance. L'étude de structure est effectuée en statique et se ramène à l'analyse de panneaux encastés aux extrémités et soumis à une pression uniforme. L'épaisseur minimale du panneau requise t est calculée par une relation analytique de type résistance des matériaux (hypothèses de petits déplacements). Elle fait intervenir une pression d'échantillonnage P , la plus petite dimension b du panneau, une contrainte de conception σ_d et s'écrit :

$$t = b.K_c \sqrt{\frac{P.K_2}{1000.\sigma_d}} \quad (8.6)$$

avec, K_c et K_2 des coefficients prenant respectivement en compte la courbure et le rapport d'aspect du panneau (valeurs indiquées par les Tableaux 5 et 6 de la section 10 de la norme). La contrainte de conception σ_d est définie à partir de la contrainte de rupture en flexion du stratifié σ_{uf} corrigée d'un coefficient de sécurité de 2 :

$$\sigma_d = 0,5.\sigma_{uf} \quad (8.7)$$

L'épaisseur calculée doit être au moins inférieure à l'épaisseur réelle pour que l'échantillonnage respecte les conditions de la norme ISO.

Initialement, un critère de flèche était aussi utilisé pour contrôler les échantillonnages. Du fait des méthodes de calculs utilisées, ce critère devenait extrêmement pénalisant et le comité international de normalisation a décidé de le retirer. C'est pourquoi, dans le but d'optimiser une structure, il est intéressant d'utiliser des calculs numériques de type

éléments finis car ils permettent de prendre en compte ces phénomènes de non linéarité (géométrique et éventuellement matériau).

8.2.2 Pression d'échantillonnage

Les pressions d'échantillonnage des panneaux proposées par la norme ISO 12215 sont déterminées à partir du type (voile ou moteur), des caractéristiques géométriques et de la catégorie de navigation du navire à contrôler. Trois coefficients sont définis :

- K_{DC} qui dépend de la catégorie de navigation (0,8 pour la catégorie B par exemple),
- K_L qui permet de prendre en compte la variation longitudinale de pression et intègre des phénomènes dynamiques,
- K_{AR} qui tient compte de la variation de pression due à la taille du panneau étudié.

Ces coefficients viennent pondérer des pressions de base calculées à partir de la masse en charge du navire m_{LDC} . Par exemple, les pressions de fonds des voiliers P_{BS} sont déterminées avec la relation suivante :

$$P_{BS} = P_{BSBASE} \cdot K_{DC} \cdot K_L \cdot K_{AR} \quad (8.8)$$

où, $P_{BSBASE} = 2 \cdot m_{LDC}^{0,33} + 18$.

Suite à de nombreuses discussions, les membres du comité international de normalisation se sont mis d'accord pour définir des pressions statiques équivalentes. De telles pressions ont été obtenues en effectuant une analyse de structures de coques ayant données satisfaction et ne doivent donc pas être prises comme des pressions réellement « vues » par la structure en navigation.

Afin d'estimer les pressions rencontrées en navigation, il est possible d'utiliser des jauges de déformations placées à des endroits stratégiques de la structure. Citons l'exemple de « Mesure Z » [6] où beaucoup de mesures de déformations ont été effectuées en fonction des conditions de navigation. Les résultats de ces essais « grandeur nature » montrent :

- Le caractère dynamique des pressions exercées sur la structure. Pour simplifier les calculs, il est possible et commode de se ramener à des pressions statiques équivalentes mais il faut garder à l'esprit que les comportements du matériau et de la structure sont susceptibles d'être différents pour des sollicitations dynamiques.
- Le faible niveau de déformation rencontré dans des conditions pourtant sévères (déformations inférieures à 0,5%).

8.2.3 Propriétés matériaux

Concernant les matériaux, des propriétés mécaniques minimales sont proposées. Pour les composites monolithiques verre/polyester, elles sont déterminées à partir du taux massique de renfort Ψ et en fonction de la nature de l'armure employée. En particulier, pour les stratifiés composés de mat et de roving, la contrainte de rupture en flexion dimensionnante σ_{uf} est calculée avec l'expression suivante :

$$\sigma_{uf} = 502\Psi^2 + 107 \quad (8.9)$$

Des valeurs minimales de taux de fibres sont proposées en fonction de la nature de renfort utilisé et de la complexité de la surface à mouler. Pour la stratification au contact d'un monolithique mat/roving sur une surface simple, l'expression suivante peut être utilisée :

$$\Psi = 0,46 - 0,18R \quad (8.10)$$

avec, R le rapport entre la masse totale de mat et la masse totale de verre (mat et roving) dans le stratifié. Notons enfin, que la contrainte de rupture en flexion est uniquement déterminée en fonction du taux de renfort mais ne tient pas compte de la séquence d'empilement.

Afin d'évaluer les valeurs des contraintes de rupture en flexion obtenues avec les relations proposées par la norme, une comparaison a été effectuée avec des données expérimentales. Ces dernières proviennent de l'ouvrage de Hancox [7] et d'essais normalisés de flexion trois points réalisés sur des stratifiés mat/roving. Les essais ont été réalisés à deux occasions :

- dans le cadre de la présente thèse sur des stratifiés mis en oeuvre en laboratoire,
- durant le Projet National Composites Navals (PNCN) à l'IFREMER sur des stratifiés fournis par plusieurs chantiers français en 1991 [3].

La Figure 8.10 présente l'évolution de la contrainte apparente à rupture en flexion de stratifiés renforcés de mat et de tissus en fonction du taux volumique de fibres V_f . Sur la plage de renforcement considérée, on constate que l'écart moyen entre les données expérimentales et les valeurs de la norme est d'au moins 30%. Si on appelle σ_{uf}^{essais} la contrainte mesurée lors des essais de flexion trois points, il vient :

$$\sigma_{uf} = 0,7 \cdot \sigma_{uf}^{essais} \quad (8.11)$$

Cependant, les propriétés proposées par la norme correspondent à des minimas acceptables et il est important de remarquer que les constructeurs peuvent utiliser leurs propres propriétés matériaux s'ils effectuent des essais normalisés. A titre d'exemple, intéressons nous aux deux cas extrêmes suivants :

- 1) Le constructeur ne fait aucun contrôle sur les matériaux qu'ils transforme. Auquel cas, il doit utiliser toutes les expressions de la norme permettant d'obtenir un taux de fibres et des propriétés minimales. Ces dernières doivent être ensuite corrigées d'un facteur 0,8. Cela amène à une contrainte de conception $\sigma_{d1} = 0,4.\sigma_{uf}$.
- 2) Le constructeur réalise des mesures normalisées de taux de renforts et de propriétés mécaniques sur des échantillons représentatifs de sa production. Il peut alors utiliser les valeurs moyennes des ses essais corrigées d'un facteur 0,9 en vérifiant que les taux de renforts mesurés sont au moins égaux aux minimas proposés par la norme. La contrainte de conception s'exprime alors par $\sigma_{d2} = 0,45.\sigma_{uf}^{essais}$.

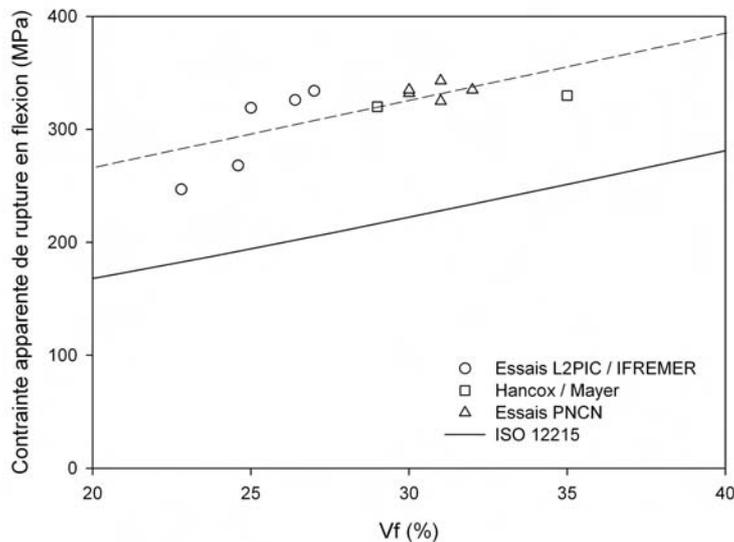


FIG. 8.10 – Evolution de la contrainte à rupture en flexion d'un stratifié renforcé de mat et de roving de verre en fonction de son taux volumique de fibres.

Si on considère que les propriétés matériaux issues des essais présentés précédemment sont accessibles par la majorité des constructeurs, on se retrouve dans le premier cas avec une contrainte de conception $\sigma_{d1} = 0,28.\sigma_{uf}^{essais}$. Autrement dit, pour une pièce composite monolithique, un constructeur devra appliquer un coefficient de sécurité de 3,6 s'il n'effectue

aucun contrôle matériau. En revanche, pour la même pièce, le même constructeur verra ce coefficient de sécurité abaissé à 2,2 s'il réalise des essais normalisés sur ses matériaux.

Concernant la démarche de contrôle de l'échantillonnage des panneaux de bordé de la norme il est enfin important d'effectuer les remarques suivantes :

- la nature et les propriétés de la matrice ne sont pas prises en compte aussi bien dans la définition des composites que dans la spécification technologique des assemblages collés ou stratifiés,
- le contrôle de l'échantillonnage d'un panneau de bordé est effectué à partir d'une contrainte apparente de rupture en flexion,
- les propriétés minimales proposées ne font pas intervenir la séquence d'empilement, paramètre qui peu influencer fortement la valeur de la contrainte apparente de rupture en flexion (les plis les plus sollicités étant situés en peau).

Si l'on souhaite réfléchir à une approche optimisée du dimensionnement d'un point de vue matériau, plusieurs points peuvent être introduits :

- Il est intéressant de raisonner en déformations car ce sont des grandeurs directement mesurables à l'aide de jauges. Par ailleurs, il est possible de définir des coefficients de sécurité à partir du seuil d'endommagement d'un stratifié en faisant intervenir l'allongement à rupture de la matrice. Les résultats de notre étude (cf. Chapitre 6) sont alors directement utilisables.
- Il est aussi important de bien connaître les propriétés mécaniques des plis rentrant dans la composition d'un stratifié afin de pouvoir optimiser les calculs.
- Les propriétés de la matrice doivent être prises en compte pour les problèmes de collage et de reprise de stratification.

8.3 Influence des conditions de mise en oeuvre

Lors de la fabrication des bateaux de plaisance, la stratification des pièces composites est généralement effectuée en plusieurs étapes, tout du moins lorsque les raidisseurs sont rapportés à la coque. Se pose alors le problème de reprise de stratification sur une surface qui est souvent partiellement réticulée. L'assemblage par collage ou stratification est toujours un point sensible de la fabrication d'une structure. Les composites mis en oeuvre en construction navale ne sont pas post-cuits et continuent de réticuler à température. Il existe donc une certaine proportion de styrène résiduel qui a une tendance naturelle à quitter la

surface des pièces entraînant des changements locaux de stoechiométrie. C'est pourquoi, plus le délai de reprise de stratification est important et plus il sera difficile de créer des liaisons chimiques avec le nouveau stratifié. L'utilisation de résines à faible émissions de styrène, qui contiennent des additifs migrant en surface, peuvent aussi modifier sensiblement la qualité de restratification [8]. Par ailleurs, pour protéger les surfaces d'éventuelles pollutions dans les ateliers, des tissus d'arrachage sont parfois utilisés. Ce sont des tissus fins en nylon ou polyester qui vont être arrachés juste avant la restratification et qui présentent généralement des ensimages spéciaux pour faciliter leur délamination. Les ensimages, souvent à base de silicone ou de fluorocarbone, peuvent poser des problèmes de contamination de surface et influencer la restratification si aucune préparation de surface n'est effectuée. Dans ces conditions, nous proposons d'étudier l'influence de trois paramètres susceptibles d'influencer la qualité de la reprise de stratification à savoir : le délai avant la reprise de stratification, la préparation de la surface du substrat et la nature de la résine polyester. L'objectif est de comparer une résine DCPD limitant les émissions de styrène à une résine polyester standard.

8.3.1 Matériaux et essais utilisés

Deux résines sont utilisées pour cette étude : une polyester orthophtalique standard *SO3* et une polyester DCPD à faible teneur en styrène *LS3*. Elles sont renforcées par 24 plis de nappes unidirectionnelles de 300 g/m² (Cotech - Sicomin). Stratifiés par moulage au contact avec compactage manuel, la proportion volumique moyenne de renforts des stratifiés est comprise entre 35% et 38%. Quatre conditions de transformation ont été définies :

- 1 - stratification en continu ;
- 2 - stratification de la moitié du composite, une semaine d'attente à température ambiante puis restratification de l'autre moitié ;
- 3 - stratification de la moitié du composite, pose d'un tissu de délamination (« Peeltex » - Sicomin), une semaine d'attente à température ambiante, arrachage du tissu de délamination puis restratification ;
- 4 - stratification de la moitié du composite, pose d'un tissu de délamination (« Peeltex » - Sicomin), une semaine d'attente à température ambiante, arrachage du tissu de délamination, ponçage puis restratification.

Après chaque mise-en oeuvre (24 plis), un cycle de polymérisation de 24 heures à température ambiante suivi d'une post-cuisson de 16 heures à 40°C est apporté. Les épaisseurs

des stratifiés sont reportées dans le Tableau 8.4 suivant les conditions de mise en oeuvre. Les stratifiés sont réalisés dans le but d'effectuer des essais de tenacité interlaminaire en mode I et comprennent donc un défaut (film PP de $8 \mu\text{m}$) déposé à mi-épaisseur lors de la transformation des plaques. Les dimensions des éprouvettes et les paramètres d'essai sont identiques à ceux utilisés précédemment. Les essais sont réalisés sur une machine de traction Instron 4502 UTM et cinq éprouvettes sont testées pour chaque condition de mise en oeuvre. Pour le calcul du taux de restitution d'énergie G_I , la complaisance est déterminée expérimentalement par la méthode de Berry (cf. eq. 6.6, Chapitre 6). Le taux critique de restitution d'énergie G_{Ic} est déterminé à l'amorçage de la fissure. Pendant la phase de propagation, la valeur du taux de restitution d'énergie G_{Ip} est obtenue en moyennant les valeurs mesurées sur une plage de propagation de fissure comprise entre 100 et 140 mm.

8.3.2 Résultats et discussion

La Figure 8.11 présente des exemples de courbes effort/déplacement relevées suite aux essais de mode I pour différentes conditions de mise en oeuvre. La propagation est stable dans tous les cas. A partir de ces courbes, l'évolution du taux de restitution d'énergie G_I est tracé en fonction de la longueur a de fissure. La Figure 8.12 présente les courbes obtenues. Pour les deux résines, les valeurs de G_{Ic} à l'amorçage sont très proches et comprises entre 50 et 180 J/m². Elles sont toutefois plus dispersées pour la référence *SO3* mais ne semblent pas être affectées par les conditions de mise en oeuvre. En revanche, des différences importantes existent pour les valeurs de propagation G_{Ip} comme le montre le graphe de la Figure 8.13. Les composites stratifiés en continu présentent une résistance à la propagation de fissure supérieure à ceux réalisés en deux opérations. L'utilisation d'un tissu d'arrachage pour protéger la surface avant la reprise de stratification conduit à des valeurs de G_{Ip} très faibles et inférieures à celles des stratifiés dont la surface n'a pas été protégée. Des résultats similaires ont été relevés par Davies [9] montrant qu'il est très facile de propager un défaut en mode I lorsqu'un tissu d'arrachage est employé avant la reprise de stratification. Après avoir enlevé le tissu d'arrachage, une préparation de surface par ponçage et nettoyage à l'acétone permet d'améliorer la résistance à la propagation de fissure. Cet effet est surtout visible pour la référence *SO3* pour laquelle l'influence du tissu d'arrachage est quasiment annulée. En revanche, la résine *LS3* ne permet pas de récupérer un même niveau de résistance au délaminage. D'une manière générale, la polyester orthophtalique standard *SO3* conduit à des taux de restitution d'énergie supérieurs à ceux de la polyester DCPD *LS3*

8.3. INFLUENCE DES CONDITIONS DE MISE EN OEUVRE

Condition de mise en œuvre	Epaisseur du stratifié	
	SO3	LS3
1	7,4 ± 0,1	7,6 ± 0,1
2	7,9 ± 0,1	8,0 ± 0,3
3	7,5 ± 0,3	7,8 ± 0,2
4	7,4 ± 0,3	7,7 ± 0,1

TAB. 8.4 – Epaisseurs des stratifiés mis en oeuvre.

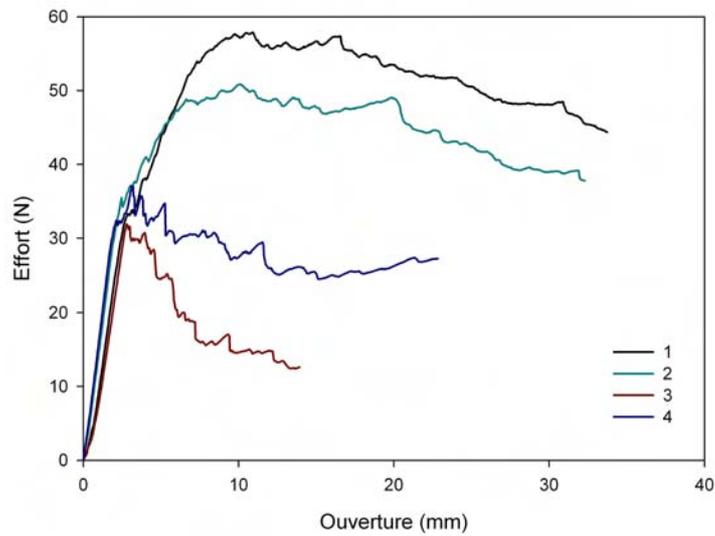


FIG. 8.11 – Exemple de courbes effort/ouverture relevées lors des essais DCB.

pour toutes les conditions de mise en oeuvre étudiées.

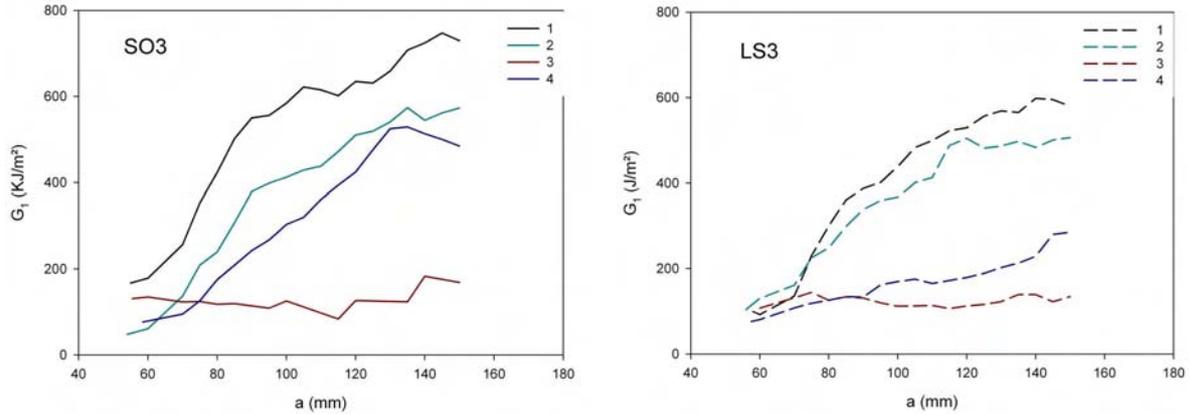


FIG. 8.12 – Evolution de G_I en fonction de la longueur de fissure pour différentes conditions de fabrication.

Les plaques stratifiées contiennent le même nombre de plis et ont été effectuées avec la même méthode de transformation (moulage au contact) mais présentent des épaisseurs qui varient en fonction des conditions de mise en oeuvre. Les plaques stratifiées en continu sont effectivement moins épaisses que les plaques réalisées en deux opérations (Tableau 8.4). Cette augmentation d'épaisseur est due à la création de zones riches en résine au niveau du plan moyen lors de la reprise de stratification. L'épaisseur de résine est donc plus importante à l'endroit où se trouve le défaut dans l'éprouvette DCB ce qui est susceptible d'influencer la propagation de la fissuration. C'est ce que l'on observe avec la diminution des valeurs de G_{Ip} après une reprise de stratification sans préparation de surface. Par ailleurs, les propriétés mécaniques, physiques et chimiques de la surface sur laquelle on souhaite effectuer une reprise de stratification évoluent au cours du temps. Ce sont des paramètres très importants qui vont conditionner l'adhérence sur le substrat. Par exemple, la présence d'oxygène contribue à inhiber la réaction de réticulation en désactivant partiellement les radicaux libres produits par la décomposition du peroxyde [8]. L'évaporation du styrène résiduel est aussi à prendre en compte car elle modifie localement la stoechiométrie et donc le potentiel de réticulation de la surface. L'emploi d'un tissu d'arrachage permet de protéger la surface et limiter les échanges avec le milieu extérieur et devrait conduire à une meilleure réticulation. Les résultats obtenus sont à ce titre surprenants car les stratifiés dont la surface a été protégée par un tissu d'arrachage présentent une résistance médiocre à la propagation

de fissure en mode I. Suite à l'arrachage du tissu, une contamination de la surface par les produits d'ensimage du tissu peut engendrer une mauvaise adhérence sur la surface et expliquer les résultats obtenus. Après l'utilisation d'un tissu d'arrachage, un ponçage et un nettoyage de la surface permettent d'obtenir, avec une polyester standard, une meilleure adhérence sur le substrat et augmenter significativement la résistance à la propagation de fissure. Ce n'est pas le cas avec la résine polyester DCPD testée qui présente toujours des valeurs de G_{Ip} très faibles. D'un point de vue pratique, cette moindre adhérence peut avoir des conséquences importantes et est sans doute bien plus critique que la sensibilité à l'endommagement des stratifiés mis en oeuvre avec ce type de résine puisqu'elle ne peut pas être prise en compte dans un coefficient de sécurité.

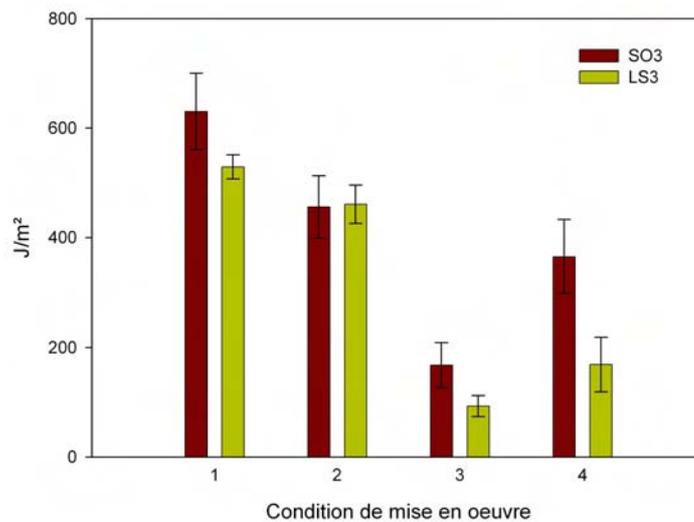


FIG. 8.13 – Valeur moyennes de G_{Ip} pour différentes conditions de mise en oeuvre.

Bibliographie

- [1] S. Timoshenko, « Résistance des matériaux », Première partie : Théorie élémentaire et problèmes, Dunod, 1972.
- [2] Det Norske Veritas, « High Speed and Light Craft », 1991.
- [3] « Projet National Composites Navals », Bureau Veritas, Ministère de l'Industrie - Convention N° 89.2.90.1016, 1993.
- [4] P. Gutelle, « Architecture du voilier, Tome II Dessin - Calculs et Construction », Editions Maritimes et d'Outre-mer, 1987.
- [5] Norme ISO 12215, « Hull construction - Scantlings - Part 5 : Design pressures for monohull, design stress, scantling determination », 2006.
- [6] C. Baley, M. Cailler, « Bilan de la campagne de mesures effectuée sur un voilier de 7,70 m », Actes de la 94^{ème} session de l'ATMA, Paris, 1994.
- [7] N.L. Hancox and M. Mayer, « Design data for engineers and designers », Chapman and Hall, 1994.
- [8] M. Skrivars, L. Berglund, M. Ericson, « Microscopy of the morphology in low styrene emission glass fibre/unsaturated polyester laminates », Journal of Applied Polymer Science, 71, 1555-1562, 1999.
- [9] P. Davies, C. Baley, H. Loaec, Y. Grohens, « Interlaminar tests for marine applications. Evaluation of the influence of peel plies and fabrication delays », Applied Composite Materials, 12, 293-307, 2005.

Chapitre 9

Travaux complémentaires

9.1 Rôle de la résine dans le développement de l'endommagement

L'influence des propriétés de la matrice (polyester, vinylester) sur celles d'un composite à usage marin a été clairement mis en évidence au cours de notre étude. Les divers essais mécaniques et observations microscopiques montrent que la nature de la résine employée conditionne :

- le seuil d'endommagement des stratifiés monolithiques renforcés de fibres de verre,
- la résistance à la propagation du délaminage en mode I de stratifiés renforcés de fibres unidirectionnelles,
- la résistance au choc d'empilements représentatifs de ceux utilisés dans l'industrie nautique.

Plus précisément, la fragilité d'une matrice, au travers son allongement à rupture, influence directement ces propriétés. Les résines polyester DCPD qui permettent de limiter les émissions de styrène sont aujourd'hui largement utilisées. Toutefois, nous avons observé qu'elles présentent une fragilité plus importante que des résines polyester standards ou vinylester (allongement à rupture jusqu'à 4 fois plus faible). Cela ne va donc pas dans le sens de l'optimisation des composites à usage marin et nous amène à réfléchir à des spécifications pour les résines de stratifications utilisées en construction navale. Il est clair que ce qui a été gagné en terme d'hygiène et sécurité avec les résines polyester DCPD ne saurait être remis en cause mais, la chimie de telles résines offrent des possibilités quasi infinies et il

n'est pas inconcevable d'imaginer la synthèse de résines DCPD présentant des allongements à rupture importants. Des essais complémentaires ont été initiés en ce sens afin de mieux comprendre le rôle de la matrice et des interfaces fibre/matrice dans le processus d'endommagement des stratifiés.

9.1.1 Echelle macroscopique

Les résultats des essais de caractérisation d'endommagement rapportés dans le Chapitre 6 font apparaître des différences importantes entre des résines standards (polyester et vinylester) et des résines polyester limitant les émissions de styrène. Le développement de l'endommagement pendant l'essai de délaminage en mode I est schématisé en fonction de la ductilité de la matrice, Figure 9.1.

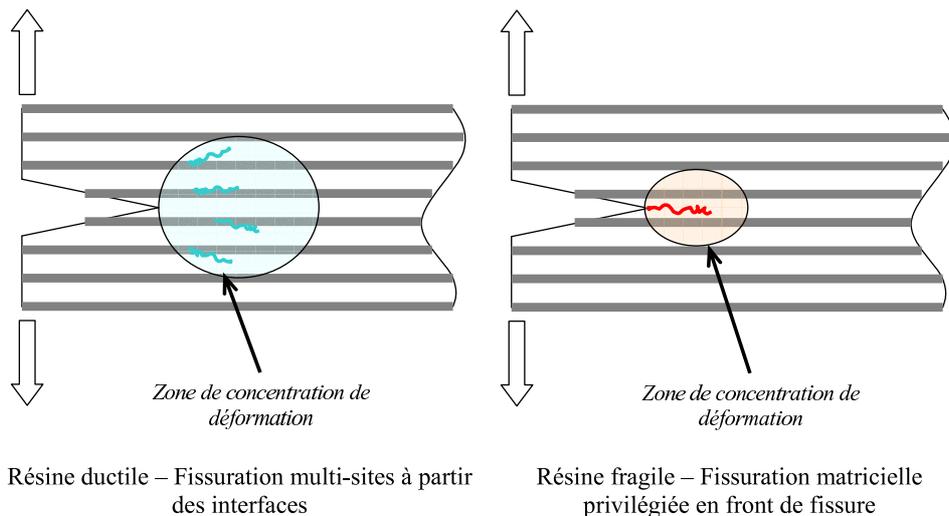


FIG. 9.1 – Schéma de fissuration lors d'un essai de mode I.

Dans la création des ponts de fibres, les différents mécanismes qui interviennent sont la fissuration de la matrice, la décohésion de la liaison fibre/matrice et finalement la rupture de fibres. Si la matrice présente une ductilité suffisante, les points faibles sont les liaisons fibre/matrice situées dans la zone de concentration de déformations en front de fissure. Dans ce cas, plusieurs sites d'endommagements vont se développer avec des décollements aux interfaces qui vont privilégier à terme la formation de ponts de fibres jusqu'à la stabilité de cette zone par la rupture de fibres. Ce phénomène est très couteux en énergie et peut se traduire sur les courbes par une augmentation du G_{Ip} . En revanche, en présence d'une

9.1. RÔLE DE LA RÉSINE DANS LE DÉVELOPPEMENT DE L'ENDOMMAGEMENT

matrice fragile la fissure va se propager préférentiellement dans cette zone de faible cohésion et va limiter la présence de ponts de fibres. Cela peut se traduire par une propagation très instable de la fissure et par des énergies de fissuration beaucoup plus faibles. C'est ce qui est observé avec la référence *LES3*, polyester DCPD à très faible teneur en styrène, qui présente une très grande fragilité avec un allongement à rupture en traction de 0,8%. Ce type de comportement instable a déjà été relevé sur des résines époxy par Yamini et al. [1] pour des températures élevées et de faibles vitesses de sollicitations.

En rassemblant les données des essais de fissuration sur la résine, de déchaussement et de fissuration en mode I, nous pouvons réfléchir à un bilan énergétique du processus de propagation de délaminage. Les difficultés de mesure de la valeur de G_{Ic} pour les résines à faible teneur en styrène limitent cette approche mais nous disposons de données pour un polyester standard. Le Tableau 9.1 présente un bilan des résultats obtenus.

	G_{Ic} résine (J/m ²)	G_{Ic} interface (J/m ²)	G_{Ic} composite amorçage (J/m ²)	G_{Ip} composite propagation (J/m ²)
Polyester orthophtalique standard	37 ± 15	18 ± 7	81 ± 17	770 ± 71

TAB. 9.1 – Bilan énergétique pour l'analyse de la fissuration en mode I.

Les G_{Ic} de la matrice et de l'interface fibre/matrice sont inférieurs au G_{Ic} du composite UD à l'amorçage de la fissuration. Des résultats similaires ont été observés par Compston [2]. Dharan [3] propose un modèle micromécanique basé sur une répartition hexagonale des fibres qui permet d'estimer le G_{Ic} d'un composite UD à partir du taux volumique de fibres V_f et des G_{Ic} de la matrice et de l'interface fibre/matrice. Son expression est la suivante :

$$G_I^{Composite} = 1,33V_f^{0,5}G_I^{Interface} + 2,732(1 - 1,05V_f^{,5})G_I^{Matrice} \quad (9.1)$$

En utilisant nos données, l'énergie critique de déformation du composite calculée avec cette expression est de $44 J/m^2$. Cette valeur est très inférieure à celle mesurée expérimentalement ce qui laisse entendre la présence de mécanismes de dissipation d'énergie supplémentaires à l'amorçage de la fissuration.

Par ailleurs, le G_{Ip} du composite mesuré durant la propagation de la fissuration est très supérieur au G_{Ic} d'amorçage illustrant la présence de phénomènes de ponts de fibres. Pour

effectuer un véritable bilan énergétique en propagation, il est nécessaire de déterminer précisément les surfaces délaminées créées en mode I. Une analyse de la section des éprouvettes doit alors permettre d'identifier les multiples sites de propagation, la géométrie locale des zones de ponts de fibres et la rugosité des chemins de fissuration. A partir de ces données, plusieurs auteurs proposent [4, 5, 6, 7] des modèles de description énergétique des mécanismes de formation des ponts de fibres.

Toutefois, le problème reste la physique de la fissuration dans un milieu hétérogène, spécialement dans le cas des matériaux composites marins pour lesquels on observe : une distribution variable de fibres (zones riches en fibre et en matrice), de leur diamètre, des zones de concentrations de contraintes et des renforts comme les mats qui induisent un microstructure particulièrement complexe.

Pour aller plus loin, nous avons donc besoin de mieux comprendre les mécanismes qui pilotent l'endommagement et la rupture au sein des composites monolithiques. Il est alors nécessaire de s'intéresser à leur microstructure ce qui fait appel à la connaissance des propriétés de la matrice et des interfaces fibre/matrice.

9.1.2 Echelle microscopique

Plusieurs travaux de modélisation de la microstructure ont déjà été réalisés [8, 9] et montrent la complexité des phénomènes en présence. En première approche, nous avons développé un modèle éléments finis simple d'un volume élémentaire représentatif (VER) de composites UD sollicités transversalement. L'arrangement périodique choisi fait intervenir un motif carré. La cellule modélisée présente un côté de $28 \mu m$ et une fibre de diamètre $20 \mu m$ soit un taux de renfort de 40% en volume. Les éléments utilisés pour le modèle sont des quadrangles à huit noeuds et le calcul, effectué avec le code ADINA, adopte les hypothèses suivantes : élasticité linéaire, grands déplacements et petites déformations. Comme pour les calculs d'homogénéisation, une déformation est appliquée et nous regardons la répartition des contraintes dans la cellule.

Nous considérons dans une première approche que la liaison fibre/matrice est parfaite. La sollicitation étant de type traction transverse, nous constatons d'emblée que la répartition des contraintes n'est pas uniforme dans tout le VER (Figure 9.2). Les contraintes normales S_{ZZ} sont maximales dans la matrice et sont largement supérieures aux contraintes de cisaillement S_{YZ} maximales situées à la liaison fibre/matrice.

9.1. RÔLE DE LA RÉSINE DANS LE DÉVELOPPEMENT DE L'ENDOMMAGEMENT

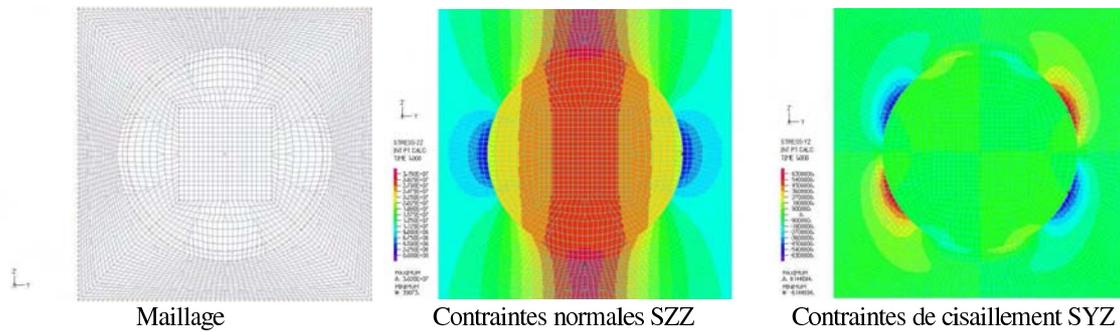


FIG. 9.2 – Cellule élémentaire d'un composite UD sollicité en traction transverse. Détail du modèle éléments finis : maillage, contraintes normales S_{ZZ} et contrainte de cisaillement S_{YZ} .

En partant des propriétés des résines seules et de traction transverse sur plis UD obtenues au cours de notre étude, nous tentons d'établir des relations micro-macro à l'aide du modèle de cellule. La déformation appliquée au VER est la déformation à rupture mesurée sur les composites UD. Le Tableau 9.2 résume les résultats obtenus avec trois références de résines : *SO1*, *LES2* et *SV2*.

Matrice	Résine		UD Transverse		Calcul EF cellule
	Module d'Young (GPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation à rupture	Contrainte à rupture (MPa)	Contrainte normale S_{ZZ} (MPa)
SO1	3,1	49	0,0032	20	29
LES2	3,3	25	0,0024	18	23
SV2	2,9	60	0,0043	28	34

TAB. 9.2 – Propriétés en traction transverse - Approche micro-macro.

Nous constatons en premier lieu que les contraintes normales « locales » atteintes dans le VER sont supérieures aux contraintes de rupture « globales » de traction transverse confirmant la présence de concentrations de contraintes au niveau microstructural. Par ailleurs, les valeurs maximales des contraintes normales S_{ZZ} dans la cellule montrent des différences entre les résines :

- Pour la référence *LES2*, résines polyester DCPD présentant une bonne adhérence avec les fibres de verre (cf. essais de déchaussement), l'hypothèse d'une liaison fibre/matrice

parfaite se justifie car la contrainte maximale S_{ZZ} atteinte est très proche de la contrainte à rupture de la matrice.

- Pour les références *SO1* et *SV2*, résines polyester et vinylester standard présentant une moins bonne adhérence avec les fibres de verre que les résines DCDP, la contrainte maximale S_{ZZ} reste inférieure à la contrainte de rupture de la matrice ce qui laisse supposer que dans ce cas la rupture d'un pli UD serait pilotée par celles des interfaces.

Ensuite, il est intéressant de réfléchir aux propriétés optimales de la matrice. Au cours des essais réalisés, nous avons constaté que le module d'Young de la matrice ne contribue que marginalement à la rigidité globale d'un composite même pour de faibles taux de renforcement. Pour les résines polyester DCPD présentant de faibles allongements à rupture, il est donc envisageable d'abaisser leur module d'Young sans modifier sensiblement la rigidité d'un stratifié. Le modèle de cellule permet de regarder les effets d'une baisse du module d'élasticité sur l'état de contrainte au niveau microstructural en prenant comme point de repère la contrainte à rupture de la résine polyester DCPD *LES2*. La Figure 9.3 présente l'évolution de la contrainte normale maximale S_{ZZ} en fonction du module d'élasticité de la matrice et du niveau de déformation appliqué.

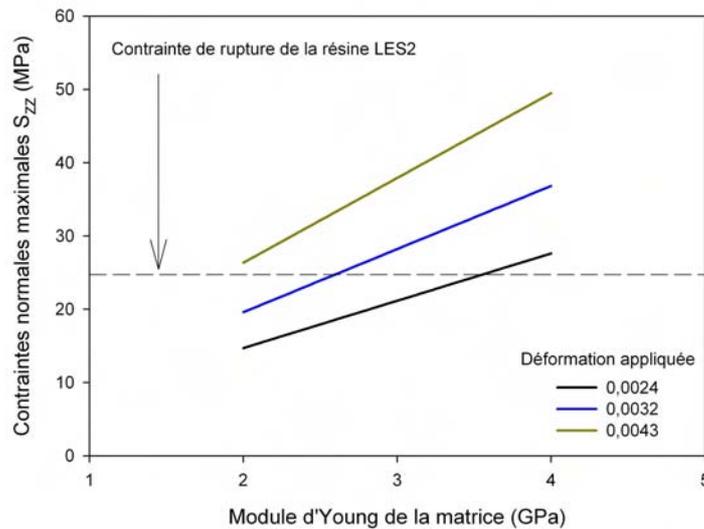


FIG. 9.3 – Cellule élémentaire - Influence du module d'élasticité de la matrice.

En abaissant le module d'élasticité de la référence *LES2* de 3,3 GPa (valeur référence mesurée) à une valeur théoriquement accessible de 2,0 GPa il est possible d'accéder à un

niveau de déformation supérieur à la référence *SO1* et proche de celui de la référence *SV2*. Abaisser le module d'élasticité de la matrice peut donc être une solution pour limiter le niveau de contrainte microstructural et retarder le seuil d'endommagement des stratifiés monolithiques.

Enfin, il est important de remarquer que les propriétés des interfaces fibre/matrice sont encore mal connues car peu de techniques expérimentales existent pour les mesurer. Les essais de déchaussement ne permettent en effet que de mesurer une contrainte interfaciale apparente à rupture en cisaillement. Pourtant, il serait intéressant d'introduire les propriétés des interfaces dans le modèle de cellule pour aller plus loin dans la compréhension des mécanismes de rupture. En terme de module d'élasticité, la récente technique de nano-indentation pourrait s'avérer riche en informations. Des essais préliminaires ont été réalisés et ont permis d'évaluer cette technique pour l'étude de nos matériaux.

9.1.3 Echelle nanoscopique

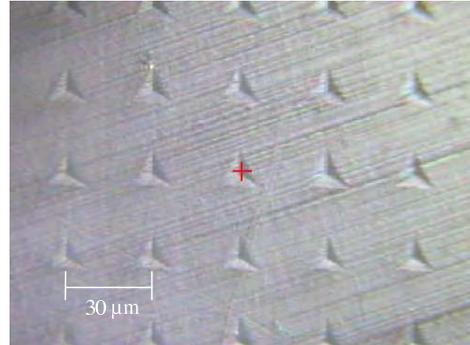
L'indentation instrumentée regroupe un certain nombre de techniques permettant d'effectuer des mesures de dureté et de module d'élasticité à la surface d'un échantillon. La nano-indentation en fait parti et rend possible la mesure de propriétés de surface à l'échelle de quelques centaines de nanomètres [10]. Le nano-indenteur utilisé est un Nano Indenter XP de chez MTS. Il présente la particularité de pouvoir travailler sous sollicitations dynamiques avec une sensibilité de l'ordre du micro Newton. L'indenteur est une pointe diamant de type Berkovich couramment utilisée pour ce type d'applications. La Figure 9.4 présente des photographies de l'équipement et d'empreintes laissées sur un polymère suite à une série d'indents.

Les premiers essais ont été effectués sur des fibres de verre et sur trois type de résines polyester avec une fréquence de sollicitation de 70 Hz et une profondeur d'indentation de 1 μm . Un minimum de 15 indents est réalisé par échantillon. Le Tableau 9.3 regroupe les résultats obtenus en comparaison avec des essais quasi-statiques de traction. On constate que les modules d'Young mesurés en traction et en nano-indentation sont similaires et proches de 72 GPa pour les fibres de verre.

Par contre, les modules d'Young des résines mesurés en dynamique par nano-indentation sont supérieurs à ceux mesurés en traction traduisant les effets du comportement visco-élastique de ces polymères. Le classement des modules d'Young des résines est toutefois



Nano-indenteur



Série d'indents réalisée sur du polypropylène

FIG. 9.4 – Photographies de l'équipement de nano-indentation et d'indents réalisés sur un polymère.

	Traction E (GPa)	Nano-indentation E (GPa)
Fibre de verre E	$71,8 \pm 4,8^*$	$74,0 \pm 8,2^{**}$
SO1	$3,1 \pm 0,2$	$5,0 \pm 0,1$
LES2	$3,3 \pm 0,1$	$5,5 \pm 0,2$
SV2	$2,9 \pm 0,1$	$4,3 \pm 0,2$

* propriétés mesurées en traction sur fibres unitaires

** propriétés mesurées au sein d'un composite UD

TAB. 9.3 – Comparaison des modules d'Young mesurés en traction et en nano-indentation pour des fibres de verre E et des résines de stratification.

le même avec les deux techniques : $E_{LES2} > E_{SO1} > E_{SV2}$. Ces essais préliminaires ont donné satisfaction mais une étude en fréquence semble nécessaire afin de valider des essais à des fréquences plus faibles. La mesure est parfois délicate en nano-indentation, elle dépend fortement de paramètres environnementaux comme la température et les vibrations. Une comparaison avec des essais de DMA sur des éprouvettes de résines devrait nous apporter des réponses. Signalons aussi que la préparation des échantillons demeure un facteur clé pour réaliser des mesures de qualité avec cette technique.

Enfin, pour mesurer les propriétés des interfaces ou interphase, la technique de nanoindentation peut idéalement être couplée à un microscope à force atomique (AFM) comme l'on montré Gao et Mäder [11] en étudiant l'influence des ensimage des fibres de verre pour des systèmes verre/PP et verre/epoxy.

9.2 Comportement à long terme

9.2.1 Vieillissement accéléré

Les résultats du Chapitre 7 mettent en évidence l'influence d'une immersion dans l'eau de mer sur le comportement mécanique en flexion de composites avec différentes matrices. L'objectif était de déterminer de manière comparative l'influence du remplacement d'une résine orthophtalique standard par une résine à faible teneur en styrène.

Afin de mieux appréhender le facteur d'accélération de ces essais, il est intéressant d'étendre l'analyse des résultats et de réfléchir aux relations entre l'évolution de la résistance mécanique et la diffusion d'eau dans un composite. La Figure 9.5 présente l'évolution de la contrainte à rupture en flexion d'un stratifié *SO1* en fonction de sa prise de masse en eau de mer à 40°C. Une chute importante de la contrainte à rupture en flexion est observée à partir d'un certain niveau de prise de masse (environ 1 %).

Cette chute est accélérée avec la température d'immersion en eau de mer. La Figure 9.6 présente l'évolution de la contrainte apparente à rupture en flexion normalisée (rapport entre la contrainte à rupture à l'instant t sur la contrainte à rupture à $t=0$) en fonction du temps et de la température de vieillissement. Des photographies des faces des éprouvettes sont introduites pour visualiser la dégradation au cours du vieillissement.

Tout d'abord, le comportement à 60°C est différent de ceux observés à 20°C et 40°C, il ne présente pas d'incubation entre 0 et 1000 heures et la chute de la contrainte apparente

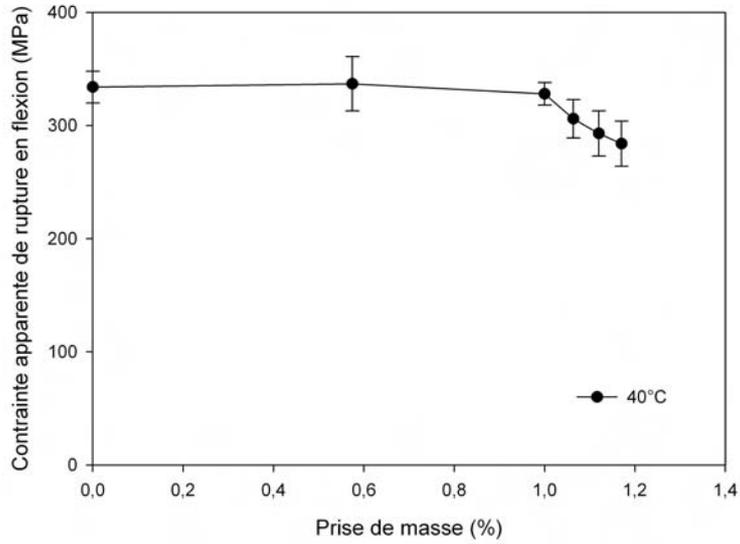


FIG. 9.5 – Stratifié *SO1*. Evolution de la contrainte apparente à rupture en flexion en fonction de la prise de masse du composite en eau de mer à 40°C

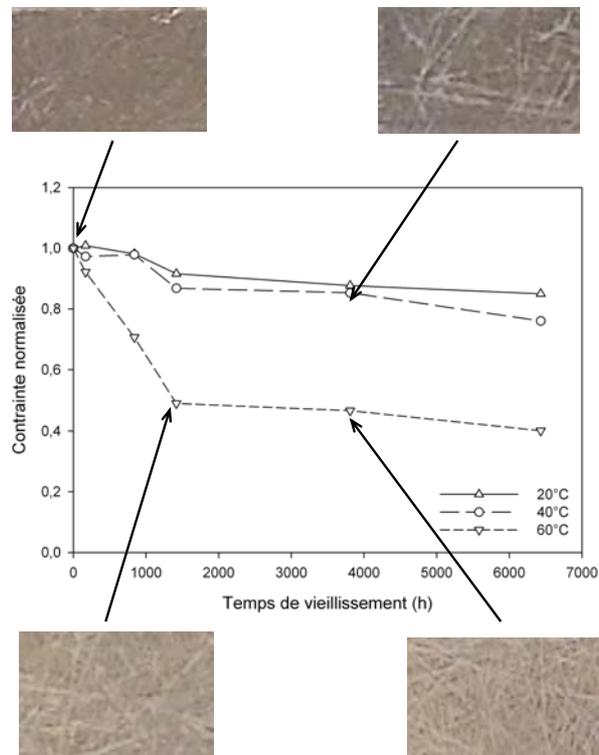


FIG. 9.6 – Stratifié *SO1*. Evolution de la contrainte apparente à rupture en flexion normalisée en fonction du temps de vieillissement.

de flexion commence dès le début du vieillissement. Rappelons que l'essai de flexion trois points est sévère car les plis du stratifié qui se dégradent sont ceux qui sont les plus sollicités et qui assurent l'essentiel de la résistance. Pour des températures de 20°C et 40°C, la légère chute de la contrainte à rupture de flexion peut être attribuée principalement à la dégradation de la matrice. Le début de la dégradation des interfaces n'intervient que plus tard, vers 5-6 mois de vieillissement (4000 h), comme le montrent les observations des faces des éprouvettes immergées à 40°C. En revanche, en immersion à 60°C, la dégradation des interfaces intervient très rapidement et l'observation des faces des éprouvettes montre une décohésion des plis de mats externes dès 2 mois (1500 h) de vieillissement. En considérant qu'à partir de ce moment là, les deux plis externes de mats (d'épaisseur 0,6 mm) ne participent plus à la résistance du stratifié (d'épaisseur 5,3 mm), la perte d'épaisseur résistante est d'environ 22 %. Comme la contrainte apparente à rupture en flexion est inversement proportionnelle au carré de l'épaisseur, cela conduit à une perte de résistance estimée à 40%. Cette valeur est proche de celle constatée expérimentalement (50%).

L'introduction d'un modèle de diffusion nous permet de poursuivre l'analyse en tentant de faire correspondre la perte de propriétés mécaniques à la diffusion d'eau dans le stratifié. En première approximation, la cinétique de diffusion peut être modélisée à partir d'une loi de Fick qui fait intervenir, le temps, la concentration c en eau dans le matériau et un coefficient de diffusion D indépendant du temps (relation 9.2). Cette solution concerne le cas d'une plaque semi-infinie homogène et isotrope, d'épaisseur h et en immersion totale (Figure 9.7). Pratiquement, la concentration est remplacée par la prise de masse M du matériau.

$$\frac{dc}{dt} = D \frac{d^2c}{dx^2} \quad (9.2)$$

En partant des essais de vieillissement accéléré réalisés à 40°C, nous estimons que le stratifié SO1 présente une masse d'eau absorbée à saturation $M_s = 1,4\%$ et un coefficient de diffusion $D = 0,0014 \text{ mm}^2/\text{heure}$. Pour extrapoler le comportement de la plaque à 20°C et 60°, nous utilisons les données de Choqueuse [12] afin d'estimer l'évolution du coefficient de diffusion de notre matériau en fonction de la température d'immersion. Des profils de diffusion sont obtenus à 20°C, 40°C et 60°C en résolvant numériquement l'équation 9.2 (Figure 9.8). Après un mois de vieillissement à 60°C, la couche externe du stratifié ($x = 0,6 \text{ mm}$) est quasiment saturée ($M = 1,25\%$). La diffusion de l'eau est donc très rapide à cette température ce qui va dans le sens de la dégradation observée sur les éprouvettes. Pour atteindre un même niveau de saturation des plis externes de mat, il faudra 4 mois à 40°C et

un an à 20°C. Cependant, une telle modélisation ne permet pas d'effectuer de corrélation directe entre cinétique de diffusion et perte de propriétés mécaniques. Des modèles plus complets devront être introduits pour prendre en compte l'hétérogénéité du matériau et les différences de coefficients de diffusion entre des plis de mat et de tissu.

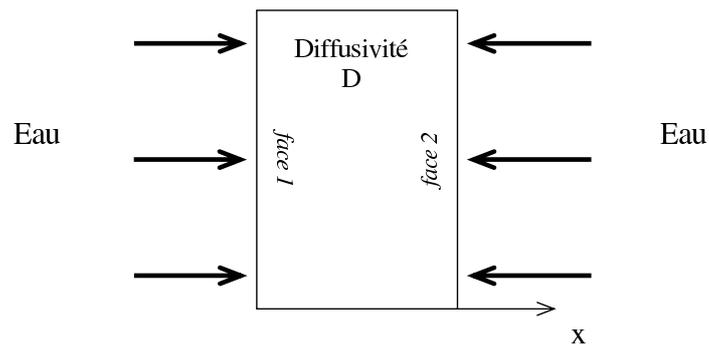


FIG. 9.7 – Plaque de dimension infinies soumise à une diffusion d'eau sur ses deux faces.

9.2.2 Comportement sous sollicitations cycliques

Nous avons vu que les propriétés microstructurales conditionnent l'endommagement des composites monolithiques. Il en est de même pour l'apparition des dommages lorsque ce type de matériaux est soumis à des sollicitations cycliques de type fatigue mécanique (cf. Chapitre 1). Les structures à usage naval étant confrontées à ce problème, il est intéressant de regarder l'influence des propriétés de la matrice et des interfaces sur la durabilité en fatigue de composites monolithiques marins.

Pour ce faire, des essais préliminaires de fatigue en flexion trois points ont permis de définir une procédure expérimentale en étudiant deux résines industrielles renforcées par des mats de verre : une polyester DCPD mixte (*LES2*) et une vinylester (*SV2*). Réalisés par moulage au contact, les taux de renforts moyens des ces deux matériaux sont très proches et de l'ordre de 26% en volume. Les éprouvettes de fatigue sont sollicitées à une déformation de 0,01 avec rapport $R = 0,1$ et une fréquence de 5 Hz afin de limiter les échauffements au sein du matériau. Trois éprouvettes ont été testées par référence de résine. La Figure 9.9 présente les courbes moyennes de fatigue montrant l'évolution de la perte de rigidité de l'éprouvette F/F_0 en fonction du logarithme du nombre de cycles $\text{Log}(N)$.

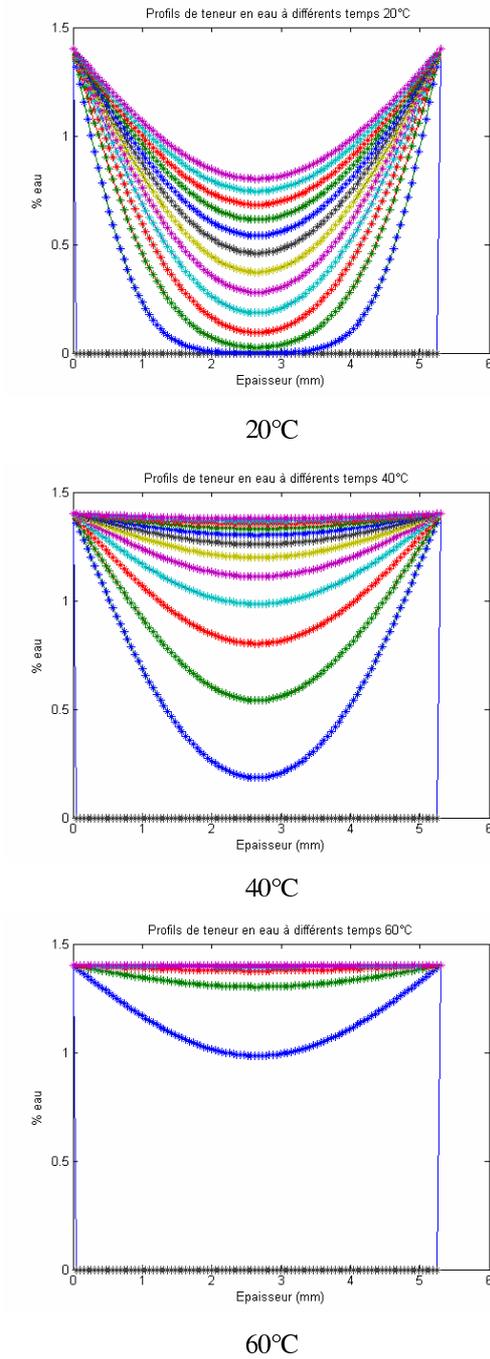


FIG. 9.8 – Profil de diffusion dans le composite *SO1*. Evolution de la teneur en eau absorbée en fonction du temps d'immersion et de la température de l'eau de mer. Chaque iso-valeur correspond à un mois de vieillissement.

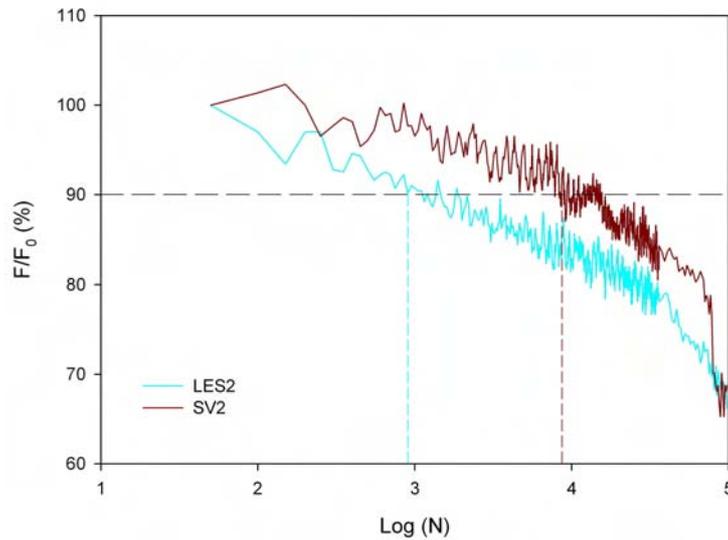


FIG. 9.9 – Courbes de fatigue en flexion trois points de résines de stratification renforcées par des mats de verre. Déformation appliquée de 0,01 et fréquence de sollicitation de 5Hz.

En prenant comme critère de durée de vie une perte de rigidité de 10%, la référence *LES2* atteint ce critère pour un nombre de cycles dix fois plus faibles que la référence *SV2* (10^3 contre 10^4). Ces résultats laissent supposer que la nature de la résine de stratification influence la tenue en fatigue mécanique de stratifiés renforcés de mats de verre. Néanmoins, une étude approfondie est à mener pour mieux comprendre l'influence de la matrice (et de son éventuelle fragilité) et de la qualité des liaisons interfaciales sur la durée de vie en fatigue des composites monolithiques à usage marin. Il nous semble important de pouvoir effectuer une analyse microscopique des éprouvettes et d'étudier les performances résiduelles après un certain nombre de cycles de fatigue.

Un autre type de sollicitation, particulièrement importante pour les bateaux planants, est le choc répété dans les vagues. L'essai de « Bulge test » pourrait être adapté pour étudier ce phénomène.

Bibliographie

- [1] S. Yamini and R. J. Young, « Stability of crack propagation in epoxy resins », *Polymer*, Vol. 18, 1075-1080, 1977.
- [2] P. Compston, P.Y.B. Jar, P. Davies, « Matrix effect on the static and dynamic inter-laminar fracture toughness of glass-fibre marine composites », *Composite Part B*, 29B, 505-516, 1998.
- [3] C.K.H. Dharan, H. Saghizadeh, « Delamination fracture toughness of graphite and aramide epoxy composites », *Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 108, 290-295, 1986.
- [4] G.M. Wells, « A preliminary investigation into transverse fracture of unidirectional fibre composites », *AERE*, 1985.
- [5] S. Spearing, A. Evens, « The role of fibre bridging in the delamination resistance of fibre-reinforced composites », *Acta Metall. Mater.*, 40, 1992.
- [6] B.F. Sorensen, T.K. Jacobsen, « Large-scale bridging in composites : R-curves and bridging laws », *Composites Part A*, 29A, 1443-1451, 1998.
- [7] L. Daridon, K. Zidani, « The stabilizing effects of fibre bridges on delamination cracks », *Composites Science and Technology*, 62, 83-90, 2002.
- [8] J.M.M. De Kok, « Deformation, yield and fracture of unidirectional composites in transverse loading », PhD Thesis, Eindhoven University of Technology, 1995.
- [9] P.F.M Meurs, « Characterisation of microphenomena in transversely loaded composite materials », PhD Thesis, Eindhoven University of Technology, 1998.
- [10] Y.T. Cheng, C.M. Cheng, « Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements », *Materials Science and Engineering*, R 44, 91-149, 2004.
- [11] S.L. Gao, E. Mäder, « Characterisation of interphase nanoscale property variations in glass fibre polypropylene and epoxy resin composites », *Composites Part A*, 33, 559-576, 2002.

- [12] D. Choqueuse, P. Davies, F. Mazéas, R. Baizeau, « Aging of composites in water : comparison of five materials in terms of absorption kinetics and evolution of mechanical properties », High Temperature and Environmental Effects on Polymeric Composites, ASTM STP 1302, Vol.2, 73-98, 1997.

Quatrième partie

Conclusions et perspectives

Une étude de matériaux composites utilisés en construction navale de plaisance a été effectuée avec une approche multi-échelle. L'objectif principal était de caractériser les résines polyester limitant les émissions de styrène et de mieux identifier le rôle joué par la matrice au sein d'un composite.

Propriétés des constituants de base

Résines

Des résines industrielles utilisées par les constructeurs de bateaux de plaisance ont été testées. Ces formulations sont complexes et notamment thixotropées. Suite aux conditions de production adoptées par les chantiers navals, les pièces composites réalisées sont dans un état de sous réticulation. Pour les essais de caractérisation, un cycle de polymérisation (16 h à 40°C) a été défini afin d'obtenir un état de réticulation proche de celui rencontré sur des matériaux industriels et pouvoir effectuer des essais rapidement.

Dans ce contexte, les résines polyester permettant de limiter les émissions de styrène présentent de faibles allongements à rupture et sont moins tenaces que des polyesters ou vinylesters standards. Notons que cette fragilité a posé des problèmes pour la mesure du G_{Ic} de ces résines (fissure naturelle quasi-impossible à réaliser). Par ailleurs, les essais physico-chimiques réalisés montrent que la formulation, au travers la longueur des chaînes du pré-polymère polyester et la teneur en styrène, influence sensiblement les propriétés mécaniques des résines polyester.

Fibres et interfaces

Les propriétés mécaniques d'une population de fibres de verre E issues de taffetas utilisés pour le renforcement de composites marins ont été étudiées avec des essais de traction sur fibres unitaires. Leur module d'élasticité, mesuré à 72 GPa, est proche des données de la littérature. En revanche, les contraintes à rupture, très dispersées (entre 1 et 3 GPa), sont inférieures à celles mesurées sur des fibres en sortie de filière. Elles présentent par ailleurs une dépendance claire vis à vis du diamètre des fibres.

Pour estimer la résistance au cisaillement de la liaison fibre/matrice, l'essai micromécanique de déchaussement de la goutte a été retenu. Cet essai est délicat à réaliser et difficile à interpréter en raison d'une répartition complexe des contraintes dans la goutte. Cepen-

dant, il permet de mesurer en première approximation une contrainte apparente moyenne de cisaillement interfacial pour comparer des résines entre elles. Cette approche simplifiée donne de bonnes indications qualitatives et montre que pour un ensimage de fibre identique, la résistance au cisaillement interfacial obtenue avec des résines DCPD limitant les émissions de styrène est supérieure à celles obtenues avec des résines polyester ou vinylester standards. Enfin, pour une meilleure compréhension de l'essai, la tenacité interfaciale G_i a été estimée et un modèle éléments finis a permis de mettre en évidence la complexité des contraintes de cisaillement dans la goutte.

Propriétés mécaniques des composites monolithiques - Influence de la matrice

Essais mécaniques classiques

Les propriétés de stratifiés représentatifs de ceux mis en oeuvre en construction navale de plaisance ont été en premier lieu mesurées avec des essais mécaniques normalisés classiques (Traction, cisaillement interlaminaire, flexion trois points). Avec de tels essais, on ne détecte pas l'influence de la matrice sur les propriétés mécaniques de composites monolithiques. Cela explique pourquoi peu d'études ont été entreprises pour caractériser les propriétés mécaniques des résines polyester limitant les émissions de styrène ; ces dernières étaient supposées équivalentes à celles des polyesters standards.

Endommagement

Des essais de traction couplés à de l'émission acoustique sur des plis de mat et des essais de traction transverse sur des plis UD ont permis de mettre en évidence l'endommagement de composites marins. Les résultats obtenus montrent que le seuil d'endommagement est conditionné par les propriétés de la matrice et la proportion de renfort : les endommagements interviennent plus tôt lorsque la résine de stratification présente un faible allongement à rupture et pour des composites à fort taux de renforcement. Le point important est que les résines limitant les émissions de styrène conduisent à des endommagements précoces par rapport à des résines polyester ou vinylester standards.

Résistance au délaminage et au choc

La résistance au délaminage de composites UD a été évaluée en mode I (ouverture / essai DCB) et en mode II (cisaillement / essai 4ENF). Les propriétés de la matrice, notamment son allongement à rupture, n'influencent pas l'amorçage de la fissuration (mode I et mode II). Par contre, la propagation de fissure en mode I est directement conditionnée par l'allongement à rupture de la matrice ; une fissuration instable est même observée pour des résines très fragiles. En propagation, les résines polyester limitant les émissions de styrène conduisent en effet à des énergies critiques de déformation G_{Ip} nettement plus faibles que celles des polyesters standards. L'observation des faciès de rupture des éprouvettes illustrent ces différences : les résines ductiles présentent de nombreux ponts de fibres avec une propagation de fissures multi-sites tandis que les résines fragiles ont un site de fissuration privilégié au niveau du défaut avec très peu de ponts de fibres.

L'essai de mode II 4ENF a ensuite été choisi car il permet de suivre la propagation de la fissure en cisaillement. Une augmentation régulière de la charge est toutefois observée pendant la propagation indiquant la présence de frottement entre les bras de l'éprouvette. L'analyse des valeurs de G_{IIc} , de G_{IIp} et l'observation des faciès de rupture ne permettent pas de différencier les résines à faible teneur en styrène des résines standards.

Pour s'approcher des sollicitations réellement subies par les composites à usage naval, des essais de chocs ont enfin été réalisés sur un empilement représentatif de ceux rencontrés sur les bateaux de plaisance. Les composites testés montrent un seuil d'endommagement similaire mais nous constatons que l'allongement à rupture de la matrice influence la quantité d'endommagements en propagation. Des résines polyester limitant les émissions styrène conduisent en effet à des zones endommagées plus importantes que des résines polyester standards. Par ailleurs, l'observation des dommages après impact montre la très grande complexité des mécanismes d'endommagements des stratifiés renforcés par des mats et des tissus équilibrés de verre.

Environnement marin

Influence de la température

Une plage de température d'utilisation des matériaux marins a été définie entre -15°C et 60°C pour balayer la diversité des climats que peuvent rencontrer les bateaux de plaisance.

La température de caractérisation modifie fortement les propriétés mécaniques de résines polyester standards : leur module d'élasticité diminue avec une augmentation de température tandis que leur allongement à rupture augmente. Cette évolution des propriétés de la résine conditionne le comportement d'un pli UD sollicité transversalement et permet de mettre en évidence l'influence de la température sur le seuil d'endommagement des stratifiés verre/polyester. Enfin, les résines polyester n'étant que partiellement réticulées, leurs températures de transition vitreuse sont basses et proches de la température maximale d'utilisation définie (60°C) ce qui est susceptible de poser des problèmes de fluage.

Vieillessement en eau de mer

La cinétique de dégradation des résines et composites à usage marin en eau de mer étant lente à température ambiante, il est nécessaire d'augmenter la température de l'eau en laboratoire pour accélérer le phénomène et effectuer des mesures rapidement. Le vieillissement accéléré de résines en eau de mer à 40°C pendant 9 mois montre que la cinétique de diffusion d'eau et la perte de propriétés mécaniques des polyesters limitant les émissions de styrène sont similaires à celles des polyesters standards. Les vinylesters ont en revanche un bien meilleur comportement au vieillissement que les polyesters.

Les résines étant partiellement réticulées, l'évolution de leurs propriétés mécaniques dépend à la fois d'une reprise de réticulation due à la température et aux effets du vieillissement, ce qui complique l'interprétation des résultats. La perte de propriétés mécaniques en flexion trois points d'un empilement de mats et de taffetas de verre ne semble pas être affectée par la nature de la résine de stratification employée. Les mécanismes de dégradation sont effectivement complexes dans les composites car ils font intervenir la matrice, les interfaces fibre/matrice, les porosités et les défauts. Finalement, il est difficile de prédire directement le comportement au vieillissement d'un composite à partir de celui de la matrice.

Passage matériau/structure

Panneau sous pression

L'étude de structure d'un bateau de plaisance peut souvent se ramener à l'étude de panneaux sous pression. Toutefois, le comportement de panneaux monolithiques verre/polyester soumis à une pression uniforme est géométriquement non linéaire et ne peut être décrit sim-

plement par les relations classiques de la résistance des matériaux. Des modèles éléments finis sont alors nécessaires pour modéliser correctement ce type de panneaux.

Afin de disposer de moyens de caractérisation, un essai de gonflement de plaque circulaire (« Bulge test ») a été développé. Le montage réalisé est simple et peu coûteux ; il permet de solliciter des panneaux jusqu'à 1 bar et d'étudier l'endommagement des stratifiés verre/polyester. Avec cet essai, une bonne corrélation entre mesures et calculs éléments finis est établie pour des composites renforcés par des mats de verre.

Dimensionnement

En s'appuyant sur la future norme d'échantillonnage ISO 12215, une analyse du dimensionnement des bateaux de plaisance a été effectuée. Le texte de la norme prévoit de contrôler les échantillonnages avec des relations simples de type RDM en intégrant un unique critère de résistance (contrainte de rupture apparente en flexion). Des propriétés minimales sont proposées pour les composites, elles sont généralement faibles et ne font pas intervenir la nature de la matrice ni la séquence de l'empilement.

Si l'on souhaite réfléchir à une approche optimisée du dimensionnement, il est intéressant de raisonner en déformations, d'intégrer les propriétés de la matrice (seuil d'endommagement fonction de l'allongement à rupture de la matrice) et de situer la finesse des calculs à l'échelle du pli.

Influence des conditions de mise en oeuvre

La technologie employée pour construire les bateaux de plaisance fait souvent intervenir plusieurs étapes, tout du moins pour l'assemblage des pièces. La qualité des assemblages est fonction de deux paramètres essentiels : le délai de reprise de stratification et la préparation de la surface.

Afin de protéger les surfaces d'éventuelles pollutions dans les ateliers, des tissus d'arrachage présentant des ensimages spécifiques peuvent être utilisés. Une reprise de stratification effectuée directement après l'arrachage de tels tissus s'avère problématique car la résistance à la propagation de fissure en mode I du stratifié est catastrophique par rapport à une stratification en continu. Une solution consiste à poncer puis à nettoyer légèrement la surface à l'acétone avant d'effectuer la reprise de stratification. Avec un polyester standard, cette procédure permet d'accéder à des niveaux de résistance au délaminage proches de ceux

obtenus avec une stratification en continu. Cependant, ce n'est pas le cas des polyesters DCPD à faible teneur en styrène qui ne permettent pas de récupérer des résistances équivalentes. Ces résultats soulignent la nécessité de considérer le rôle de la matrice au niveau de la structure et pas uniquement d'un point de vue propriétés matériaux.

Perspectives

L'étude réalisée, une des premières concernant les résines polyester limitant les émissions de styrène, a soulevé de nombreuses questions. Les travaux à mener pour approfondir les points étudiés pourront être les suivants :

- Essais de traction sur des fibres unitaires prélevées dans différents renforts (mats, tissus, UD) avec une approche statistique.
- Parallèlement aux essais de déchaussement, effectuer la mesure du coefficient de dilatation thermique des résines et de leur coefficient de Poisson pour une analyse plus fine de la tenacité interfaciale.
- Effectuer des mesures de tensions de surfaces et d'angles de mouillage pour évaluer le travail d'adhésion afin d'établir une corrélation adhérence/adhésion.
- Poursuivre les essais de vieillissement accéléré en eau de mer : étude de la partie réversible (séchage), suivi de la prise de masse à différentes températures, spectroscopie infrarouge pour observer des évolutions chimiques (hydrolyse), suivi des propriétés de surfaces des résines au cours du vieillissement par nano-indentation. Le but étant le développement d'un modèle prédictif des propriétés mécaniques à long terme.
- Etude de la résistance résiduelle de stratifiés après impact. On constate la présence de différentes formes d'endommagements suivant la fragilité de la résine employée. Il serait utile de quantifier leurs influences.
- Etude de fatigue mécanique avec observation de l'endommagement par microscopie.
- Poursuite des essais de type « Bulge test » : étude de l'endommagement et de fatigue sous chargement biaxial.
- Etablir des spécifications de résines à usage marin en collaboration avec les fournisseurs de résines.

Cinquième partie

Annexes

9.3 Annexe 1 : Expression des propriétés d'un pli en dehors de son plan d'orthotropie

Parfois, les directions principales du pli ne sont pas confondues avec celles du stratifié. Soit ϑ l'angle entre le plan local du (L, T) du pli et le plan global (x, y) du stratifié (Figure 9.10).

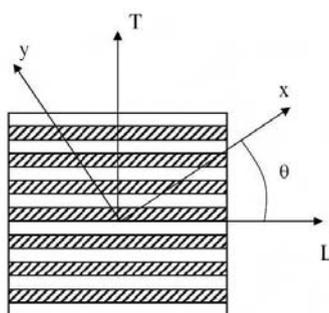


FIG. 9.10 – Repérage du repère local du pli par rapport au repère global du stratifié.

Pour prendre en compte cette particularité il faut exprimer par un changement de repère le comportement du pli en dehors de son plan d'orthotropie. Soit \bar{E} la matrice (3×3) permettant d'effectuer ce changement de repère. Ses coefficients sont donnés par les relations géométriques suivantes :

$$\bar{E}_{11}(\vartheta) = c^4 \bar{E}_L + s^4 \bar{E}_T + 2c^2 s^2 (\nu_{TL} \bar{E}_T + 2G_{LT}) \quad (9.3)$$

$$\bar{E}_{22}(\vartheta) = s^4 \bar{E}_L + c^4 \bar{E}_T + 2c^2 s^2 (\nu_{TL} \bar{E}_L + 2G_{LT}) \quad (9.4)$$

$$\bar{E}_{33}(\vartheta) = c^2 s^2 (\bar{E}_L + \bar{E}_T - 2\nu_{TL} \bar{E}_L) + (c^2 - s^2)^2 G_{LT} \quad (9.5)$$

$$\bar{E}_{12}(\vartheta) = c^2 s^2 (\bar{E}_L + \bar{E}_T - 4G_{LT}) + (c^4 + s^4) \nu_{TL} \bar{E}_L \quad (9.6)$$

$$\bar{E}_{13}(\vartheta) = -cs \{ c^2 \bar{E}_L - s^2 \bar{E}_T - (c^2 - s^2) (\nu_{TL} \bar{E}_L + 2G_{LT}) \} \quad (9.7)$$

9.3. ANNEXE 1 : EXPRESSION DES PROPRIÉTÉS D'UN PLI EN DEHORS DE
SON PLAN D'ORTHOTROPIE

$$\overline{E}_{23}(\vartheta) = -cs \{s^2 \overline{E}_L - c^2 \overline{E}_T + (c^2 - s^2) (\nu_{TL} \overline{E}_L + 2G_{LT})\} \quad (9.8)$$

expressions dans lesquelles :

$$c = \cos\vartheta, s = \sin\vartheta, \overline{E}_L = E_L / (1 - \nu_{LT}\nu_{TL}) \text{ et } \overline{E}_T = E_T / (1 - \nu_{LT}\nu_{TL})$$

9.4 Annexe 2 : Exemples de spectres CPG

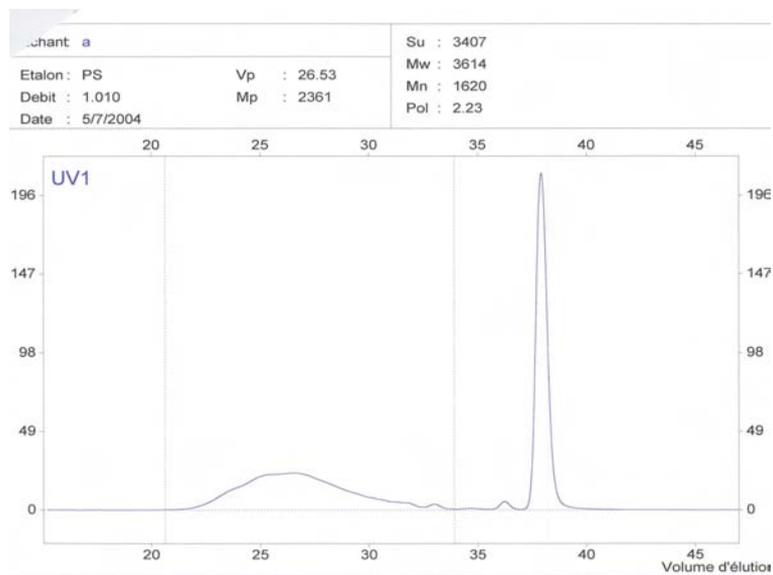


FIG. 9.11 – Polyester orthophtalique standard *SO1*.

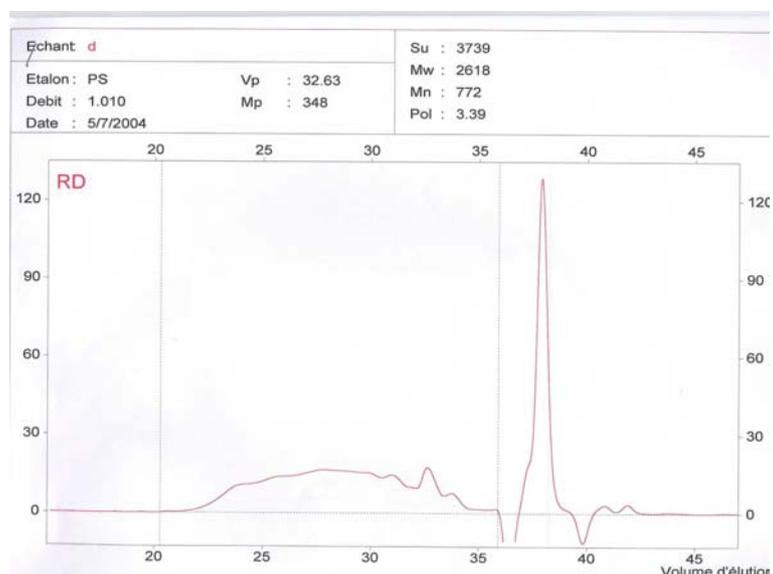


FIG. 9.12 – Polyester DCPD faible teneur en styrène *LS2*.

9.5 Annexe 3 : Tenacité interfaciale

Pour analyser les es résultats des essais de déchaussement, Scheer propose le modèle suivant :

$$F = \pi r_f^2 \left(\sqrt{\frac{2G_{ic}}{r_f C_{33s}}} - \frac{D_{3s} \Delta T}{C_{33s}} \right) \quad (9.9)$$

avec, F l'effort de déchaussement, r_f le rayon de la fibre, ΔT la différence entre la température d'essai et la température de post-cuisson de l'éprouvette et G_{ic} la tenacité interfaciale. D_{3s} et C_{33s} sont des constantes ayant pour expression :

$$D_{3s} = \frac{1}{2} (\alpha_{fa} - \alpha_m) \quad (9.10)$$

où, α_{fa} est le coefficient de dilatation thermique axial de la fibre et α_m le coefficient de dilatation thermique de la matrice.

$$C_{33s} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{E_{fa}} + \frac{V_1}{V_2 E_m} \right) \quad (9.11)$$

avec, E_{fa} le module d'élasticité axial de la fibre, E_m le module d'Young de la matrice, V_1 la fraction volumique de la fibre et V_2 la fraction volumique de matrice. La région de l'échantillon faisant intervenir la fibre et la matrice est considérée comme une ellipsoïde de volume total V exprimé par :

$$V = \frac{4\pi}{3} \left(\frac{d_g}{2} \right)^2 \left(\frac{l_e}{2} \right) \quad (9.12)$$

où, d_g est le diamètre de la goutte et l_e la longueur enchâssée. Ainsi, la fraction volumique de la fibre s'exprime par :

$$V_1 = \frac{\pi r_f^2 l_e}{V} = 1,5 \left(\frac{r_f}{r_g} \right)^2 = 1,5 \left(\frac{d_f}{d_g} \right)^2 \quad (9.13)$$

avec, d_f le diamètre de la fibre. Par ailleurs, la contrainte normale dans la fibre σ_{fd} s'écrit :

$$\sigma_{fd} = \frac{F_d}{\pi r_f^2} \quad (9.14)$$

Finalement, la tenacité interfaciale G_{ic} est donnée par la relation suivante :

$$G_{ic} = \frac{r_f}{2} \left(C_{33s} \sigma_{fd}^2 + D_{3s} \sigma_{fd} \Delta T + \frac{D_{3s}^2}{C_{33s}} \Delta T^2 \right) \quad (9.15)$$

Pour analyser nos essais les propriétés des matériaux utilisées sont :

- Le module d'Young de la matrice mesuré en traction
- Le module d'élasticité axial des fibres mesurés par des essais de traction sur fibre unitaire (72 GPa).
- Une variation de température de - 20°C résultant d'une post-cuisson à 40°C et d'une température de 20°C.
- Un coefficient de dilatation thermique des fibres de verre de $5.10^{-6}/^{\circ}C$ (valeurs issues de la littérature).
- Des coefficients de dilatation thermiques moyens pour les résines polyester ($90.10^{-6}/^{\circ}C$) et la résine vinylester ($60.10^{-6}/^{\circ}C$). Ces valeurs sont issues de l'article "Propriétés des thermodurcissables" de Biron des Techniques de l'Ingénieur AM 3406.

9.6 Annexe 4 : Détermination des propriétés mécaniques des fibres de verre

Lors d'un essai mécanique de traction sur fibre unitaire, il est nécessaire de prendre en compte le déplacement de la machine pour déterminer les allongements de l'échantillon et son module d'élasticité. Soit C la complaisance d'un système élastique définie par :

$$C = \frac{u}{F} \quad (9.16)$$

avec, u le déplacement du système et F l'effort qui lui est appliqué. En traction on considère que l'échantillon et la machine sont en série si bien que les complaisances s'ajoutent. Nous avons donc :

$$C_T = C_{ech} + C_m \quad (9.17)$$

où, C_T est la complaisance totale, C_{ech} la complaisance de l'échantillon (fibre unitaire de verre) et C_m la complaisance de la machine. Cette dernière, qui correspond à la complaisance du capteur d'effort, a été déterminée expérimentalement par Baley en 2000 pour la machine d'essai MTS Synergie 1000. Elle est de 0,19023 mm/N. Au cours des essais, en utilisant la relation 9.16 et en explicitant la complaisance totale, il vient :

$$U_{ech} = U_T - FC_m \quad (9.18)$$

avec, U_{ech} le déplacement de la fibre unitaire et U_T le déplacement total mesuré. La déformation de la fibre unitaire ε_{ech} s'exprime alors en fonction de sa longueur initiale L_0 par :

$$\varepsilon_{ech} = \frac{U_{ech}}{L_0} \quad (9.19)$$

Le comportement des fibres unitaire de verre est élastique mlinéaire jusqu'à la rupture en traction. Nous pouvons utiliser la relation classique :

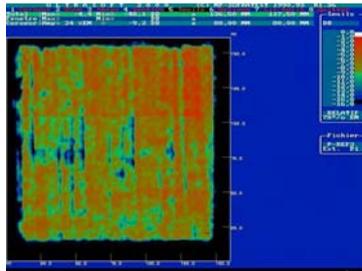
$$\sigma_{ech} = E_{ech}\varepsilon_{ech} \quad (9.20)$$

avec, σ_{ech} la contrainte de la fibre et E_{ech} son module d'élasticité. En explicitant la contrainte, la déformation et en utilisant les diverses complaisances, il vient :

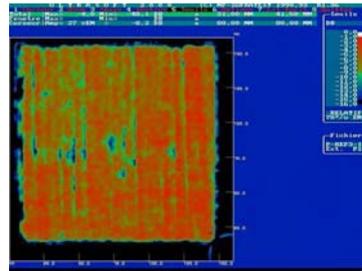
$$E_{ech} = \left(\frac{L_0}{S_0} \right) \cdot \left(\frac{1}{C_T - C_m} \right) \quad (9.21)$$

9.7 Annexe 5 : Détails des scans ultrasoniques

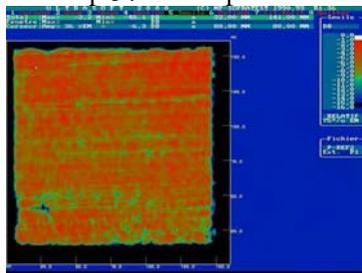
9.7.1 Résine polyester standard



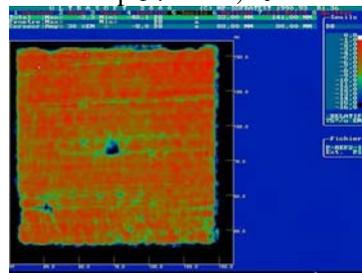
ep 3 / non impactée



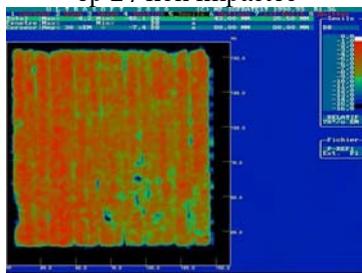
ep 3 / E = 2,4 J



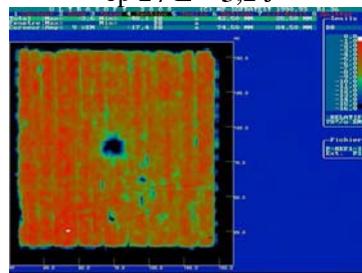
ep 2 / non impactée



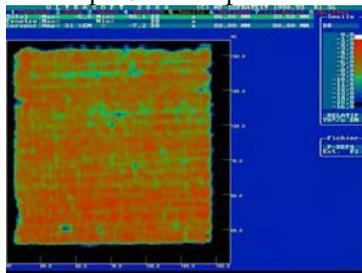
ep 2 / E = 3,2 J



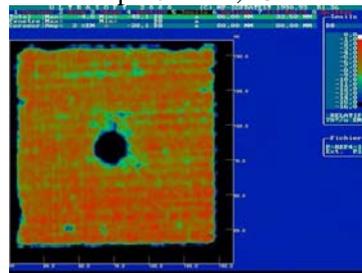
ep 1 / non impactée



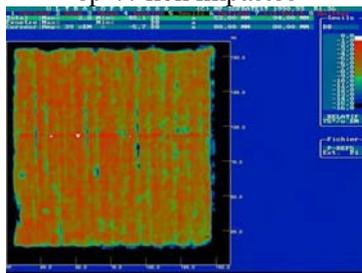
ep 1 / E = 4,7 J



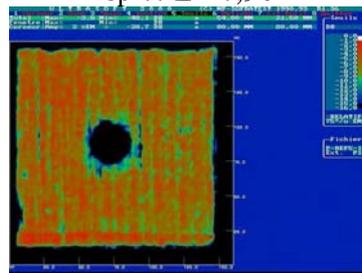
ep 4 / non impactée



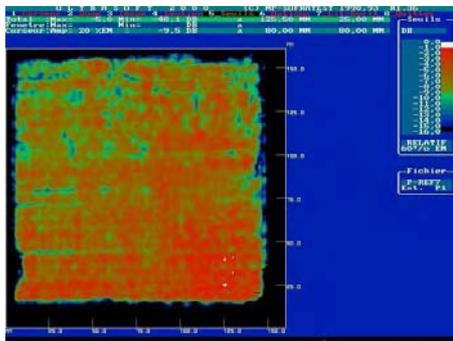
ep 4 / E = 7,9 J



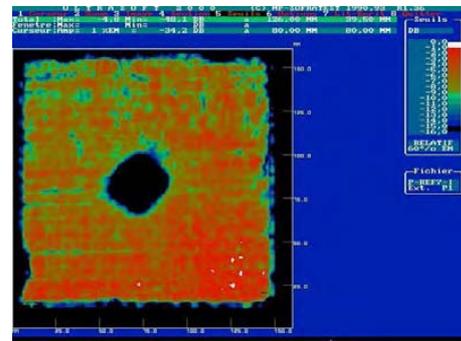
ep 5 / non impactée



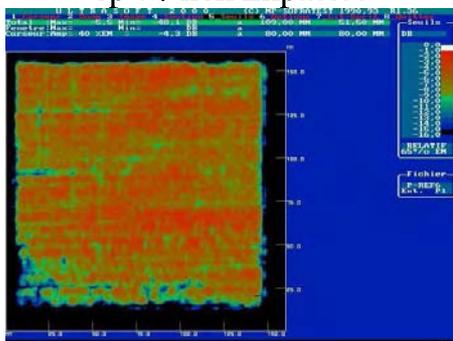
ep 5 / E = 11,8 J



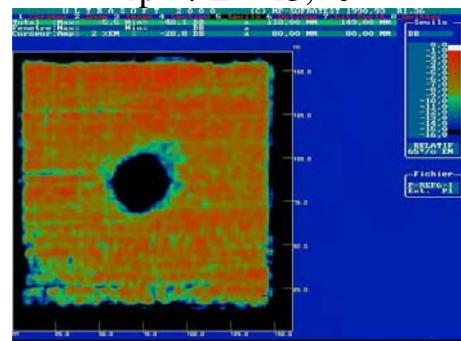
ep 7 / non impactée



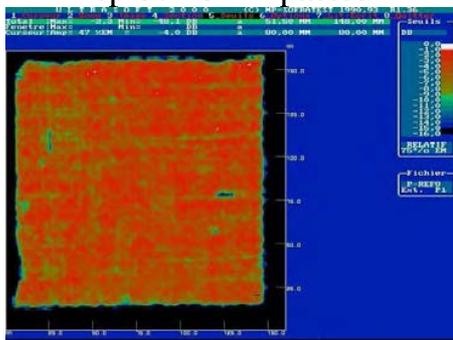
ep 7 / $E = 15,7 \text{ J}$



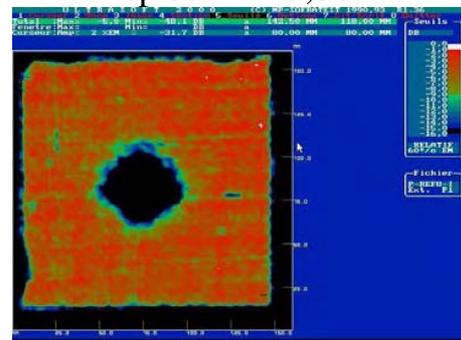
ep 6 / non impactée



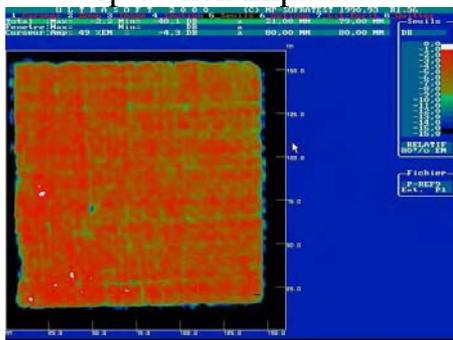
ep 6 / $E = 15,8 \text{ J}$



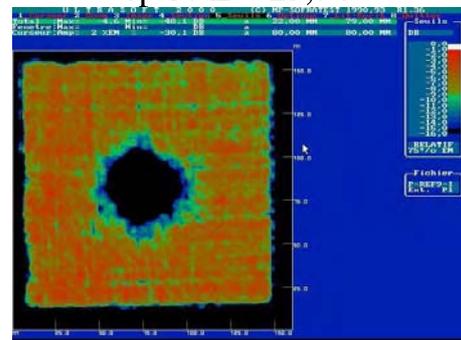
ep 8 / non impactée



ep 8 / $E = 23,7 \text{ J}$

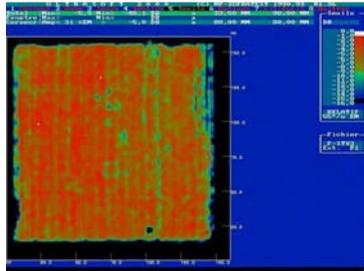


ep 9 / non impactée

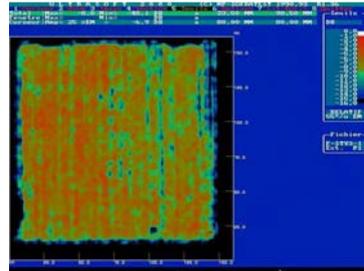


ep 9 / $E = 30,0 \text{ J}$

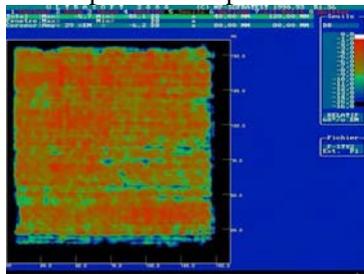
9.7.2 Résine DCPD nouvelle génération



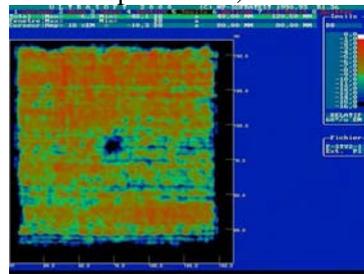
ep 3 / non impactée



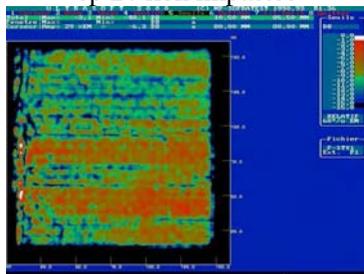
ep 3 / E = 2,4 J



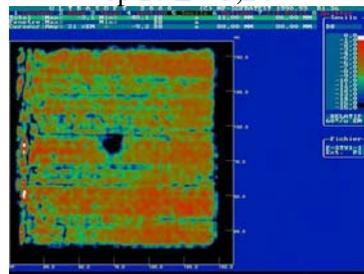
ep 2 / non impactée



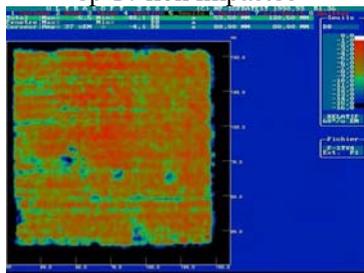
ep 2 / E = 3,2 J



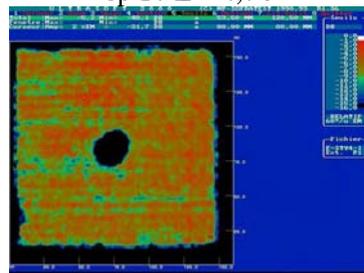
ep 1 / non impactée



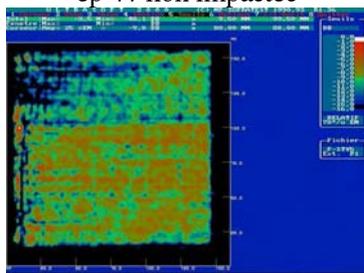
ep 1 / E = 4,7 J



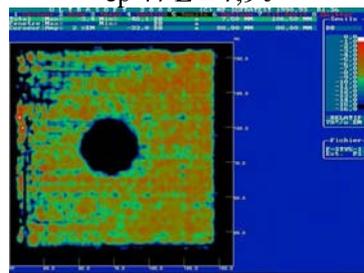
ep 4 / non impactée



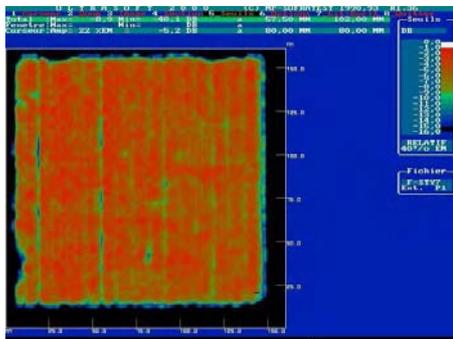
ep 4 / E = 7,9 J



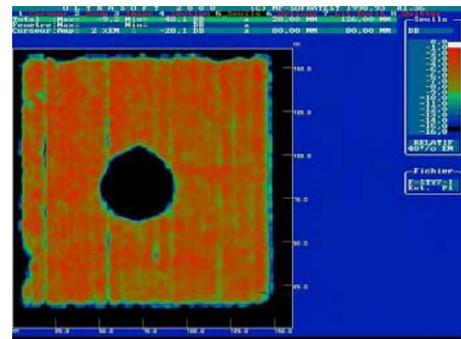
ep 5 / non impactée



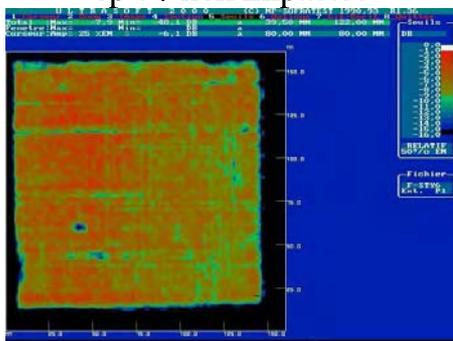
ep 5 / E = 11,8 J



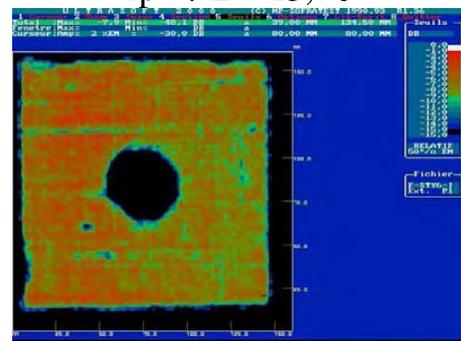
ep 7 / non impactée



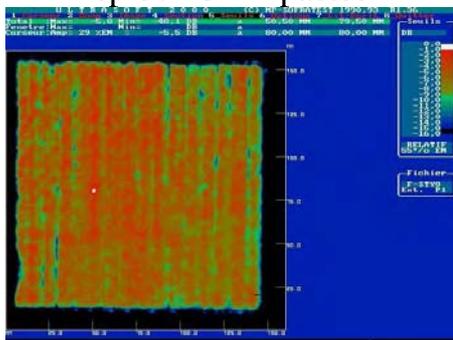
ep 7 / $E = 15,7 \text{ J}$



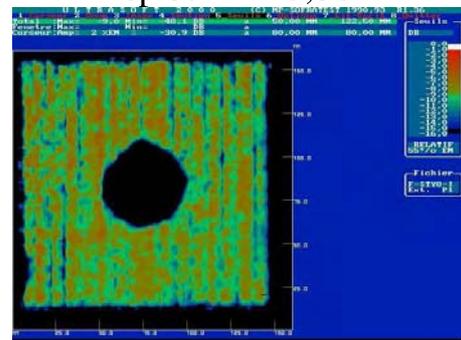
ep 6 / non impactée



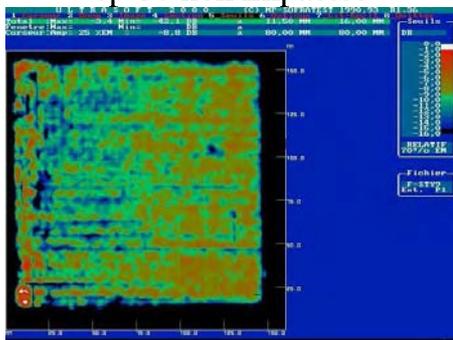
ep 6 / $E = 15,8 \text{ J}$



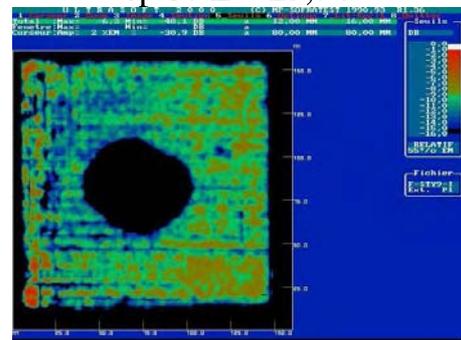
ep 8 / non impactée



ep 8 / $E = 23,7 \text{ J}$



ep 9 / non impactée



ep 9 / $E = 30,0 \text{ J}$

9.8 Annexe 6 : Vieillissement accéléré en eau de mer

9.8.1 Courbes de prise de masse

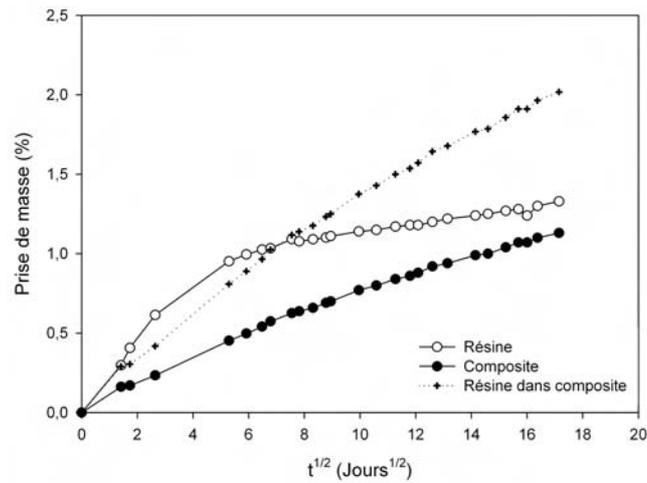


FIG. 9.13 – Référence LS2. Prise de masse de la résine seule, du composite et attribuée à la matrice dans le composite.

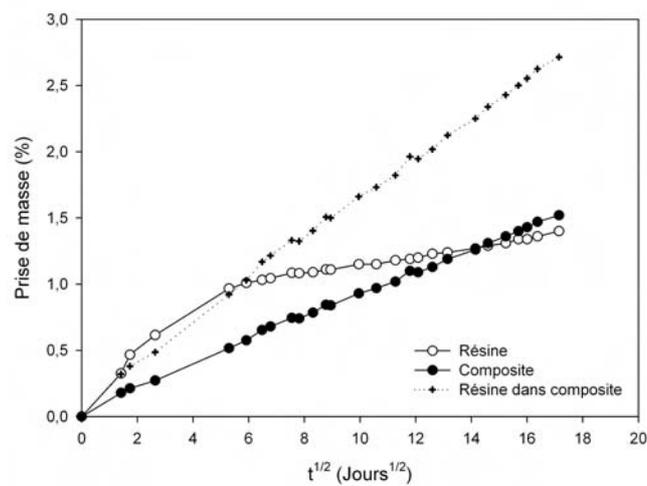


FIG. 9.14 – Référence LES2. Prise de masse de la résine seule, du composite et attribuée à la matrice dans le composite.

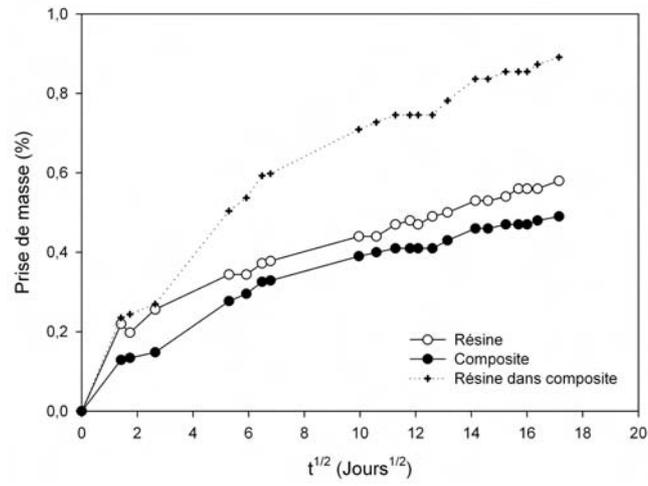


FIG. 9.15 – Référence SV2. Prise de masse de la résine seule, du composite et attribuée à la matrice dans le composite.

9.8.2 Propriétés mécaniques

9.8.2.1 Résines vieilles en eau de mer à 40°C

Temps d'immersion (Heures)	Module d'élasticité (MPa)				Contrainte à rupture (MPa)				Allongement à rupture (%)			
	SO1	LS2	LES2	SV2	SO1	LS2	LES2	SV2	SO1	LS2	LES2	SV2
0	3077 ± 192	3120 ± 188	3295 ± 54	2901 ± 125	49 ± 7	30 ± 7	25 ± 3	60 ± 1	2,1 ± 0,5	1,2 ± 0,4	0,9 ± 0,1	3,2 ± 0,2
168	3134 ± 15	3293 ± 212	3119 ± 394	3195 ± 86	35 ± 1	25 ± 7	20 ± 6	54 ± 8	1,2 ± 0,1	0,8 ± 0,3	0,7 ± 0,1	2,1 ± 0,6
840	3621 ± 76	3428 ± 383	3506 ± 118	3474 ± 111	34 ± 3	18 ± 5	19 ± 3	51 ± 4	1,0 ± 0,1	0,6 ± 0,2	0,6 ± 0,1	1,7 ± 0,2
1417	3533 ± 147	3688 ± 85	3537 ± 99	3584 ± 57	30 ± 4	21 ± 2	19 ± 4	50 ± 9	0,9 ± 0,1	0,6 ± 0,1	0,5 ± 0,1	1,6 ± 0,4
3808	3671 ± 54	3600 ± 133	3517 ± 41	3589 ± 105	27 ± 8	18 ± 2	19 ± 7	58 ± 2	0,8 ± 0,3	0,5 ± 0,1	0,6 ± 0,2	1,9 ± 0,2
6432	3576 ± 155	3602 ± 139	3360 ± 125	3766 ± 196	27 ± 9	18 ± 1	18 ± 1	52 ± 9	0,8 ± 0,4	0,5 ± 0,1	0,6 ± 0,1	1,6 ± 0,4

9.8.2.2 Stratifiés vieillis en eau de mer à 20°C, 40°C et 60°C

Temps d'immersion (Heures)	Module d'élasticité de flexion (MPa)						Contrainte apparente à rupture en flexion (MPa)					
	SO1	LS2	LES2	SV2	SO1	LS2	LES2	SV2	SO1	LS2	LES2	SV2
0	10296 ± 289	10412 ± 551	9484 ± 255	10993 ± 63	334 ± 14	341 ± 4	323 ± 24	338 ± 13				
168	12407 ± 405	11808 ± 568	11201 ± 273	12140 ± 347	337 ± 24	329 ± 1	304 ± 2	347 ± 9				
840	9969 ± 381	10650 ± 234	9572 ± 241	10158 ± 933	328 ± 10	335 ± 3	293 ± 15	309 ± 23				
1417	11716 ± 379	11697 ± 709	10797 ± 481	11370 ± 995	306 ± 17	311 ± 9	255 ± 34	293 ± 36				
3808	9773 ± 375	10251 ± 248	9317 ± 317	10425 ± 315	293 ± 20	303 ± 17	251 ± 47	295 ± 37				
6432	11026 ± 674	11446 ± 687	10346 ± 258	11820 ± 867	284 ± 20	279 ± 18	251 ± 10	296 ± 22				

Temps d'immersion (Heures)	Module d'élasticité de flexion (MPa)						Contrainte apparente à rupture en flexion (MPa)							
	SO1	LS2	LES2	SV2	SO1	SV2	SO1	LS2	LES2	SV2	SO1	LS2	LES2	SV2
0	10296 ± 289	10412 ± 551	9484 ± 255	10993 ± 63	334 ± 14	338 ± 13	334 ± 14	341 ± 4	323 ± 24	338 ± 13	334 ± 14	341 ± 4	323 ± 24	338 ± 13
168	11297 ± 349	11588 ± 704	11654 ± 726	12203 ± 193	325 ± 11	338 ± 31	325 ± 11	322 ± 14	297 ± 18	338 ± 31	325 ± 11	322 ± 14	297 ± 18	338 ± 31
840	10614 ± 241	10090 ± 126	9526 ± 371	10547 ± 808	327 ± 17	343 ± 10	327 ± 17	316 ± 31	302 ± 22	343 ± 10	327 ± 17	316 ± 31	302 ± 22	343 ± 10
1417	11250 ± 367	11411 ± 617	10514 ± 358	11152 ± 400	290 ± 19	293 ± 25	290 ± 19	279 ± 21	246 ± 20	293 ± 25	290 ± 19	279 ± 21	246 ± 20	293 ± 25
3808	10297 ± 130	9937 ± 199	9461 ± 213	10284 ± 228	285 ± 18	259 ± 14	285 ± 18	255 ± 11	213 ± 55	259 ± 14	285 ± 18	255 ± 11	213 ± 55	259 ± 14
6432	11522 ± 194	10957 ± 304	11108 ± 201	10124 ± 457	254 ± 11	240 ± 43	254 ± 11	246 ± 4	230 ± 5	240 ± 43	254 ± 11	246 ± 4	230 ± 5	240 ± 43

Temps d'immersion (Heures)	Module d'élasticité de flexion (MPa)				Contrainte apparente à rupture en flexion (MPa)			
	SO1	LS2	LES2	SV2	SO1	LS2	LES2	SV2
0	10296 ± 289	10412 ± 551	9484 ± 255	10993 ± 63	334 ± 14	341 ± 4	323 ± 24	338 ± 13
168	10555 ± 281	11198 ± 191	10656 ± 391	12005 ± 471	308 ± 2	282 ± 27	248 ± 8	311 ± 7
840	9315 ± 84	9840 ± 340	8714 ± 368	10293 ± 685	236 ± 1	252 ± 16	189 ± 23	284 ± 12
1417	8739 ± 279	9519 ± 94	8874 ± 537	11158 ± 276	164 ± 10	220 ± 25	170 ± 13	208 ± 17
3808	8056 ± 215	7923 ± 436	7983 ± 174	10238 ± 405	156 ± 9	171 ± 7	145 ± 6	190 ± 19
6432	9192 ± 321	10246 ± 155	8888 ± 599	10997 ± 527	134 ± 5	155 ± 14	140 ± 19	179 ± 1

9.9 Annexe 7 : Plans du montage de « Bulge test »

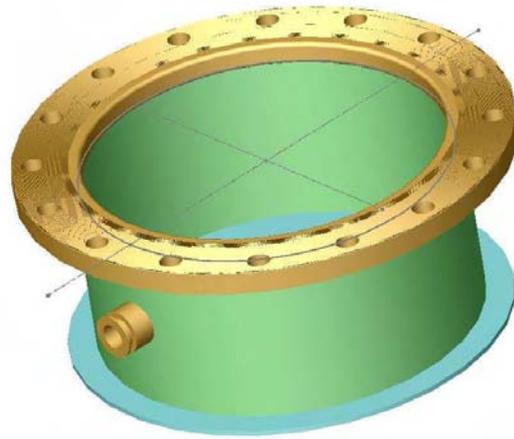


FIG. 9.16 – Vue d'ensemble.

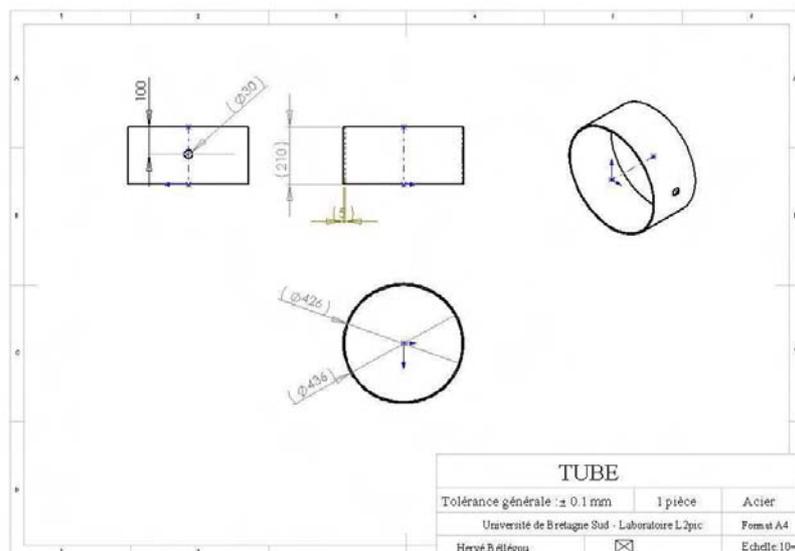


FIG. 9.17 – Tube.

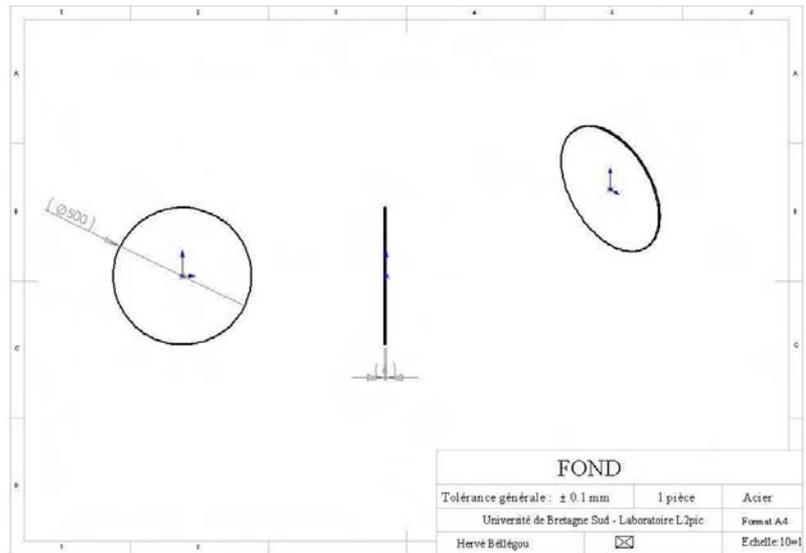


FIG. 9.18 – Fond.

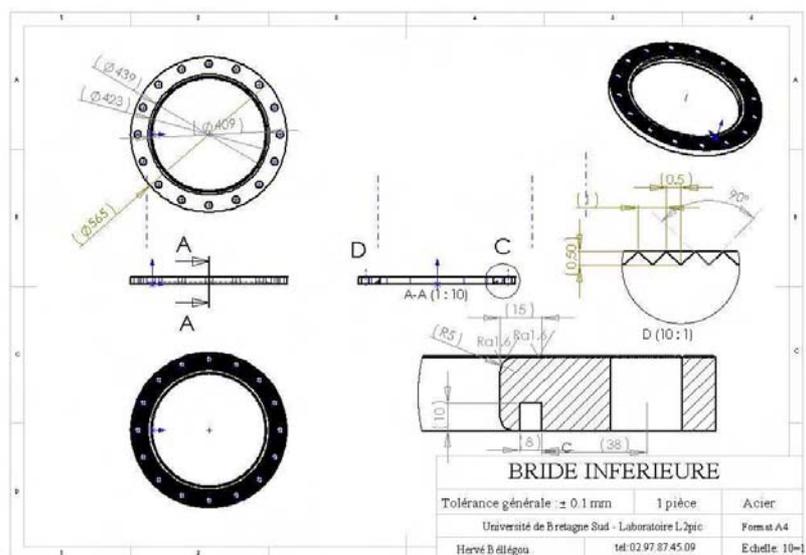


FIG. 9.19 – Bride.

9.9. ANNEXE 7 : PLANS DU MONTAGE DE « BULGE TEST »

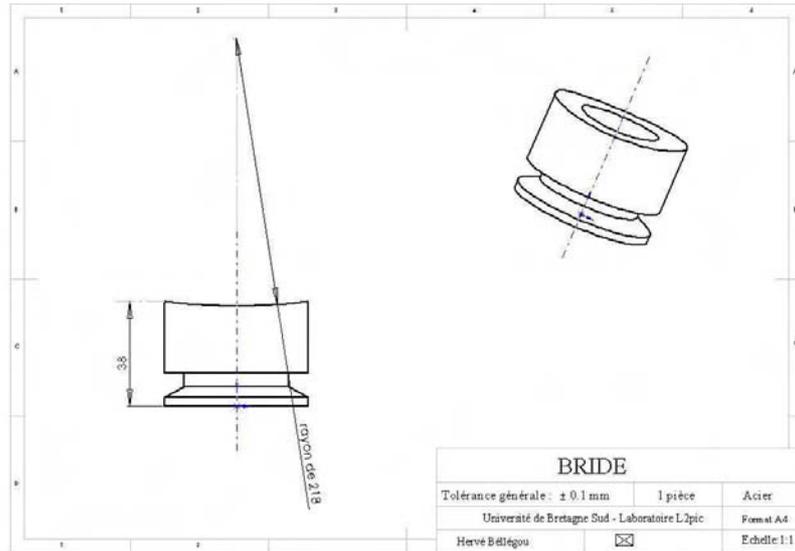


FIG. 9.20 – Prise de pression.

...