



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace (ISAE)

Présentée et soutenue par :

Jérémy CREVEL

le mercredi 15 janvier 2014

Titre :

Étude et modélisation du comportement et de l'endommagement d'un composite injecté à matrice PEEK renforcée de fibres courtes de carbone

École doctorale et discipline ou spécialité :

ED MEGeP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

Unité de recherche :

Institut Clément Ader

Directeur(s) de Thèse :

M. Frédéric LACHAUD (directeur de thèse)
M. Florentin BERTHET (co-directeur de thèse)

Jury :

M. Christophe BINETRUY, Professeur des Universités, Ecole Centrale de Nantes - Rapporteur
M. Hervé LOUCHE, Professeur des Universités, Université de Montpellier 2 - Rapporteur
M. Fodil MERAGHNI, Professeur des Universités, ENSAM - Examineur
M. Frédéric LACHAUD, Professeur à l'ISAE - Directeur de recherche
M. Florentin BERTHET, Chargé de recherche, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux - Examineur
Mme Marie-Laëtitia PASTOR, Maître de conférences, Université Paul Sabatier - Examineur

Sommaire

	Page
Notations	iii
Figures	vii
Tableaux	ix
Introduction générale	1
I Matériaux de l'étude, procédé d'injection et caractérisation	5
I.1 Introduction	7
I.2 Généralités sur le composite à fibres courtes	7
I.2.1 Matrice : PEEK (<i>Poly-Ether-Ether-Ketone</i>)	7
I.2.2 Renforts : <i>fibres de carbone</i>	12
I.2.3 Composite : <i>matrice PEEK renforcée de fibres de carbone</i>	16
I.2.4 Mise en œuvre : <i>moulage par injection</i>	17
I.3 Matériaux et procédé de l'étude	21
I.3.1 Victrex® : PEEK TM 90HMF40	21
I.3.2 Lati® : LarPeek TM 10K/40HM	21
I.3.3 Fabrication	22
I.4 Caractérisation des propriétés microstructurales	23
I.4.1 Densité : double pesée / pycnomètre à hélium	23
I.4.2 Taux volumique de fibres : double pesée / dissolution chimique	24
I.4.3 Taux volumique de porosité : dissolution chimique	25
I.4.4 Distribution de longueur des fibres	26
I.4.5 Distribution d'orientation des fibres	27
I.4.6 Taux de cristallinité : DSC / DRX	28
I.5 Conclusion	30
II Comportement mécanique statique	33
II.1 Introduction	34
II.2 Généralités sur le comportement du matériau de l'étude	34
II.2.1 Propriétés mécaniques du PEEK/C : <i>comportement en traction</i>	34
II.2.2 Analyse thermique du PEEK/C : <i>thermographie infrarouge</i>	37
II.3 Comportement mécanique en traction quasi-statique monotone	41
II.3.1 Traction monotone	41
II.3.2 Analyse par thermographie infrarouge	45
II.4 Comportement mécanique en traction quasi-statique cyclée	46
II.4.1 Traction cyclée	46
II.4.2 Analyse par thermographie infrarouge	50
II.4.3 Analyse complémentaire : <i>Émission acoustique</i>	52
II.4.4 Synthèse sur le comportement	54
II.5 Conclusion	55
III Couplage entre procédé et propriétés	57
III.1 Introduction	59
III.2 Plans d'expériences	59
III.2.1 Introduction aux plans d'expériences	59
III.2.2 Terminologie des plans d'expériences : <i>réponses, facteurs, niveaux</i>	59
III.2.3 Types de plans d'expériences	60
III.2.4 Modélisation par régression linéaire multiple	62

III.3	Plan d'expériences de l'étude	66
III.3.1	Choix du plan d'expériences	66
III.3.2	Facteurs : <i>paramètres du procédé</i>	66
III.3.3	Niveaux : <i>variations des paramètres</i>	67
III.3.4	Réponses : <i>résultats des essais</i>	68
III.4	Effets des paramètres du procédé	69
III.4.1	Détermination des effets	69
III.4.2	Microstructure	70
III.4.3	Mécanique	72
III.4.4	Écrouissage	77
III.4.5	Endommagement	80
III.4.6	Thermique	82
III.4.7	Synthèse	85
III.5	Conclusion	85
IV	Modélisation micromécanique du comportement	87
IV.1	Introduction	89
IV.2	Modèles micromécaniques	89
IV.2.1	Hypothèses	89
IV.2.2	Méthode d'homogénéisation	89
IV.2.3	Bornes	92
IV.2.4	Modèles à base d'inclusions	93
IV.2.5	Prise en compte de la distribution de longueurs des fibres	94
IV.2.6	Prise en compte de la distribution d'orientation des fibres	95
IV.2.7	Prise en compte de l'endommagement	97
IV.2.8	Prise en compte de la plasticité de la matrice	98
IV.3	Choix du modèle	100
IV.3.1	Approximation de Mori-Tanaka	100
IV.3.2	Critère quadratique local	101
IV.3.3	Modèle de Prandtl-Reuss et critère de Mises	102
IV.4	Validation du modèle	102
IV.4.1	Étude de sensibilité	102
IV.4.2	Résultats du modèle	110
IV.4.3	Application industrielle	113
IV.5	Conclusion	116
	Conclusion générale et Perspectives	117
	Bibliographie	128
A	Éprouvette de type 1B obtenue par moulage par injection	129
B	Conditions expérimentales pour le 10K/40HM	131
C	Résultats d'essais sur AS4/APC2	133

Notations

Dans ce manuscrit, certaines notations seront récurrentes, elles sont expliquées et listées dans le tableau 1 suivant :

TABLEAU 1 – Tableau des notations utilisées dans ce manuscrit

Notation	Signification
x	Scalaire x
\vec{x}	Vecteur x
X	Tenseur X d'ordre 2
\tilde{X}	Tenseur X d'ordre 4
\bar{x}	Valeur moyenne de la variable x
$\langle x \rangle = \frac{1}{V} \cdot \int_V x \cdot dV$	Moyenne volumique de la variable x
m	Annotation pour la matrice
f	Annotation pour la fibre
V_p	Volume de la phase p
v_p	Taux volumique de la phase p
l_f	Longueur de fibre
d_f	Diamètre de fibre
E_i^p	Module de traction dans la direction (i) de la phase p
ν_{ij}^p	Coefficient de Poisson dans le plan (ij) de la phase p
G_{ij}^p	Coefficient de cisaillement dans le plan (ij) de la phase p
C	Tenseur de rigidité (ordre quatre)
\tilde{C}	Tenseur homogénéisé de rigidité (ordre quatre)
S	Tenseur de souplesse (ordre quatre)
\tilde{S}	Tenseur de souplesse (ordre quatre)
σ	Tenseur de contrainte (ordre deux)
$\tilde{\sigma}$	Tenseur de contrainte (ordre deux)
ε	Tenseur de déformation (ordre deux)
$\tilde{\varepsilon}$	Tenseur de déformation (ordre deux)
\vec{u}	Tenseur de déplacement (ordre un)

Table des figures

I.1	Formule chimique du PEEK	8
I.2	Schématisation de la réaction chimique pour la fabrication du PEEK par substitution nucléophile [140]	9
I.3	Schéma d'un sphérolite avec une vue rapprochée sur les lamelles [60]	9
I.4	Structure orthorhombique cristalline du PEEK [77]	10
I.5	Résultats expérimentaux de différentes études : taux de cristallinité absolu du PEEK en fonction de la vitesse de refroidissement [54]	11
I.6	Influence de la température sur le module de relaxation pour les polymères [27]	11
I.7	Influence du poids moléculaire sur le module de relaxation pour un polymère thermoplastique [27]	12
I.8	Influence de la température sur le module de relaxation [27]	12
I.9	Courbes de contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses de refroidissement [54]	13
I.10	Évolution de la demande mondiale de fibres de carbone [46]	13
I.11	Principe du procédé de fabrication des fibres de carbone [46]	14
I.12	Tenue à l'oxydation de fibres de carbone désensimées sous air à 375°C [46]	15
I.13	Module d'Young (a) et contrainte à rupture en traction (b) pour les fibres de carbone provenant de PAN ou de brai de mésophase [88]	15
I.14	Schéma de fabrication de compounds avec adjuvants, charges et fibres courtes de verre [86]	16
I.15	Schéma de formation de la zone transcristalline dans un composite PEEK renforcé de fibres de carbone [54]	17
I.16	Photographie optique des premiers instants de la cristallisation isotherme (300°C) d'un film de PEEK en présence de fibres de carbone [120]	17
I.17	Schéma d'un presse à injecter inspiré de la documentation de la presse à injecter DK	18
I.18	Photographie de la presse à injecter utilisée pour la fabrication des éprouvettes	22
I.19	Dispositif pour la mesure de densité par double pesée	23
I.20	Schéma de la méthode pour déterminer la distribution de longueur des fibres	26
I.21	Schéma de la méthode pour déterminer la distribution d'orientation des fibres	27
I.22	Coupe transversal de l'éprouvette obtenue par microtomographie X-synchrotron	28
I.23	Courbe de DSC pour un échantillon de PEEK (montée en température) [95]	29
I.24	Wide Angle X-ray Scattering (WAXS) pour un échantillon de PEEK [19]	30
II.1	Contrainte à rupture en traction en fonction de différentes températures de moule [102]	35
II.2	Courbe de contrainte en fonction de la déformation pour 0%, 10%, 20% et 30% de taux de fibres en masse pour un composite PEEK/carbone injecté [118]	35
II.3	Micro-fissure au bout d'une fibre et début de propagation le long de celle-ci [119]	36
II.4	Connection des fissures par rupture de matrice et décohésion des fibres [119]	36
II.5	Microscopie électronique à balayage d'un fasciés de rupture d'un PEEK renforcé à 20% de fibres de carbone [118]	37
II.6	Évolution de l'endommagement D en fonction du nombre de cycle N et de la contrainte appliquée [13]	37
II.7	Schéma montrant un bilan simplifié du rayonnement arrivant sur le capteur de la caméra [83]	37
II.8	Protocole expérimental en transmission	40
II.9	Thermographe de la surface de l'éprouvette chauffée par transmission	40

II.10	Protocole expérimental en réflexion	40
II.11	Température en fonction du temps en réflexion	40
II.12	Superposition de la température moyenne relative pour les essais de traction sur 90HMF40 pour des vitesses de traverse de 25 mm/min, 50 mm/min et 100 mm/min	41
II.13	Courbe de contrainte en fonction de la déformation pour un essai de traction sur une éprouvette de type 1B pour déterminer le module d'Young (NF EN ISO 527-2 [8])	42
II.14	Courbes de contrainte en fonction de la déformation du 90HMF40 et du 10K/40HM	43
II.15	Localisation de la rupture des éprouvettes de traction pour les deux matériaux	45
II.16	Observation MEB du phénomène de plasticité (90HMF40)	45
II.17	Observation MEB du phénomène de rupture interfaciale (90HMF40)	45
II.18	Contrainte et température moyenne relative en fonction du temps lors d'un essai de traction monotone pour le 90HMF40	46
II.19	Protocole expérimental des essais de traction cyclée suivis par thermographie infrarouge	47
II.20	Comportement en traction cyclée du PEEK TM 90HMF40 et du LarPeek TM 10K/40HM	47
II.21	Contrainte en fonction de la déformation plastique pour des essais de traction quasi-statique cyclée pour le PEEK TM 90HMF40 et le LarPeek TM 10K/40HM	48
II.22	Endommagement en fonction de la contrainte pour des essais de traction cyclée pour le PEEK TM 90HMF40 et le LarPeek TM 10K/40HM	49
II.23	Endommagement en fonction de l'énergie d'endommagement pour le PEEK TM 90HMF40 et le LarPeek TM 10K/40HM	50
II.24	Contrainte et température moyenne relative en fonction du temps lors d'un essai de traction cyclée piloté par vitesse de traverse pour le 90HMF40	51
II.25	Contrainte et température moyenne relative en fonction du temps lors d'un essai de traction cyclée piloté par vitesse d'effort pour le 90HMF40	52
II.26	Nombre de coups cumulés des salves en fonction de la contrainte appliquée pour une sollicitation en traction quasi-statique monotone	53
II.27	Nombre de coups cumulés en fonction de la contrainte appliquée pour le 90HMF40	54
III.1	Schéma linéaire de la table $L_9(3^4)$ de Taguchi	66
III.2	Superposition des signaux thermiques relevés pour des essais de traction monotone et cyclé pour le 90HMF40	69
III.3	Définition des pentes thermiques pour l'analyse des résultats en fonction du plan d'expériences pour un signal thermique mesuré lors d'un essai de traction cyclée pour le 90HMF40	69
III.4	Logigramme de la détermination des facteurs significatifs par régression linéaire multiple avec analyse descendante	70
III.5	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur le taux de cristallinité pour l'analyse post-procédé	70
III.6	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur le taux de cristallinité pour l'analyse post-refroidissement contrôlé	70
III.7	Effets sur le taux de cristallinité pour l'analyse post-procédé après analyse descendante	71
III.8	Effets sur le taux de cristallinité pour l'analyse post-refroidissement contrôlé après analyse descendante	71
III.9	Effets sur le taux de cristallinité normalisé/pondéré	71
III.10	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur le module d'Young pour le 90HMF40	72
III.11	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur le module d'Young pour le 10K/40HM	72
III.12	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur le module d'Young pour le 90HMF40 après analyse descendante	73
III.13	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la contrainte à rupture pour le 90HMF40	74
III.14	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la contrainte à rupture pour le 10K/40HM	74

III.15	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple descendante sur la contrainte à rupture pour le 90HMF40	74
III.16	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple descendante sur la contrainte à rupture pour le 10K/40HM	74
III.17	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la déformation à rupture pour le 90HMF40	75
III.18	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la déformation à rupture pour le 10K/40HM	75
III.19	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple descendante sur la déformation à rupture pour le 90HMF40	76
III.20	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple descendante sur la déformation à rupture pour le 10K/40HM	76
III.21	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_0 pour la loi d'écroissage pour le 90HMF40	77
III.22	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_0 pour la loi d'écroissage pour le 10K/40HM	77
III.23	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_0 pour la loi d'écroissage pour le 90HMF40 après analyse descendante	78
III.24	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_0 pour la loi d'écroissage pour le 10K/40HM après analyse descendante	78
III.25	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_{ult} pour le 90HMF40	78
III.26	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_{ult} pour le 10K/40HM	78
III.27	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_{ult} pour le 10K/40HM après analyse descendante	79
III.28	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur γ pour le 90HMF40	79
III.29	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur γ pour le 10K/40HM	79
III.30	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur d_0 pour le 90HMF40	80
III.31	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur d_0 pour le 90HMF40 après analyse descendante	81
III.32	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur α_d pour le 90HMF40	81
III.33	Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus sur β_d pour le 90HMF40	82
III.34	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la pente de thermoélasticité pour le 90HMF40	83
III.35	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la pente de thermoélasticité pour le 90HMF40 après analyse descendante	83
III.36	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la pente d'endommagement corrigée pour le 90HMF40	84
III.37	Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la pente d'endommagement corrigée pour le 90HMF40 après analyse descendante	84
IV.1	Illustration du VER composé de la matrice et des hétérogénéités	90
IV.2	Illustration du problème d'inclusions [63]	91
IV.3	Description de l'orientation d'une fibre [9]	95
IV.4	Essai de traction pour un matériau élastique parfaitement plastique [98]	99
IV.5	Essai de traction pour un matériau avec écroissage isotrope linéaire [98]	99
IV.6	Modification de la surface seuil pour un écroissage isotrope [128]	99
IV.7	Modification de la surface seuil pour un écroissage cinématique [128]	99
IV.8	Schéma de la contrainte normale et tangentielle à l'interface pour le critère [52] . . .	101
IV.9	Définition des paramètres locaux d'endommagement [52]	101
IV.10	Histogramme de la distribution de longueur des fibres discrétisée en 95 classes	103
IV.11	Histogramme de la distribution d'orientation des fibres discrétisée en 90 classes . . .	103
IV.12	Influence de E_f et X sur le module d'Young du composite	103
IV.13	Influence de ν_f et ν_m sur le module d'Young du composite	104
IV.14	Influence du nombre de classes pour les distributions de longueur et d'orientation des fibres sur le module d'Young du composite	105
IV.15	Influence du nombre de classes pour la distribution d'orientation des fibres sur le module d'Young du composite	105
IV.16	Influence du nombre de classes pour la distribution d'orientation des fibres sur l'endommagement isotrope du composite	106

IV.17	Comportement en traction en fonction du coefficient d'abattement pour l'endommagement microscopique isotrope	107
IV.18	Comportement en traction en fonction du coefficient d'abattement pour l'endommagement microscopique anisotrope	107
IV.19	Agrandissement sur le comportement en traction en fonction du coefficient R_0 avec $R_{ult} = 240$ MPa et $\gamma = -2100$	108
IV.20	Comportement en traction en fonction du coefficient R_{ult} avec $R_0 = 45$ MPa et $\gamma = -2100$	108
IV.21	Comportement en traction en fonction du coefficient γ avec $R_0 = 45$ MPa et $R_{ult} = 240$ MPa	109
IV.22	Endommagement macroscopique en fonction de la contrainte pour différents coefficients d'interface	110
IV.23	Endommagement macroscopique au niveau de l'instabilité détectée en fonction du coefficient d'interface	110
IV.24	Contrainte à rupture en fonction du coefficient d'interface	111
IV.25	Comparaison du modèle avec les données expérimentales pour le 90HMF40	111
IV.26	Comparaison du modèle avec les données expérimentales pour le 10K/40HM	111
IV.27	Contrainte longitudinale de l'éprouvette en traction pour le 90HMF40	112
IV.28	Déformation longitudinale de l'éprouvette en traction pour le 90HMF40	112
IV.29	Endommagement macroscopique de l'éprouvette en traction pour le 90HMF40	112
IV.30	Courbes de contrainte longitudinale en fonction de la déformation longitudinale expérimentale et des modélisations sur MATLAB [®] et ABAQUS [®] pour le 90HMF40	112
IV.31	Pièce Eurocopter injectée [47]	113
IV.32	Outillage de fabrication de la pièce Eurocopter [47]	113
IV.33	Montage d'essai pour la pièce Eurocopter [47]	114
IV.34	Comportement force / déplacement de la charnière en fonction des éléments de base [47]	114
IV.35	Conditions limites appliquées au modèle éléments finis	114
IV.36	Courbes de la force en fonction du déplacement pour deux cas isotrope élastique et les données expérimentales [47]	115
IV.37	Courbes de la force en fonction du déplacement pour le modèle non-linéaire et les données expérimentales [47]	116
IV.38	Endommagement macroscopique de la pièce Eurocopter pour un déplacement de 2 mm pour l'AS4/APC-2	116
IV.39	Endommagement macroscopique de la pièce Eurocopter pour un déplacement de 2 mm pour le 90HMF40	116
A.1	Schéma d'une éprouvette de type 1B [8]	129

Liste des tableaux

1	Tableau des notations utilisées dans ce manuscrit	iii
I.1	Ordres de grandeurs des éléments constituant la partie cristalline et amorphe du PEEK	10
I.2	Comparaison des propriétés thermiques des fibres de carbone HM, HT avec l'acier . .	15
I.3	Comparaison des propriétés mécaniques des fibres de carbone HM, HT avec l'acier . .	16
I.4	Nomenclature de la Figure I.17	18
I.5	Tableau des paramètres d'injection recommandés par Victrex® pour le 90HMF40 . .	21
I.6	Tableau des propriétés induites pour le PEEK™ 90HMF40 à 23°C (fiche matériaux de Victrex®)	22
I.7	Tableau des paramètres d'injection recommandés par Lati® pour le 10K/40HM . . .	22
I.8	Tableau des propriétés induites pour le LarPeek™ 10K/40HM à 23°C (fiche matériaux de Lati®)	22
II.1	Module d'Young, contrainte et déformation à rupture pour le plan d'expériences du 90HMF40	43
II.2	Module d'Young, contrainte et déformation à rupture pour le plan d'expériences du 10K/40HM	44
II.3	Module d'Young, contrainte et déformation à rupture pour différents composites PEEK renforcés de fibres de carbone	44
II.4	Protocole d'essais en fonction du mode de pilotage	47
II.5	Paramètres de la loi exponentielle avec saturation pour le PEEK™ 90HMF40 et le LarPeek™ 10K/40HM	49
II.6	Paramètres de la régression de l'énergie d'endommagement pour le PEEK™ 90HMF40 et le LarPeek™ 10K/40HM	50
II.7	Paramètres PDT, HDT et HLT utilisés pour la baie d'acquisition d'émission acoustique	53
II.8	Évolution de la contrainte et de la température moyenne relative en fonction du niveau de contrainte du matériau	54
III.1	Matrices d'expériences pour un plan complet 2^3	60
III.2	Table de simple codage du facteur A pour 3 niveaux	63
III.3	Table de double codage du facteur A pour 3 niveaux	63
III.4	Matrice d'expériences $L_9(3^4)$ codée en $\{-1, 0, 1\}$	67
III.5	Niveaux des facteurs pour le 90HMF40	67
III.6	Conditions expérimentales pour le 90HMF40	68
III.7	Conditions expérimentales pour les essais de validation pour le 90HMF40	68
III.8	Table ANOVA du modèle de régression de la cristallinité pour le 90HMF40	71
III.9	Tableau des significativités de l'influence des facteurs sur la cristallinité pour le 90HMF40	72
III.10	Validation du modèle pour le module d'Young pour le 90HMF40	73
III.11	Validation du modèle pour la contrainte à rupture pour le 90HMF40 et le 10K/40HM	75
III.12	Validation du modèle pour la déformation à rupture pour le 90HMF40 et le 10K/40HM	76
III.13	Tableau récapitulatif des effets des facteurs significatifs pour les propriétés analysées pour le 90HMF40	85
III.14	Tableau récapitulatif des effets des facteurs significatifs pour les propriétés analysées pour le 10K/40HM	85
IV.1	Valeurs des paramètres des constituants du composite	106
IV.2	Valeurs des données du critère de Fitoussi	107
IV.3	Valeurs des coefficients de la loi d'écroutissage : $R(p) = R_0 + R_{ult} \cdot [1 - \exp(\gamma \cdot p)]$. .	107
IV.4	Valeurs des paramètres macroscopiques du composite	111

IV.5	Tableau des constantes de l'ingénieur des matériaux et des modèles associés	111
IV.6	Efforts maximaux obtenus par le modèle éléments finis de la pièce Eurocopter, matériau AS4/PEEK en granulés, pour un déplacement de 2 mm	115
B.1	Niveaux des facteurs pour le 10K/40HM	131
B.2	Conditions expérimentales pour le 10K/40HM	131
B.3	Conditions expérimentales pour les essais de validation pour le 10K/40HM	131
C.1	Résultats des essais de traction sur $[\pm 45]_{2S}$	133
C.2	Résultats des essais de traction sur $[90]_{16}$	133

Introduction générale

DURANT ces dernières décennies les matériaux composites organiques ont subi un très grand essor dans le domaine des structures aéronautiques. À l'heure de la réduction des émissions de CO_2 , il est primordial de limiter la masse des avions pour réduire leur consommation. Le principal avantage des matériaux composites organiques est d'alléger les structures tout en gardant de bonnes propriétés mécaniques. De plus, leur microstructure leur permet d'avoir un caractère multi-fonctionnel, ce qui facilite leur intégration pour remplacer les technologies existantes. Les composites organiques se distinguent en fonction des deux grandes familles de matrices : les thermoplastiques et les thermoplastiques.

Les résines thermoplastiques se présentent comme une alternative aux résines thermoplastiques compte tenu de leur éco-compatibilité. En effet, ils ont une plus grande facilité de conservation (température ambiante), de transport et proposent une recyclabilité plus aisée.

Actuellement, un des thermoplastiques les plus employés par les aviateurs est le PEEK (polyéthéréthérone) car il présente des caractéristiques mécaniques proches de la très usitée résine thermoplastique époxy. De plus, le PEEK comporte une excellente résistance chimique (face aux fluides aéronautiques particulièrement) et ses températures de service peuvent atteindre une centaine de degrés Celsius. Ses propriétés en fatigue dues à sa microstructure le rendent attrayant pour des applications aéronautiques.

Dans l'industrie aéronautique, il existe un besoin croissant de pièces de petite et moyenne taille (clips, éléments de liaison, équipements) nécessitant un procédé qui permette de grandes séries et qui soit économique. La fabrication de telles pièces par des procédés conventionnels (autoclave...) ne permet pas de remplir ce cahier des charges. L'orientation envisagée est d'utiliser les procédés de la « famille » automobile pour des applications aéronautiques « semi-structurales », comme le moulage par injection de composites thermoplastiques. Au début de cette thèse les matériaux disponibles ne sont pas assez performants mécaniquement. Ainsi de meilleurs candidats ont été trouvés. Cette application nécessite une maîtrise et une fiabilisation des procédés ainsi que des propriétés induites. De plus, le dimensionnement de telles pièces requiert une modélisation fiable du comportement mécanique pour prédire au mieux leur capacité d'utilisation.

Pour preuve du besoin, plusieurs projets de R&D collaboratifs ont été réalisés, impliquant l'Institut Clément Ader et des partenaires industriels. Parmi ceux-ci, INMAT 2, un projet labellisé par le pôle de compétitivité Aerospace Valley (porté par Airbus), regroupe des centres de recherches académiques et industriels : Airbus France, EADS IW, Liebherr Aerospace, Hutchinson, Technimoule, Mines Alès et ICA-Albi. Le lot 3 de ce projet se concentre sur la faisabilité et la capacité des technologies thermoplastiques renforcés de fibres à produire des pièces de géométrie complexes et garantir de hautes performances mécaniques. L'objectif final est de valider des solutions « sur étagère » de matériaux injectés avec leurs propriétés induites par leur fabrication. L'objectif des centres de recherches est d'acquérir des compétences scientifiques sur l'effet du procédé d'injection sur le comportement et l'endommagement des composites injectés PEEK renforcés de fibres courtes de carbone et de développer une loi de comportement prenant en compte les paramètres microstructuraux liés au procédé. In fine, de fournir un comportement mécanique des matériaux, implémentable dans un code de calcul éléments finis industriel, pour le dimensionnement des pièces.

L'actuel projet de recherche est un projet interne à l'École des Mines d'Albi-Carmaux complémentaire

au lot 3 du projet INMAT2. Les objectifs définis sont tout d'abord de quantifier expérimentalement les effets du procédé sur les propriétés microstructurales et macroscopiques des matériaux. Le deuxième objectif est de modéliser le comportement et l'endommagement d'un composite PEEK/C injecté en prenant en compte les données expérimentales pour l'implémenter dans un code de calcul éléments finis afin de dimensionner des pièces semi-structurales.

Le vocabulaire utilisé dans cet ouvrage est celui des plasturgistes. La dénomination d'une fibre « longue » concerne une fibre mesurant jusqu'à 20 mm de longueur, à la différence des mécaniciens pour lesquels elle est de l'ordre de 10 cm. Les fibres courtes utilisées dans les matériaux de l'étude sont des fibres ayant une longueur inférieure à 1 mm.

L'étude se compose en quatre parties :

- Après une description des composants des matériaux utilisés pour cette étude, leurs modes de fabrication respectifs sont détaillés, puis leurs caractéristiques propres, ainsi que leurs propriétés intrinsèques. Le procédé de moulage par injection de thermoplastiques est expliqué dans sa globalité : éléments constitutifs de la presse à injecter, étapes de fabrication d'une pièce et problématiques associées.

Les matériaux de l'étude, PEEK renforcé à 40% en masse de fibres courtes de carbone, sont présentés : paramètres de fabrication recommandés et propriétés macroscopiques usuelles.

Il s'ensuit une description des techniques de caractérisation des propriétés microscopiques du matériau composite utilisées dans ces travaux : densité, taux volumique de fibres et de porosité, distribution de longueur et d'orientation des fibres et taux de cristallinité. L'étude de l'influence des paramètres d'injection sur ces résultats est explicitée dans le troisième chapitre, tandis que les résultats sont utilisés dans le chapitre relatif à la modélisation comme données d'entrée pour le modèle développé.

- Dans le second chapitre, les propriétés mécaniques en traction des matériaux semblables à ceux de l'étude sont rappelées, ainsi que l'influence du procédé et de leur microstructure. Leurs phénomènes d'endommagement et de rupture sont détaillés par la suite. La technique de thermographie infrarouge, appliquée à la détection d'endommagement de composites thermoplastiques injectés, est abordée après un rappel sur le principe de la thermographie ainsi que la formulation du problème thermique. Il s'ensuit une étude de faisabilité réalisée pour quantifier l'applicabilité d'une telle technique sur les matériaux de l'étude.

La méthode de caractérisation du comportement en traction monotone des deux matériaux est utilisée pour aboutir aux propriétés macroscopiques usuelles (module d'Young, contrainte et déformation à rupture longitudinaux). Les faciès de rupture sont analysés pour déterminer les deux phénomènes non-linéaires que comportent les matériaux : plasticité et rupture interfaciale. L'analyse par thermographie infrarouge permet de rendre compte de l'apparition des phénomènes thermodynamiques irréversibles pour affiner le scénario d'endommagement.

Le comportement en traction cyclée permet d'affiner ces résultats grâce à différents mode de pilotage de la machine de traction (vitesse de traverse et vitesse d'effort). De plus, le caractère écrouissable et endommageable des matériaux peut être évalué et modélisé par des lois macroscopiques.

Enfin une analyse complémentaire par émission acoustique permet de confirmer les résultats obtenus.

- La troisième partie de l'étude vise à faire le lien entre les paramètres du procédé, les propriétés microstructurales du matériau, déterminés dans le premier chapitre, et les propriétés macroscopiques, obtenues par les essais monotones et cyclés.

Pour cela, la théorie des plans d'expériences est rappelée, explicitant la terminologie utilisée, les différents types de plans applicables à l'étude et la méthode de modélisation par régression linéaire multiple.

Le plan d'expériences de l'étude est détaillé : choix du plan (L9), des facteurs (température de moule, pression et temps de maintien, temps de refroidissement), de leurs niveaux et des réponses à analyser.

L'analyse par régression linéaire multiple descendante, ne prenant en compte que les paramètres significatifs, est expliquée. Les effets significatifs des paramètres sont affichés pour chaque résultat sous forme de graphe des effets pour comprendre au mieux l'influence de chaque facteur et de ses niveaux. Ainsi par recoupement d'effets similaires, il est possible d'extrapoler l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés macroscopiques.

- Le quatrième chapitre détaille les modèles micromécaniques, leurs hypothèses, leurs avantages et inconvénients, ainsi que la prise en compte des composantes microstructurales et de fabrication, déterminées dans la première partie de l'étude, et les propriétés macroscopiques, analysées dans le second chapitre.

Le choix du modèle s'est porté sur l'approximation de Mori-Tanaka. La prise en compte de l'endommagement microscopique s'effectue par un critère quadratique local et le caractère écrouissable des matériaux est modélisé par une loi d'écrouissage isotrope macroscopique.

La sensibilité du modèle proposé par rapport aux données d'entrée permet de rendre compte de la prédictibilité de celui-ci face aux propriétés macroscopiques déterminées dans la deuxième partie de l'étude. Une implémentation dans un code de calcul industriel permet de valider le modèle pour les essais de traction monotone. Une deuxième application sur une pièce industrielle permet d'analyser la prédictibilité du modèle pour un chargement complexe et la pertinence de celui-ci pour le futur dimensionnement de pièces injectées en PEEK/C renforcés de fibres courtes.

Ces travaux ont été réalisés en collaboration entre l'Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace, l'École des Mines d'Albi-Carmaux et l'Institut Universitaire de Technologie de Tarbes au sein des laboratoires faisant partie de l'Institut Clément Ader.

Chapitre I

Matériaux de l'étude, procédé d'injection et caractérisation

Table des matières

I.1	Introduction	7
I.2	Généralités sur le composite à fibres courtes	7
I.2.1	Matrice : <i>PEEK (Poly-Ether-Ether-Ketone)</i>	7
I.2.1.1	Polymères : <i>thermodurcissables / thermoplastiques</i>	7
I.2.1.2	Thermoplastiques : <i>amorphes et semi-cristallins</i>	7
I.2.1.3	Poly-Éther-Éther-Cétone : <i>PEEK</i>	8
I.2.1.4	Fabrication : <i>Synthèse par substitution</i>	8
I.2.1.5	Microstructure : <i>partie amorphe / partie cristalline</i>	9
I.2.1.6	Propriétés thermomécaniques : <i>une matrice hautes performances aux caractéristiques aéronautiques</i>	10
I.2.2	Renforts : <i>fibres de carbone</i>	12
I.2.2.1	Fabrication : <i>carbonisation / graphitisation</i>	13
I.2.2.2	Propriétés thermomécaniques : <i>un renfort « aéronautique »</i>	14
I.2.3	Composite : <i>matrice PEEK renforcée de fibres de carbone</i>	16
I.2.3.1	Longueur de fibres : <i>facteur déterminant</i>	16
I.2.3.2	Fabrication : <i>granulés (compounds)</i>	16
I.2.3.3	Microstructure : <i>transcristallinité, interaction PEEK/C</i>	17
I.2.4	Mise en œuvre : <i>moulage par injection</i>	17
I.2.4.1	Mise en œuvre de composite à fibres courtes	17
I.2.4.2	Moulage par injection	18
I.2.4.3	Étapes : <i>plastification, injection, refroidissement, éjection</i>	18
I.3	Matériaux et procédé de l'étude	21
I.3.1	Victrex® : PEEK™ 90HMF40	21
I.3.1.1	Mise en œuvre recommandée : <i>paramètres de fabrication</i>	21
I.3.1.2	Données fabricant : <i>propriétés mécaniques</i>	21
I.3.2	Lati® : LarPeek™10K/40HM	21
I.3.2.1	Mise en œuvre recommandée : <i>paramètres de fabrication</i>	21
I.3.2.2	Données fabricant : <i>propriétés mécaniques</i>	22
I.3.3	Fabrication	22
I.4	Caractérisation des propriétés microstructurales	23
I.4.1	Densité : double pesée / pycnomètre à hélium	23
I.4.1.1	Double pesée : <i>pesée hydrostatique</i>	23
I.4.1.2	Pycnomètre à hélium	23
I.4.1.3	Différence des deux méthodes	24
I.4.2	Taux volumique de fibres : double pesée / dissolution chimique	24
I.4.2.1	Double pesée	24

I.4.2.2	Dissolution chimique	24
I.4.2.3	Différence des deux méthodes	25
I.4.3	Taux volumique de porosité : dissolution chimique	25
I.4.4	Distribution de longueur des fibres	26
I.4.4.1	Dissolution chimique / Analyse d'images	26
I.4.4.2	Tomographie aux rayons X	26
I.4.4.3	Différence des deux méthodes	26
I.4.5	Distribution d'orientation des fibres	27
I.4.5.1	Polissage / Analyse d'images	27
I.4.5.2	Tomographie aux rayons X	27
I.4.5.3	Différence des deux méthodes	28
I.4.6	Taux de cristallinité : DSC / DRX	28
I.4.6.1	DSC : <i>calorimétrie différentielle à balayage</i>	28
I.4.6.2	DRX : <i>diffraction de rayons X</i>	30
I.4.6.3	Différence des deux méthodes	30
I.5	Conclusion	30

I.1 Introduction

Le procédé de moulage par injection est l'un des procédés les plus utilisés pour la fabrication de pièces plastiques en grandes ou très grandes séries dans le secteur automobile. Les pièces produites sont généralement d'épaisseur faible devant leurs autres dimensions, et de formes complexes. Le besoin de pièces de petites tailles et de jonction dans les domaines aéronautiques et aérospatiales est croissant. Une solution consiste à utiliser des procédés de « famille automobile » pour répondre à cette demande. Le problème majeur réside donc dans l'utilisation de matériaux « aéronautiques » avec ce type de mise en œuvre.

Dans ce chapitre sont traités différents aspects liés aux matériaux composites *aéronautiques hautes performances*.

Premièrement, la matrice et les renforts du composite, leur fabrication et leurs propriétés intrinsèques ainsi que leurs interactions sont évoquées. Puis leur mise en œuvre, par moulage par injection, les problèmes liés à ce procédé et leurs effets sur les pièces produites sont abordés.

Dans une seconde partie, la caractérisation des propriétés microstructurales du matériau est évoquée. La détermination des différentes propriétés induites par les variations de fabrication (densité du matériau, taux de fibres, de porosité et de cristallinité et distributions de longueurs et d'orientation des fibres) est explicitée à travers les méthodes et protocoles utilisés.

I.2 Généralités sur le composite à fibres courtes

I.2.1 Matrice : *PEEK (Poly-Ether-Ether-Ketone)*

I.2.1.1 Polymères : *thermodurcissables / thermoplastiques*

Un polymère est, comme son nom l'indique, une association de plusieurs entités élémentaires appelées monomères [27]. Il existe deux grandes familles de polymères : les thermodurcissables et les thermoplastiques. Ils se différencient par leur structure moléculaire. Une association linéaire de monomères va former des macromolécules. La création de pontages, réticulations entre ces macromolécules conduit à l'obtention d'un polymère thermodurcissable. Celle-ci se fait par ajout d'un durcisseur, pour les polyépoxydes, couramment utilisés dans les composites structuraux aéronautiques, composé chimique permettant de créer les pontages. Les thermoplastiques ne comportent pas de pontage, seule la réorganisation des macromolécules va caractériser ses propriétés. Les thermoplastiques sont facilement utilisables et réutilisables de par leur faculté à pouvoir être chauffés et refroidis quasi-indéfiniment, sous réserve de non détérioration du polymère. Les thermodurcissables ont subi une réaction irréversible et sont plus difficilement recyclables.

La matrice choisie pour cette étude est le thermoplastique pour ses capacités de mise en œuvre par procédé à grandes séries.

I.2.1.2 Thermoplastiques : *amorphes et semi-cristallins*

Dans la « famille » des thermoplastiques, deux sous-familles de polymères existent : les polymères amorphes et les polymères (semi-)cristallins [27]. Ces sous-familles sont caractérisées par l'arrangement des macromolécules linéaires dans le polymère. Cette organisation va varier en fonction de la température du polymère. Dans le cas du semi-cristallin, les chaînes vont être ordonnées dans l'espace, alors que pour le cas amorphe les chaînes sont figées en désordre. Pour que le polymère soit cristallin, certaines conditions doivent être réunies : le monomère doit être réparti de façon régulière le long de la chaîne et dans l'espace (stéréorégularité), la chaîne doit être flexible et mobile et les conditions de refroidissement doivent être favorables (cinétique de refroidissement lente). Pour former ces chaînes, l'association des monomères peut être effectuée par polycondensation, polymérisation ou copolymérisation.

I.2.1.3 Poly-Éther-Éther-Cétone : PEEK

Le polyétheréthercétone, *polyetheretherketone* en anglais, est un homopolymère semi-cristallin, c'est-à-dire qu'il est le fruit d'un enchaînement d'unités constitutives identiques, sa formule chimique est représentée sur la Figure I.1. Il est obtenu par polycondensation (synthèse par substitution). En

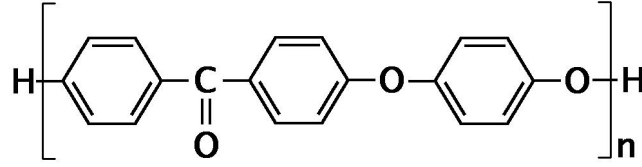


FIGURE I.1 – Formule chimique du PEEK

outre, le polymère formé peut contenir des tailles de macromolécules différentes. C'est pourquoi est définie une distribution de masse molaire moyenne en nombre (M_n , Équation I.1) et en poids (M_w Équation I.2) [77] :

$$M_n = \frac{\sum_i N_i \cdot M_i}{\sum_i N_i} \quad (\text{I.1})$$

$$M_w = \frac{\sum_i N_i \cdot M_i^2}{\sum_i N_i \cdot M_i} \quad (\text{I.2})$$

où N_i est le nombre total de molécules de masse M_i dans l'échantillon. Aussi l'indice de polydispersité I caractérise la largeur de la distribution :

$$I = \frac{M_w}{M_n} \quad (\text{I.3})$$

I.2.1.4 Fabrication : Synthèse par substitution

La Figure I.1 représente la formule chimique du PEEK. Celui-ci peut être obtenu par polycondensation via deux synthèses différentes : la substitution électrophile ou la substitution nucléophile [140].

Substitution électrophile Cette méthode consiste à créer des liaisons cétone par réaction de chlorures d'acides carboxyliques aromatiques. Cependant, elle est plus particulièrement utilisée pour les polymères à base de cétones qu'à base d'éthers [140].

Substitution nucléophile Ce moyen de fabrication est celui qui est le plus employé pour le PEEK, il s'agit d'une polymérisation, création de liaisons éther pour enchaîner les motifs par réaction entre le bisphénol et un composé aromatique fluoré, dans un solvant aprotique polaire [85, 140, 100].

La Figure I.2 représente la réaction chimique qui entraîne la formation du PEEK par substitution nucléophile. Dans cette équation nous avons, sur la partie gauche, l'hydroquinone, le 4,4'-difluorodiphényl cétone (composé aromatique fluoré) et le carbonate de potassium anhydre. Ces composants sont introduits dans le diphenylsulfone (DPS : solvant aprotique polaire) et chauffés à une température entre 200°C et 400°C selon la réaction souhaitée. Le résultat de cette réaction est la formation de PEEK, de fluorure de potassium, d'eau et de dioxyde de carbone sous forme gazeuse.

Défauts liés à la synthèse Les défauts peuvent intervenir durant la synthèse lors de l'association des monomères. Par exemple, il y a un risque de se retrouver avec une polycondensation tête à tête ou queue à queue (enchaînements irréguliers) qui conduisent à une altération des propriétés (cristallisation, mécanique) [100].

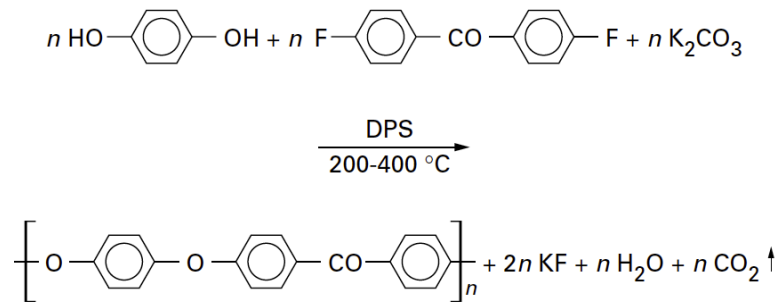


FIGURE I.2 – Schématisation de la réaction chimique pour la fabrication du PEEK par substitution nucléophile [140]

I.2.1.5 Microstructure : *partie amorphe / partie cristalline*

La microstructure du PEEK va influencer sur ses propriétés thermomécaniques, c'est pourquoi il est important de connaître sa composition et son évolution. Il est donc nécessaire de comprendre comment s'organisent les chaînes moléculaires pour former la partie cristalline du PEEK et les différences avec la partie amorphe.

Cristallisation La cristallinité est liée à la régularité de la structure, à la mobilité des chaînes, qui dépend de la rotation libre des liaisons simples entre les atomes constitutifs [60]. Elle dépend aussi de la nature du monomère, du système catalytique, de la cinétique réactionnelle (arrangement moléculaire) et de l'histoire rhéologique et thermocinétique du polymère : conditions de chauffage, mise en forme et vitesse de refroidissement.

La cristallinité du PEEK met en évidence deux populations distinctes d'organisation : la partie amorphe et la partie cristalline. La première reste en désordre sans aucune formation d'entités particulières. Tandis que la seconde a révélé des formes spécifiques tels que les lamelles ou les sphérolites. Les sphérolites (Figure I.3) sont formés par les lamelles dont l'épaisseur peut varier entre 1 nm et 4 nm et sont espacées de 10 nm. Le cristal du PEEK appartient au système cristallin orthorhombique (Figure I.4), les valeurs de a varient de 0,773 à 0,788 nm, celles de b de 0,584 à 0,594 nm et celles de c entre 0,988 à 1,007 nm [77, 144, 25].

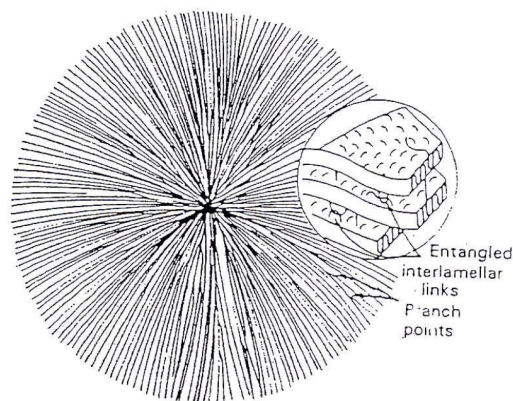


FIGURE I.3 – Schéma d'un sphérolite avec une vue rapprochée sur les lamelles [60]

Dans le tableau I.1 sont regroupés les ordres de grandeurs des éléments constituant la partie cristalline et amorphe. La cristallisation s'effectue en deux étapes principales : tout d'abord des points de nucléation (germination) qui permettent l'initiation de l'organisation des chaînes, puis une croissance de cette organisation permet la formation de cristaux. Une troisième étape, cristallisation secondaire, peut avoir lieu et tend à parfaire les cristaux précédemment formés.

Selon l'échelle considérée, les phénomènes de germination et de croissance peuvent être décrits par les

TABLEAU I.1 – Ordres de grandeurs des éléments constituant la partie cristalline et amorphe du PEEK

Ordre de grandeur	État cristallin	État amorphe
0,1 nm	une liaison dans la chaîne	une liaison dans la chaîne
0,1 nm - 2 nm	maille cristalline	-
10 nm	épaisseur des cristaux	rayon des pelotes statistiques
1 μm - 1 mm	rayon des sphérolites	-

principes thermodynamiques (échelle moléculaire) ou par la théorie globale de la cinétique de cristallisation (échelle macroscopique).

L'approche macroscopique de la cinétique de cristallisation seule sera détaillée ici.

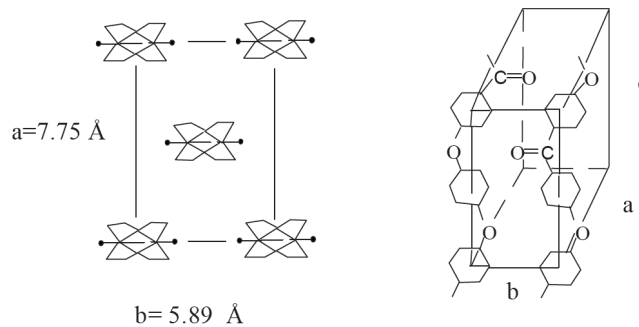


FIGURE I.4 – Structure orthorhombique cristalline du PEEK [77]

La cristallisation va dépendre de la température et de la vitesse de refroidissement. La cinétique de cristallisation isotherme a été formalisée par Avrami [14] avec l'équation générale suivante :

$$X(t) = 1 - \exp(-K_{AV} \cdot t^n) \quad (I.4)$$

avec $X(t)$ le taux de cristallinité relatif du polymère dépendant du temps, K_{AV} la constante de vitesse de cristallisation dépendant de la température, t le temps et n le coefficient d'Avrami. La constante de vitesse et le coefficient d'Avrami sont déterminés en traçant la courbe de cristallisation en fonction du temps sur une échelle log. Ainsi par régression linéaire du premier ordre il est possible de connaître K_{AV} et n .

La cinétique de cristallisation anisotherme a été formalisée par Ozawa [99] en reprenant l'équation d'Avrami en supposant une succession de paliers isothermes [124, 42, 37] :

$$X(t) = 1 - \exp\left(-\frac{K(T)}{\phi^n}\right) \quad (I.5)$$

avec $X(T)$ le taux de cristallinité relatif du polymère, $K(T)$ une fonction qui dépend de la température, ϕ la vitesse de refroidissement et n le coefficient d'Avrami.

De nombreuses études [124, 139, 54, 116, 71] ont permis de comprendre l'influence de la vitesse de refroidissement sur le taux de cristallinité (Figure I.5).

On constate que plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus le taux de cristallinité diminue.

I.2.1.6 Propriétés thermomécaniques : une matrice hautes performances aux caractéristiques aéronautiques

Le PEEK étant l'élément qui va varier le plus face à la température lors de son utilisation, il est important de connaître l'influence de la thermique sur ses propriétés thermomécaniques. De même que pour sa microstructure (poids moléculaires, taux de cristallinité) qui peut varier également et avoir une influence sur les propriétés macroscopiques.

Il est possible de voir l'influence de la température sur le module de rigidité longitudinale grâce à des essais de DMA (Dynamic Mechanical Analysis), en appliquant un effort à une fréquence fixe et une

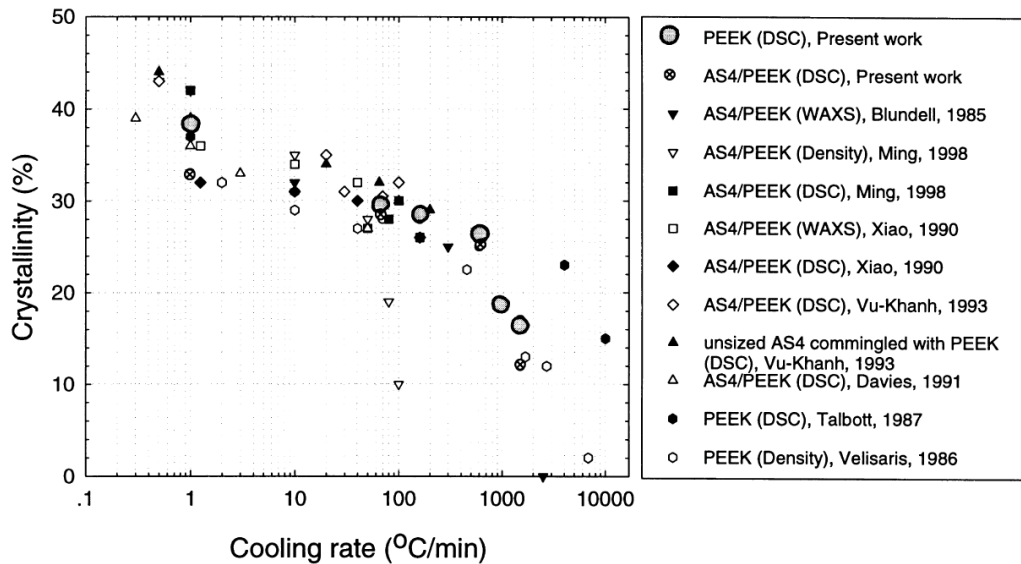


FIGURE I.5 – Résultats expérimentaux de différentes études : taux de cristallinité absolu du PEEK en fonction de la vitesse de refroidissement [54]

rampe de température. La Figure I.6 représente le comportement de polymères amorphes et cristallins avec une fréquence fixe pour une plage de température. Selon la microstructure du polymère, les propriétés du matériaux sont dépendantes de la température [18, 97]. La courbe est décomposable

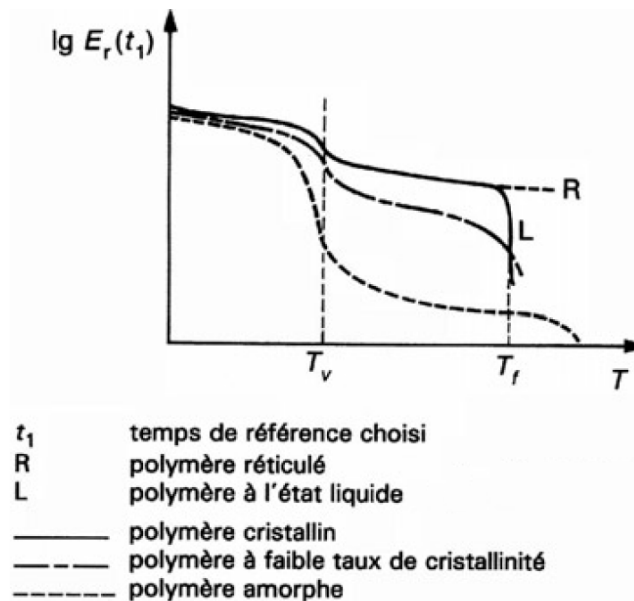


FIGURE I.6 – Influence de la température sur le module de relaxation pour les polymères [27]

en plusieurs domaines, représentés sur la Figure I.7, un domaine vitreux (a), une zone de transition (b), un plateau caoutchoutique (c), un domaine viscoélastique (d) et état fluide (e). En outre de la température, le poids moléculaire du polymère va changer le comportement du polymère en allongeant le plateau caoutchoutique. Cette évolution caractéristique peut être modélisée par l'équation suivante :

$$E = (E_1 - E_2) \cdot \exp \left[- \left(\frac{T}{T_1} \right)^{m_1} \right] + (E_2 - E_3) \cdot \exp \left[- \left(\frac{T}{T_2} \right)^{m_2} \right] + E_3 \cdot \exp \left[- \left(\frac{T}{T_3} \right)^{m_3} \right] \quad (I.6)$$

avec E_1 le module d'élasticité longitudinale du polymère dans les basses températures ($T < T_v$), E_2 dans le domaine vitreux, E_3 pour le plateau caoutchoutique, T_1 est la température de transition entre basse température et domaine vitreux, T_2 est la température de transition vitreuse, T_3 la température

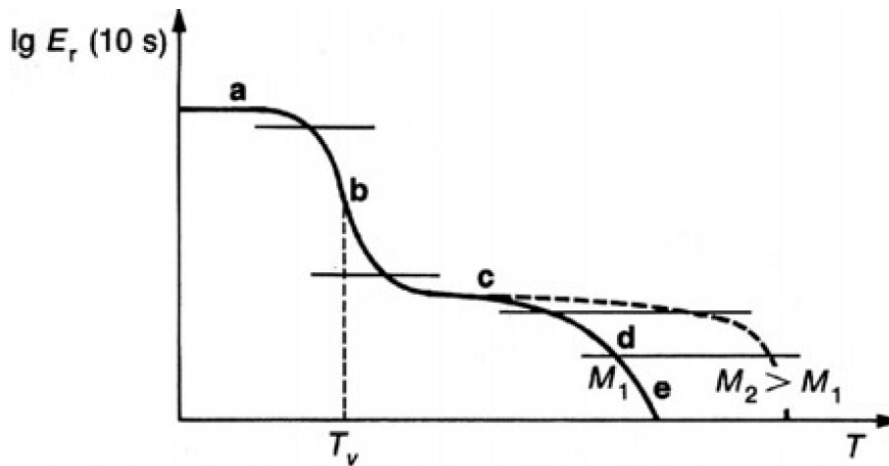


FIGURE I.7 – Influence du poids moléculaire sur le module de relaxation pour un polymère thermo-plastique [27]

de transition caoutchoutique, le module m_1 correspond à un module de Weibull relatif à la magnitude de relaxation, m_2 est un coefficient de Weibull relatif au plateau vitreux, et m_3 représente les caractéristiques intrinsèques du polymère et son histoire thermique. Ces trois derniers coefficients sont déterminés par optimisation de la loi en prenant les données expérimentales issues des essais de DMA. Il s'ensuit que les essais de traction sur le PEEK peuvent être décomposés en trois catégories dont les courbes sont illustrées sur la Figure I.8, avec R le point de rupture, SEB le seuil d'écoulement bas et SEH le seuil d'écoulement haut. Pour des températures allant jusqu'à une température critique inférieure à la température de transition vitreuse (T_v sur les figures), le comportement du polymère est du type de la courbe a, pour une gamme allant de cette température critique à la température de transition vitreuse la réponse est du type b, et pour les températures supérieures jusqu'à la température de fusion (T_f), le comportement de type c est observé.

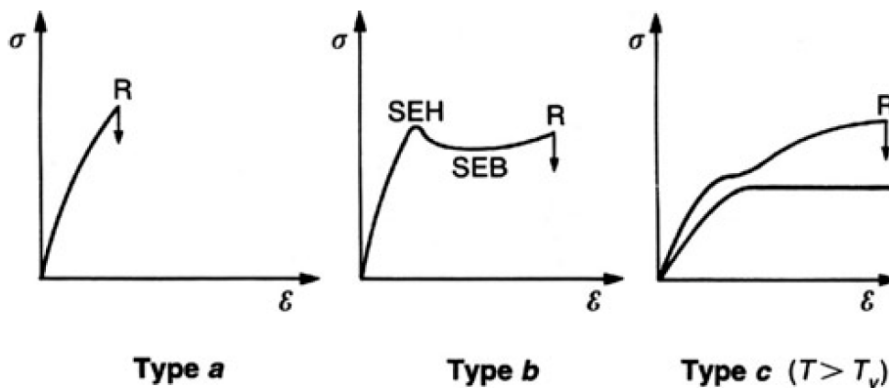


FIGURE I.8 – Influence de la température sur le module de relaxation [27]

Le taux de cristallinité va aussi influencer sur le comportement du polymère [130], aussi sur la Figure I.9 on peut constater que plus la vitesse de refroidissement est élevée et plus le comportement mécanique en traction suit celui d'un polymère amorphe (passage d'un comportement ductile à un comportement fragile), ceci est en accord avec la Figure I.5 qui indique que le taux de cristallinité chute lorsque la vitesse de refroidissement augmente.

I.2.2 Renforts : fibres de carbone

Les fibres de carbone sont des matériaux couramment usités dans le domaine aéronautique car elles ont une densité plus faibles et des performances mécaniques comparables à celle de l'acier, voir Tableau I.3. Elles sont également de plus en plus utilisées dans le domaine automobile [46]. De plus

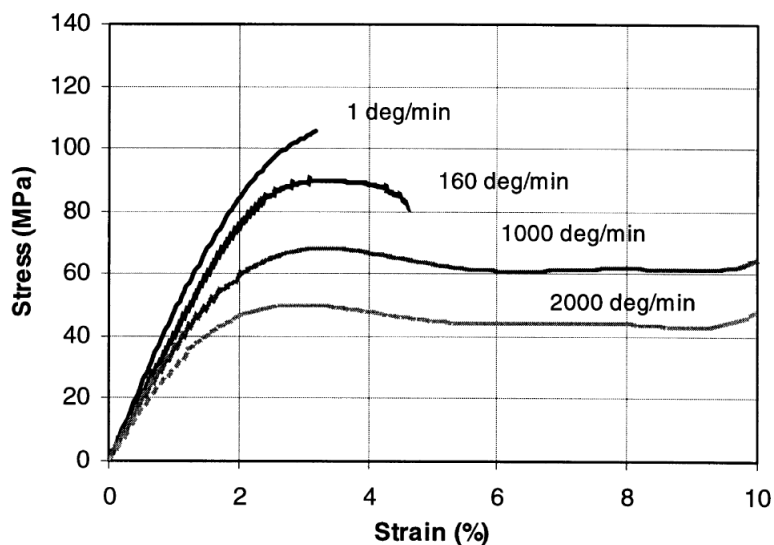


FIGURE I.9 – Courbes de contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses de refroidissement [54]

leur coût décroît, ce qui permet de diversifier les applications. La Figure I.10 représente l'évolution de la demande mondiale des fibres de carbone en tonnes par secteur d'activité.

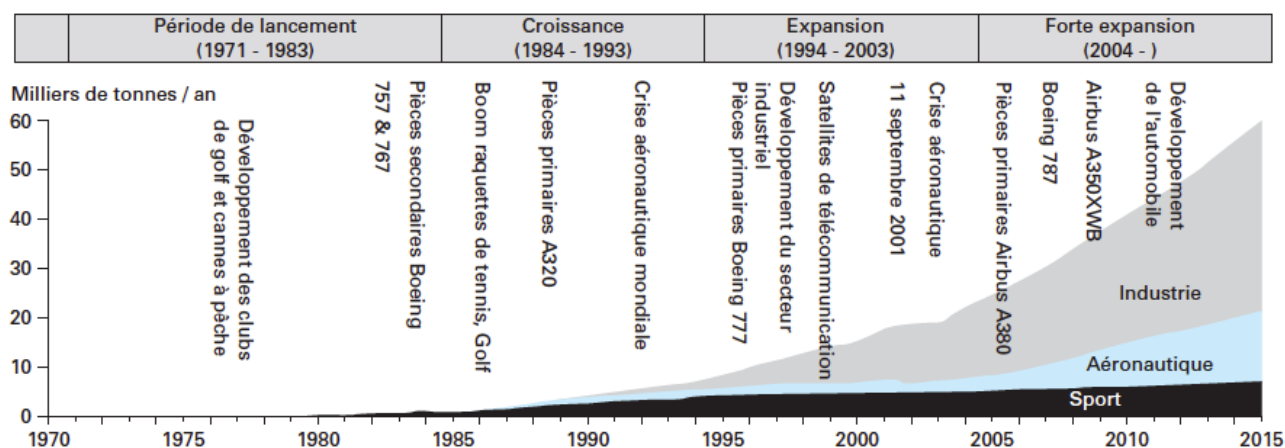


FIGURE I.10 – Évolution de la demande mondiale de fibres de carbone [46]

I.2.2.1 Fabrication : *carbonisation* / *graphitisation*

Les fibres de carbone proviennent de différents précurseurs (Rayonne, brai, polyacrolonitrile : PAN) qui vont influencer leurs caractéristiques et leurs propriétés. Par exemple, les fibres de rayonne et de brai donneront des fibres de carbone pour un usage thermique, tandis que le brai de mésophase et les mèches de PAN orientent vers une application de renfort [46].

Le brai est issu de résidus de houille et de pétrole, c'est un mélange d'hydrocarbures aromatiques. L'obtention de brai mésophase est effectuée grâce à des réactions de condensation par traitement thermique de brais isotropes sous atmosphère inerte (élimination des produits volatils, barbotage de gaz inerte, distillation, ou hydrogénation). Le filage du brai mésophase permet d'obtenir des fibres de carbone, en respectant une température de filage relativement faible (350°C à 450°C) et une fraction de mésophase assez importante pour permettre d'atteindre des propriétés élevées. Il s'ensuit une oxydation des fibres de brai mésophase entre 150°C et 250°C (beaucoup plus rapide que pour les fibres de PAN). Une fois les fibres infusibles, une carbonisation et une graphitisation sont effectuées, elles sont réalisées dans des conditions semblables à celle du PAN. La carbonisation se fait sous gaz inerte

jusqu'à des températures de l'ordre de 1500°C. La carbonisation peut être suivie d'une graphitisation en élevant la température au-delà de 2000°C pour obtenir un module de traction plus élevé. Les fibres de PAN sont obtenues par polymérisation et filage des fibres acryliques à usage textile par voie solvant et coagulation en milieu solvant/non solvant. Différents comonomères sont utilisés (acrylate ou méthacrylate de méthyle), et vont favoriser la stabilisation du précurseur lors de la carbonisation ou éviter la fusion des monofilaments. Il existe une grande diversité dans les taux de comonomères utilisés, ainsi que les solvants ou solutions coagulantes. Ces derniers vont déterminer la pureté du PAN (stabilité thermique). L'ensemble du procédé de fabrication de fibres de carbone à partir de mèches de PAN est présenté sur la Figure I.11.

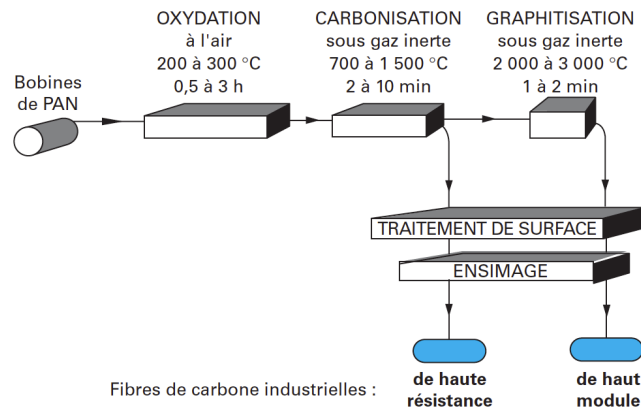


FIGURE I.11 – Principe du procédé de fabrication des fibres de carbone [46]

L'oxydation du PAN se fait sous air dans un four à température régulée entre 200°C et 300°C pendant une durée qui varie entre 30 min et 3 h, c'est une réaction fortement exothermique (d'où la régulation rigoureuse pour éviter la fusion des monofilaments). À la suite de cette étape, une carbonisation sous azote est faite entre 700°C et 1500°C pendant un temps de 2 min à 10 min, une fibre « haute résistance » (HR) est ainsi obtenue. Une augmentation de la température (2000°C à 3000°C) permet une graphitisation des fibres carbonisées sous gaz inerte pendant quelques minutes, une fibre « haut module » (HM) est ainsi créée.

Une fois les étapes de fabrication terminées, il est courant de réaliser un traitement de surface, car pour une utilisation de renforcement, le carbone va devoir réagir avec un autre matériau. Les fibres de carbone ont une mauvaise adhérence, c'est pourquoi il est nécessaire d'avoir recours à une attaque de la surface (physiquement : augmentation de la rugosité) ou une oxydation (chimiquement : création de fonctions chimiques polaires). Cependant la pratique la plus étendue reste l'oxydation électrolytique qui est plus facile à contrôler et utilisable en continu. Néanmoins ces traitements entraînent une fragilisation et une incorporation de défauts non négligeables sur la fibre (dégradation de la résistance en traction). Une technique d'ensimage est très souvent usitée pour lier les monofilaments d'une mèche et améliorer la résistance au frottement, pour faciliter les opérations d'enroulement, de tissage et de préimprégnation. Les composants de l'ensimage ne doivent pas interférer dans l'adhérence entre la matrice et la fibre, c'est pourquoi il est très important de bien choisir ceux-ci.

Les fibres provenant du brai sont difficiles à produire et la qualité du précurseur est difficile à maintenir. De plus, le filage à partir de ce composant est une opération délicate. Le PAN est issu de l'industrie textile et permet donc des productions plus importantes tout en assurant un haut degré de fiabilité. C'est pourquoi ce type de fibre est le plus répandu chez les fabricants.

I.2.2.2 Propriétés thermomécaniques : un renfort « aéronautique »

Les propriétés thermiques et mécaniques détaillées ci-après traitent des fibres de carbone HM (Torayca M 40 J) et HR (Torayca T 300), issues de PAN, ayant des caractéristiques représentatives de leur catégorie, comparées à l'acier.

Propriétés thermiques Les propriétés thermiques principales des matériaux retenus sont regroupées dans le tableau I.2.

La Figure I.12 représente la perte de masse des fibres de carbone à 375°C sous air (tenue à l'oxydation) obtenue par thermogravimétrie (mesure de la masse pendant une élévation de la température en présence d'oxygène). Les fibres de carbone sont de nature sensibles aux agents oxydants, aussi les fibres graphitées sont plus résistantes à l'oxydation que les fibres carbonisées.

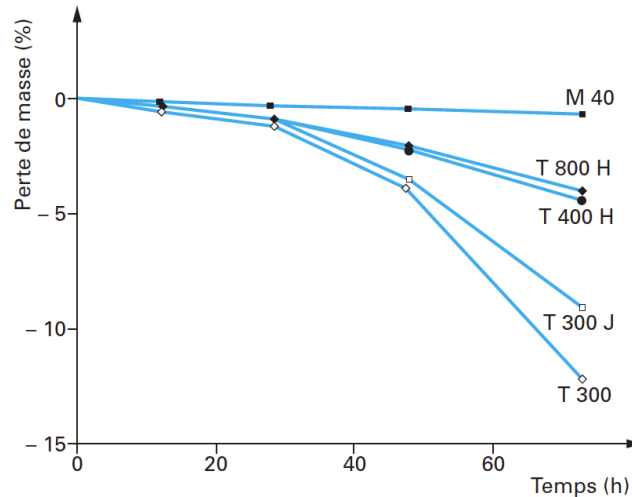


FIGURE I.12 – Tenue à l'oxydation de fibres de carbone désensimées sous air à 375°C [46]

TABLEAU I.2 – Comparaison des propriétés thermiques des fibres de carbone HM, HT avec l'acier

Types de fibres de carbone	HM	HR	Acier
Conductivité thermique longitudinale ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	40	6,3	7,85
Conductivité thermique transversale ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	1,2	0,7	7,85
Coefficient de dilatation thermique volumique longitudinale ($10^{-6} K^{-1}$)	0	0,3	12
Coefficient de dilatation thermique volumique transversale ($10^{-6} K^{-1}$)	34	36	12

Propriétés mécaniques La Figure I.13 représente le module d'Young et la contrainte à rupture en traction des fibres de carbone provenant du PAN et du brai mésophase (mésophase pitch sur la Figure I.13) en fonction de la température à laquelle elles ont été carbonisées puis graphitisées.

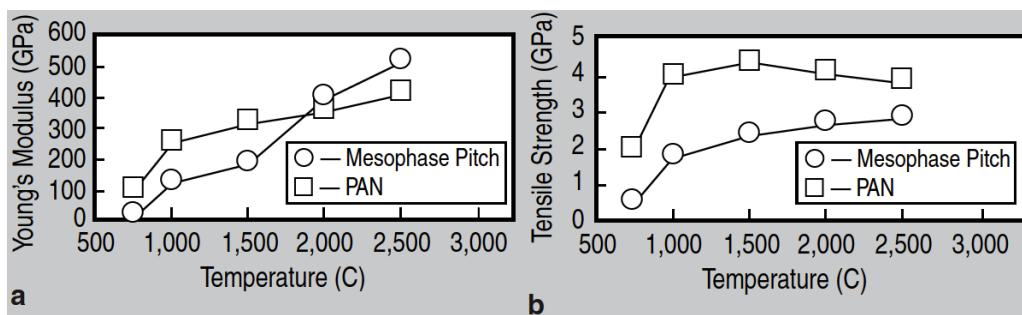


FIGURE I.13 – Module d'Young (a) et contrainte à rupture en traction (b) pour les fibres de carbone provenant de PAN ou de brai de mésophase [88]

Seules les caractéristiques de la fibre de carbone issue du traitement du PAN sont évoquées dans la suite du rapport. Le tableau I.3 recense les valeurs des caractéristiques mécaniques des fibres HM et HR en comparaison avec l'acier.

TABLEAU I.3 – Comparaison des propriétés mécaniques des fibres de carbone HM, HT avec l'acier

Types de fibres de carbone	HM	HR	Acier
Densité (g/cm^3)	1,77	1,76	7,85
Module d'Young longitudinal (GPa)	377	230	210
Contrainte à rupture longitudinale (MPa)	4410	3530	276 - 1882
Allongement à rupture longitudinale (%)	1,2	1,5	10 - 32

I.2.3 Composite : matrice PEEK renforcée de fibres de carbone

I.2.3.1 Longueur de fibres : facteur déterminant

Les thermoplastiques non-renforcés sont la plupart du temps utilisés dans les applications de roulement sans charge. L'ajout de fibres continues dans ces matrices a permis d'augmenter considérablement les performances mécaniques des matériaux, remplaçant des pièces de structures primaires dans les avions. Afin de combler l'écart de propriétés mécaniques entre ces deux types de matériaux, les composites à fibres courtes ont été développés. L'influence de la longueur de fibres sur les propriétés mécaniques telles que le module d'Young ou la contrainte à rupture est développée dans le chapitre IV. De plus, ces matériaux permettent une mise en œuvre pour des pièces à géométries complexes, chose difficile pour les stratifiés. Ces matériaux se transforment majoritairement par moulage par injection.

I.2.3.2 Fabrication : granulés (compounds)

Le matériau utilisé pour l'injection de thermoplastiques renforcés est sous forme de granulés (compounds). Les granulés sont fabriqués par compoundage (extrusion), le schéma de la fabrication de compounds est représenté sur la Figure I.14. Des granulés de thermoplastique vierges sont chauffés et mélangés avec des charges, adjuvants et renforts dans une extrudeuse baxis. À la sortie de celle-ci, ils sont refroidis à l'eau puis séchés à l'air pour enfin passer dans un granulateur qui se charge de découper le jonc en granulés. La suite de la ligne sert au triage et au conditionnement des granulés.

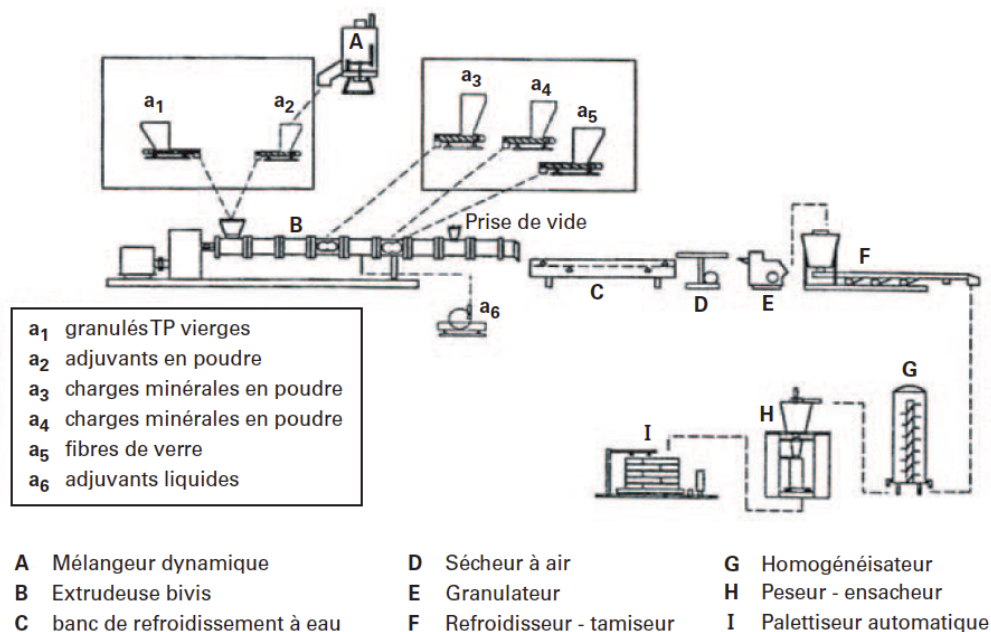


FIGURE I.14 – Schéma de fabrication de compounds avec adjuvants, charges et fibres courtes de verre [86]

I.2.3.3 Microstructure : *transcristallinité, interaction PEEK/C*

La présence de fibres de carbone dans une matrice PEEK a des effets notables sur la cristallisation de celle-ci lors de la mise en œuvre. Effectivement, il y a formation d'une interface entre ces deux matériaux, qui, selon l'échelle, peut être prise en compte comme une troisième phase (interphase) appelé « transcristallinité » [28, 62, 87, 54, 69, 153, 39, 108].

La cristallisation générale qui a lieu dans ce matériau composite a la même évolution macroscopique que pour le polymère pur. Le phénomène de transcristallisation est dû au fait que les fibres de carbone vont agir comme étant des agents nucléants (points de départ des sphérolites). La fibre étant droite, le seul moyen de croissance pour les lamelles est d'évoluer dans le sens perpendiculaire à la fibre. Le schéma de la Figure I.15 représente la formation des lamelles par les molécules puis la formation des sphérolites le long de la fibre. La photographie sur la Figure I.16 montre la cristallisation isotherme d'un film de PEEK en présence de fibres de carbone à 300°C. On peut y constater la croissance perpendiculaire des lamelles par rapport à la fibre ainsi que les fronts de rencontre des cristallites.

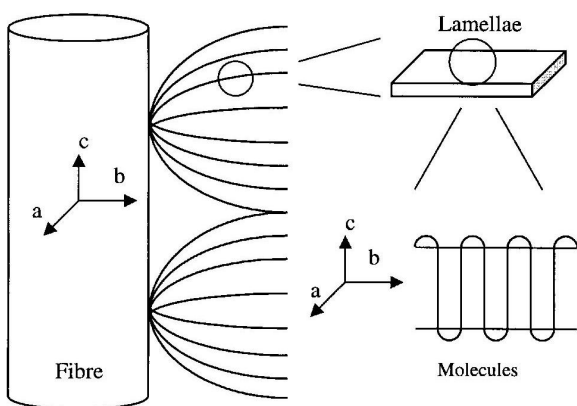


FIGURE I.15 – Schéma de formation de la zone transcristalline dans un composite PEEK renforcé de fibres de carbone [54]

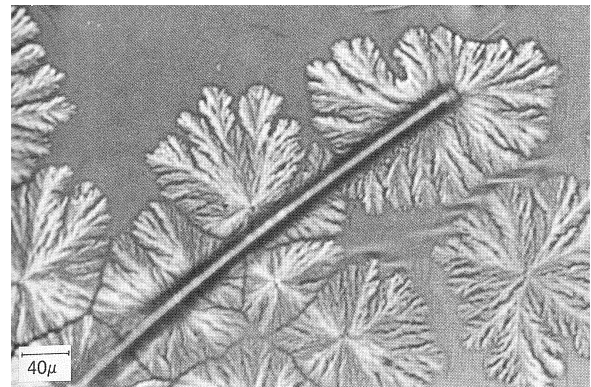


FIGURE I.16 – Photographie optique des premiers instants de la cristallisation isotherme (300°C) d'un film de PEEK en présence de fibres de carbone [120]

Les propriétés mécaniques macroscopiques du composite et leur caractérisation sont développées dans le chapitre II.

I.2.4 Mise en œuvre : *moulage par injection*

I.2.4.1 Mise en œuvre de composite à fibres courtes

Le principe de mise en œuvre des composites à fibres courtes est tout d'abord le chauffage du thermoplastique renforcé pour avoir une forme liquide moulable. Il s'ensuit une mise en forme suivie d'un refroidissement jusqu'à une température inférieure à celle de la solidification, et enfin, une éjection de la pièce formée.

Il existe quatre principaux types de mise en œuvre de composite à fibres courtes :

- moulage par injection : procédé de l'étude, il est développé ci-après ;
- moulage par compression : utilisé couramment pour les thermodurcissables, les parois chauffées d'un moule fixé sur une presse permettent de mettre en œuvre des granulés.
- moulage par estampage : procédé rapide pour les thermoplastiques renforcés de mats de verre ou de carbone (SMC). Le matériau est le plus souvent chauffé par infrarouge et déplacé sous une presse. Un moule et un poinçon permettent de mettre en forme la feuille de composite.
- extrusion : le matériau placé dans une extrudeuse est chauffé dans un fourreau. Sous une pression constante la matière sort à travers une filière pour lui donner une forme de profilé.

Les avantages du moulage par injection sont qu'il permet des cadences de fabrication élevée et de réaliser des pièces de formes complexes (bords saillants, cavités) tout en respectant les tolérances dimensionnelles. Cependant, le moule est assez onéreux ce qui s'amortit par les cadences de fabrication

élevées. De plus, plus la pièce à fabriquer est grande plus le moule est cher. Étant dans un projet visant à produire de petites pièces semi-structurales pour l'aéronautique, ce procédé a été choisi.

I.2.4.2 Moulage par injection

Le moulage par injection consiste à déposer de la matière (sous forme de granulés) dans une trémie, à la fondre dans un fourreau, et à homogénéiser le mélange obtenu grâce à une vis. Une fois que le dosage de matière est effectué, elle est forcée par translation de la vis dans un moule. Lorsque la cavité est remplie, la matière refroidit dans le moule tout en étant maintenue sous pression. Après un certain temps de refroidissement, la pièce est éjectée par ouverture du moule, récupérée et stockée.

Le procédé peut être généralement décomposé en quatre phases principales : la plastification (ou le dosage), l'injection, la phase de maintien / refroidissement et l'éjection. Ces phases seront détaillées par la suite dans la sous-section I.2.4.3.

La Figure I.17 représente une presse à injecter, il est possible de voir que l'outil de fabrication se décompose en deux unités principales : l'unité d'injection et l'unité de verrouillage. La première est en rapport direct avec la matière et sa transformation (chiffres en gras), tandis que la deuxième est dédiée uniquement à la fermeture et à l'ouverture du moule (chiffres entourés). La nomenclature est explicitée dans le Tableau I.4.

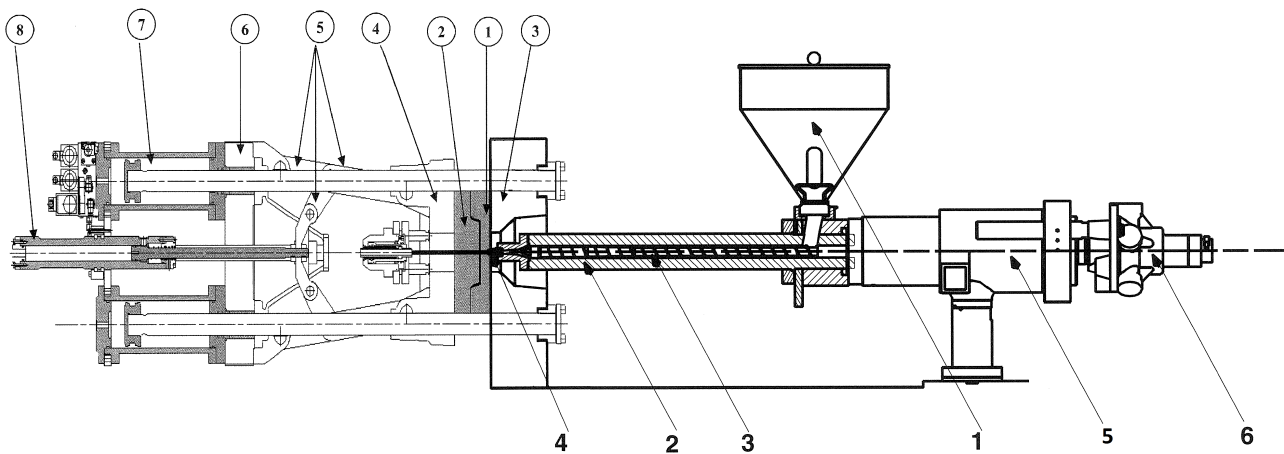


FIGURE I.17 – Schéma d'un presse à injecter inspiré de la documentation de la presse à injecter DK

TABLEAU I.4 – Nomenclature de la Figure I.17

	<i>Unité d'injection</i>		<i>Unité de serrage</i>
1	trémie	①	partie fixe du moule
2	fourreau	②	partie mobile du moule
3	vis d'injection	③	plateau fixe porte-moule
4	buse	④	plateau mobile
5	vérin d'injection	⑤	genouillère
6	moteur de rotation de la vis	⑥	sommier
-	-	⑦	vérin de verrouillage
-	-	⑧	vérin de genouillère

I.2.4.3 Étapes : *plastification, injection, refroidissement, éjection*

Cette sous-section décrit la mise en œuvre des thermoplastiques à fibres courtes par le procédé de moulage par injection. En décomposant celui-ci en cinq phases distinctes (étuvage, plastification, injection, refroidissement, éjection), il est possible de comprendre quels paramètres sont importants pour chacune des phases, et quels problèmes peuvent intervenir durant celles-ci.

Étuvage / Séchage Cette première « étape » sert à préparer la matière avant d’être mise en forme. La matière est séchée pour éliminer toute trace d’humidité.

Plastification / Dosage La matière est tout d’abord déposée dans une trémie, est fondue progressivement dans un ensemble vis-fourreau en amont du moule et est homogénéisée par compression - cisaillement grâce à la vis sans fin qui est mise en rotation. Ainsi, le matériau est chauffé par conduction thermique grâce aux éléments chauffants situés le long du fourreau, et par frottement mécanique par l’intermédiaire de la vis. La rotation et le filetage de la vis vont provoquer le déplacement vers l’avant de la matière fondue.

Durant cette phase, les paramètres de la machine qui vont intervenir vont être principalement :

- *contre-pression* : la contre-pression permet de résister au recul de la vis pendant l’étape de plastification. Trop élevée, elle augmente le frottement interne de la matière et l’efficacité de la fusion. Elle influence les propriétés d’écoulement et les qualités de pièces (granulés infondus ou dégradés) pour les polymères semi-cristallins.
- *vitesse de dosage (rotation de la vis)* : l’augmentation de la vitesse de dosage (tr/min) permet de plastifier la matière plus rapidement, l’inconvénient est de laisser des granulés infondus. La vitesse de rotation de la vis dépend de son diamètre, de la durée du cycle et du matériau.
- *température du fourreau* : cette température est fonction de la quantité de matière nécessaire pour le dosage, de l’écoulement de la matière que l’on désire avoir (viscosité) et de l’épaisseur du moule. Une température élevée est nécessaire pour des pièces difficiles à remplir, cependant il peut y avoir dégradation de la matière à injecter surtout s’il y a un temps de séjour trop long.
- *taux de compression / cisaillement (choix de vis)* : l’augmentation du taux de compression va favoriser l’homogénéisation du matériau fondu pendant la phase de plastification, mais peut entraîner des diminutions conséquentes des longueurs de fibre.
- *course de dosage* : la course est en général comprise entre 20% et 80% de la course maximale possible.

Problèmes liés à la phase de plastification

Le problème majeur, qui entraîne des variations de propriétés mécaniques lors du dosage, est la rupture des fibres lorsqu’elles passent dans la zone de compression de la vis. En effet, le profil de la vis (qui détermine son taux de compression) influe grandement sur le pourcentage de fibres endommagées. C’est pourquoi pour des compounds à fibres longues, le taux de compression de la vis devra être plus faible que pour des compounds à fibres courtes, et ceci pour le même matériau. Ce paramètre est la plupart du temps donné par les fournisseurs de compounds dans leurs documentations.

Injection Lorsqu’il y a assez de matière dosée, la vis est translaturée, injectant ainsi la matière fondue dans le moule au travers du seuil d’injection. Comme pour la phase de plastification, on peut déterminer les paramètres principaux influant :

- *Température d’injection (matière)* : une température faible de fusion aura pour effet d’augmenter la viscosité du matériau, tandis qu’une température de fusion élevée aura tendance à la diminuer mais pour un temps de séjour trop important, la matière va commencer à se dégrader.
- *vitesse d’injection* : la vitesse d’injection permet de pouvoir commander l’injection et contrôler la pression en bout de vis. La qualité de surface et les contraintes résiduelles des pièces injectées sont affectées par cette vitesse. La vitesse pilote la viscosité du matériau et est dépendante de l’épaisseur de la pièce.
- *température du moule* : la température du moule va influencer sur le temps du cycle (1°C en plus implique 2% de temps de cycle en plus). Cette température va influencer aussi sur le degré de cristallinité (et la taille du cristal), les contraintes résiduelles, les défauts de surface et sur le retrait. Une température de moule élevée est souvent bénéfique pour les pièces, par contre le temps de cycle augmente car il y a un allongement du temps de refroidissement, la pièce devant être refroidie uniformément (de la même façon sur toutes les faces). Le refroidissement d’une pièce plastique combine un refroidissement très rapide à un refroidissement presque isotherme quand on s’approche de la température du moule.

- *point de commutation* : le point de commutation est le moment où l'injection n'est plus régulée en vitesse d'injection mais en pression de maintien. Ce point peut être basé sur une longueur de déplacement de vis (commutation en course), un temps d'injection, la pression hydraulique du système ou la pression à l'intérieur du moule. Ce point est particulièrement important pour les pièces épaisses sous peine d'avoir des problèmes d'exactitude dimensionnelle, de retassures ou de bavures. Une commutation précoce correspond à un sous-dosage (compensée par la pression de maintien) et entraîne souvent des incomplets. Une commutation tardive correspond à un surdosage et entraîne des phénomènes de bavures. Une commutation appropriée est réalisée lorsque 95% du moule est rempli (pour les pièces épaisses), sinon le moule doit être rempli complètement en injection dynamique (pour les pièces minces (<1 mm)).

Problèmes liés à la phase d'injection

Les problèmes les plus fréquents rencontrés lors de la phase d'injection sont les lignes de soudure dues à un changement de section ou à un obstacle et le « jet libre » qui est du à un mauvais dimensionnement ou positionnement de la taille du seuil par rapport à l'épaisseur du moule.

Maintien / Refroidissement Lorsque la cavité du moule est remplie, une pression de maintien est appliquée par la vis et il y a refroidissement de la matière. Cette étape de la fabrication est pilotée par :

- *température du moule* : comme décrit précédemment, une augmentation de la température du moule va augmenter le temps de refroidissement.
- *pression de maintien* : la pression de maintien sert à compenser le retrait de la masse dû au refroidissement de celle-ci. Durant le maintien la vis se déplace légèrement vers le moule pour assurer un complément de remplissage. La quantité de matière restant entre la vis et la buse après le maintien est appelée matelas. Lors de la fabrication de pièces en série, le matelas est un bon indice de la constance de fabrication. Il est recommandé d'avoir une pression de maintien de l'ordre de 40% à 80% de la pression d'injection maximale. Si la pression de maintien est trop faible et le moule trop chaud, il peut y avoir des problèmes de cristallisation dits « en forme de doigt », des retassures ou des dimensions de pièces non respectées.
- *temps de maintien* : le temps de maintien varie en fonction de l'épaisseur de la pièce, aussi pour des pièces de 2 mm à 6 mm le temps de maintien est de l'ordre de plusieurs dizaines de secondes. Le temps de maintien devient inefficace lorsque le seuil a totalement gelé. Le temps de maintien optimum peut être déterminé en traçant la courbe du poids de la pièce en fonction du temps de maintien. Lorsque le poids ne varie plus, le temps de maintien optimum est atteint.
- *temps de refroidissement* : le temps de refroidissement dépend du matériau utilisé pour atteindre les dimensions, propriétés désirées. Un temps de refroidissement long augmente la taille des cristaux, ce qui est bénéfique pour les propriétés en traction. Cette phase est la plus longue dans le cycle d'injection.

Problèmes liés à la phase de maintien / refroidissement

Les problèmes les plus importants durant cette phase sont les retassures, l'apparition de contraintes internes importantes, une cristallisation très fortement hétérogène et les dimensions qui ne sont pas respectées.

Éjection Après le temps de refroidissement, qui permet de s'assurer que la pièce a une bonne rigidité pour pouvoir être démoulée, la pièce est éjectée. Le principal et le seul paramètre est :

- *Température d'éjection* : la température d'éjection est la température à laquelle on estime que la pièce injectée ne subira pas de déformation importante lors de son éjection.

Problème lié à la phase d'éjection

Le problème principal lors de l'éjection d'une pièce moulée est une mauvaise température d'éjection (température trop élevée qui entraîne la ruine de la pièce lors de sa manipulation).

Autres paramètres En effet d'autres paramètres sont à prendre en compte pour assurer un moulage par injection optimum tels que les caractéristiques du matériau (séchage, taux de rebroyé, comportement « pression - volume - température », viscosité, etc.) et les paramètres du moule (longueurs de canaux, nombre de points d'injection, emplacement et types de points d'injection).

Dans l'étude, ces paramètres sont fixés de part les moyens expérimentaux disponibles (presse à injecter, vis, moule...) ou par hypothèse d'influence négligeable (caractéristiques matériaux).

I.3 Matériaux et procédé de l'étude

L'utilisation et les propriétés induites des matériaux de l'étude sont détaillées dans cette section. Il s'agit de deux grades de PEEK renforcé à 40% en masse de fibres courtes de carbone haut module.

I.3.1 Victrex® : PEEK™ 90HMF40

I.3.1.1 Mise en œuvre recommandée : *paramètres de fabrication*

Le matériau utilisé est le PEEK™ 90HMF40 de Victrex®, correspondant probablement à des granulés de 90G de Victrex® auxquels a été ajouté (par extrusion) 40% en masse de fibres courtes de carbone HM. Les paramètres d'injection recommandés par le fournisseur sont regroupés dans le Tableau I.5.

TABLEAU I.5 – Tableau des paramètres d'injection recommandés par Victrex® pour le 90HMF40

Paramètres	Valeurs conseillées
<i>Température et temps de séchage</i>	3h à 150°C / 5h à 120°C
<i>Température de la trémie</i>	< 100°C
<i>Profil de température dans le fourreau</i>	365°C / 370°C / 375°C / 380°C / 385°C
<i>Température de moule</i>	190°C / 200°C (maximum 250°C)
<i>Canaux</i>	filière / buse d'injection > 3 mm
<i>Seuil d'injection</i>	> 2 mm ou 0,5 x épaisseur de la pièce

La température et le temps de séchage servent à supprimer toute trace d'humidité dans les granulés afin d'éviter la formation de cavités (porosités) dans les pièces injectées. La température de la trémie doit être inférieure à 100°C afin de ne pas commencer à fondre les granulés dans la trémie, ce qui les empêcherait d'entrer dans le fourreau. La température du fourreau doit être progressive, plus « faible » à l'entrée du fourreau qu'à la sortie, pour permettre une bonne homogénéisation du matériau à l'état fondu avant l'injection au niveau de la buse d'injection. La température de moule doit être inférieure à 250°C pour satisfaire les tolérances dimensionnelles, au delà de celle-ci, la pièce n'est pas figée. La grandeur des canaux est supérieure à 3 mm pour éviter des problèmes de rupture de fibres lors de l'injection. La taille du seuil doit être supérieure à l'épaisseur de la pièce pour éviter les phénomènes de jet libre dans le moule [147].

I.3.1.2 Données fabricant : *propriétés mécaniques*

Les propriétés du matériau sont données, Tableau I.6.

I.3.2 Lati® : LarPeek™10K/40HM

I.3.2.1 Mise en œuvre recommandée : *paramètres de fabrication*

Le matériau utilisé est issu d'un lot de LarPeek™10K/40HM délivré par Lati®, comportant une résine 1000G de Lati® chargée de 40% en masse de fibres courtes de carbone HM. Les paramètres d'injection recommandés par le fournisseur sont regroupés dans le Tableau I.7.

Ces recommandations sont faites pour les mêmes raisons explicitées que pour le matériau précédent.

TABLEAU I.6 – Tableau des propriétés induites pour le PEEKTM 90HMF40 à 23°C (fiche matériaux de Victrex[®])

Propriétés	Valeurs	Méthode
<i>Densité (g/cm³)</i>	1,45	ISO 1183 [5]
<i>Température de transition vitreuse (°C)</i>	143	ISO 11357 [6]
<i>Température de fusion (°C)</i>	343	ISO 11357 [6]
<i>Module d'Young en traction (GPa)</i>	45	ISO 527 [8]
<i>Contrainte à rupture en traction (MPa)</i>	330	ISO 527 [8]
<i>Déformation à rupture en traction (%)</i>	1,2	ISO 527 [8]

TABLEAU I.7 – Tableau des paramètres d'injection recommandés par Lati[®] pour le 10K/40HM

Paramètres	Valeurs conseillées
<i>Température et temps de séchage</i>	> 3h à 120°C / 150°C
<i>Profil de température dans le fourreau</i>	370°C / 400°C
<i>Température de moule</i>	170°C / 200°C

I.3.2.2 Données fabricant : propriétés mécaniques

En plus des conditions de fabrication, les propriétés du matériau sont données, Tableau I.8 :

TABLEAU I.8 – Tableau des propriétés induites pour le LarPeekTM 10K/40HM à 23°C (fiche matériaux de Lati[®])

Propriétés	Valeurs	Méthode
<i>Densité (g/cm³)</i>	1,47	ISO 1183 [5]
<i>Module d'Young en traction (GPa)</i>	39,5	ISO 527 [8]
<i>Contrainte à rupture en traction (MPa)</i>	210	ISO 527 [8]
<i>Déformation à rupture en traction (%)</i>	0,7	ISO 527 [8]

I.3.3 Fabrication

La presse à injecter utilisée est une DK 65/160 de DK-Technologies, Figure I.18, elle est située à l'École des Mines d'Albi-Carmaux dans le laboratoire Institut Clément Ader.



FIGURE I.18 – Photographie de la presse à injecter utilisée pour la fabrication des éprouvettes

La vis dont dispose le laboratoire a un diamètre de 28 mm. D'après la documentation constructeur, pour ce diamètre, une pression de 80 bars hydraulique exerce une pression équivalente de 800 bars

sur la matière (soit environ 80 MPa). Cette information est de premier ordre pour la fabrication des éprouvettes pour respecter le plan d'expériences.

Le moule est chauffé par cartouches chauffantes qui sont régulées par des potentiomètres. Celui-ci est équipé de capteurs de pression et de température, ce qui permet de contrôler les étapes de fabrication.

I.4 Caractérisation des propriétés microstructurales

Cette section comporte la description des différentes caractérisations microstructurales réalisées sur les matériaux de l'étude. L'analyse quant à l'influence des paramètres du procédé sur les résultats est exposée et discutée dans le chapitre III.

I.4.1 Densité : double pesée / pycnomètre à hélium

Pour caractériser la densité du matériau, deux dispositifs peuvent être utilisés : la double pesée (pesée hydrostatique) et le pycnomètre à hélium.

I.4.1.1 Double pesée : pesée hydrostatique

Le dispositif de pesée hydrostatique, Figure I.19, consiste à effectuer une mesure de masse dans l'air et dans l'eau, conformément à la norme NF EN ISO 1183-1 [5]. La masse volumique du matériau



FIGURE I.19 – Dispositif pour la mesure de densité par double pesée

(ρ en g/cm^3) est donc déterminée par l'équation I.7, en prenant ρ_{eau} la masse volumique de l'eau, m_{air} la masse apparente de l'échantillon dans l'air (en g) et m_{eau} la masse apparente de l'échantillon dans l'eau (en g).

$$\rho = \rho_{eau} \cdot \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} \quad (\text{I.7})$$

I.4.1.2 Pycnomètre à hélium

Le dispositif de pycnométrie à hélium consiste à effectuer une mesure de volume dans un pycnomètre à gaz où un échantillon a été placé, conformément à la norme NF EN ISO 1183-3 [4]. Ce volume est calculé en connaissant le volume initial de la chambre et la quantité d'hélium apporté dans cette chambre. L'avantage de l'hélium est qu'il pénètre dans les cavités du matériau ayant une taille supérieure à 10 nm. Ainsi le volume calculé est la structure « osseuse » du matériau. La masse de celui-ci ayant été déterminée auparavant, il est possible de calculer sa masse volumique effective (ρ_{eff}

en g/cm^3) par l'équation I.8, avec V le volume mesuré (en cm^3) et m la masse apparente mesurée.

$$\rho_{eff} = \frac{m}{V} \quad (\text{I.8})$$

I.4.1.3 Différence des deux méthodes

La méthode de pycnomètre est à proprement parlé plus précise (résolution de $\pm 0,0001 \text{ g/cm}^3$). Cependant la mesure est plus difficile à réaliser compte tenu du volume de matière à analyser, moins de 1 cm^3 (correspondant à la taille de la chambre). De plus, il faut réaliser une mesure de masse sur un autre appareil pour avoir accès à la densité du matériau.

La méthode de double pesée est moins précise (résolution de $\pm 0,01 \text{ g/cm}^3$) mais permet d'avoir une bonne estimation de la valeur de masse volumique. Cette technique est plus rapide (pas de changement d'appareillage) et facile à mettre en œuvre.

I.4.2 Taux volumique de fibres : double pesée / dissolution chimique

I.4.2.1 Double pesée

Le taux volumique de fibres du composite (V_f exprimé en %) peut être déterminé à partir de sa masse volumique (ρ) sous certaines approximations. Si l'on suppose un taux volumique de porosité (V_p) nul, un taux de cristallinité massique de la matrice fixe (ici, $X_m=33\%$) et les masses volumiques connues, le système se traduit par l'équation I.9.

$$V_f = 100 \cdot \frac{\rho - \rho_r}{\rho_f - \rho_r} \quad (\text{I.9})$$

où ρ_f est la masse volumique des fibres (en g/cm^3) et ρ_r la masse volumique de la résine (en g/cm^3). Pour un polymère semi-cristallin, sa masse volumique (équation I.10) se décompose en une partie amorphe et une partie cristalline.

$$\rho_r = X_m \cdot \rho_c + (1 - X_m) \cdot \rho_a \quad (\text{I.10})$$

où $\rho_c=1,4006 \text{ g/cm}^3$ (respectivement $\rho_a=1,2626 \text{ g/cm}^3$) est la masse volumique de la phase cristalline (respectivement amorphe) du polymère et ρ_r la masse volumique théorique du thermoplastique. Une erreur absolue de 1% sur ρ entraîne une erreur de 3,4% tandis qu'une erreur absolue de 1% sur ρ_f ou ρ_r amène à une erreur absolue de 2,2%.

I.4.2.2 Dissolution chimique

La norme NF EN 2564 [3] permet de déterminer le taux de fibres par dissolution chimique du matériau.

L'opération se déroule dans une hotte de type Sorbonne, en utilisant des béchers au lieu d'Erlenmeyer, chauffés en bain de sable. Le protocole d'essai est le suivant :

- sécher les éprouvettes en dessiccateur jusqu'à masse constante : différence de masse constatée lors de deux pesées successives inférieure à 2 mg. Relever m_1 .
- déterminer la masse volumique (ρ_c) de chaque éprouvette selon ISO 1183 [5], (méthode A).
- placer chaque éprouvette dans un bécher contenant 20 ml d'acide sulfurique concentré.
- placer chaque bécher dans le bain de sable à $(160 \pm 10)^\circ\text{C}$.
- quand la résine commence à se dissoudre, ce qui se manifeste par la coloration noire de l'acide sulfurique, ajouter très lentement 25 ml d'eau oxygénée à 300 g/l. La solution devient claire et les fibres montent à la surface. Continuer le chauffage jusqu'à l'arrêt du dégagement gazeux et jusqu'à la réapparition des fumées blanches d'anhydride sulfurique. Si la solution s'assombrit de nouveau, répéter l'opération.
- quand la solution reste claire, enlever les béchers du bain de sable et les laisser refroidir jusqu'à température ambiante.

- verser le contenu de chaque bécher dans un bécher de 400 ml contenant 100 ml d'eau distillée, puis laver avec l'eau distillée les fibres qui pourraient adhérer au premier bécher en les entraînant dans le second.
- filtrer le contenu de chaque bécher dans le creuset en verre fritté préalablement séché et pesé (m_2), en lavant le bécher et le contenu du creuset à l'eau distillée jusqu'à ce que l'eau de rinçage soit dépourvue d'acide, puis laver avec 10 ml d'acétone.
- sécher le creuset et son contenu à 120°C pendant au moins 45 min, refroidir dans le dessiccateur pendant 20 min et peser (m_3) à ± 1 mg.

Le taux massique de fibres (M_f % de la masse initiale) est ainsi calculé par l'équation I.11, avec m_1 la masse initiale de l'éprouvette (en g), m_2 la masse du creuset en verre fritté (en g) et m_3 la masse totale finale du creuset et des résidus d'attaque acide (en g).

$$M_f = 100 \cdot \frac{m_3 - m_2}{m_1} \quad (\text{I.11})$$

Pour passer en taux volumique, l'équation I.12 est appliquée, avec ρ_c la masse volumique de l'éprouvette (en g/cm³) et ρ_f la masse volumique des fibres (en g/cm³) :

$$V_f = M_f \cdot \frac{\rho_c}{\rho_f} \quad (\text{I.12})$$

Pour la résine, les équations I.11 et I.12 s'écrivent de la façon suivante :

$$M_r = 100 - M_f \quad (\text{I.13})$$

$$V_r = M_r \cdot \frac{\rho_c}{\rho_r} \quad (\text{I.14})$$

avec ρ_r la densité de la résine.

Une étude réalisée par l'entreprise ACRDM sur les granulés a permis d'évaluer un écart-type de 0,05% sur le taux volumique de fibres. Tandis que la variation de celui-ci le long de l'éprouvette s'élève à plus de 2%. La variabilité expérimental due au procédé est plus élevée que celle de l'analyse, ce qui permet de valider les résultats obtenus.

I.4.2.3 Différence des deux méthodes

La détermination du taux volumique de fibres par double pesée est très utilisée dans l'industrie compte-tenu de son coût très faible et de la vitesse d'exécution des analyses. Cependant, l'hypothèse d'un taux de porosité nul peut engendrer une erreur plus importante que par dissolution chimique si V_p est non nul.

Nonobstant les produits utilisés pour l'extraction des fibres par dissolution chimique peuvent être dangereux et requièrent une formation spécifique pour la manipulation dans des conditions sécuritaire. L'erreur absolue de cette méthode s'élève à $\pm 0,05\%$ sur le taux de fibres.

I.4.3 Taux volumique de porosité : dissolution chimique

Le taux volumique de porosité est également déterminé en utilisant la dissolution chimique utilisée pour la caractérisation du taux de fibres. On peut le calculer grâce à l'équation I.15 :

$$V_p = 100 - \left[M_f \cdot \frac{\rho_c}{\rho_f} + M_r \cdot \frac{\rho_c}{\rho_r} \right] \quad (\text{I.15})$$

L'erreur absolue sur la détermination du taux volumique de porosité est de l'ordre de $\pm 0,5\%$ si une erreur de 1% est commise sur les valeurs de densité. Pour une erreur de 1% sur les valeurs des masses, l'erreur sur le taux volumique de porosité s'élève à $\pm 0,3\%$.

I.4.4 Distribution de longueur des fibres

I.4.4.1 Dissolution chimique / Analyse d'images

À la suite des dissolutions chimiques de la matrice, il est possible d'extraire les fibres pour mesurer leur longueur. Une fois les fibres collectées, elles sont dispersées sur une lamelle de verre pour être placées sous microscope optique numérique (Keyence VHX-1000) à un grossissement $\times 150$. Ce grossissement permet de prendre en compte des fibres ayant une longueur jusqu'à 2,5 mm. Il est constaté que la longueur maximale observée est de 1,5 mm.

Il faut un nombre de fibres entières au moins égal à 1000 pour avoir une représentativité fidèle de la distribution de longueur de fibres. Cette distribution peut être exprimée en nombre et en surface (longueur mesurée multipliée par le diamètre moyen). La Figure I.20 représente le schéma de l'analyse.

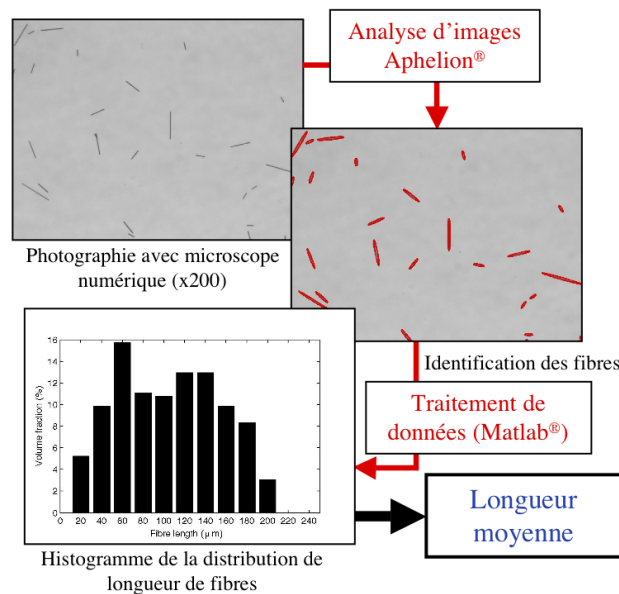


FIGURE I.20 – Schéma de la méthode pour déterminer la distribution de longueur des fibres

I.4.4.2 Tomographie aux rayons X

Basée sur l'utilisation des rayons X, cette technique permet d'avoir une représentation tridimensionnelle de la structure interne d'un échantillon.

Lorsque l'on effectue des photographies par rayons X pour différentes orientations de l'échantillon, il est possible par reconstruction à partir d'image et des niveaux d'intensité (relié à la composition chimique) de distinguer les fibres de la matrice.

Ainsi les longueurs des fibres sont déterminées et peuvent être utilisées a posteriori.

I.4.4.3 Différence des deux méthodes

La tomographie est une technique très puissante et permet de caractériser un matériau non destructivement. Cependant ces appareils sont très coûteux si l'on veut inspecter des pièces volumineuse. La reconstruction de la structure interne peut être difficile à réaliser lorsque le contraste (différence de niveaux d'intensité) entre la matrice et les fibres est faible, ce qui est le cas ici (chaînes carbonées et fibres de carbone).

La dissolution chimique permet d'extraire les fibres de façon destructive. La casse des fibres lors de cette technique n'a pas lieu. Une attention sur la dispersion des fibres et la prise de photographies doit être faite pour ne pas biaiser les résultats. Les étapes successives permettent d'avoir une précision sur la longueur de chaque fibre de $\pm 2\mu\text{m}$.

I.4.5 Distribution d'orientation des fibres

I.4.5.1 Polissage / Analyse d'images

Cette sous-section se propose de décrire la méthode utilisée pour caractériser expérimentalement l'état d'orientation local des fibres au sein de l'éprouvette injectée. Il s'agit d'une méthode destructive qui implique l'utilisation d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) et d'un logiciel de traitement d'images et de données. La procédure est semblable à celle décrite par Saint-Martin [115] :

- découpe des échantillons dans les éprouvettes injectées et polissage ;
- observation et acquisition de photographies sous Microscope Électronique à Balayage ;
- traitement d'images avec Aphélon[®] ;
- traitement des données avec Matlab[®].

Les échantillons ont été découpés à l'aide d'une scie à fil diamanté permettant une coupe précise. La zone de découpe pour l'observation de la section est en plein centre de l'éprouvette injectée. La coupe a été faite perpendiculaire au sens d'injection, contrairement à la coupe à 45° recommandée par Saint-Martin [115] et la double coupe à 45° de Wesselman [147] pour une raison de gain de temps.

Pour l'observation au MEB, une métallisation de 5 minutes au platine-palladium a été nécessaire pour éviter que l'échantillon ne « se charge ». Pour faciliter l'analyse d'images, un grossissement x1000 a été choisi. De plus, pour améliorer le contraste, l'intensité du faisceau d'électrons a été fixée à 20 kV. Avec ce protocole, une quarantaine de photographies ont été prises sur l'épaisseur de la section à analyser en plein centre de la largeur.

L'analyse d'images comporte les étapes suivantes : binarisation des images, suppression des débris des images, mesure des ellipses des fibres et stockage des données relatives aux positions, dimensions et orientations des ellipses.

Une routine codée sous Matlab[®] permet de traiter les données extraites du logiciel de traitement d'images afin d'apparier les fibres en fonction du recouvrement des images (25% dans ce cas). Il est ainsi possible de revenir au tenseur d'Advani d'ordre deux caractéristique de l'état d'orientation sur chaque image. Une moyenne est ensuite faite sur l'ensemble des images sélectionnées, donnant un tenseur global d'orientation de la section. La Figure I.21 représente le schéma de l'analyse pour obtenir ces résultats.

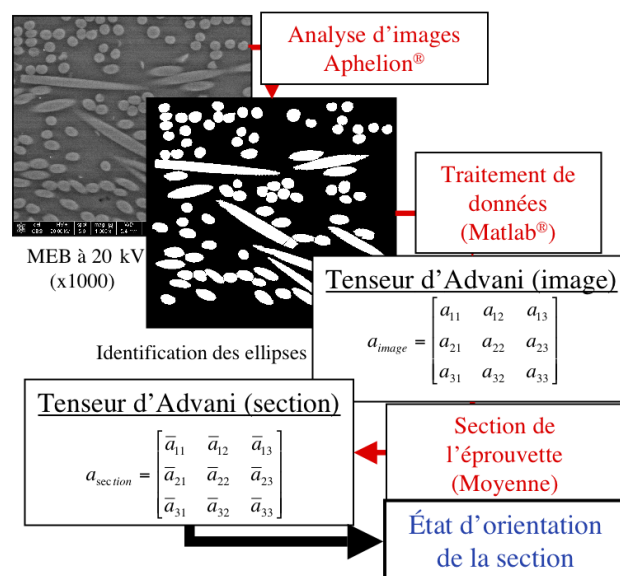


FIGURE I.21 – Schéma de la méthode pour déterminer la distribution d'orientation des fibres

I.4.5.2 Tomographie aux rayons X

De même que pour la longueur des fibres, lorsque la structure a été reconstruite par tomographie aux rayons X, il est possible d'avoir accès à l'orientation de chaque fibres.

Une étude réalisée par l'entreprise ACRDM (Tarbes) par microtomographie X-synchrotron a permis d'obtenir 2048 coupes transversales de la section de l'éprouvette. La Figure I.22 illustre une section représentative de l'éprouvette.

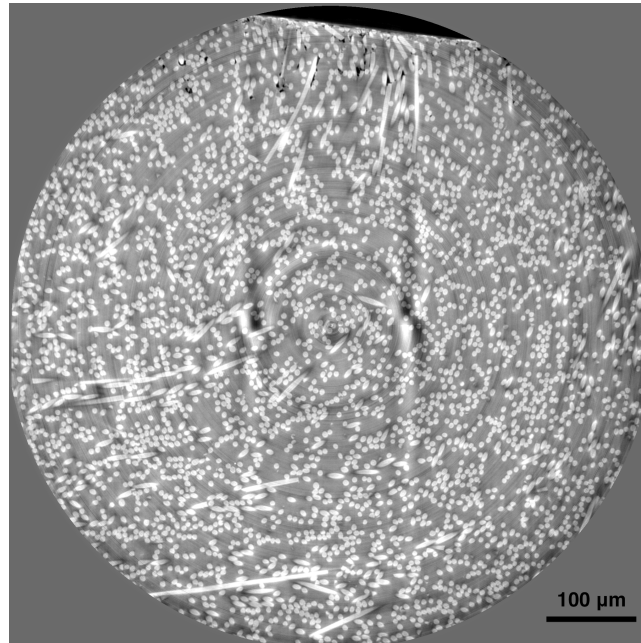


FIGURE I.22 – Coupe transversale de l'éprouvette obtenue par microtomographie X-synchrotron

On peut constater que la majorité des fibres est orientée dans le sens du flux d'injection (perpendiculaire à la section).

De plus, on peut remarquer des microporosités à la surface de l'éprouvette. En effet, lors de l'injection, le refroidissement excessivement rapide (supérieur à $1000^{\circ}\text{C}/\text{min}$) associé à la différence de conductivité et dilatation thermique entre la matrice et les fibres créent la surface de la pièce (peau).

I.4.5.3 Différence des deux méthodes

L'avantage de la tomographie aux rayons X est la précision des données (taille de voxel inférieure à un cube de $0,5\ \mu\text{m}$ de côté), tandis que son inconvénient majeur est son coût.

L'avantage de la première technique est qu'elle est abordable (coûts des produit d'enrobage et de polissage uniquement). L'inconvénient est le temps nécessaire pour avoir des résultats (diminué si plusieurs échantillons sont à analyser successivement). La précision sur l'angle est de $\pm 1,5^{\circ}$.

I.4.6 Taux de cristallinité : DSC / DRX

Le taux de cristallinité peut être déterminé par deux essais tels que la DSC (Differential Scanning Calorimetry) ou la DRX (Diffraction de Rayons X).

I.4.6.1 DSC : *calorimétrie différentielle à balayage*

Le principe de la DSC est de monter la température d'un échantillon dans une capsule et de comparer le flux calorifique de celui-ci avec une capsule « identique ». La différence de flux enregistrée est reliée directement à la capacité calorifique de l'échantillon. Grâce à cet essai, il est possible d'avoir accès aux températures de transition vitreuse ($T_g = 143^{\circ}\text{C}$), de cristallisation froide (lors de la chauffe) et chaude (lors du refroidissement) et de fusion ($T_f = 343^{\circ}\text{C}$). La Figure I.23 représente une courbe obtenue par DSC pour un échantillon de PEEK. Sur la courbe, la transition vitreuse a lieu au point d'inflexion 1, la cristallisation froide au point 2 et la fusion au point 3.

Le taux de cristallinité massique est obtenu en calculant les aires sous la courbe de fusion (enthalpie de fusion endothermique située au point 3 sur la courbe) ΔH_f et de cristallisation froide (enthalpie

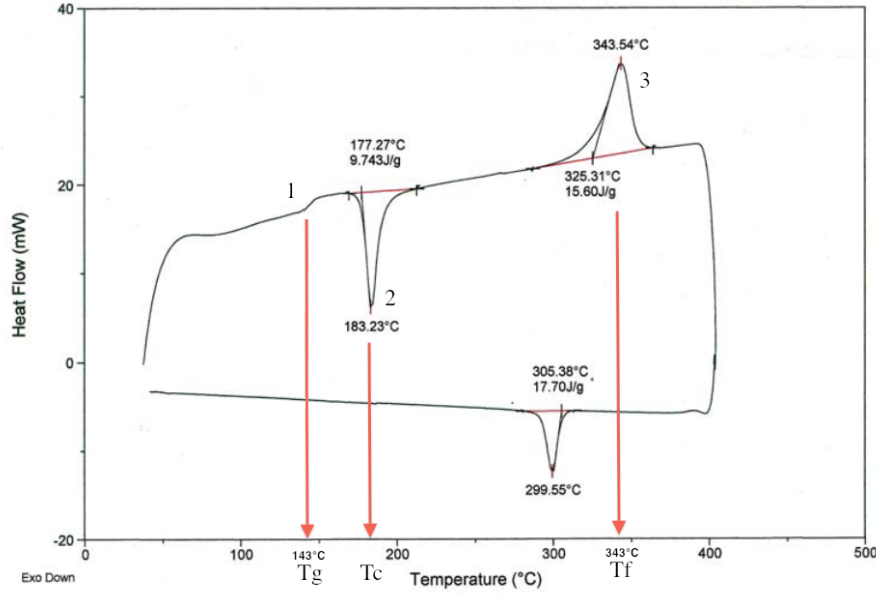


FIGURE I.23 – Courbe de DSC pour un échantillon de PEEK (montée en température) [95]

de cristallisation exothermique, correspondant à la formation des cristaux, située au point 2 sur la courbe) ΔH_c puis en la divisant par l'enthalpie théorique de fusion d'un polymère totalement cristallin ΔH_∞ , 130 J/g pour le PEEK [19], comme l'illustre l'équation I.16 [118].

$$X_m(\%) = \frac{\Delta H_f - \Delta H_c}{\Delta H_\infty} \cdot 100 \quad (\text{I.16})$$

Avec les densités théoriques de la phase amorphe ($\rho_a = 1,2626 \text{ g/cm}^3$) et de la phase cristalline ($\rho_c = 1,4006 \text{ g/cm}^3$), il est possible de calculer le taux volumique par l'équation I.17.

$$X_v(\%) = \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \cdot 100 \quad (\text{I.17})$$

avec ρ la masse volumique de l'échantillon.

Pour un composite, les équations I.16 et I.17 deviennent [118] :

$$X_{m,composite}(\%) = \frac{\Delta H_f - \Delta H_c}{\Delta H_\infty \cdot (1 - M_f)} \cdot 100 \quad (\text{I.18})$$

$$X_{v,composite}(\%) = \frac{\rho - V_f \cdot \rho_f - V_r \cdot \rho_a}{V_r \cdot (\rho_c - \rho_a)} \cdot 100 \quad (\text{I.19})$$

L'hypothèse d'un rapport massique fibre / matrice constant dans les capsules lors de la préparation des échantillons est très forte et entraîne des erreurs d'analyse. Il est donc proposé dans cette étude de faire une première analyse avec une rampe de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ suivie d'un refroidissement contrôlé à $-20^\circ\text{C}/\text{min}$, vitesse permettant de connaître approximativement le taux de cristallinité du PEEK (environ 30%). Puis une deuxième analyse à $10^\circ\text{C}/\text{min}$ permet de normaliser la première analyse (équation I.20). Ainsi, il est possible de « s'affranchir » du taux de fibres dans les capsules. De plus, l'enthalpie de cristallisation froide ΔH_c n'est pas décelable dans les essais réalisés, ce qui simplifie l'équation I.18.

$$X_{m,composite}^{(normalisé)}(\%) = \frac{\Delta H_{f,Analyse1}}{\Delta H_{f,Analyse2}} \cdot X_{m,théorique}^{(-20^\circ\text{C}/\text{min})} \quad (\text{I.20})$$

Avec $X_{m,théorique}^{(-20^\circ\text{C}/\text{min})} = 30\%$ [54].

I.4.6.2 DRX : *diffraction de rayons X*

La caractérisation du taux de cristallinité par diffraction de rayons X repose sur le fait que les cristaux vont diffracter le rayon incident en fonction de leur orientation et en fonction du volume qu'ils occupent. La modification de l'intensité du rayon permet, par diffraction du rayon X, d'avoir accès à l'organisation de la cellule unitaire du cristal et d'avoir une approximation du taux volumique de cristallisation, si on la compare à une courbe sur un échantillon totalement amorphe (courbe A) [153]. Sur la Figure I.24 sont représentées des courbes d'intensité recueillie en fonction de l'orientation des rayons reçus pour un échantillon de PEEK.

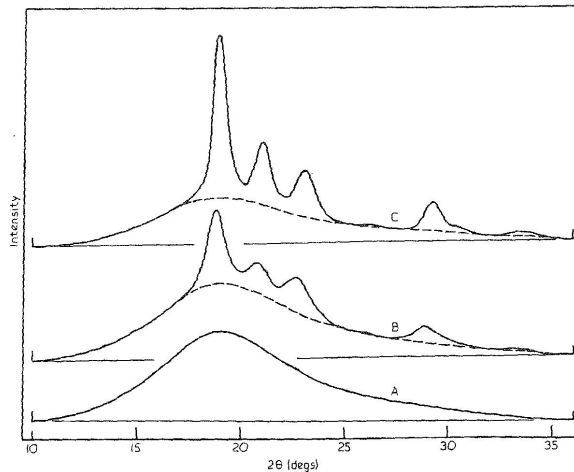


FIGURE I.24 – Wide Angle X-ray Scattering (WAXS) pour un échantillon de PEEK [19]

La cristallinité déterminée s'exprime donc comme le rapport entre l'aire sous la courbe d'un échantillon (I) à ceux du même échantillon totalement cristallisé (I_c) et totalement amorphe (I_a). On obtient :

$$X = \frac{I_c - I}{I_c - I_a} \quad (\text{I.21})$$

I.4.6.3 Différence des deux méthodes

Le problème majeur de la DRX est d'avoir une courbe d'intensité pour du PEEK totalement amorphe et de déterminer l'intensité de fond. De plus, en présence de fibres de carbone et d'un taux volumique de fibres différent selon les échantillons il est difficile d'exploiter les courbes.

Les résultats de DSC sont normalisés pour s'affranchir du taux de fibres et multipliés par un taux de cristallinité « théorique » pour une vitesse de refroidissement de $-20^\circ\text{C}/\text{min}$. Il est ainsi plus facile et plus précis (erreur maximale de 5%) de quantifier le taux de cristallinité entre les échantillons. C'est cette dernière méthode qui a été utilisée.

I.5 Conclusion

Le moulage par injection est un procédé qui a été étudié de manière étendue pour les composites thermoplastiques renforcés de fibres courtes comme le polypropylène ou le polyamide renforcés de fibres de verre. L'utilisation de procédé « automobile » pour les matériaux hautes performance de l'industrie aéronautique implique de comprendre l'influence des paramètres de fabrication sur les propriétés induites du produit fini.

Ces propriétés sont le résultat des différents paramètres de la microstructure du matériau.

Afin de rentrer dans une démarche multiéchelle, il est nécessaire de caractériser l'aspect microstructural du matériau post fabrication. Dans le cas du PEEK renforcé par des fibres courtes de carbone, il est intéressant de comprendre les effets du procédé sur la densité du matériau, le taux volumique de fibres et de porosité, les distributions de longueur et d'orientation des fibres ainsi que le taux de cristallinité de la matrice.

Une fois cette analyse faite, des essais macroscopiques (traction monotone et cyclée) doivent être effectués pour faire le lien entre les paramètres microscopiques et les propriétés macroscopiques. Ainsi, il sera possible de réaliser une interprétation des effets des paramètres du procédé sur les propriétés macroscopiques de manière fine. De plus, le suivi des essais par thermographie infrarouge permet d'affiner ces conclusions.

Chapitre II

Comportement mécanique statique

Table des matières

II.1	Introduction	34
II.2	Généralités sur le comportement du matériau de l'étude	34
II.2.1	Propriétés mécaniques du PEEK/C : <i>comportement en traction</i>	34
II.2.1.1	Influence du procédé	34
II.2.1.2	Influence de la microstructure	35
II.2.1.3	Phénomènes de rupture et d'endommagement	36
II.2.2	Analyse thermique du PEEK/C : <i>thermographie infrarouge</i>	37
II.2.2.1	Principe de la thermographie infrarouge	37
II.2.2.2	Formulation du problème	38
II.2.2.3	Détection d'endommagement	39
II.2.2.4	Étude de faisabilité : <i>capacité de détection d'échauffement</i>	39
II.3	Comportement mécanique en traction quasi-statique monotone	41
II.3.1	Traction monotone	41
II.3.1.1	Méthodologie	41
II.3.1.2	Résultats : <i>comportement mécanique, module d'Young, contrainte et déformation à rupture</i>	42
II.3.1.3	Faciès de rupture : <i>identification des phénomènes d'endommagement</i>	44
II.3.2	Analyse par thermographie infrarouge	45
II.4	Comportement mécanique en traction quasi-statique cyclée	46
II.4.1	Traction cyclée	46
II.4.1.1	Méthodologie	46
II.4.1.2	Résultats : <i>comportement mécanique, écouissage et endommagement</i>	47
II.4.2	Analyse par thermographie infrarouge	50
II.4.2.1	Traction cyclée : <i>pilotage en vitesse de traverse</i>	51
II.4.2.2	Traction cyclée : <i>pilotage en vitesse d'effort</i>	51
II.4.3	Analyse complémentaire : <i>Émission acoustique</i>	52
II.4.3.1	Traction quasi-statique monotone	53
II.4.3.2	Traction quasi-statique cyclée	53
II.4.4	Synthèse sur le comportement	54
II.5	Conclusion	55

II.1 Introduction

Dans une démarche de conception de pièces, l'étape de dimensionnement est la plus importante pour s'assurer de la viabilité et de la fiabilité d'une structure. Il est donc primordial de connaître le comportement mécanique du matériau à mettre en œuvre pour satisfaire ce premier palier. De plus, l'endommagement que peut subir celui-ci durant sa phase de vie doit être quantifié en fonction des sollicitations appliquées.

Dans ce chapitre sont traités le comportement et l'endommagement du composite injecté à matrice PEEK renforcé à 40% en masse de fibres de carbone.

Tout d'abord une partie bibliographique regroupe les travaux sur des matériaux similaires à ceux de l'étude : PEEKTM 90HMF40 et LarPeekTM10K/40HM. Elle est concentrée sur le comportement et l'endommagement en traction. Puis une partie orientée sur la thermographie infrarouge permet d'affiner les analyses du comportement et d'endommagement à travers les effets thermomécaniques mesurés.

Dans une deuxième partie, le comportement en traction quasi-statique monotone est étudié. Le protocole d'essai y est explicité ainsi que les résultats obtenus et l'analyse du suivi des essais par thermographie infrarouge.

Enfin, le comportement en traction quasi-statique cyclée est examiné, reprenant un schéma de présentation similaire à la traction monotone. Ce dernier essai permet, en outre, de rendre compte des phénomènes non linéaires que comportent les matériaux (plasticité, endommagement).

II.2 Généralités sur le comportement du matériau de l'étude

II.2.1 Propriétés mécaniques du PEEK/C : *comportement en traction*

La partie bibliographique consacrée à l'étude du comportement mécanique en traction du PEEK renforcé de fibres courtes de carbone a été décomposée en trois thèmes : un sur l'influence du procédé, un sur l'influence de la microstructure et un sur les phénomènes de rupture et d'endommagement que l'on peut constater lors d'une sollicitation en traction.

II.2.1.1 Influence du procédé

De manière générale, Lee [78] atteste que la maîtrise du procédé peut permettre de contrecarrer les effets locaux de non-homogénéité du matériau dus à l'inclusion de renforts fibreux dans la matrice et donc augmenter la résistance mécanique. Dans des travaux en 2006 [79], il précise la nécessité d'optimiser les tailles de buses et les dimensions des vis pour garantir la longueur des fibres initiales dans les pièces injectées.

La température de mise en forme a été étudiée par El Kadi [48], pour des températures de 365°C à 400°C, à vitesse de refroidissement égale pour différentes stratifications d'AS4/APC-2 (nappe unidirectionnelle de fibres carbone AS4 pré-imprégnée de PEEK APC-2). Il en découle que le module d'Young longitudinal et le coefficient de Poisson n'étaient pas significativement altérés, alors que la contrainte et la déformation à rupture sont augmentées. Ceci a été expliqué par d'autres analyses montrant un changement de morphologie de la cristallinité entraînée par le changement de température de moule. Cependant la vitesse de refroidissement, fonction de la température initiale d'injection et de celle du moule, affecte grandement l'adhésion de la matrice aux fibres de carbone [48]. En passant d'une vitesse de refroidissement de 0,8°C/min à 70°C/min, une baisse de 25% en contrainte à rupture a été observée, ce qui explique une forte corrélation entre la morphologie cristalline de la matrice à l'interface fibre/matrice et la résistance de l'interface en cisaillement, confirmée par Denault et Vu-Khanh [39, 40] et Li [81].

En augmentant progressivement la température de moule de 150°C à 220°C, changeant ainsi la vitesse de refroidissement, Park et Kim [102] ont montré une augmentation du module d'Young et de la contrainte à rupture dans le cas d'une pièce injectée (Figure II.1).

L'effet de la pression, appliquée lors du refroidissement, sur les propriétés microstructurales (cristallisation) et mécaniques a été investigué par Lin [82]. Il en résulte, pour un composite injecté PEEK

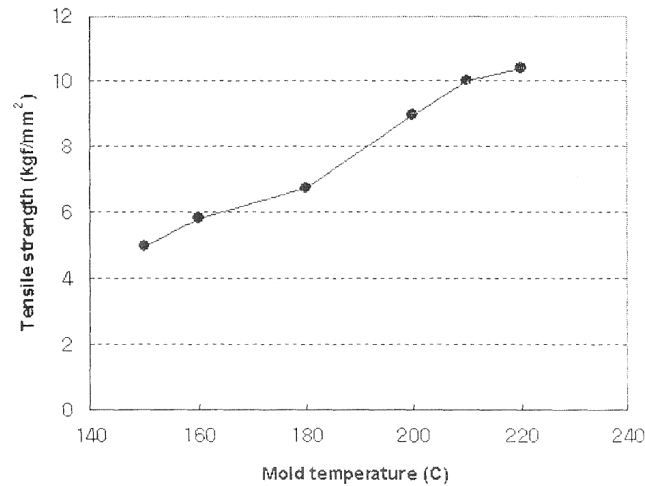


FIGURE II.1 – Contrainte à rupture en traction en fonction de différentes températures de moule [102]

renforcé de fibres courtes, qu'une augmentation de la pression cause un accroissement de la taille des sphérolites, passant de $5 \mu\text{m}$ pour 100 MPa à $8 \mu\text{m}$ pour 150 MPa.

II.2.1.2 Influence de la microstructure

Le PEEK étant un polymère semi-cristallin, le premier effet quantifié a été celui de la cristallinité sur les propriétés du matériau, comme l'a fait Talbott en 1987 [130] pour du PEEK non renforcé. Il a révélé que la cristallinité augmentant, les propriétés macroscopiques de traction, compression et cisaillement augmentaient. Trois ans plus tard, Hsiung [67], dans une approche plus orientée sur le procédé d'injection, arrive aux mêmes conclusions.

En variant le taux de fibres de carbone de 10% à 30% en masse, Sarasua [118] n'a pas constaté d'influence sur le taux de cristallinité (stagnant à 30%). Cependant il constate un changement de l'orientation des fibres dans l'éprouvette. L'incorporation des fibres de carbone entraînent une fragilisation du matériau, comme il est illustré sur la Figure II.2. Dans ces travaux, Semadeni [123] montre qu'à partir de 68% en masse de renforts fibreux, il est difficile d'injecter le matériau compte tenu du taux de fibres qui conduit à une réduction de 98,6% de la longueur des fibres. De plus, il expose qu'à partir de 50% en masse de fibres, les rigidités en traction et flexion diminuent.

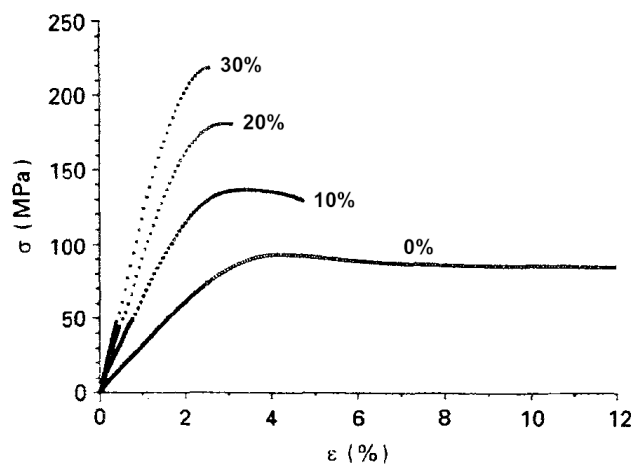


FIGURE II.2 – Courbe de contrainte en fonction de la déformation pour 0%, 10%, 20% et 30% de taux de fibres en masse pour un composite PEEK/carbone injecté [118]

Fu et Lauke [53] ont montré les effets des distributions de longueur et d'orientation des fibres dans le matériau composite polymère renforcé de fibres courtes. L'augmentation de la longueur moyenne des

fibres et la proportion des fibres inclinées dans le sens de sollicitation améliore la contrainte à rupture du matériau.

Comme exposé précédemment, le PEEK renforcé de fibres de carbone est influencé par les composantes intrinsèques des deux constituants et également par leur interaction. En 1996, Zhang [152] étudie l'influence de la transcristallinité sur les propriétés en traction des composites à matrices semi-cristallines renforcés de fibres discontinues. Il rejoint les conclusions énoncées par Denault [39, 40] et Li [81] qui avaient une approche axée sur le procédé, c'est-à-dire une meilleure résistance interfaciale en fonction de la morphologie de la partie cristalline au niveau de la surface de la fibre.

II.2.1.3 Phénomènes de rupture et d'endommagement

Ce n'est qu'en 1983 que Sato [119] observe l'initiation et la propagation de fissures dans un thermoplastique (polyamide 6,6) renforcé de 15% en volume de fibres courtes de verre. Par observations sous MEB, il s'aperçoit qu'il y a tout d'abord plastification et création de micro-fissures au bout des fibres (Figure II.3), puis propagation le long des fibres avec l'augmentation de la charge puis rupture de la matrice (Figure II.4).

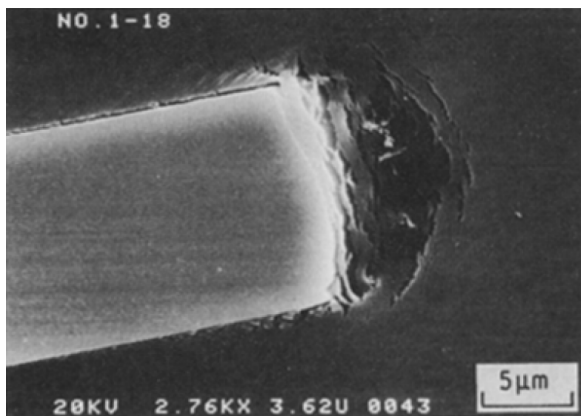


FIGURE II.3 – Micro-fissure au bout d'une fibre et début de propagation le long de celle-ci [119]

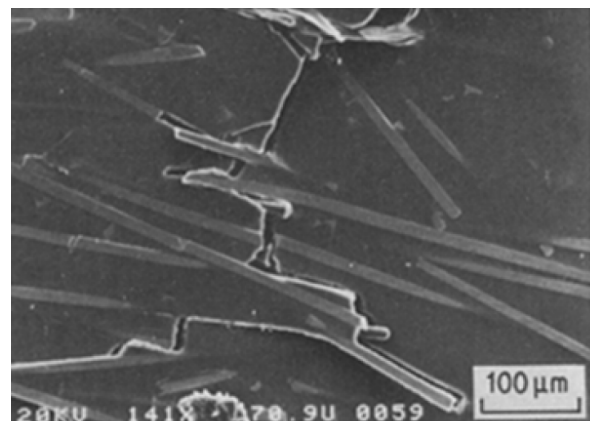


FIGURE II.4 – Connection des fissures par rupture de matrice et décohésion des fibres [119]

Les phénomènes de rupture du PEEK (APC-2) renforcé de fibres de carbone (AS4) injecté ont été étudiés par Wu et Schultz [149] et Motz et Schultz [91]. Ils ont mis en évidence que les initiations de fissures sont fonction du taux de fibres et de la qualité de l'interface entre la fibre et la matrice à température ambiante. En augmentant la température d'essai (jusqu'à la température de transition vitreuse), la matrice devient plus ductile et le mode d'endommagement est dominé par la rupture de la matrice.

Sarasua [118] montre en 1995 que les fibres de carbone (450CA30) ont une meilleure adhésion que les fibres de verre (450GF30), ce qui se traduit par de meilleures propriétés interfaciales, ce qui peut se constater sur la Figure II.5 (450CA30 combiné à du 450G pour atteindre 20% de fibres de carbone). En 2000, Jeng et Chen [70] exposent les mécanismes de rupture en traction et flexion. Il s'avère que la rupture brutale lors de la charge implique que le composite soit fragile et ne comporte pas de propagation de fissures à température ambiante. En injectant avec deux températures de moule (120°C et 180°C), ils se sont aperçus que l'interface était plus faible pour une température de moule faible, ce qui rejoint les travaux de Zhang [152]. Ils ont identifié trois types de propagation de fissures : à l'interface fibre/matrice, à l'interface sphérulite/transcristallinité et rupture cohésive de la matrice. Plus spécifiquement, pour un composite PEEK renforcé à 30% de fibres de carbone en masse, il a été noté que l'évolution de l'endommagement en fatigue (Figure II.6) se faisait par différentes pentes de réduction de rigidité [13].

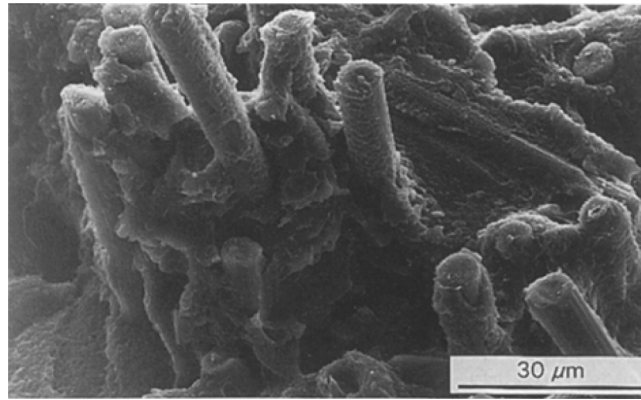


FIGURE II.5 – Microscopie électronique à balayage d'un fasciés de rupture d'un PEEK renforcé à 20% de fibres de carbone [118]

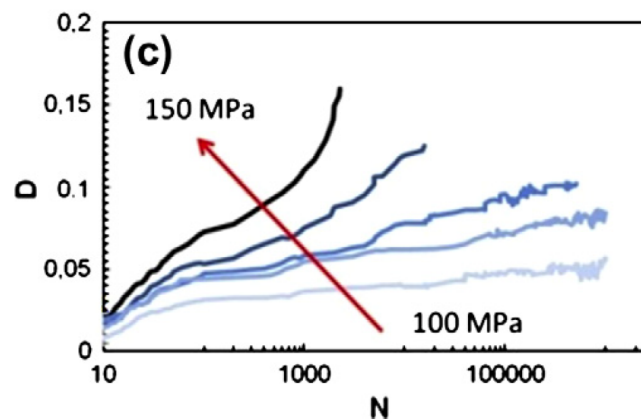


FIGURE II.6 – Évolution de l'endommagement D en fonction du nombre de cycle N et de la contrainte appliquée [13]

II.2.2 Analyse thermique du PEEK/C : *thermographie infrarouge*

II.2.2.1 Principe de la thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge permet d'avoir accès à la température d'une scène par mesure du rayonnement (Figure II.7), énergie émise par un corps. Comme il est illustré, ce dernier peut être décomposé en trois termes : (c) rayonnement renvoyé par le corps à température T , (t) rayonnement du fond à la température T_f transmis par le corps et (r) rayonnement de l'environnement à la température T_e réfléchi par le corps [83].

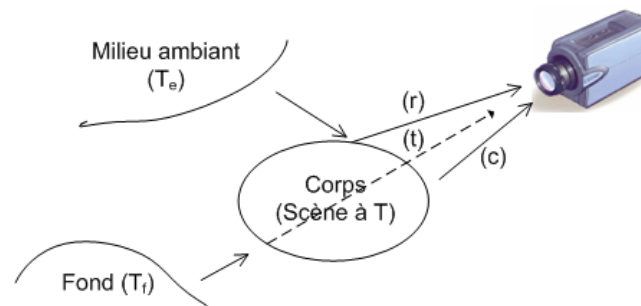


FIGURE II.7 – Schéma montrant un bilan simplifié du rayonnement arrivant sur le capteur de la caméra [83]

La répartition entre ses différentes contributions s'effectue par l'intermédiaire de l'émissivité du matériau à observer (notée ε). Cette variable est le rapport entre l'énergie rayonnée par la surface du

matériau lorsqu'elle est soumise à un flux incident et l'énergie du flux incident [55]. Elle dépend du matériau, de son état de surface, de sa température. . .

Pour éviter toute perturbation extérieure, on essaie de se ramener à une émissivité égale à 1 (on parle de « corps noir »), corps qui absorbe le rayonnement incident et qui rayonne totalement. Dans notre cas, le matériau est déjà de couleur noir avec un aspect mat ce qui permet de faire l'hypothèse de corps noir. Seul la courbure due au retrait peut entraîner une perturbation, mais elle est négligée.

L'équation II.1 représente le bilan radiométrique, avec S le thermosignal transformé en signal numérique par la caméra.

$$S = \varepsilon \cdot S^0(T) + (1 - \varepsilon) \cdot S^0(T_e) \quad (\text{II.1})$$

Cette équation établit la correspondance entre le thermosignal de corps noir à la température T ($S^0(T)$) et le thermosignal de l'environnement à la température T_e ($S^0(T_e)$) [101]. C'est pourquoi il est très important de prendre des conditions expérimentales (environnement par exemple) avec les moins de perturbations possibles.

II.2.2.2 Formulation du problème

Pour interpréter les données expérimentales, le travail est effectué dans le cadre de la Thermodynamique des Processus Irréversibles [56], avec l'axiome d'état local qui postule que chaque élément de volume est à l'équilibre et a une définition en fonction des variables d'état (température, tenseur des déformations, plasticité, endommagement. . .) caractérisant la microstructure du matériau.

D'après le premier principe, qui exprime la conservation de l'énergie, il est possible de transformer l'énergie mécanique en chaleur et inversement [56].

Le second prend en compte les irréversibilités, en postulant que le taux de production d'entropie est toujours supérieur ou égal au taux de chaleur reçu divisé par la température.

En modélisant le flux par la loi de Fourier, négligeant le mouvement de matière et les variations des paramètres par rapport à la température et prenant en compte un matériau isotrope, l'équation de la chaleur, découlant des deux principes de la thermodynamique, s'écrit [56] :

$$\rho \cdot c_p \cdot \frac{\partial T}{\partial t} - k \cdot \Delta T - r = s_t \quad (\text{II.2})$$

avec :

- ρ la masse volumique ($1,45 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$);
- c_p la chaleur spécifique ($1,80 \cdot 10^3 \text{ J/kg.K}$);
- $\partial T / \partial t$ la dérivée partielle de la température par rapport au temps;
- k la conductivité ($1,07 \text{ W/m.K}$);
- ΔT le laplacien de la température;
- r la densité volumique de chaleur d'origine extérieure (rayonnement);
- s_t la source de chaleur totale, où $s_t = s_d + s_{the}$;
- s_d la source de dissipation mécanique (phénomènes irréversibles);
- $s_{the} = -\alpha \cdot T \cdot \frac{\partial(\text{Trace}(\sigma))}{\partial t}$ les sources thermoélastiques, avec $\alpha = \frac{k}{\rho \cdot c_p}$ la diffusivité du matériau ($4,11 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$), T la température (en K) et σ la contrainte appliquée (en Pa). Dans le cas de la traction simple, le terme $\text{Trace}(\sigma) = \sigma$, ce qui donne pour les sources de thermoélasticité $s_{the} = -\alpha \cdot T \cdot \dot{\sigma}$.

Il est courant en thermique de travailler avec des grandeurs relatives à un état de référence [83]. En introduisant la température d'équilibre T_0 avant le début d'un essai, on définit la température relative $\theta = T - T_0$. Ceci permet de simplifier l'équation II.2 par :

$$\rho \cdot c_p \cdot \frac{\partial \theta}{\partial t} - k \cdot \Delta \theta = s_t \quad (\text{II.3})$$

Grâce à l'équation II.3 il est possible de calculer les sources de chaleur et ainsi d'identifier les sources thermomécaniques et non réversibles.

Dans l'étude exposée, les sources n'ont pas été calculées, seule l'évolution de la variation de température

θ par rapport à l'état de référence a été analysée. Ceci a permis d'éviter les problèmes de filtrage rencontrés classiquement lors du traitement des données pour le calcul des dérivées temporelles et spatiales [33]. Les variations de température étant reliées aux sources de thermoélasticité et de non réversibilité, il est possible de comprendre le comportement du matériau de manière qualitative.

II.2.2.3 Détection d'endommagement

La technique de thermographie infrarouge permet de mesurer l'évolution de la température. Par analyse inverse, il est possible de calculer les sources de dissipation de chaleur caractéristiques de phénomènes non réversibles dans le matériau (plasticité, rupture interface fibre/matrice. . .) [32].

Cette technique a été utilisée pour caractériser l'évolution de l'endommagement dans un stratifié de tissus sous chargement de fatigue par Toubal [132]. La relation entre la dissipation de chaleur et l'endommagement du composite a été démontrée.

Elle est également utilisée lors de compression post impact sur un stratifié quasi-isotrope AS4/APC-2, elle a permis de caractériser la distribution de la contrainte dans la partie délaminée avant le flambage [68].

Cette technique aussi a permis de caractériser le comportement de plastique, comme l'ABS [84], lors d'impact ou pour des élastomères qui subissent de grandes déformations [133] qui produisent des variations de température de $\pm 3^\circ$.

Ces études témoignent bien de la difficulté qu'il existe à caractériser un matériau thermoplastique renforcé sous chargement quasi-statique. Les chargements « dynamiques » ou qui entraînent de grandes déformations permettent d'avoir des échauffements plus importants et donc un rapport signal/bruit plus grand, ce qui facilite le traitement des données (filtrage, dérivée temporelle et spatiale).

II.2.2.4 Étude de faisabilité : *capacité de détection d'échauffement*

Une étude de faisabilité a été faite à l'IUT de Tarbes afin d'évaluer la conduction du matériau. Pour cela, deux configurations ont été testées : transmission (source de chaleur derrière la scène à observer) et réflexion (source de chaleur devant la scène à observer). La caméra utilisée est une Flir SC7000 qui comporte un refroidisseur Stirling intégral, dont la gamme d'utilisation est de -20°C à 50°C , et qui a une sensibilité de 20 mK.

Le protocole expérimental est simple, dans une salle à une température de 20°C , sans lumière, une lampe halogène de puissance 1000 W (550 W pour une tension d'alimentation de 120 V) placée à 70 cm de l'éprouvette est allumée pendant 3 s puis est éteinte.

Ceci a pour effet de chauffer l'éprouvette et de permettre ainsi de quantifier la capacité du matériau à conduire la chaleur et à la diffuser et finalement de constater s'il est possible de mesurer l'échauffement par caméra infrarouge.

Des premiers essais, dans un environnement perturbé, n'ont pas permis de détecter de fortes variations de température. De plus, le manque de bibliographie sur ce matériau a conduit à se demander s'il était possible de constater une quelconque élévation de température de la surface de l'éprouvette. C'est pourquoi les configurations de transmission et de réflexion ont été testées dans des conditions moins perturbantes.

Transmission

Cette configuration met en œuvre une lampe halogène d'un côté pour chauffer l'éprouvette et la caméra infrarouge de l'autre côté afin de mesurer la transmission de la température et la dissipation de celle-ci (Figure II.8).

Le premier problème rencontré est le fait que l'éprouvette, en forme d'haltère, est très fine (10 mm de largeur contre 150 mm de longueur). De ce fait, il est difficile de ne pas voir la source lumineuse derrière, ce qui bruite le signal perçu et rend la détermination de la faisabilité difficile (contraste thermique trop élevé). Sur la Figure II.9, il est possible de constater l'effet de bord provoqué par la lampe halogène. C'est pourquoi une deuxième configuration, en réflexion, a été explorée.



FIGURE II.8 – Protocole expérimental en transmission

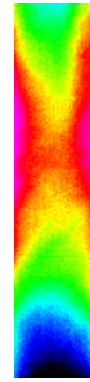


FIGURE II.9 – Thermographe de la surface de l'éprouvette chauffée par transmission

Réflexion

Le montage (Figure II.10) permet de s'affranchir de la source lumineuse dans l'objectif de la caméra puisque la caméra et la lampe halogène sont placées du même côté. Pour cette configuration, l'éprouvette a été chauffée pendant 3 s et la caméra a mesuré la température pendant 33 s.



FIGURE II.10 – Protocole expérimental en réflexion

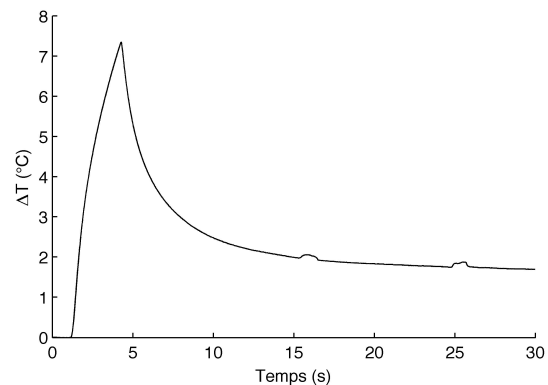


FIGURE II.11 – Température en fonction du temps en réflexion

La Figure II.11 illustre l'évolution de la température mesurée par la caméra en fonction du temps. En 3 s la surface de l'éprouvette s'échauffe de 7°C, et lors de l'extinction de la lampe halogène on constate une diffusion de la chaleur très rapide. Ce qui montre que s'il est nécessaire de mesurer des hausses de température pour retrouver les phénomènes irréversibles, il est donc opportun de moyenner la température sur la surface de l'éprouvette. En effet, la conduction du matériau étant importante, une moyenne de la température sur la surface permet de quantifier la diffusion dans le matériau. De plus, il est nécessaire d'avoir une fréquence d'acquisition de la caméra infrarouge d'au moins 100 Hz pour mesurer les variations dans le temps (Figure II.11).

Influence de la vitesse de sollicitation

Pour améliorer la détection de l'échauffement de l'éprouvette, une variation de la vitesse de sollicitation pour un essai de traction monotone a été faite, avec des vitesses de traverse de 25 mm/min, 50 mm/min et 100 mm/min. Les éprouvettes ont été positionnées sur une machine de traction INS-

TRON électromécanique avec des mors autobloquants à l'ICA-Albi.

Pour les essais à sollicitation supérieure à 50 mm/min, une fréquence d'acquisition de 150 Hz a été utilisée pour la caméra thermique.

La Figure II.12 représente les courbes de température moyenne relative θ en fonction du temps normé pour les vitesses de traverse de 25 mm/min, 50 mm/min et 100 mm/min. La longueur entre mors étant de 115 mm pour ce type d'éprouvette, cela correspond respectivement à des vitesses de déformation de $3,6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $7,2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $1,4 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

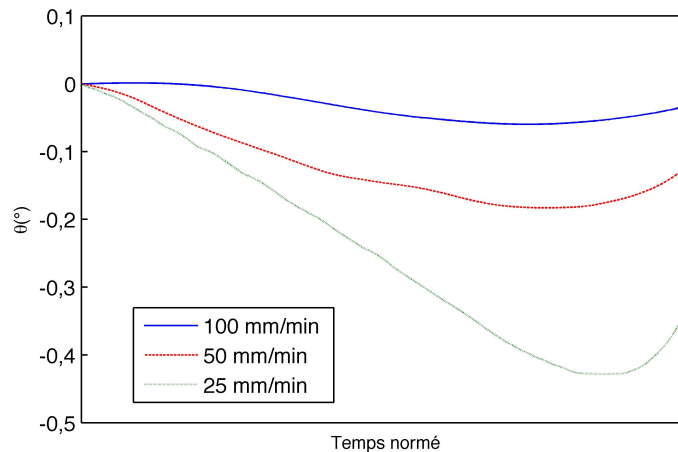


FIGURE II.12 – Superposition de la température moyenne relative pour les essais de traction sur 90HMF40 pour des vitesses de traverse de 25 mm/min, 50 mm/min et 100 mm/min

La vitesse de sollicitation influe sur la réponse thermique comme il est visible sur la Figure II.12. Sur la gamme étudiée, plus la vitesse augmente, moins il y a de dégagement de chaleur.

De plus, une vitesse de 100 mm/min ne permet pas d'avoir un signal thermique suffisant pour le traiter. En effet, la durée de l'essai est très courte (1,5 s), il est donc très difficile avec les moyens actuels d'exploiter les résultats.

En outre, la vitesse de traverse de 50 mm/min permet d'obtenir un signal thermique détectable tout en garantant un temps d'essai court (5,5 s).

Une vitesse de 25 mm/min permet en revanche d'avoir un rapport signal sur sensibilité intéressant et le temps de l'essai reste acceptable pour l'enregistrement et le traitement des données.

En conclusion, on sait qu'une vitesse de déformation de l'ordre de $3,6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ est optimale pour pouvoir « voir » un signal en thermographie infrarouge plus conséquent que la sensibilité de la caméra.

II.3 Comportement mécanique en traction quasi-statique monotone

Afin de caractériser mécaniquement le matériau, deux types d'essais de traction quasi-statique ont été réalisés : monotone et cyclique. Les premiers donnent accès aux propriétés usuelles de l'ingénieur : module d'Young, contrainte et déformation à rupture. Les derniers essais permettent de déterminer le caractère non-linéaire du matériau : élasticité non-linéaire, endommagement, plasticité et viscoplasticité.

II.3.1 Traction monotone

II.3.1.1 Méthodologie

Cet essai est normé (NF EN ISO 527-2 [8] / ASTM D638 [7] / JIS K7113 [1]) pour les éprouvettes de type 1B (Annexe A), issues de moulage par injection. Le module d'Young longitudinal est calculé comme étant la tangente à l'origine de la courbe de contrainte en fonction de la déformation. Selon la norme, il est calculé entre des déformations $\varepsilon' = 0,05\%$ et $\varepsilon'' = 0,25\%$, avec les valeurs de contraintes

associées σ' et σ'' (équation II.4). Ces points sont illustrés sur la Figure II.13. De plus, la contrainte et la déformation à rupture sont relevées pour chaque essai au point de chute de la valeur de contrainte.

$$E = \frac{\sigma'' - \sigma'}{\varepsilon'' - \varepsilon'} \quad (\text{II.4})$$

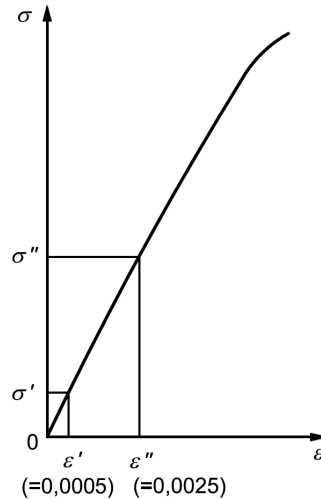


FIGURE II.13 – Courbe de contrainte en fonction de la déformation pour un essai de traction sur une éprouvette de type 1B pour déterminer le module d’Young (NF EN ISO 527-2 [8])

Les essais ont été réalisés à l’aide d’une machine de traction MTS 810 à mors hydrauliques avec une vitesse de traverse de 1 mm/min (soit une vitesse de déformation de $1,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) au laboratoire ICA-Albi. La température et l’hygrométrie d’essai sont respectivement 21°C et 50%. L’écartement entre mors a été fixé à 115 mm comme il est spécifié dans la norme NF EN ISO 527-4 [2]. Trois éprouvettes de chaque expérience du plan d’expériences ont été testées pour les deux matériaux.

II.3.1.2 Résultats : comportement mécanique, module d’Young, contrainte et déformation à rupture

Comportement mécanique

Le comportement en traction monotone quasi-statique des deux matériaux est représenté sur la Figure II.14. La variabilités affichées correspondent à deux fois l’écart-type des données expérimentales pour une représentativité de 95% de la population.

L’évolution de la contrainte en fonction de la déformation est semblable pour les deux matériaux. En effet, on constate une partie linéaire à l’origine qui est équivalente. Cependant, le 10K/40HM présente une contrainte et une déformation à rupture plus faibles que le 90HMF40. On sait donc, d’ores et déjà, qu’il y a une différence entre ces deux matériaux. Or le grade de PEEK des composites est semblable ainsi que les conditions globales de mise en œuvre. Il pourrait donc s’agir d’un endommagement plus conséquent pour le 10K/40HM. L’endommagement des composites à fibres courtes étant issus de l’adhésion entre les fibres et la matrice, on peut supposer que l’interface n’est pas la même entre ces deux matériaux. Par exemple, on sait que l’ensimage des fibres est un facteur très important pour les thermoplastiques *hautes températures*, car lors de la mise en œuvre (400°C) il peut être dégradé, surtout s’il s’agit d’un ensimage thermodurcissable, comme il est courant de voir pour les fibres de carbone [57]. Ceci expliquerait la diminution des propriétés mécaniques face à une sollicitation en traction quasi-statique monotone du 10K/40HM par rapport au 90HMF40.

De plus, la variabilité de la contrainte et la déformation à rupture (représentée par les rectangles en traits discontinus) montre de façon claire que le 10K/40HM présente une dispersion plus importante. Lors d’un problème de collage (entre une fibre et la matrice) lorsque la rupture principale est interfaciale, on peut constater de fortes variabilités [26]. Ce qui conforte l’hypothèse d’interface plus faible pour le 10K/40HM que pour le 90HMF40.

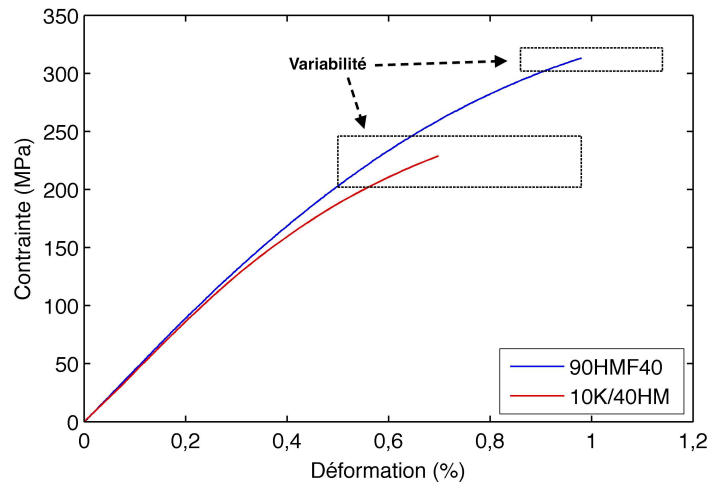


FIGURE II.14 – Courbes de contrainte en fonction de la déformation du 90HMF40 et du 10K/40HM

D’autres réponses pour vérifier cette hypothèse ont été trouvées par des observations post-mortem sous microscopie électronique à balayage et des essais de traction quasi-statique cyclés suivis par thermographie infrarouge, présentées dans la section suivante.

Module d’Young, contrainte et déformation à rupture

Les valeurs de module d’Young, contrainte et déformation à rupture ont été rassemblées dans des tableaux relatifs aux matériaux en fonction des configurations de moulage effectuées pour le plan d’expériences. Le tableau II.1 regroupe les résultats pour le 90HMF40 et le tableau II.2 ceux du 10K/40HM. Les variations constatées entre les différentes expériences du plan d’expériences sont

TABLEAU II.1 – Module d’Young, contrainte et déformation à rupture pour le plan d’expériences du 90HMF40

N° expérience	Module d’Young (GPa)		Contrainte à rupture (MPa)		Déformation à rupture (%)	
	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
1	43,7	0,7	304	5	0,90	0,02
2	44,0	1,5	308	11	0,93	0,06
3	44,3	0,3	312	13	0,95	0,03
4	42,4	0,8	322	14	1,07	0,06
5	44,0	1,6	322	4	1,01	0,03
6	42,2	1,9	327	5	1,08	0,08
7	43,7	1,0	315	4	0,99	0,03
8	42,9	0,5	324	8	1,05	0,08
9	43,8	0,0	320	6	0,99	0,04
Moyenne	43,5	-	317	-	1,00	-
Écart-type	1,2	-	10	-	0,07	-

analysées dans le chapitre suivant.

On peut dans un premier temps conclure que de manière globale, sur les variations de paramètres du procédé mises en jeu, que le 90HMF40 et le 10K/40HM ont un module d’Young équivalent. Cependant la contrainte et la déformation à rupture du 10K/40HM sont plus faibles (environ 26% de moins) comme évoqué auparavant.

TABLEAU II.2 – Module d'Young, contrainte et déformation à rupture pour le plan d'expériences du 10K/40HM

N° expérience	Module d'Young (GPa)		Contrainte à rupture (MPa)		Déformation à rupture (%)	
	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
1	43,7	0,8	203	27	0,55	0,12
2	43,0	2,5	217	36	0,64	0,15
3	45,5	3,0	250	2	0,78	0,04
4	43,7	0,7	249	2	0,80	0,01
5	43,0	0,9	239	7	0,75	0,03
6	42,6	1,7	228	37	0,72	0,22
7	43,4	1,3	245	2	0,80	0,03
8	42,2	0,2	246	2	0,82	0,02
9	42,7	1,1	239	7	0,77	0,06
Moyenne	43,3	-	235	-	0,74	-
Écart-type	1,6	-	22	-	0,12	-

Comparaison avec d'autres matériaux

Le Tableau II.3 regroupe différentes propriétés (module d'Young, contrainte et déformation à rupture) de différents matériaux composites afin de pouvoir les comparer.

TABLEAU II.3 – Module d'Young, contrainte et déformation à rupture pour différents composites PEEK renforcés de fibres de carbone

Fournisseur	Produit	Module d'Young (GPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation à rupture (%)
Victrex	90HMF40	43,5±1,2	317±10	1,00±0,07
Lati	10K40HM	43,3±1,6	235±22	0,74±0,12
Cytec	APC-2/AS4	70	1070	0,75
Gurit	SUPreM	142	2800	
Schappe Techniques	TPFL	130	2150	

II.3.1.3 Faciès de rupture : *identification des phénomènes d'endommagement*

La totalité des ruptures observées lors de la campagne d'essais se localise au niveau du raccordement entre le rayon de courbure et la zone utile. De plus, les pions d'éjection et capteur de pression sont placés à cette position (Figure II.15), ce qui entraîne un changement de section, donc une concentration de contrainte.

Les faciès de rupture ont été observés sous microscope électronique à balayage. En prospectant sur différentes éprouvettes par rapport au plan d'expériences, on constate deux phénomènes prépondérants : plasticité (Figure II.16) et rupture de l'interface fibre/matrice (Figure II.17). Ces phénomènes ont été observés pour les deux matériaux.

La surface de rupture a été observée dans l'épaisseur de la section, une variation des phénomènes a été constatée, passant d'une rupture interfaciale prépondérante sur les bords de la section à une plasticité plus importante dans le cœur de la section. Des explications peuvent être apportées par le fait que sur les bords la cinétique de refroidissement est plus rapide. L'orientation des fibres est perpendiculaire au sens de sollicitation en peau et parallèle à cœur, ce qui privilégie une rupture de matrice plus rapide en peau qu'à cœur.

On constate que pour la température de moule la plus chaude utilisée, il y a, quantitativement, un phénomène de plasticité plus important que pour la température de moule la plus froide, ceci pour les

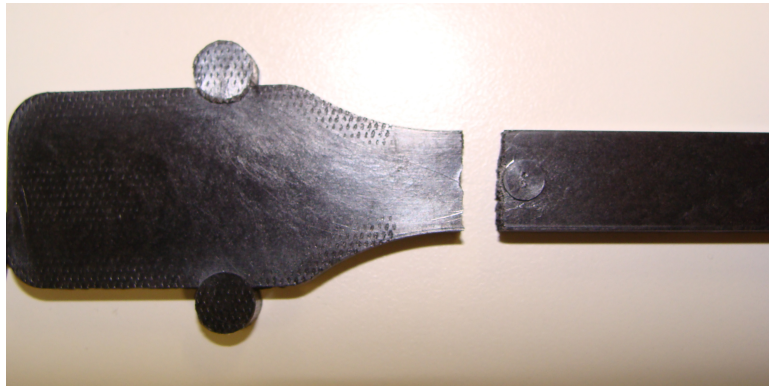


FIGURE II.15 – Localisation de la rupture des éprouvettes de traction pour les deux matériaux

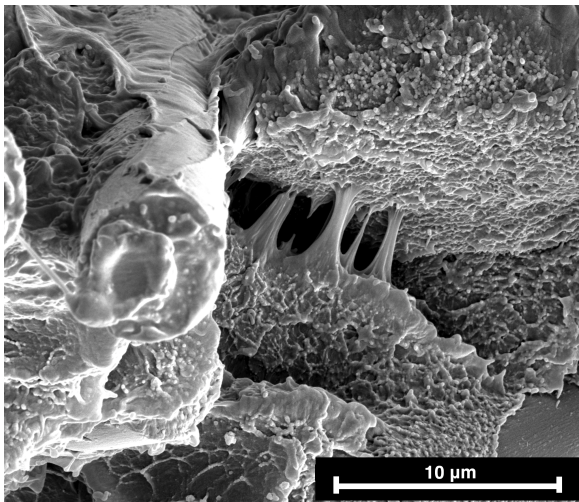


FIGURE II.16 – Observation MEB du phénomène de plasticité (90HMF40)

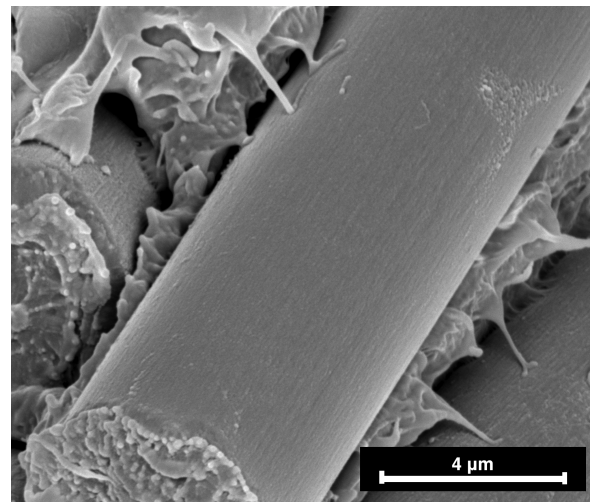


FIGURE II.17 – Observation MEB du phénomène de rupture interfaciale (90HMF40)

deux matériaux. Cependant, d'après les observations, le 10K40HM comporte une part plus importante de zone de déchaussement de fibres (rupture interfaciale) que le 90HMF40. Enfin, sur tous les faciès de rupture analysés, aucune fibre cassée n'a été observée.

II.3.2 Analyse par thermographie infrarouge

Des essais ont été réalisés à l'ISAE-DMSM sur une machine de traction (Instron 8862) avec des mors hydrauliques. La caméra utilisée est la même que celle de l'étude préliminaire. Le protocole d'essai pour la traction de l'éprouvette est le même que pour les essais réalisés au laboratoire ICA-Albi. La vitesse de traverse est fixée à 1 mm/min et la pression des mors hydrauliques est réglée à 30 bars. S'agissant d'une partie exploratoire, préliminaire, il n'y a pas de résultat pour le 10K40HM, les analyses suivantes ne concernent donc que le 90HMF40.

Afin de comprendre le comportement thermique global (macroscopique) du matériau, la température a été moyennée sur toute la surface de l'éprouvette. De plus, la température initiale de l'éprouvette (avant sollicitation) a été soustraite au film afin de pouvoir avoir accès à l'évolution de la température de l'éprouvette subissant une sollicitation de traction.

Une superposition des courbes de contrainte et de température moyenne relative (notée θ) en fonction du temps est effectuée sur la Figure II.18 pour le 90HMF40.

Il est possible de constater que lors de la sollicitation en traction, de 0 MPa à 100 MPa (zone 1), que la température décroît "quasi"-linéairement. Ceci caractérise la partie élastique du matériau. En effet, à la vue de l'équation de la chaleur, il est logique pour un chargement élastique que la température

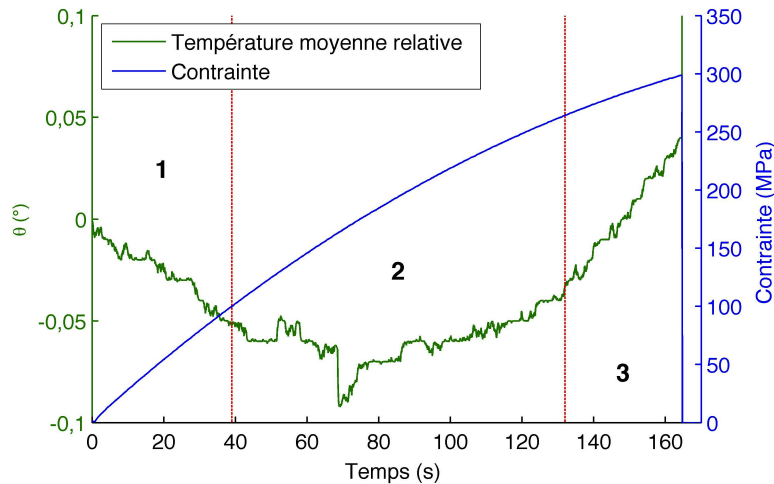


FIGURE II.18 – Contrainte et température moyenne relative de l'éprouvette de 90HMF40 en fonction du temps lors d'un essai de traction quasi-statique monotone pour une vitesse de traverse de 1 mm/min, avec **1** la zone d'élasticité, **2** la zone d'apparition des phénomènes irréversibles et **3** la zone d'élévation franche de la température moyenne relative

décroisse linéairement [56]. Phénoménologiquement, le matériau nécessite de l'énergie pour pouvoir se déformer, d'où la chute de la température [56].

Cependant, à un niveau de contrainte de l'ordre de 100 MPa (contrainte à rupture du PEEK pur), la pente thermique s'adoucit jusqu'à ce qu'il y ait stabilisation (équilibre entre les phénomènes thermiquement réversibles et irréversibles) puis augmentation (prépondérance des phénomènes irréversibles) : zone 2. Cette irréversibilité a été identifiée par observation sous MEB et correspond à la rupture du PEEK et de l'interface fibre/matrice.

On observe également aux alentours de 260 MPa à 270 MPa une modification de la pente de la température moyenne lors de l'augmentation de la contrainte (zone 3). Ceci indique la propagation des fissures dans le matériau jusqu'à la rupture comme l'a montré Sato [119].

Cette dernière partie non-linéaire (à partir de 100 MPa) est analysée plus finement grâce aux essais de traction quasi-statique cyclée.

II.4 Comportement mécanique en traction quasi-statique cyclée

II.4.1 Traction cyclée

Les essais de traction quasi-statique cyclée ont pour but de caractériser l'aspect non-linéaire du matériau telles que la rupture du PEEK et de l'interface fibre/matrice. Grâce à la méthodologie utilisée et le suivi par thermographie infrarouge, il est possible de décrire de manière fine les phénomènes afin de modéliser au mieux le comportement non-linéaire du matériau.

II.4.1.1 Méthodologie

Trois modes de pilotage ont été testés pour les essais de traction quasi-statique cyclée : pilotage en vitesse de traverse, pilotage en vitesse de déformation et pilotage en vitesse d'effort. Les deux premiers ont été réalisés sur la même machine de traction que pour les essais monotones alors que les seconds ont été réalisés à L'ENIT (École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes) au laboratoire CIMMES avec une machine de traction hydraulique Schenck (Figure II.19). De plus, pour le pilotage en vitesse de traverse, seul le 90HMF40 a été testé pour faire une étude préliminaire.

Les essais consistent à faire des charges jusqu'à un niveau de déplacement (déformation ou force) puis de décharger jusqu'à un effort nul pour éviter la compression de l'éprouvette et ainsi rester dans le

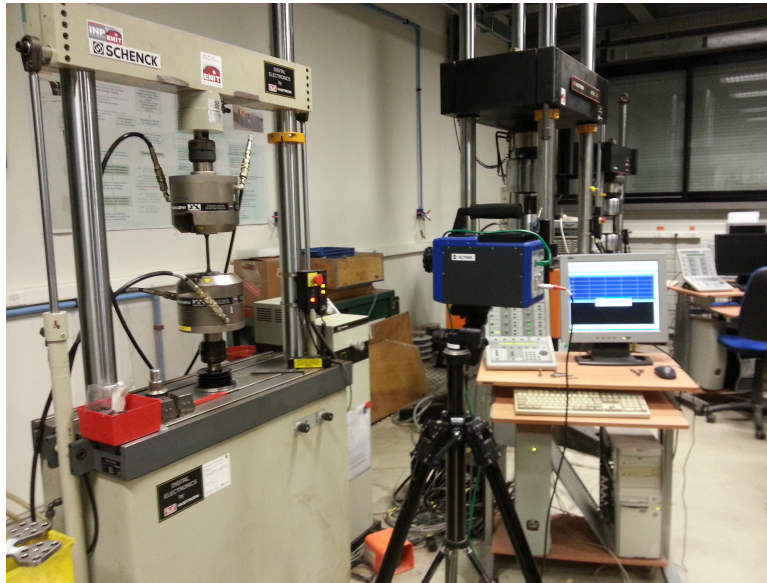


FIGURE II.19 – Protocole expérimental des essais de traction cyclée suivis par thermographie infrarouge

domaine de traction pure. Le Tableau II.4 regroupe les vitesses de charge et de décharge, ainsi que les pas utilisés pour les essais en fonction du mode de pilotage.

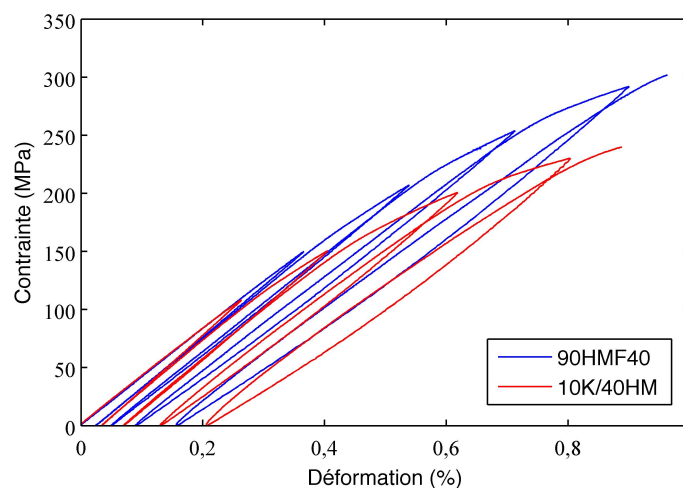
TABLEAU II.4 – Protocole d'essais en fonction du mode de pilotage

Variation	Pilotage en vitesse de traverse	Pilotage en vitesse de déformation	Pilotage en vitesse d'effort
Vitesse de charge	0,5 mm/min	0,01 s ⁻¹	0,5 kN/min
Vitesse de décharge	-1,0 mm/min	-0,01 s ⁻¹	-0,5 kN/min
Pas utilisés	0,35/0,5/0,8/1,0/rupture	0,1% jusqu'à 1%	1 kN jusqu'à 12 kN

II.4.1.2 Résultats : *comportement mécanique, écrouissage et endommagement*

Comportement mécanique

Le comportement des deux matériaux face à des charges en traction suivies de décharges est représenté sur la Figure II.20.

FIGURE II.20 – Comportement en traction cyclée du PEEKTM 90HMF40 et du LarPeekTM 10K/40HM

Premièrement, comme pour la traction monotone, les valeurs de contrainte et de déformation à rupture sont moins élevées pour le 10K/40HM que pour le 90HMF40.

On observe que les deux matériaux ont un comportement plastique après des charges supérieures à 100 MPa, déjà observés lors des essais de traction monotone. En effet, pour des charges inférieures à cette valeur, il y a un retour à une déformation nulle pour une contrainte nulle. De plus, la déformation plastique engendrée par les sollicitations successives est semblable pour les deux matériaux, environ 0,2% de déformation plastique à la rupture.

Cependant, on constate que les hystérésis pour le 10K/40HM sont plus ouverts que pour le 90HMF40. Lors d'une charge, il est possible de voir que le 90HMF40 passe quasiment par le même état (contrainte / déformation) qu'à la fin de la charge précédente, tandis que le 10K/40HM s'en éloigne (ouverture des hystérésis). L'endommagement semble donc plus important pour le 10K/40HM, ce qui est vérifié lors de l'analyse de l'endommagement.

Évolution de l'érouissage

Grâce aux essais de traction quasi-statique cyclée, il est possible de relever la déformation plastique associée à la contrainte que le matériau a subi après une charge. Celle-ci est mesurée au retour à contrainte nulle à la fin de la décharge. Ceci permet de comprendre l'évolution de l'érouissage afin de le modéliser a posteriori. La Figure II.21 représente la contrainte en fonction de la déformation plastique pour les essais de traction quasi-statique cyclée pour le 90HMF40 et le 10K/40HM.

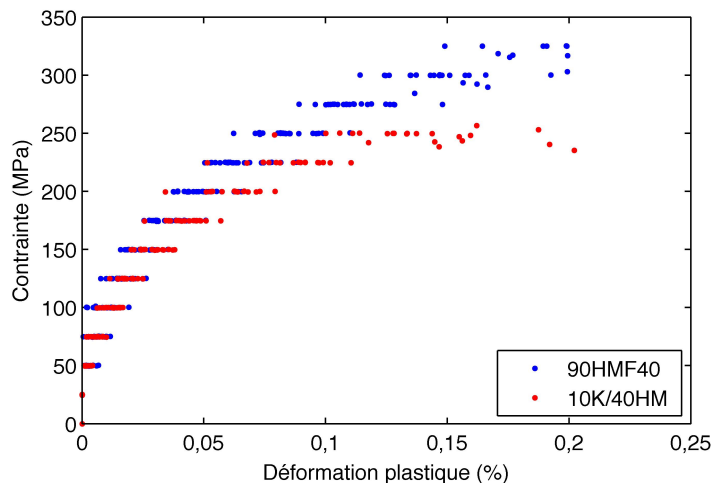


FIGURE II.21 – Contrainte en fonction de la déformation plastique pour des essais de traction quasi-statique cyclée pour le PEEKTM 90HMF40 et le LarPeekTM 10K/40HM

On constate que pour les deux matériaux, l'érouissage est identique jusqu'à une valeur de 150 MPa. Au-delà de cette valeur, il y a un accroissement plus faible de la contrainte en fonction de la déformation plastique du 10K/40HM par rapport au 90HMF40. Ce phénomène peut être expliqué par l'endommagement plus important pour le 10K/40HM. La contrainte effective est plus faible lorsque l'endommagement diminue.

Il a été possible de modéliser cette évolution par une loi exponentielle avec saturation, explicitée par l'équation II.5 :

$$R(p) = R_0 + R_{ult} \cdot [1 - \exp(-\gamma \cdot p)] \quad (\text{II.5})$$

avec $p = \varepsilon_p$ la déformation plastique de traction, R_0 la contrainte seuil de plasticité en traction, R_{ult} la contrainte ultime de plasticité et γ la constante liée aux matériaux. En utilisant un algorithme d'optimisation, intégré dans le logiciel Matlab[®], il a été possible de trouver les paramètres de cette loi qui offre la meilleure régression par rapport aux données expérimentales pour les deux matériaux de l'étude (Tableau II.5).

On constate que les paramètres des lois obtenues par optimisation pour les deux matériaux sont semblables compte-tenu de la variabilité de ceux-ci à l'exception du paramètre R_{ult} qui varie à cause

TABLEAU II.5 – Paramètres de la loi exponentielle avec saturation pour le PEEKTM 90HMF40 et le LarPeekTM 10K/40HM

Paramètres	PEEK TM 90HMF40	LarPeek TM 10K/40HM
R_0 (MPa)	44±11 (25%)	48±7 (15%)
R_{ult} (MPa)	267±15 (6%)	206±12 (6%)
γ	-1950±320 (16%)	-2270±330 (15%)

de l'endommagement du matériau. Ceci conforte le fait que les deux grades de PEEK utilisés pour les deux matériaux ont un comportement mécanique semblable.

Ces valeurs permettent d'avoir des informations quant aux paramètres de la loi qu'il est possible d'utiliser pour la modélisation de la partie non-linéaire des matériaux.

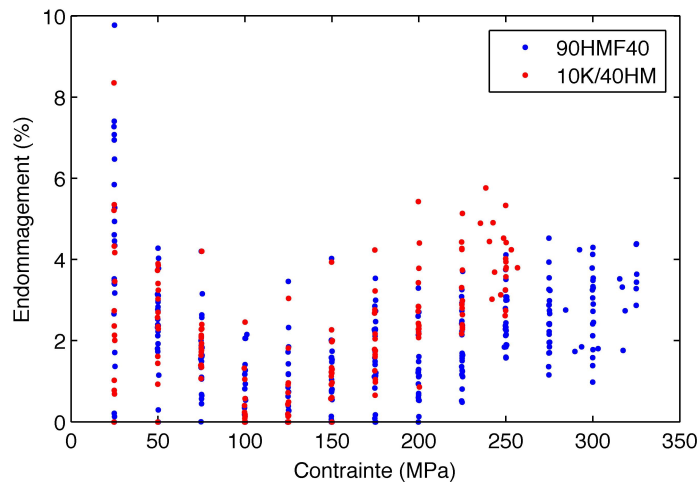
Évolution de l'endommagement

Lors d'essais cyclés, il est possible au début de chaque charge de calculer le module d'Young longitudinal par la même méthode que pour les essais monotones. Ceci donne accès à l'évolution de cette propriété en fonction de la contrainte précédemment appliquée au matériau. Cette évolution est caractéristique d'un endommagement global de l'éprouvette en définissant une variable $d(\%)$ telle que :

$$d(\%) = \frac{E_i}{E_{max}} \cdot 100 \quad (\text{II.6})$$

avec E_i le module d'Young longitudinal du cycle i (précédemment soumis à une contrainte σ_i) et E_{max} le module d'Young longitudinal maximal. Cette équation permet de comparer le 90HMF40 et le 10K40HM qui n'ont pas les mêmes modules maximaux.

Il est ainsi possible de quantifier la perte de rigidité des matériaux en fonction de la contrainte appliquée (Figure II.22).

FIGURE II.22 – Endommagement en fonction de la contrainte pour des essais de traction cyclée pour le PEEKTM 90HMF40 et le LarPeekTM 10K/40HM

Entre 0 MPa et 100 MPa, on observe une baisse de l'endommagement, ceci caractérise une croissance du module longitudinal des matériaux. L'hypothèse qui peut être formulée est que lors des différentes charges dans cet intervalle, il y a une légère réorientation des fibres ou une relaxation des contraintes résiduelles (dues à la fabrication) dans le matériau, ce qui peut accroître le module de 4%. De plus, on sait que la contrainte à rupture du PEEK non chargé est de 100 MPa, il est donc envisageable que le caractère local plastique du PEEK rigidifie globalement le matériau.

On constate également que l'endommagement du 10K/40HM s'accroît beaucoup plus rapidement que

celui du 90HMF40 et atteint une valeur plus élevée (5% contre 3% de perte de module longitudinal). Ces valeurs restent somme toute assez faibles. En effet, la rupture des deux matériaux est soudaine et brutale. Dans une analyse orientée pour le dimensionnement de pièces, on peut en déduire une contrainte limite d'utilisation de 100 MPa pour éviter de réduire les performances du matériau. Pour implémenter l'évolution de l'endommagement dans un code de calcul, il faut calculer l'énergie d'endommagement Y_d par l'équation II.7 :

$$Y_{d_i} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\sigma_i^2}{E_i \cdot (1 - d_i)^2} \quad (\text{II.7})$$

avec l'indice i faisant référence à la charge i .

La Figure II.23 représente l'énergie d'endommagement en fonction de l'endommagement pour le 90HMF40 et le 10K/40HM.

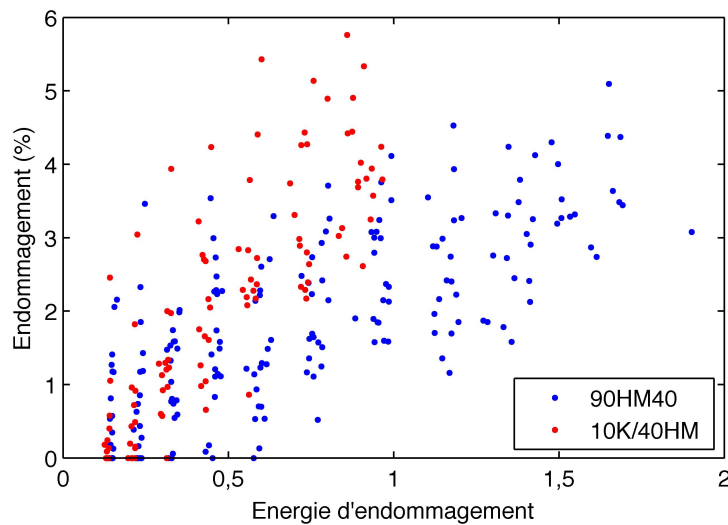


FIGURE II.23 – Endommagement en fonction de l'énergie d'endommagement pour le PEEKTM 90HMF40 et le LarPeekTM 10K/40HM

Comme il est possible de voir, les résultats obtenus sont disparates, cependant on constate bien qu'il est nécessaire de fournir plus d'énergie au 90HMF40 que pour le 10K/40HM pour obtenir le même endommagement.

Une loi de type logarithmique (équation II.8) a été choisie pour approximer les résultats obtenus.

$$d = d_0 + \alpha_d \cdot \log(\beta_d \cdot Y_d) \quad (\text{II.8})$$

Les résultats sont regroupés dans le Tableau II.6. Également, ces valeurs permettent d'avoir des infor-

TABLEAU II.6 – Paramètres de la régression de l'énergie d'endommagement pour le PEEKTM 90HMF40 et le LarPeekTM 10K/40HM

Paramètres	PEEK TM 90HMF40	LarPeek TM 10K/40HM
d_0 (%)	2,21±0,53 (24,2%)	3,61±0,91 (25,2%)
α_d (%)	1,10±0,38 (34,7%)	1,97±0,45 (22,6%)
β_d	1,21±0,13 (11,1%)	1,23±0,37 (29,9%)

mations quant aux paramètres qu'il est possible d'utiliser pour la modélisation de la partie non-linéaire des matériaux.

II.4.2 Analyse par thermographie infrarouge

Les essais pilotés par vitesse de déformation ne sont pas présentés ici car la présence de l'extensomètre ne permet pas d'avoir une surface suffisante pour moyennner la température. Seuls les pilotages

par vitesse de traverse et d'effort sont analysés.

II.4.2.1 Traction cyclée : *pilotage en vitesse de traverse*

La même méthode que pour la traction quasi-statique monotone a été appliquée pour le traitement de la température mesurée par caméra infrarouge. La Figure II.24 représente la contrainte et la température moyenne relative en fonction du temps lors du chargement cyclique piloté par vitesse de traverse sur un cycle pour le 90HMF40.

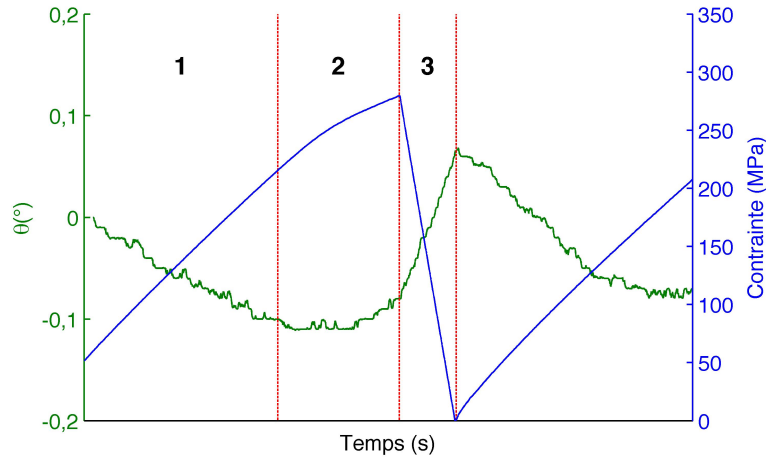


FIGURE II.24 – Contrainte et température moyenne relative de l'éprouvette en fonction du temps lors d'un essai de traction cyclée piloté par vitesse de traverse, avec **1** la zone d'élasticité, **2** la zone d'endommagement et **3** la zone de décharge élastique

Comparativement à l'analyse par thermographie du comportement en traction quasi-statique monotone, on retrouve la même évolution décrite en trois zones.

On constate comme précédemment une première zone linéaire en contrainte et en température moyenne relative.

Il y a également un adoucissement de pente de la partie thermique lorsque la contrainte dépasse sa valeur maximale du cycle antérieur, puis stabilisation et enfin augmentation de la température moyenne relative (zone 2).

De plus, lors de la décharge à vitesse constante (zone 3), on remarque une élévation linéaire de la température proportionnelle à la diminution linéaire de la contrainte. Ce qui se comprend avec l'équation de la thermique simplifiée (équation II.9), en supposant les sources de chaleur irréversibles nulles et en considérant un problème à une dimension (pas de variation spatiale) :

$$\rho \cdot c_p \cdot \frac{\partial \theta}{\partial t} = -\alpha \cdot T \cdot \frac{\partial \sigma}{\partial t} \quad (\text{II.9})$$

Le suivi par thermographie infrarouge n'a été effectué que sur la fin des essais de traction quasi-statique cyclée pilotés en vitesse de traverse à cause de la durée de chaque essai. Pour remédier à ceci, un pilotage en vitesse d'effort a été réalisé avec une rampe plus rapide que la vitesse de traverse précédemment utilisée.

Les essais pilotés en déformation nécessitent l'utilisation d'extensomètre qui peut masquer l'accès à la température de la surface d'une partie de l'éprouvette. C'est pourquoi seuls les essais pilotés en vitesse de traverse et d'effort seront analysés par thermographie infrarouge sur le 90HMF40.

II.4.2.2 Traction cyclée : *pilotage en vitesse d'effort*

La Figure II.25 représente la contrainte et la température moyenne relative en fonction du temps lors du chargement cyclique piloté par vitesse d'effort sur un cycle pour le 90HMF40.

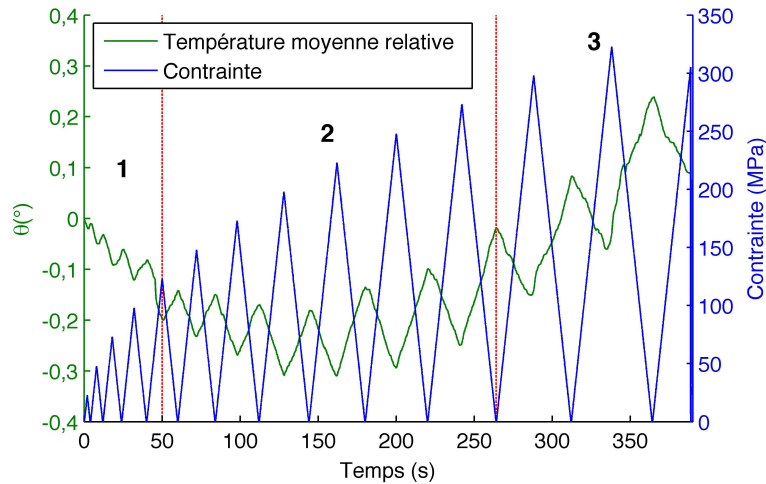


FIGURE II.25 – Contrainte et température moyenne relative de l'éprouvette en fonction du temps lors d'un essai de traction cyclée piloté par vitesse d'effort, avec **1** la zone d'élasticité, **2** la zone d'apparition de la plasticité et **3** la zone de propagation des fissures

À la différence du premier essai, le suivi total de l'essai permet de se rendre compte que l'évolution globale de la température moyenne relative a une allure similaire à celle relevée pour les essais monotones. En effet, si l'on trace une droite qui moyenne les quatre premiers cycles (inférieurs à 100 MPa), on s'aperçoit qu'il y a augmentation de la pente, ce qui confirme bien les bornes de la zone d'élasticité du matériau. De plus, on s'aperçoit, grâce au cyclage, que les pentes de variation thermique lors des charges et décharges sont linéaires et proportionnelles opposées aux pentes de contrainte imposée.

Le cyclage permet d'améliorer la détection des phénomènes irréversibles tels que la plasticité, la rupture interfaciale fibre/matrice et le frottement des fibres avec la matrice (après décohesion).

Lors de cyclage, le déchaussement des fibres avec la matrice va créer des frottements lors des charges et des décharges ce qui va créer un échauffement, ce qui peut expliquer les variations non-linéaires de la température dans la zone 3 de la Figure II.25.

On a vu que la variation de la température moyenne relative doit être proportionnelle opposée à la variation de la contrainte, ce qui est le cas pour des cycles compris entre 100 MPa et 260 MPa. Pour les cycles à chargement supérieur à 260 MPa, on relève des variations non-linéaires de la température moyenne relative lors des charges et des décharges.

C'est pourquoi l'on peut conclure que le matériau se déforme tout d'abord élastiquement jusqu'à une valeur de contrainte de 100 MPa, puis commence à se plastifier et créer des cavités jusqu'à une valeur de 260 MPa, pour ensuite avoir une propagation de fissures jusqu'à la rupture. Comme a pu le constater Nouri [96] pour un matériau thermoplastique injecté renforcé de fibres courtes soumis à des sollicitations en fatigue.

II.4.3 Analyse complémentaire : *Émission acoustique*

Dans l'optique de perfectionnement de l'analyse du comportement et du caractère non-linéaire des matériaux, des tractions cyclées ont été contrôlées par émission acoustique à l'IUT de Toulouse. Cette technique relève les ondes émises par le matériau lorsqu'il est soumis à une sollicitation pour, a posteriori, identifier et comprendre les phénomènes mis en jeu. Ces ondes sont enregistrées en salves par la baie d'acquisition avec des paramètres de détection spécifiques au matériau (Tableau II.7) lorsqu'un seuil acoustique a été dépassé (ici 30 dB). Le Peak Definition Time (PDT) détermine le pic de plus forte amplitude et le temps de montée de la salve, le Hit Definition Time (HDT) la durée de la salve et le Hit Lockout Time (HLT) un temps, de non acquisition, permettant d'éviter de mesurer les réflexions de cette même salve.

Une étude préliminaire réalisée par François Boyer [23] a mis en évidence que le PEEK pur n'émettait pas d'émission acoustique lors d'une sollicitation en traction. Il est donc possible d'émettre l'hypothèse

TABLEAU II.7 – Paramètres PDT, HDT et HLT utilisés pour la baie d’acquisition d’émission acoustique

Paramètres	Valeur (μs)
PDT	30
HDT	100
HLT	300

que seules les ruptures d’interface fibres/matrice et les ruptures de fibres sont émettrices. De plus, Laksimi [76] explique que pour étudier les émissions acoustiques durant un chargement en traction, les paramètres des salves indicateurs sont l’amplitude du signal, sa durée et son énergie. En effet, ils permettent de caractériser au mieux les phénomènes d’endommagement des matériaux composites à matrice thermoplastique.

II.4.3.1 Traction quasi-statique monotone

Lors d’un essai de traction quasi-statique monotone, en mettant en relation la contrainte appliquée et l’énergie cumulée des salves enregistrées, il est possible de comprendre l’évolution des phénomènes non-linéaires des matériaux (Figure II.26).

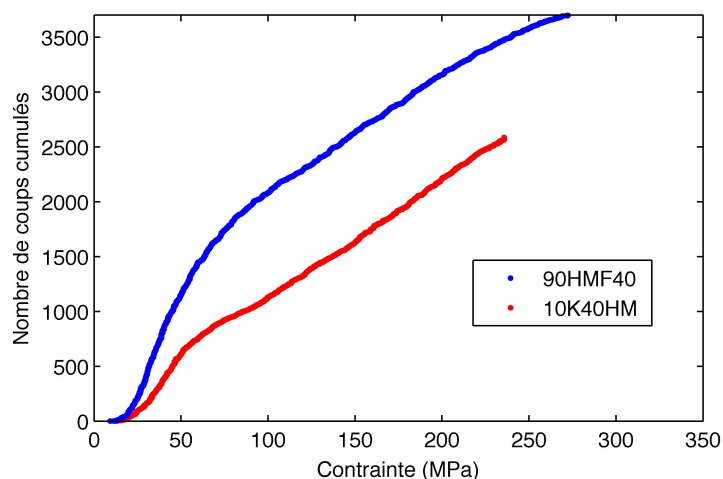


FIGURE II.26 – Nombre de coups cumulés des salves en fonction de la contrainte appliquée pour une sollicitation en traction quasi-statique monotone

En effet, on constate que l’énergie cumulée nécessaire pour la même contrainte appliquée est environ deux fois plus élevée pour le 90HMF40. Il y a augmentation de l’énergie à partir de 20 MPa pour le 90HMF40 comparativement à 30 MPa pour le 10K/40HM. Ceci montre que l’adhésion entre la matrice et les fibres est plus ductile pour le 10K/40HM, donc plus rigide et fragile pour le 90HMF40.

On remarque également qu’à partir de 100 MPa, il y a une évolution quasi-linéaire de l’énergie cumulée, ce qui témoigne bien d’une propagation de fissures le long de l’interface et dans la matrice.

II.4.3.2 Traction quasi-statique cyclée

Pour vérifier les affirmations énoncées auparavant, on trace le nombre de coups cumulés en fonction de la contrainte appliquée pour des essais cyclés, Figure II.27.

On remarque que l’allure de la courbe est similaire à celle relevée pour la traction monotone. Grâce à cette courbe, il est tout de suite visible que pour les premiers cycles, dont les valeurs ne dépassent pas 100 MPa, il y a une nette augmentation du nombre de coups cumulés. Ceci confirme qu’entre 20 MPa et 100 MPa il y a initiation de la détérioration de l’interface fibre/matrice. On constate que lors des décharges et recharges, il n’y a pas d’émission acoustique relevée. Ceci signifie que l’endommagement se produit uniquement lors d’une charge supérieure à ce que le matériau a déjà

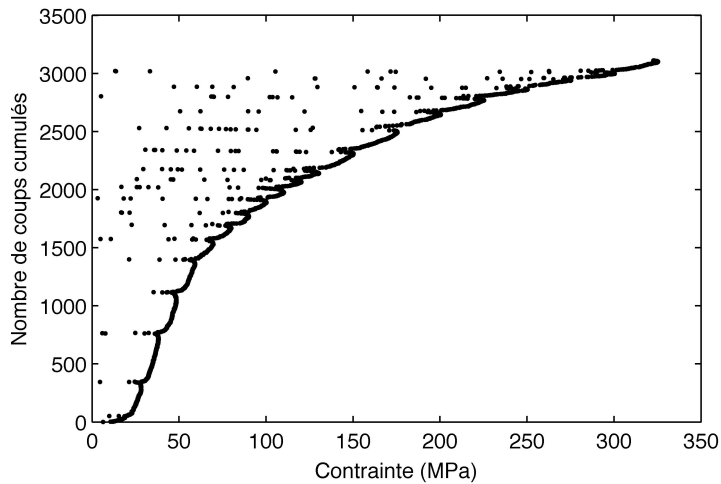


FIGURE II.27 – Nombre de coups cumulés en fonction de la contrainte appliquée pour le 90HMF40

subi.

De plus, on observe que la propagation de fissures dans le matériau ne génère que très peu d'énergie, compte-tenu de la non émission acoustique de la rupture de la matrice (observée par François Boyer [23]).

Enfin, les ruptures de fibres n'ont pas été constatées lors des analyses de faciès de rupture, la rupture totale de l'éprouvette est la seule émettrice d'une salve avec une énergie très importante (amplitude supérieure à 80 dB) [30].

II.4.4 Synthèse sur le comportement

L'évolution de la contrainte et de la température moyenne relative sont regroupées dans le Tableau II.8 en fonction du niveau de contrainte du matériau, celle-ci est la même pour les deux matériaux.

TABLEAU II.8 – Évolution de la contrainte et de la température moyenne relative en fonction du niveau de contrainte du matériau

Contrainte	Évolution de la contrainte	Évolution de la température moyenne relative	Phénomènes microstructuraux
0 MPa à 100 MPa	augmentation linéaire, retour élastique à 0%	diminution linéaire, retour à 0°	plastification de la matrice en bout de fibres
100 MPa à 260 MPa	augmentation non-linéaire, diminution de la pente, retour élastique différent de 0%, diminution faible du module élastique	redressement, stabilisation puis augmentation de θ , augmentation de la pente	plastification de la matrice et initiation de fissures en bout et le long des fibres
260 MPa à rupture	augmentation non-linéaire, diminution de la pente, retour élastique différent de 0%, diminution forte du module élastique	augmentation linéaire, augmentation de la pente	propagation et coalescence des fissures

II.5 Conclusion

Dans ce chapitre, les comportements en traction monotone et cyclée ont été étudiés pour le 90HMF40 et le 10K/40HM.

Grâce aux premiers essais, les propriétés usuelles de l'ingénieur (module d'Young, contrainte et déformation à rupture) ont été déterminées. De plus, un comportement similaire fragile, a été identifié pour ces deux matériaux, le 90HMF40 ayant des propriétés supérieures au 10K/40HM en contrainte à rupture et déformation à rupture. Le suivi par thermographie infrarouge a rendu possible de détecter les phases d'élasticité et « d'endommagement » au sens large du terme.

Une analyse sous MEBE des faciès de rupture a mis en relief les phénomènes de ruine des deux matériaux : plasticité et rupture interfaciale. Aucune rupture de fibres n'a été constatée sur les échantillons analysés.

Le deuxième type d'essais a permis d'analyser plus finement les phénomènes non-linéaires. La plasticité et l'endommagement ont été relevés pour les deux matériaux. Ils expriment un écrouissage similaire, cependant le 10K/40HM s'endommage plus que le 90HMF40 (facteur 2). Le suivi par thermographie infrarouge des cycles de charges et décharges a révélé de manière plus exhaustive les phases d'élasticité (de 0 MPa à 100 MPa), de plasticité et de propagation de fissures.

Une analyse complémentaire par émission acoustique a permis de confirmer et de justifier les observations et conclusions apportées.

Dans une démarche de dimensionnement de pièces, les résultats apportés peuvent permettre d'identifier une limite d'utilisation des matériaux de l'ordre de 100 MPa. Pour vérifier ceci, des essais de fatigue peuvent être réalisés pour confirmer l'aspect de durabilité du matériau sous cette charge.

Dans cette étude, les effets viscoélastique et viscoplastique n'ont pas été étudiés, pour cela, il faudrait réaliser les mêmes cycles à différentes vitesses de chargement.

Pour comprendre au mieux l'influence du procédé (Chapitre I) sur les propriétés analysées dans ce chapitre, une étude du plan d'expérience par régression linéaire multiple est proposée dans le chapitre suivant. Ceci fait le lien entre le procédé et la microstructure et les propriétés macroscopiques induites lors de la fabrication.

Chapitre III

Couplage entre procédé et propriétés

Table des matières

III.1 Introduction	59
III.2 Plans d'expériences	59
III.2.1 Introduction aux plans d'expériences	59
III.2.2 Terminologie des plans d'expériences : <i>réponses, facteurs, niveaux</i>	59
III.2.2.1 Réponses	59
III.2.2.2 Facteurs	59
III.2.2.3 Niveaux	60
III.2.2.4 Points expérimentaux	60
III.2.3 Types de plans d'expériences	60
III.2.3.1 Factoriel complet : m^k	60
III.2.3.2 Plans de Plackett et Burman	61
III.2.3.3 Factoriel fractionnaire : m^{k-q}	61
III.2.3.4 Tables de Taguchi : $L_n(m^k)$	61
III.2.4 Modélisation par régression linéaire multiple	62
III.2.4.1 Théorie	62
III.2.4.2 Double codage : <i>effets des niveaux intermédiaires, $m > 2$</i>	63
III.2.4.3 Tests statistiques : <i>Fisher / Student</i>	63
III.2.4.4 Sélection de variables	64
III.2.4.5 Détection d'observations aberrantes : <i>outlier</i>	65
III.2.4.6 Analyse des résidus	65
III.3 Plan d'expériences de l'étude	66
III.3.1 Choix du plan d'expériences	66
III.3.2 Facteurs : <i>paramètres du procédé</i>	66
III.3.3 Niveaux : <i>variations des paramètres</i>	67
III.3.4 Réponses : <i>résultats des essais</i>	68
III.3.4.1 Microstructure	68
III.3.4.2 Comportement mécanique	68
III.3.4.3 Gradient thermique	69
III.4 Effets des paramètres du procédé	69
III.4.1 Détermination des effets	69
III.4.2 Microstructure	70
III.4.2.1 Taux de cristallinité	70
III.4.3 Mécanique	72
III.4.3.1 Effets sur le module d'Young	72
III.4.3.2 Effets sur la contrainte à rupture	73
III.4.3.3 Effets sur la déformation à rupture	75
III.4.4 Écrouissage	77
III.4.4.1 Effets sur R_0	77

III.4.4.2	Effets sur R_{ult}	78
III.4.4.3	Effets sur γ	79
III.4.5	Endommagement	80
III.4.5.1	Effets sur d_0	80
III.4.5.2	Effets du procédé sur α_d	81
III.4.5.3	Effets du procédé sur β_d	81
III.4.6	Thermique	82
III.4.6.1	Pente de thermoélasticité	82
III.4.6.2	Pente d'endommagement	83
III.4.7	Synthèse	85
III.5	Conclusion	85

III.1 Introduction

Afin d'analyser les effets des paramètres d'un procédé sur la qualité d'une pièce (esthétique, mécanique, ...), les plans d'expériences sont très utilisés dans l'industrie. Grâce aux « réponses » obtenues en faisant varier les « facteurs » du procédé, il est possible d'étudier un modèle liant les unes aux autres. Cela, dans divers objectifs, va de la caractérisation d'un optimal à l'identification d'un facteur influent ou à la prédiction de réponses. L'objectif ultime est d'avoir le maximum d'informations avec le minimum d'expériences.

L'étude présentée dans ce chapitre est basée sur le principe des plans d'expériences appliqué à la compréhension de l'effet des facteurs d'injection sur les caractéristiques microstructurales, mécaniques et thermiques.

Une étude bibliographique permet de mettre en place la terminologie utilisée, la définition de différents types de plans d'expériences ainsi que leur analyse par régression linéaire multiple.

Puis le choix du plan d'expériences, des réponses, des facteurs et de leurs niveaux est explicité afin de donner au lecteur les bornes du domaine de l'étude.

Enfin, les effets obtenus par régression linéaire multiple sur les réponses sont analysés pour la partie microstructurale, mécanique et thermique.

III.2 Plans d'expériences

III.2.1 Introduction aux plans d'expériences

De tout temps et de toute discipline, les expérimentateurs et les statisticiens ont besoin d'organiser leurs essais de façon optimale pour obtenir de bonnes informations dans un temps et un coût limités. L'optimisation des expérimentations [148] a été développée premièrement en agronomie [34], puis dans le domaine chimique [151, 20] pour enfin s'appliquer à la mécanique [58]. Cependant les champs d'application de cette méthode restent vastes compte tenu de leur universalité. L'idée principale est d'appliquer une méthode rigoureuse et précise, qui peut changer la manière de travailler des expérimentateurs. En s'y conformant, ils s'assurent d'une efficacité deux à trois fois supérieure par rapport à une étude classique [58].

Celle-ci consiste à faire varier des paramètres, puis évaluer leur influence sur un résultat. Aussi, plus le nombre de paramètres est important, plus il est fastidieux et cher de réaliser une étude expérimentale. C'est pourquoi les plans d'expériences, faisant varier les paramètres un à un ont évolué et ont permis de proposer des solutions moins coûteuses.

Le modèle, dépendant du type de plans d'expériences choisi, permet donc en fonction des hypothèses faites d'avoir une information précise des influences des paramètres sur les résultats.

III.2.2 Terminologie des plans d'expériences : *réponses, facteurs, niveaux*

Il convient de définir quelques mots de vocabulaire propres aux plans d'expériences. Ces trois termes principaux sont utilisés dans la suite de ce chapitre [58].

III.2.2.1 Réponses

Les *réponses* sont les grandeurs mesurées lors des expériences. Elles peuvent être de différentes natures, quantitatives ou qualitatives.

Quel que soit sa forme, une réponse y peut se modéliser sous la forme mathématique $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$.

III.2.2.2 Facteurs

Les *facteurs* x_i sont les paramètres qui vont varier afin de quantifier leur influence sur les réponses. De même que pour les réponses, ils peuvent être soit quantitatifs (variables continues interprétables directement) ou qualitatives (variables discontinues qui nécessitent une plus grande vigilance sur l'analyse des résultats).

La première colonne représente la partie constante de la réponse (voir la sous-section III.2.4) et les trois suivantes les effets des facteurs A, B et C.

En multipliant les colonnes entre deux facteurs, il est possible d'obtenir les interactions entre eux deux, les colonnes 5 à 7 représentent les interactions AB, AC et BC respectivement. Par analogie la dernière colonne représente l'interaction entre les trois facteurs ABC (multiplication des colonnes 2, 3 et 4).

Ce système linéaire se traduit par $y = a_0 + a_A A + a_B B + a_C C + a_{AB} AB + a_{AC} AC + a_{BC} BC + a_{ABC} ABC$. Il est donc possible avec les 8 essais du plan d'avoir accès aux huit coefficients de l'équation.

Afin de fonctionner, cette méthode nécessite de réaliser toutes les expériences pour avoir toutes les informations. On voit tout de suite un inconvénient majeur si le nombre de facteurs croît, d'où l'intérêt des plans de Plackett et Burman qui permettent de réduire le nombre d'essais.

III.2.3.2 Plans de Plackett et Burman

Développés en 1946 par Plackett et Burman [104], ces plans permettent l'étude d'un grand nombre de facteurs qui varient sur deux modalités. Ceux-ci respectent les lois d'orthogonalité, ce qui facilite l'étude des plans d'expériences.

Les plans de Plackett et Burman nécessitent un nombre d'expériences multiples de 4 (multiple de 2 pour les plans complets) car ils s'appuient sur les matrices d'Hadamard [59]. De part leur structure, les interactions entre facteurs ne sont pas souvent déterminées.

III.2.3.3 Factoriel fractionnaire : m^{k-q}

Les plans factoriels fractionnaires consistent à étudier un nombre de facteur k , variant sur m niveaux, comme le plan factoriel complet, tout en réduisant le nombre d'essais. Noté m^{k-q} , le nombre d'expérimentations du plan factoriel complet est réduit de m^q fois, avec q un nombre entier que l'on détermine en fonction du nombre maximal d'essais que l'on peut réaliser.

La méthode consiste à utiliser les colonnes d'interactions du plan complet pour créer de « nouveaux » facteurs en rendant identiques leurs niveaux à ceux des termes d'interactions respectifs (on dit qu'on aliasse les facteurs avec les interactions). Cependant, lors de l'analyse, l'effet du nouveau facteur sera additionné à celui de l'interaction correspondante [59].

Le pari du plan factoriel fractionnaire est donc de négliger ces interactions pour avoir accès aux effets des « nouveaux » facteurs. Ceci nécessite donc, en cas de non ajustement du modèle aux données et de fortes interactions entre les facteurs constatés a posteriori, de faire des essais de contrôle ou de vérification afin d'évaluer si l'hypothèse est valide et d'apporter une information supplémentaire pour modifier le modèle linéaire.

III.2.3.4 Tables de Taguchi : $L_n(m^k)$

Très usitées dans le domaine de la qualité [129, 114], les tables de Taguchi sont des plans de Plackett et Burman utilisés pour une modélisation négligeant les interactions entre les facteurs. Il est ainsi nécessaire à l'utilisateur de choisir la table répondant aux exigences de sa modélisation.

En plus de la réduction du nombre d'expérimentations, la table de Taguchi permet d'avoir accès à l'ordre de réalisation. En fonction de la pénibilité du facteur à changer de niveaux, la table va évoluer, il est donc important de respecter ces conditions de difficultés de réalisation.

Leur notation $L_n(m^k)$ indique qu'il est nécessaire de réaliser n essais (lignes) pour la table en question, comprenant k colonnes (facteurs avec m niveaux). La convention de notation utilisée est que le niveau bas est codé par 1, pour un facteur à 3 niveaux, ceux-ci sont codés 1, 2, 3, pour les niveaux bas, milieu et haut.

Les plans d'expériences consacrés aux surfaces de réponse, comme les plans composites [59], les plans de Doehlert [44] ou les plans de Box-Behnken [22] ne sont pas développés.

III.2.4 Modélisation par régression linéaire multiple

III.2.4.1 Théorie

La régression linéaire multiple permet d'exprimer la réponse d'un système (avec n expériences effectuées) comme une fonction linéaire de p facteurs [117]. La matrice du modèle X s'exprime en fonction de la matrice d'expériences, en lui rajoutant des colonnes pour la prise en compte des interactions entre facteurs. Ainsi pour un modèle linéaire du second degré à deux facteurs quantitatifs, on obtient la modélisation de la réponse par $y = a_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 + a_3 \cdot (x_1)^2 + a_4 \cdot (x_2)^2 + a_5 \cdot x_1 \cdot x_2 + \varepsilon$. La matrice X aura donc 6 colonnes, une pour la constante, deux pour les facteurs, deux pour le carré des facteurs et un pour leur produit.

Les coefficients associés à la régression du premier degré sont appelés *effets* tandis que ceux associés au deuxième degré sont appelés *interactions*.

Le terme ε s'appelle le *résidu*, il est fonction du manque d'ajustement du modèle (écart entre la prédiction et les résultats expérimentaux) et de la nature aléatoire de la réponse. Dans ce cas-ci, l'erreur acceptée par l'expérimentateur avec cette modélisation est du troisième ordre (interactions entre trois facteurs).

Seul le modèle linéaire du premier degré est considéré dans la suite de l'étude, car les interactions entre les facteurs qui ont été choisis sont négligées. L'équation générale du modèle s'écrit sous la forme matricielle suivante :

$$y = X \cdot a + \varepsilon \quad (\text{III.2})$$

avec y le résultat des expériences, X la matrice des effets, a les coefficients des facteurs et ε l'erreur du modèle.

Selon la méthode des moindres carrés ordinaires, il est possible d'estimer le vecteur des coefficients a des facteurs par \hat{a} avec la relation suivante :

$$\hat{a} = ({}^tX \cdot X)^{-1} \cdot {}^tX \cdot y \quad (\text{III.3})$$

L'erreur observée de l'expérience i (e_i : appelée le résidu, évaluation du terme d'erreur ε) obtenue par la régression linéaire multiple doit être aléatoire pour valider le modèle. Elle est accessible en posant cette équation :

$$e_i = y_i - X_{ij} \cdot \hat{a}_j = y_i - \hat{y}_i \quad (\text{III.4})$$

La variance estimée des coefficients est calculée avec l'erreur observée entre la prédiction et les résultats expérimentaux par l'équation suivante :

$$\hat{\sigma}_i^2 = \frac{\sum_{j=1}^n e_i^2}{n - p - 1} \quad (\text{III.5})$$

avec n le nombre d'expériences, p le nombre de termes du modèle (en dehors de la constante) et $n - p - 1$ au dénominateur pour avoir accès à l'estimation sans biais de σ^2 (car $E(\hat{\sigma}^2) = \sigma^2$). Le coefficient de corrélation multiple R entre la prédiction et les données expérimentales est obtenu par le coefficient de détermination R^2 , équation III.6 :

$$R^2 = \frac{\sum_i (y_i - \bar{y})^2 - \sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_i (y_i - \bar{y})^2} \quad (\text{III.6})$$

avec $\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n}$ la moyenne des résultats de toutes les expériences.

Si $R^2 = 1$, il y a ajustement parfait de la prédiction avec les données expérimentales. Pour des variables aléatoires et une hypothèse de non-régression non satisfaite R^2 est un estimateur biaisé, on définit donc $R_{ajusté}^2$ tel que :

$$R_{ajusté}^2 = \frac{(n - 1) \cdot R^2 - p}{n - p - 1} \quad (\text{III.7})$$

De plus, le coefficient $R_{ajusté}^2$ est indépendant du nombre de facteurs explicatifs (p) ce qui permet de comparer des modèles de régression avec différents nombres de facteurs de manière non-biaisée.

III.2.4.2 Double codage : effets des niveaux intermédiaires, $m > 2$

La régression linéaire multiple permet de connaître l'évolution de la réponse en fonction des facteurs. Or, comme son nom l'indique, la régression est « linéaire », il est donc impossible de savoir si l'influence d'un des facteurs est non-linéaire sur plusieurs niveaux.

Le codage « classique » (simple) permet de connaître l'effet des facteurs pour les niveaux -1 et 1 et de les comparer directement. Or l'effet pour un niveau intermédiaire peut contredire la linéarité de l'effet entre les niveaux bas et haut. C'est pourquoi le *double codage* est utilisé. Cela consiste en un artefact numérique en rajoutant une colonne dans la matrice X . Cette colonne permet d'obtenir l'effet d'un niveau intermédiaire. Cela consiste à imposer la valeur 1 lorsque le niveau est atteint et 0 pour le niveaux haut et -1 pour le niveau bas, ce qui permet de passer du Tableau III.2 au Tableau III.3 :

TABLEAU III.2 – Table de simple codage du facteur A pour 3 niveaux

Niveau	Simple codage
Bas	-1
Milieu	0
Haut	1

TABLEAU III.3 – Table de double codage du facteur A pour 3 niveaux

Niveau	Double codage	
	$A^{(1)}$	$A^{(2)}$
Bas	-1	-1
Milieu	0	1
Haut	1	0

Pour un facteur ayant trois niveaux, le codage qui permet d'avoir l'effet du facteur haut est $\{-1,0,1\}$ tandis que pour l'effet du niveau milieu le codage est $\{-1,1,0\}$. L'effet du niveau bas étant égal à l'opposé de la somme des effets de tous les autres effets, car la somme des effets de tous les niveaux d'un facteur est nulle.

L'inconvénient de cette méthode est que le nombre de degrés de liberté de régression augmente par rapport au codage « simple », et a pour conséquence immédiate l'altération des valeurs de prédiction, de facto, la significativité du modèle et des coefficients (voir paragraphes suivants).

III.2.4.3 Tests statistiques : Fisher / Student

Fisher : validation du modèle global [50]

Pour s'assurer de la bonne prédiction du modèle global, on effectue un test d'égalité statistique des variances de prédiction et des résidus, appelé test de Fisher [50], exprimé par la table ANOVA (ANalysis Of VAriance). La somme des carrés des écarts (SCE ou variance multipliée par le nombre de degrés de liberté) totale peut être décomposée en deux (celle des facteurs et celle des résidus). La SCE des facteurs est la somme des carrés des écarts entre les valeurs de prédiction et la moyenne de prédiction, et la SCE des résidus est la somme des carrés des écarts entre les valeurs de prédiction et d'expérience, soit :

$$SCE_{facteurs} = \sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2 \tag{III.8}$$

$$SCE_{résidus} = \sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2 \tag{III.9}$$

Ce qui donne les variances :

$$S_{facteurs}^2 = \frac{SCE_{facteurs}}{p - 1} \tag{III.10}$$

$$S_{résidus}^2 = \frac{SCE_{résidus}}{n - p} \tag{III.11}$$

Le rapport entre ces deux entités F suit une loi de Fisher de degrés $(p - 1)$ et $(n - p)$:

$$F = \frac{S_{facteurs}^2}{S_{résidus}^2} \tag{III.12}$$

Cette valeur combinée aux degrés de liberté, représentative de l'hypothèse « tous les coefficients sont nuls », donne accès à la valeur p (p_{value}) du modèle (probabilité de justesse de l'hypothèse nulle, donc probabilité que tous les coefficients soient nuls) définie par :

$$P(F < F_{(p-1, n-p)}) = p_{value} \quad (\text{III.13})$$

Selon la valeur de la p_{value} on rejette ou on accepte l'hypothèse que tous les coefficients soient nuls. Le modèle est donc jugé « globalement » porteur d'informations.

Student : *significativité des facteurs* [126]

Suite à l'analyse globale de la prédiction, afin de vérifier la nullité des coefficients, un test statistique de Student est réalisé sur les coefficients j . Pour ceci, il faut calculer la matrice de variance-covariance des coefficients :

$$Var(\hat{a}_j) = ({}^tX \cdot X)^{-1} \cdot \hat{\sigma}^2 \quad (\text{III.14})$$

La variance de chaque coefficient se trouve sur la diagonale de cette matrice. La variable suivant la loi de Student est la suivante :

$$t_j = \frac{\hat{a}_j}{\sqrt{Var(\hat{a}_j)}} \quad (\text{III.15})$$

De même que pour le test de Fisher, cette variable, combinée à un degré de liberté ($n - p - 1$), permet de donner une probabilité de nullité (p_{value}) définie par :

$$P(t_j < t_{(n-p-1)}) = p_{value} \quad (\text{III.16})$$

Dans ce cas, la nullité de tous les coefficients est testée une à une.

De plus il est possible de tester la stabilité des coefficients de la régression. L'instabilité des coefficients est due principalement à la multicollinéarité de ceux-ci (corrélation entre les facteurs, majoritairement lorsque le nombre d'expériences est inférieure au nombre de variables explicatives). Les régressions Ridge, PLS et composantes principales, permettant de traiter la multicollinéarité, ne sont pas explicitées. Cette instabilité est modélisée par le facteur d'inflation de la variance VIF_j (équation III.17).

$$VIF_j = \frac{1}{1 - R_j^2} \quad (\text{III.17})$$

avec R_j^2 le carré du coefficient de corrélation multiple de x_j avec les $p - 1$ autres variables. VIF_j n'est autre que le $j^{\text{ème}}$ terme diagonal de la matrice $({}^tX \cdot X)^{-1}$. L'inverse de VIF est appelé communément « tolérance ».

Significativité des p_{value}

Deux tests statistiques sont réalisés pour vérifier la nullité des prédictions du modèle et des coefficients. Ceux-ci nous retournent des valeurs de probabilité de nullité (p_{value}), et afin de quantifier la pertinence des prédictions faites, trois catégories sont usuellement faites :

- *inférieure à 1%* : le facteur est très significatif, il y a très peu de chance pour que le modèle ou le coefficient soit nul (la régression est acceptée) ;
- *entre 1% et 5%* : le facteur est significatif, il y a peu de chance pour que le modèle ou le coefficient soit nul (la régression est acceptée) ;
- *supérieure à 5%* : le facteur est non-significatif, il y a une chance que le modèle ou le coefficient soit nul (la régression est rejetée).

III.2.4.4 Sélection de variables

Expliquer les valeurs de y par toutes les variables explicatives peut s'avérer difficile alors qu'en en choisissant moins il est possible d'expliquer aussi bien les résultats obtenus. Le modèle est donc plus stable, permet d'économiser le nombre de prédicteurs et est plus facile à interpréter.

Selon l'objectif (reconstitution des résultats, prévision de valeurs futures, estimation précise des paramètres du modèle), les variables de sélection ne sont pas les mêmes. Pour le premier objectif, R^2 est très utilisé, alors que pour les prévisions il est de meilleur usage de prendre en compte $\hat{\sigma}^2$ et $PRESS$ (équation III.19 définie ci-après) comme critères, car ils ne varient pas de façon monotone avec le nombre de variables. Pour assurer une qualité de régression (estimation précise) il est opportun d'utiliser $R^2_{ajusté}$. D'autres utilisent, à caractère informatif, les critères d'information d'Akaïk AIC [10] et de Schwartz BIC [121] couramment trouvés dans les codes de statistiques [117] pour comparer et choisir les modèles de régression.

Recherche exhaustive

Cette méthode consiste, lorsque p n'est pas trop grand, à tester toutes les formules de régression possibles. Avec k niveaux par facteurs, il existe C_p^k formules à k niveaux et donc $2^p - 1$ régressions. Comme il a été évoqué, si p ne varie pas le critère est de maximiser R^2 , sinon de minimiser $\hat{\sigma}^2$, AIC ou BIC .

Méthode pas à pas

Lorsque p est important, la recherche exhaustive n'est pas possible à réaliser [117]. Les méthodes pas à pas procèdent par ajouts ou suppressions successives de variables explicatives, ils en existent trois types : descendante, ascendante et *stepwise*.

L'analyse descendante consiste à supprimer la variable la moins significative, p_{value} du test de Student maximale ou supérieure à un niveau. La régression peut donc être recalculée et la même méthode est appliquée, jusqu'à la suppression de $p - 1$ variables explicatives ou d'un autre critère.

L'analyse ascendante fonctionne dans le sens inverse : on réalise une régression pour chaque facteur seul et on sélectionne la meilleure. On part de celle-ci et on rajoute le facteur qui fait progresser au plus R^2 .

La méthode dite *stepwise*, est un algorithme combinant les deux méthodes précédemment citées. On réalise une méthode pas à pas ascendante en vérifiant à chaque pas, par des tests de Student et de Fisher, que la variable ajoutée est significative.

Cependant ces méthodes peuvent supprimer des variables *statistiquement* non-significatives mais qui dans un modèle physique ont une importance (erreur de deuxième type) ce qui peut rendre les résultats de régression difficile à interpréter.

III.2.4.5 Détection d'observations aberrantes : *outlier*

Les échantillons d'observations peuvent parfois contenir des aberrations, ce qui a un effet sur les coefficients des facteurs et la qualité de la régression [12].

Pour détecter ces observations visuellement, il existe plusieurs méthodes. La première, la plus utilisée, est de tracer les résultats des expérimentations et de juger s'il y en a qui sont éloignés des autres. Une autre prescrit de tracer la courbe de probabilité cumulée des résidus en fonction des résidus, le résultat ne doit pas donner une droite. Les résidus, ou résidus studentisés, peuvent être affichés en fonction des prédictions du modèle, des pointes extrêmes peuvent indiquer la présence d'observations aberrantes.

Analytiquement, il est aussi possible de détecter ces observations, et ce, de manière rigoureuse, non soumis à un jugement de la part de l'expérimentateur. Celles-ci sont développées dans le paragraphe suivant.

III.2.4.6 Analyse des résidus

L'étude des résidus permet de repérer au premier abord des observations aberrantes ou celles qui ont une influence importante sur le résultat de la régression. Cette étude permet entre autre de vérifier les hypothèses prises en compte lors du choix de la modélisation.

Une méthode consiste à étudier la variance des résidus. Son estimateur est donné par $\hat{V}(y_i - \hat{y}_i) = \hat{\sigma}^2 \cdot (1 - h_{ii})$, avec h_{ii} le $i^{\text{ème}}$ terme sur la diagonale du projecteur $X \cdot ({}^tX \cdot X)^{-1} \cdot {}^tX$. Il est alors

possible de studentiser le résidu par l'équation III.18 :

$$r_i = \frac{y_i - \hat{y}_i}{\hat{\sigma} \cdot \sqrt{1 - h_{ii}}} \quad (\text{III.18})$$

Cette valeur doit être comprise entre -2 et 2. Aussi une observation peut être aberrante sans avoir de résidu important. Il convient donc d'étudier l'influence de celle-ci sur sa propre prédiction en calculant un résidu prédit $y_i - \hat{y}_{(-i)}$ où $\hat{y}_{(-i)}$ est la prédiction obtenue avec un échantillon de $(n - 1)$ observations, excluant la $i^{\text{ème}}$.

La quantité notée *PRESS* définie par l'équation III.19 représente le pouvoir prédictif du modèle et permet donc de comparer entre différentes régressions.

$$PRESS = \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_{(-i)})^2 \quad (\text{III.19})$$

Une autre méthode consiste à étudier l'influence d'une observation sur les estimations de a . Par analogie, on calcule le terme $\hat{a}_{(-i)}$ qui est l'estimateur de a obtenu sans l'observation i . La distance de Cook D_i (équation III.20), la plus utilisée, doit être inférieure à 1, sinon elle témoigne d'une influence anormale [35].

$$D_i = \frac{(\hat{a} - \hat{a}_{(-i)}) \cdot ({}^tX \cdot X) \cdot (\hat{a} - \hat{a}_{(-i)})}{\hat{\sigma}^2 \cdot (p + 1)} \quad (\text{III.20})$$

Dans les différentes études de régression suivantes, les valeurs r_i , *PRESS*, et D_i ne sont pas présentées mais ont été analysées. Cependant, la suppression d'observations est une pratique qui demande beaucoup de vigilance pour ne pas supprimer d'information pertinente. C'est pourquoi les résultats présentés ne prennent pas en compte la suppression des observations aberrantes.

III.3 Plan d'expériences de l'étude

III.3.1 Choix du plan d'expériences

Pour cette étude, il a été choisi un plan d'expériences reprenant la table $L_9(3^4)$ de Taguchi, compte tenu du coût de la matière, du nombre d'éprouvettes nécessaires par expérience et de la perte engendrée par le changement de conditions expérimentales. Comme son nom l'indique, cette campagne d'essais comporte 9 expériences. En outre, ce type de plan d'expériences prend en compte 4 facteurs ayant chacun 3 niveaux. La Figure III.1 illustre le schéma linéaire de la table $L_9(3^4)$. On peut constater qu'une seule interaction est déterminable avec ce plan, il est nécessaire de bien choisir ces deux facteurs pour obtenir les résultats les plus probants. De plus, le facteur 1 est très difficile à faire varier, tandis que le facteur 2 est facile et les facteurs 3 et 4 sont très faciles à modifier.

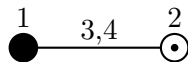


FIGURE III.1 – Schéma linéaire de la table $L_9(3^4)$ de Taguchi

La matrice d'expériences de ce plan est représentée dans le tableau III.4. Le codage utilisé est -1 pour le niveau bas, 0 pour le niveau milieu et 1 pour le niveau haut des facteurs. On remarque, en regardant les deux premières colonnes, qu'il s'agit d'un plan complet de deux facteurs à trois niveaux modifié par l'ajout de deux autres facteurs.

III.3.2 Facteurs : paramètres du procédé

En se basant sur différents travaux réalisés sur les plans d'expériences, pour déterminer l'influence des paramètres d'injection [36, 147, 115], nous avons tout d'abord choisi 4 facteurs déterminants dans le procédé : la température de moule, la pression et le temps de maintien et le temps de refroidissement.

TABLEAU III.4 – Matrice d'expériences $L_9(3^4)$ codée en $\{-1,0,1\}$

N° expérience	Facteurs			
	1	2	3	4
1	-1	-1	-1	-1
2	-1	0	0	0
3	-1	1	1	1
4	0	-1	0	1
5	0	0	1	-1
6	0	1	-1	0
7	1	-1	1	0
8	1	0	-1	1
9	1	1	0	-1

Il est visible sur le graphe linéaire que le facteur 1 est très difficile à modifier et le facteur 2 est facile à modifier, c'est pourquoi le facteur 1 est la température de moule et le facteur 2 est la pression de maintien. Les facteurs 3 et 4 étant très faciles à modifier, il a été choisi de prendre le temps de maintien pour le facteur 3 et le temps de refroidissement pour le facteur 4.

III.3.3 Niveaux : *variations des paramètres*

Pour la détermination des niveaux des facteurs, la bibliographie, les données délivrées par le fabricant, les problèmes physiques liés à la machine et l'expérience de plasturgie du laboratoire [16] ont permis de faire un plan d'expériences « réalisable physiquement » (niveaux de facteurs non aberrants, voir Tableau III.5).

TABLEAU III.5 – Niveaux des facteurs pour le 90HMF40

Facteurs	Niveaux (bas - milieu - haut)	Limitations physiques
Température du moule (°C)	178 - 188 - 203	Supérieure à la Tg du matériau pour laisser le matériau cristalliser
Pression de maintien (MPa)	60 - 70 - 80	Éviter retassure (pression trop faible) et bavure (pression trop forte)
Temps de maintien (s)	6 - 9 - 12	Éviter le phénomène de goutte froide
Temps de refroidissement (s)	35 - 55 - 80	Éviter le phénomène de goutte froide

Combiné à la matrice d'expériences, les niveaux des facteurs mènent aux conditions expérimentales à utiliser pour l'étude, regroupées dans le Tableau III.6.

Pour réaliser des essais de validation pour les modèles de régression, trois conditions expérimentales ont été choisies pour le 90HMF40 (Tableau III.7) sur les bords du domaine d'étude pour tester la prédiction du modèle.

Les conditions expérimentales pour le 10K40HM sont différentes, avec la température de moule qui n'a que deux niveaux. Ceci est dû conjointement à la quantité de matière qu'il a été possible d'avoir et à la difficulté à modifier la température de moule pendant l'étape de fabrication. Les niveaux utilisés sont explicités dans le Tableau B.1 dans l'Annexe B, ainsi que les conditions expérimentales dans le Tableau B.2 et deux essais de validation (1L et 2L) dans le Tableau B.3.

TABLEAU III.6 – Conditions expérimentales pour le 90HMF40

N° expérience	Facteurs			
	Température moule (° C)	Pression de maintien (MPa)	Temps de maintien (s)	Temps de refroidissement (s)
1	178	60	6	35
2	178	70	9	55
3	178	80	12	80
4	188	60	9	80
5	188	70	12	35
6	188	80	6	55
7	203	60	12	55
8	203	70	6	80
9	203	80	9	35

TABLEAU III.7 – Conditions expérimentales pour les essais de validation pour le 90HMF40

N° expérience	Facteurs			
	Température moule (° C)	Pression de maintien (MPa)	Temps de maintien (s)	Temps de refroidissement (s)
1V	188	80	6	80
2V	178	70	12	35
9V	203	80	12	35

III.3.4 Réponses : résultats des essais

Pour réaliser une régression et ainsi comprendre les effets des paramètres il faut choisir des résultats quantitatifs.

Cette sous-section explicite les résultats à modéliser par régression linéaire multiple pour comprendre les effets des paramètres d'injection. Ils sont regroupés en trois catégories : microstructure, comportement mécanique et comportement thermique.

III.3.4.1 Microstructure

Comme il a été vu dans le Chapitre I, la microstructure est induite par les paramètres du procédé. Lors du moulage par injection de thermoplastique renforcé de fibres courtes, on constate que les propriétés physiques influant sur le comportement mécanique et thermique sont principalement : le taux de *crystallinité*, la distribution de *longueur* de fibres et la distribution d'*orientation* de fibres. Dans cette étude, les effets des facteurs n'ont été analysés que pour le taux de cristallinité par manque de résultat pour les autres propriétés.

III.3.4.2 Comportement mécanique

Dans le Chapitre II, on a pu évaluer les propriétés usuelles de l'ingénieur pour le comportement en traction quasi-statique monotone : *module* d'Young, *contrainte* à rupture et *déformation* à rupture. Pour la traction quasi-statique cyclée, une loi d'écroutissage ($R(p) = R_0 + R_{ult} \cdot [1 - \exp(\gamma \cdot p)]$) et d'endommagement ($d = d_0 + \alpha_d \cdot \log(\beta_d \cdot Y_d)$), nécessaires à la modélisation du comportement non-linéaire du matériau, ont été ajustées avec les données expérimentales. De ce fait, il est possible de prendre en compte les variations des coefficients des lois identifiées (R_0 , R_{ult} , γ , d_0 , α_d et β_d).

III.3.4.3 Gradient thermique

Lors des essais de traction quasi-statique cyclée, il a été constaté que les courbes de température moyenne relative avaient la même évolution pour toutes les expériences sur le 90HMF40. De plus, si on affecte un facteur 4 aux courbes pour la traction monotone, on confirme une variation similaire en fonction du temps (Figure III.2).

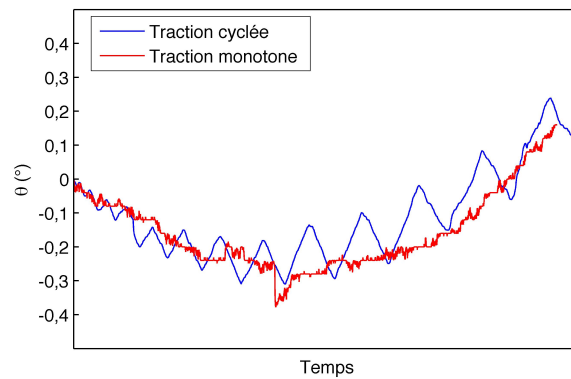


FIGURE III.2 – Superposition des signaux thermiques relevés pour des essais de traction monotone et cyclé pour le 90HMF40

C'est pourquoi la pente du début d'essai (appelée « pente thermoélastique ») et la pente de fin de courbe (appelée « pente d'endommagement », regroupant les phénomènes de plasticité et de décohésion) ont été choisies (Figure III.3).

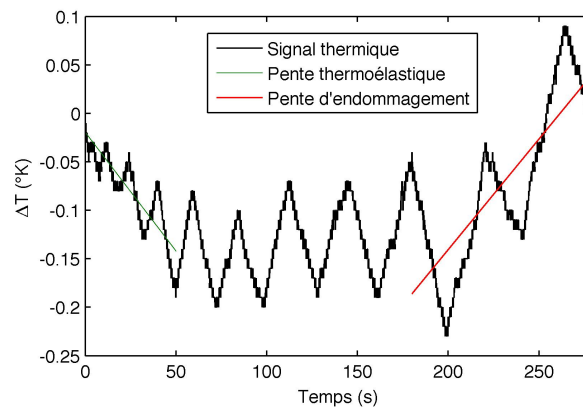


FIGURE III.3 – Définition des pentes thermiques pour l'analyse des résultats en fonction du plan d'expériences pour un signal thermique mesuré lors d'un essai de traction cyclée pour le 90HMF40

La première pente est représentative de la thermoélasticité du matériau et la seconde est caractéristique de l'endommagement, au sens large du terme. Ces deux pentes sont donc les plus pertinentes pour comprendre le comportement thermomécanique du matériau et donc de comprendre l'influence des paramètres d'injection. La première pente (respectivement la deuxième) est une régression d'ordre un sur les quatre premiers cycles (respectivement deux derniers cycles avant rupture).

III.4 Effets des paramètres du procédé

III.4.1 Détermination des effets

La méthode utilisée pour déterminer les effets est une régression linéaire multiple comme décrite dans la première section. Pour déterminer les facteurs significatifs, la méthode d'analyse descendante

a été utilisée, en se basant sur la valeur de probabilité de nullité des coefficients studentisés et le critère de Fisher du modèle global. Le logigramme (Figure III.4) illustre la méthode.

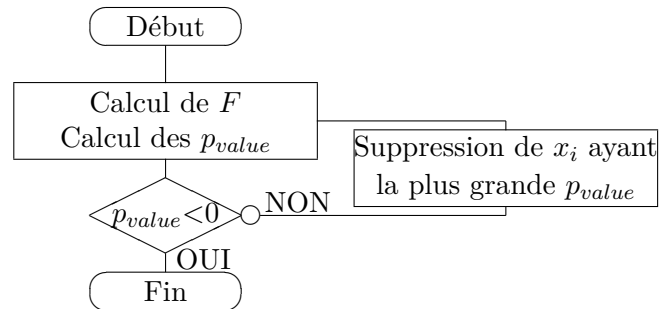


FIGURE III.4 – Logigramme de la détermination des facteurs significatifs par régression linéaire multiple avec analyse descendante

III.4.2 Microstructure

III.4.2.1 Taux de cristallinité

Les Figures III.5 et III.6 représentent les résultats de la régression linéaire multiple, avec un double codage pour évaluer les effets non-linéaires des facteurs pour les analyses 1 et 2 des essais de DSC.

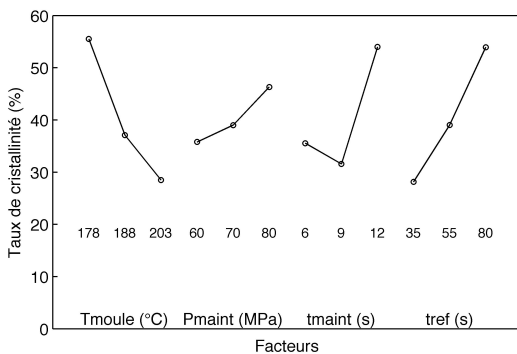


FIGURE III.5 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur le taux de cristallinité pour l'analyse post-procédé

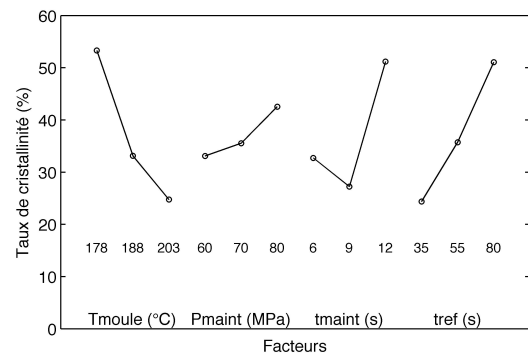


FIGURE III.6 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur le taux de cristallinité pour l'analyse post-refroidissement contrôlé

Les valeurs obtenues par les effets en codage double sont aberrants (taux de cristallinité supérieur à 40%). C'est pourquoi il a été décidé de réaliser une régression linéaire multiple descendante avec un codage simple. Les résultats sont reportés sur les Figures III.7 et III.8.

Ces résultats ne sont toujours pas cohérents. En effet, on constate que la régression donne un effet de la température de moule négatif sur le taux de cristallinité. Ceci est en total contradiction avec ce qui a pu être observé dans la littérature [102]. Le moule étant plus chaud, la cinétique de refroidissement du PEEK diminue, malgré la présence des fibres, ce qui augmente le taux de cristallinité.

La méthode expérimentale est donc très sensible à la préparation des échantillons à analyser (influence du taux de fibres). Ainsi, la méthode explicitée dans le Chapitre I a été utilisée. Elle consiste à normaliser la première analyse par la deuxième et de pondérer le ratio par la valeur théorique du taux de cristallinité du PEEK pour la vitesse de refroidissement contrôlé. La Figure III.9 représente la modélisation, par une régression linéaire multiple descendante avec un codage simple, des résultats de taux de cristallinité normalisés et pondérés.

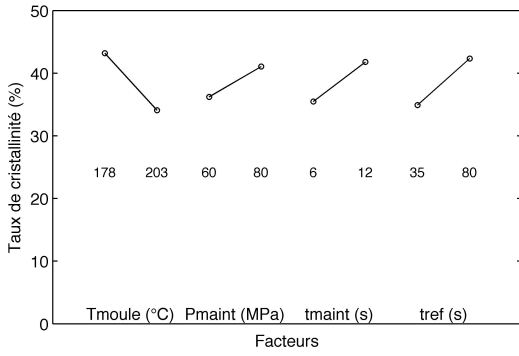


FIGURE III.7 – Effets sur le taux de cristallinité pour l’analyse post-procédé après analyse descendante

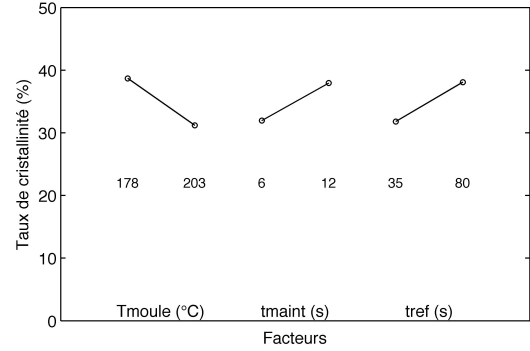


FIGURE III.8 – Effets sur le taux de cristallinité pour l’analyse post-refroidissement contrôlé après analyse descendante

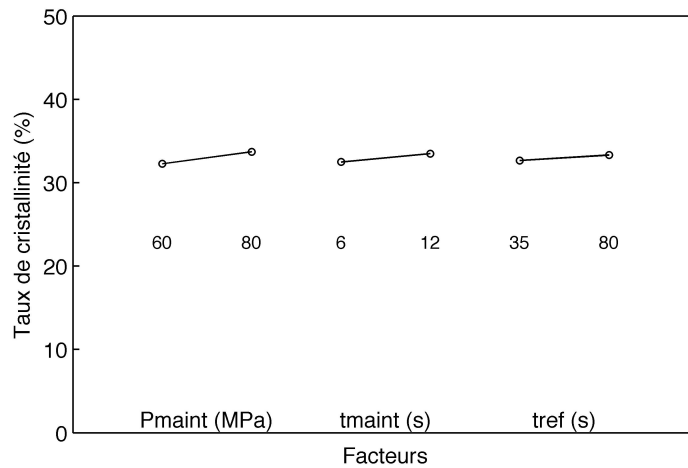


FIGURE III.9 – Effets sur le taux de cristallinité normalisé/pondéré

On observe que l’analyse descendante écarte la température de moule comme variable explicative, elle n’a donc « statistiquement » pas d’effet significatif sur le taux de cristallinité ($p_{value} > 5\%$).

Les vitesses de refroidissement « classiques » durant l’injection de thermoplastiques sont de l’ordre de $-1000^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Or, on peut s’apercevoir que pour des variations de température de moule de 7%, celles-ci restent quasi-inchangées. Les vitesses de refroidissement sont très élevées, de ce fait, la variation du taux de cristallinité est très infime en fonction de la variation de la température de moule. En effet, pour une vitesse de refroidissement inférieure à $-100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ la variation du taux de cristallinité est faible [17]. L’erreur de deuxième type supposée, qui supprime l’effet d’une variable explicative physiquement, est donc écartée.

En complément d’analyse, sont affichées la table ANOVA (Tableau III.8) et la table de l’influence des facteurs (Tableau III.9) du dernier modèle trouvé par l’analyse descendante.

TABLEAU III.8 – Table ANOVA du modèle de régression de la cristallinité pour le 90HMF40

	Degrés de liberté	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	p_{value} (%)
Régression	3	20,46	6,82	24,00	0,00
Résidus	20	5,68	0,28		
Total	23	26,15			

La valeur de probabilité de nullité du modèle (p_{value}) montre bien que le modèle est très signifi-

tivement représentatif des données. Ce tableau n'est pas incorporé dans le manuscrit pour tous les résultats analysés a contrario de la significativité globale du modèle.

TABLEAU III.9 – Tableau des significativités de l'influence des facteurs sur la cristallinité pour le 90HMF40

Variabes	Coefficient	Écart-type	$Stat_t$	p_{value} (%)	Seuil inf 95%	Seuil sup 95%	Facteur d'inflation
Moyenne	33,00	0,11	303,23	0,00	32,77	33,23	2,18
Pmaint	0,72	0,12	5,89	0,00	0,47	0,98	2,92
tmaint	0,50	0,12	4,17	0,05	0,25	0,75	2,53
tref	0,33	0,12	2,66	1,50	0,07	0,58	2,58

Ce dernier tableau permet de rendre compte de l'équation finale que prend la cristallinité, soit :

$$X (\%) = 33,00 + 0,72 \cdot P_{main} + 0,50 \cdot t_{main} + 0,33 \cdot t_{ref} \quad (\text{III.21})$$

où P_{main} , t_{main} et t_{ref} prennent les valeurs -1, 0 ou 1 selon leur niveau.

De même que pour l'évaluation globale du modèle, l'analyse de la significativité de l'influence des facteurs n'est pas développée pour chaque résultat. Seule l'équation finale est explicitée.

La validation du modèle proposé par une expérience au centre du domaine d'étude n'a pas été faite (pas de donnée).

III.4.3 Mécanique

III.4.3.1 Effets sur le module d'Young

Les Figures III.10 (respectivement III.11) représentent respectivement les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur le module d'Young pour le 90HMF40 (respectivement le 10K/40HM).

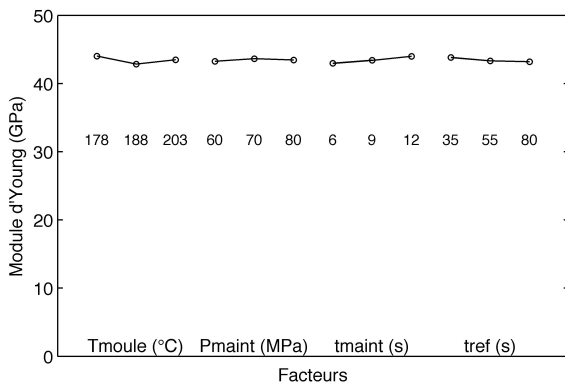


FIGURE III.10 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur le module d'Young pour le 90HMF40

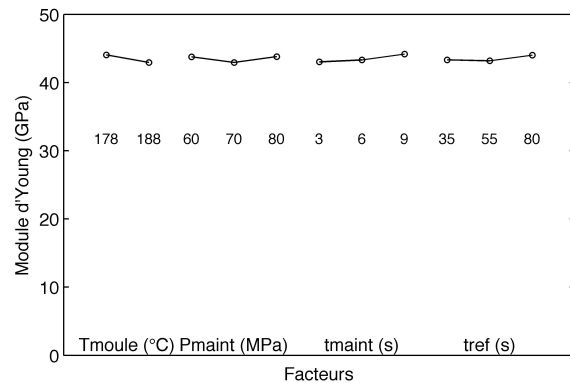


FIGURE III.11 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur le module d'Young pour le 10K/40HM

En effectuant une analyse descendante, aucun facteur n'est significatif au sens statistique du test de Student pour le 10K/40HM, tandis que le graphe des effets (Figure III.12) montre bien une influence non-linéaire de la température de moule et linéaire du temps de maintien pour le 90HMF40 (avec une p_{value} du modèle global de 3,30%).

Le module d'Young du 10K/40HM n'est donc pas fonction des paramètres du procédé, sur le domaine

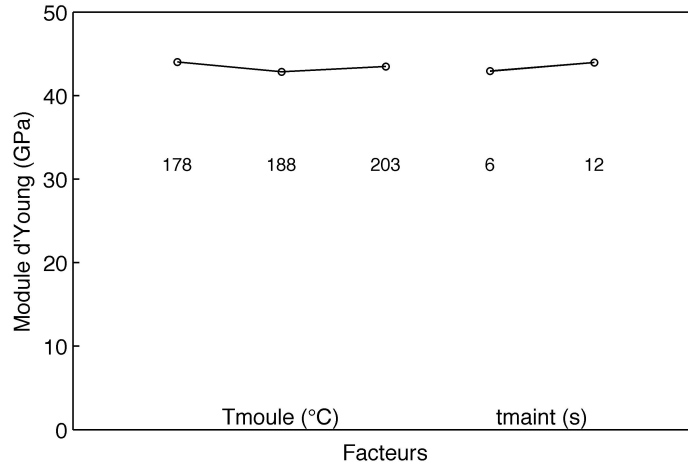


FIGURE III.12 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur le module d’Young pour le 90HMF40 après analyse descendante

expérimental considéré, alors que le module du 90HMF40 s’exprime (en GPa) par :

$$\begin{cases} E^{90HMF40} = 43,45 + 0,03 \cdot T_{moule}^{(1)} - 0,60 \cdot T_{moule}^{(2)} + 0,52 \cdot t_{main} \\ E^{10K/40HM} = 43,3 \end{cases} \quad (III.22)$$

où $T_{moule}^{(1)}$ et $T_{moule}^{(2)}$ sont les variables du double codage de la température de moule qui définissent les trois couples $\{-1,-1\}$, $\{0,1\}$ et $\{1,0\}$.

Trois essais complémentaires ont été réalisés pour ce résultat, ils sont comparés à leur valeur prédite dans le Tableau III.10.

TABLEAU III.10 – Validation du modèle pour le module d’Young pour le 90HMF40

Essai complémentaire	Valeur expérimentale (GPa)	Prédiction (GPa)	Écart (%)
1V	42,42±1,19(2,80%)	42,33	0,21
2V	41,96±2,10(5,00%)	43,34	3,29
9V	44,15±1,57(3,56%)	44,00	0,34

On s’aperçoit que le modèle est valide pour les points expérimentaux complémentaires.

Les propriétés microstructurales qui influent sur le module d’Young sont le taux de cristallinité, l’orientation et la longueur des fibres, comme décrit dans la partie bibliographique.

La faible variation du taux de cristallinité constatée n’a pas d’influence notable sur le module d’Young. Ceci a été confirmé statistiquement en ajoutant le taux de cristallinité comme variables explicatives du phénomène. Le résultat de la régression a abouti à une colinéarité des variables trop importante pour pouvoir extraire une information qui aurait pu être possible en utilisant les méthodes PLS, Ridge ou de composantes principales.

III.4.3.2 Effets sur la contrainte à rupture

La deuxième variable étudiée pour la partie mécanique est la contrainte à rupture. Les Figures III.13 (respectivement III.14) représentent respectivement les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la contrainte à rupture pour le 90HMF40 (respectivement le 10K/40HM).

Au premier abord, on constate que les effets des paramètres (temps de maintien et temps de refroidissement) sont plus importants sur la contrainte à rupture pour le 10K/40HM que pour le 90HMF40. Ceci indique bien qu’il doit y avoir une différence dans la composition microstructurale des matériaux, responsable de la qualité de l’interface fibre/matrice.

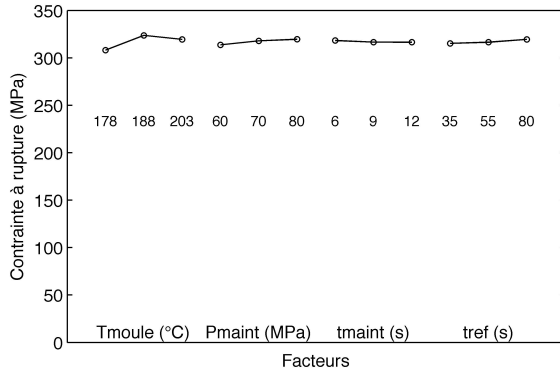


FIGURE III.13 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la contrainte à rupture pour le 90HMF40

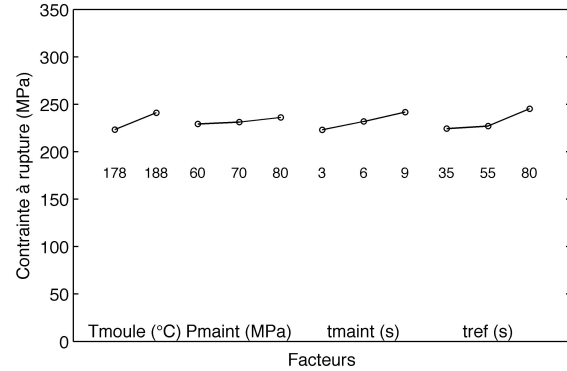


FIGURE III.14 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la contrainte à rupture pour le 10K/40HM

En effectuant une analyse descendante, pour identifier les facteurs significatifs, on obtient les Figures III.15 et III.16.

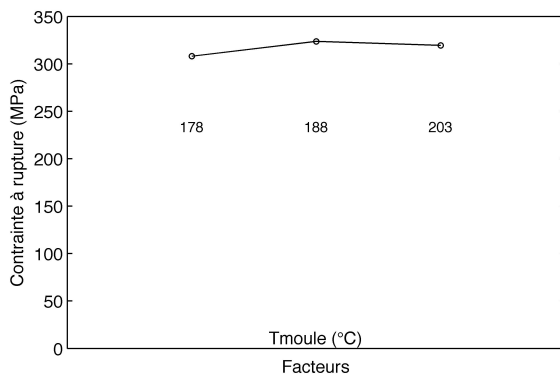


FIGURE III.15 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple descendante sur la contrainte à rupture pour le 90HMF40

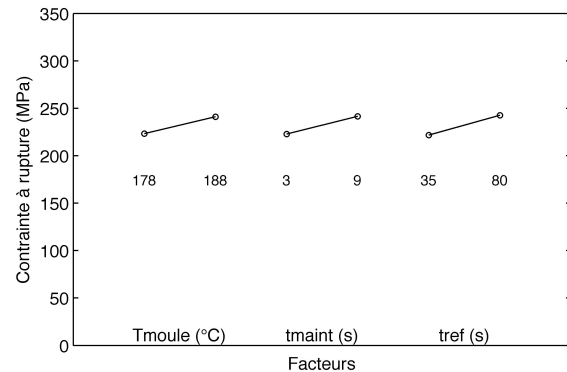


FIGURE III.16 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple descendante sur la contrainte à rupture pour le 10K/40HM

On peut constater que pour les deux matériaux la température de moule a un effet bénéfique. La température augmentant, la cinétique de refroidissement diminue ce qui peut favoriser la formation de transcristallinité, cristallites qui croissent perpendiculairement aux fibres de carbone et modifient l'orientation des fibres dans le sens de l'injection (moins de zone de peau). Ainsi, le transfert de contrainte est plus élevé, ce qui explique l'accroissement de la contrainte à rupture avec la température de moule.

Pour le 10K/40HM, le temps de maintien et le temps de refroidissement sont aussi significatifs et améliorent la contrainte à rupture. Eux aussi participent à la cinétique de refroidissement du matériau. Plus les temps sont longs, plus les chaînes macromoléculaires auront le temps de se mouvoir pour s'organiser perpendiculairement aux fibres, donc la contrainte à rupture aura une valeur plus élevée. Le fait que le temps de maintien et de refroidissement sont significatifs uniquement pour le 10K/40HM peut s'expliquer en supposant une interface entre la fibre et la matrice plus sensible aux variations de paramètres que pour le 90HMF40.

Avec une p_{value} du modèle global de 0,15% pour le 90HMF40 (5,45% pour le 10K/40HM) les contraintes

à rupture peuvent s'écrire (en MPa) sous la forme :

$$\begin{cases} \sigma_R^{90HMF40} = 317,12 + 2,44 \cdot T_{moule}^{(1)} + 6,57 \cdot T_{moule}^{(2)} \\ \sigma_R^{10K/40HM} = 232,23 + 8,94 \cdot T_{moule} + 9,34 \cdot t_{maint} + 10,46 \cdot t_{ref} \end{cases} \quad (III.23)$$

En comparant les prédictions aux trois essais complémentaires pour ce résultat, on obtient le Tableau III.11.

TABLEAU III.11 – Validation du modèle pour la contrainte à rupture pour le 90HMF40 et le 10K/40HM

	Essai complémentaire	Valeur expérimentale (MPa)	Prédiction (MPa)	Écart (%)
90HMF40	1V	314,65±2,54(0,81%)	323,69	2,87
	2V	299,66±6,51(2,17%)	308,11	2,82
	9V	299,00±33,17(11,09%)	319,56	6,88
10K/40HM	1L	248,00±1,41 (0,57%)	260,97	5,23
	2L	239,67±8,50(3,55%)	212,83	11,20

La première observation est que le modèle est validé pour la 90HMF40 pour les essais 1V et 2V. Puis on remarque que même si le modèle n'est pas significatif pour la prédiction 9V, l'écart prédictif est inférieur à l'écart relatif des données expérimentales. Pour le 10K/40HM, les deux prédictions sont non significatives. Cependant, les points de validation choisis sont situés sur l'extérieur du domaine d'étude, ce qui rend les prédictions difficiles. En conclusion, on peut dire que la prédiction de la contrainte à rupture pour les 90HMF40 est significativement plus aisée que pour le 10K/40HM.

III.4.3.3 Effets sur la déformation à rupture

La dernière valeur quantitative issue des essais de traction monotone est la déformation à rupture. Les Figures III.17 (respectivement III.18) représentent respectivement les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la déformation à rupture pour le 90HMF40 (respectivement pour le 10K/40HM).

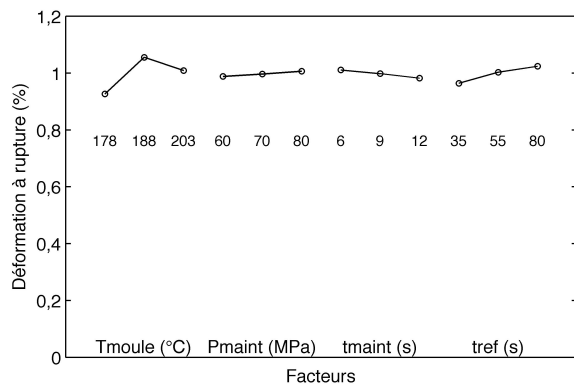


FIGURE III.17 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la déformation à rupture pour le 90HMF40

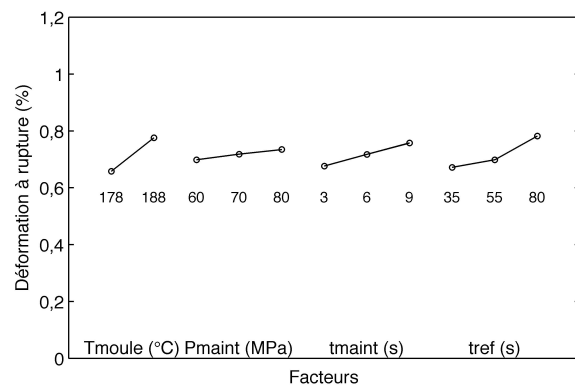


FIGURE III.18 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la déformation à rupture pour le 10K/40HM

De même que pour la contrainte à rupture, il est à noter que la déformation à rupture du 10K/40HM est plus sensible aux paramètres du procédé (temps de maintien et temps de refroidissement) que le 90HMF40.

En effectuant une analyse descendante, on obtient la Figure III.19 et la Figure III.20.

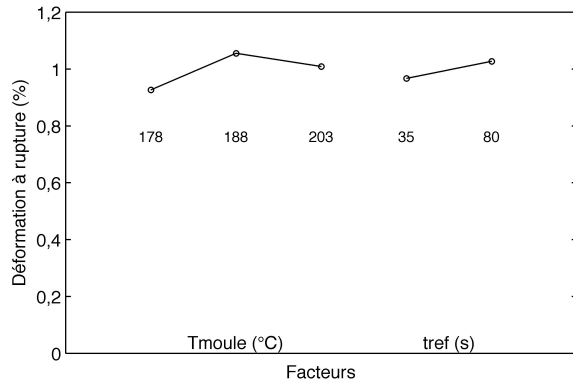


FIGURE III.19 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple descendante sur la déformation à rupture pour le 90HMF40

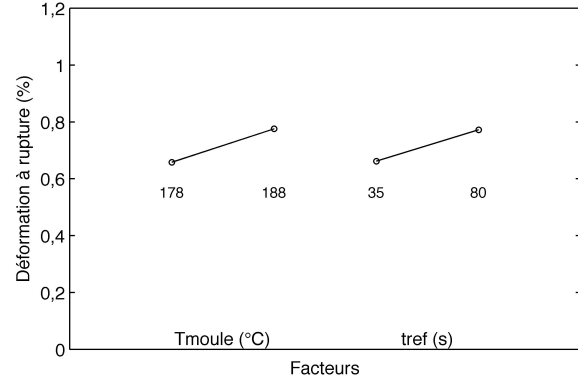


FIGURE III.20 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple descendante sur la déformation à rupture pour le 10K/40HM

On peut constater que, pour les deux matériaux, la température de moule a également un effet bénéfique (sauf pour 203°C pour le 90HMF40) et que le temps de refroidissement influe de manière significative sur la déformation à rupture. Les régressions ont une fidélité représentée par une $pvalue$ de 0,01% pour les 90HMF40 et de 0,41% pour le 10K/40HM.

Lorsque que l'on compare l'influence du temps de refroidissement, on constate qu'il est deux fois plus important pour le 10K/40HM. Ce qui peut être expliqué par les mêmes hypothèses que pour la contrainte à rupture, c'est-à-dire une interface entre la fibre et la matrice différente pour les deux matériaux, plus sensible aux variations des paramètres du procédé pour le 10K40HM. Les déformations (en %) s'écrivent en fonction des paramètres d'injection significatifs par :

$$\begin{cases} \varepsilon_R^{90HMF40} = 1,00 + 0,01 \cdot T_{moule}^{(1)} + 0,06 \cdot T_{moule}^{(2)} + 0,03 \cdot t_{ref} \\ \varepsilon_R^{10K/40HM} = 0,72 + 0,06 \cdot T_{moule} + 0,06 \cdot t_{ref} \end{cases} \quad (III.24)$$

Les prédictions aux trois essais complémentaires pour ce résultat sont analysés par rapport aux données expérimentales dans le Tableau III.12.

TABLEAU III.12 – Validation du modèle pour la déformation à rupture pour le 90HMF40 et le 10K/40HM

	Essai complémentaire	Valeur expérimentale (%)	Prédiction (%)	Écart (%)
90HMF40	1V	1,04±0,01(0,96%)	1,09	4,81
	2V	0,96±0,05(5,21%)	0,90	6,25
	9V	0,89±0,14(15,73%)	0,98	10,11
90HMF40	1L	0,78±0,01(1,28%)	0,84	7,69
	2L	0,79±0,05(6,33%)	0,60	24,05

Les mêmes constatations sont faites que pour les modèles de la contrainte à rupture.

Les essais de validation ne permettent pas d'avoir une bonne prédiction des valeurs. Cependant, pour le 90HMF40 uniquement, l'écart avec la moyenne des données expérimentales est inférieur à l'écart relatif expérimental. Ce qui n'est pas le cas pour le 10K/40HM.

On peut donc affirmer que la prédiction de la déformation à rupture pour les 90HMF40 est significativement plus aisée que pour le 10K/40HM.

Ces dernières études sur la contrainte à rupture et la déformation à rupture confirment bien qu'il

existe une différence de composition de l'interface entre les deux matériaux. On peut donc affirmer avec certitude que la température de moule ainsi que les temps de maintien et de refroidissement influent de manière significative sur la contrainte et la déformation à rupture. Ces facteurs modifient la cinétique de refroidissement, donc la qualité de l'interface entre la fibre et la matrice, mais aussi l'écoulement dans le moule, donc l'orientation des fibres. Le 10K40HM est plus sensible aux variations de ces paramètres que le 90HMF40 au niveau de l'interface entre les fibres et la matrice.

III.4.4 Écrouissage

Les variables étudiées pour l'évolution de l'écrouissage des matériaux sont les valeurs des paramètres identifiés pour chaque expérience : R_0 , R_{ult} et γ .

Il n'y a pas de point de validation pour ces modèles, seul la probabilité de non-nullité issue de la régression donne une information sur la qualité et la prédictibilité des valeurs dans le domaine d'étude.

III.4.4.1 Effets sur R_0

Ce paramètre représente le seuil de plasticité à implémenter pour la modélisation de la loi d'écrouissage des matériaux. Les Figures III.21 et III.22 représentent respectivement les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la valeur de la contrainte seuil pour la loi exponentielle avec saturation pour le 90HMF40 et le 10K/40HM.

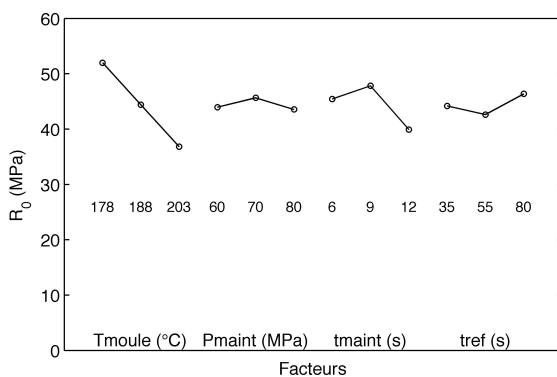


FIGURE III.21 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_0 pour la loi d'écrouissage pour le 90HMF40

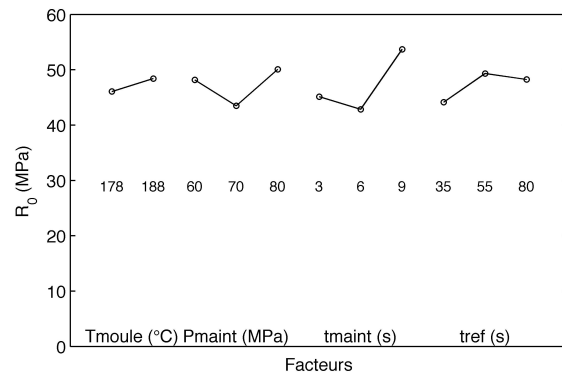


FIGURE III.22 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_0 pour la loi d'écrouissage pour le 10K/40HM

On peut observer sur les premiers résultats de régression multiple linéaire que les contraintes seuil comportent des variations semblables.

En effectuant une analyse descendante des régressions, les Figures III.23 et III.24 sont obtenues.

Les résultats montrent que pour le 90HMF40 la contrainte seuil diminue en fonction de la température de moule, ce qui n'est pas cohérent avec les considérations phénoménologiques microstructurales faites dans la partie mécanique, c'est-à-dire augmentation de la cristallinité. Cependant, les variations sont minimales et le modèle global a une p_{value} de 1,12%. Pour comprendre s'il y a vraiment une aberration, il conviendrait d'utiliser des méthodes de régression de type Ridge, PLS ou à composantes principales, ce qui n'a pas été fait par manque de temps.

La contrainte seuil du 10K/40HM est influencée par le temps de maintien, ce qui peut se rapprocher du fait que ce matériau comporte une interface fibre/matrice plus sensible aux variations des paramètres du procédé. Avec un temps de maintien plus long, l'interface entre la fibre et la matrice est améliorée. Du fait de cette accroche la plasticité intervient pour des valeurs de contrainte plus élevées. De plus, le modèle reste cohérent avec les données expérimentales, avec une probabilité de non-nullité de 2,30%

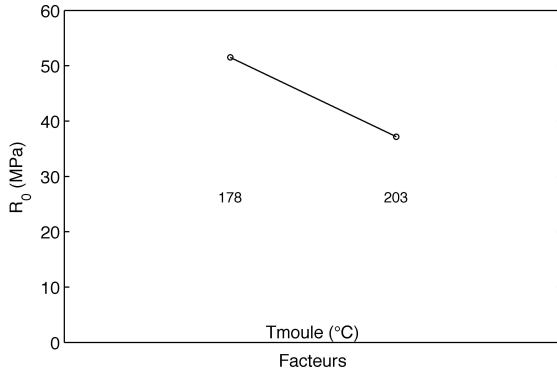


FIGURE III.23 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_0 pour la loi d'érouissage pour le 90HMF40 après analyse descendante

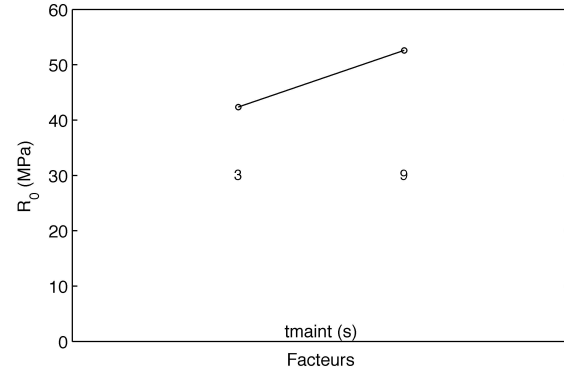


FIGURE III.24 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_0 pour la loi d'érouissage pour le 10K/40HM après analyse descendante

Les contraintes seuil peuvent être exprimées par les équations suivantes :

$$\begin{cases} R_0^{90HMF40} = 44,35 - 7,16 \cdot T_{moule} \\ R_0^{10K/40HM} = 47,49 + 5,13 \cdot t_{maint} \end{cases} \quad (\text{III.25})$$

III.4.4.2 Effets sur R_{ult}

La contrainte R_{ult} est la contrainte ultime que peut atteindre le critère de plasticité avec érouissage isotrope. Les Figures III.25 et III.26 représentent respectivement les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la valeur de R_{ult} pour la loi exponentielle avec saturation pour le 90HMF40 et le 10K/40HM.

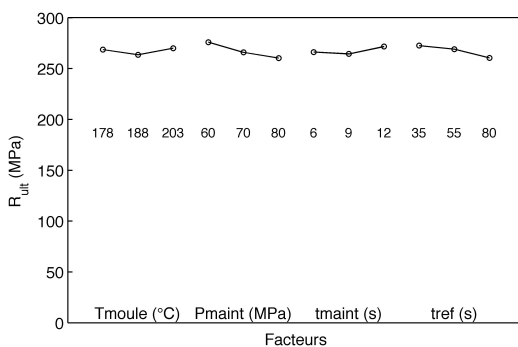


FIGURE III.25 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_{ult} pour le 90HMF40

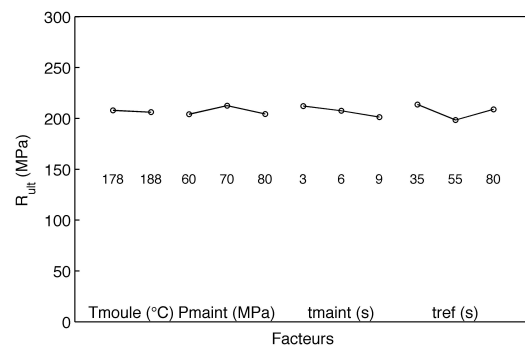


FIGURE III.26 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_{ult} pour le 10K/40HM

Les valeurs obtenues pour le 90HMF40 sont 20% plus élevées que celles du 10K/40HM. Cependant, il est difficile de dégager une tendance directement, c'est pourquoi une analyse descendante a été réalisée. Seul le 10K/40HM a été identifié comportant des paramètres significatifs (Figure III.27).

On constate que finalement, la phase de refroidissement du procédé a des effets significatifs non-linéaires sur le coefficient R_{ult} , avec une p_{value} du modèle global de 5,87%. Ce paramètre vient en complémentarité du temps de maintien influant sur la contrainte seuil pour la loi d'érouissage. Il est donc identifiable comme un agent d'amélioration de l'interface entre la fibre et la matrice.

Le fait que le 90HMF40 ne comporte pas de facteur significatif peut signifier que le travail apporté sur la conception de l'interface entre la fibre et la matrice est déjà optimisé.

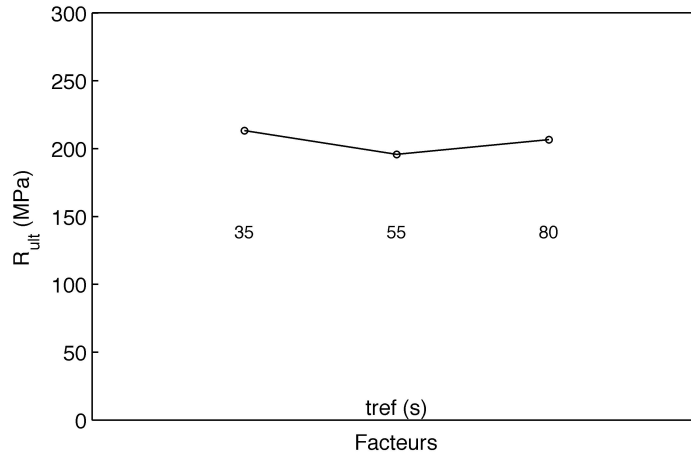


FIGURE III.27 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur R_{ult} pour le 10K/40HM après analyse descendante

La contrainte ultime de plasticité du 10K/40HM est donc une fonction du double codage du temps de refroidissement :

$$\begin{cases} R_{ult}^{90HMF40} = 266,89 \pm 14,99 \\ R_{ult}^{10K/40HM} = 205,29 + 1,39 \cdot t_{ref}^{(1)} - 9,44 \cdot t_{ref}^{(2)} \end{cases} \quad (III.26)$$

III.4.4.3 Effets sur γ

Le paramètre γ est proportionnel à la pente de la courbe d'écouissage. Les Figures III.28 et III.29 représentent respectivement les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la valeur de γ pour la loi exponentielle avec saturation pour le 90HMF40 et le 10K/40HM.

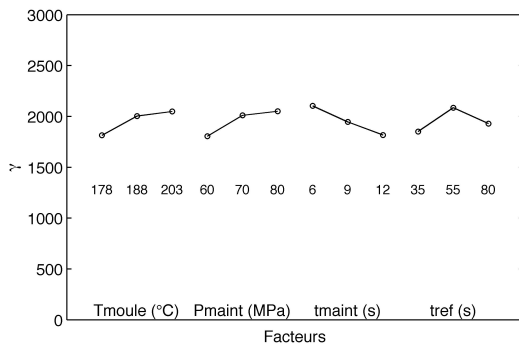


FIGURE III.28 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur γ pour le 90HMF40

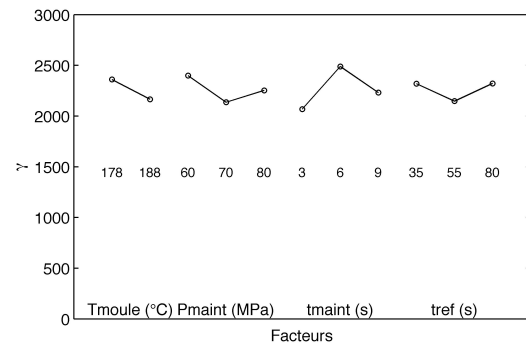


FIGURE III.29 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur γ pour le 10K/40HM

De même que pour la contrainte seuil de la loi exponentielle avec saturation, il est difficile d'analyser à l'œil les résultats obtenus. Une analyse descendante a permis de savoir qu'aucun facteur n'était significatif pour les deux matériaux.

$$\begin{cases} \gamma^{90HMF40} = 1948,88 \pm 319,08 \\ \gamma^{10K/40HM} = -2270,31 \pm 325,10 \end{cases} \quad (III.27)$$

Ce paramètre non-physique n'est donc pas une fonction des paramètres du procédé.

En conclusion sur l'écroissage, on constate, de part les modèles de régression, que la contrainte seuil des deux matériaux est équivalente.

Cependant, la contrainte seuil et la contrainte ultime du 10K/40HM sont sensibles au temps de refroidissement. Ce paramètre, significativement influent pour les propriétés du 10K/40HM, rejoint les hypothèses de différence d'interface entre les deux matériaux et d'orientation des fibres.

III.4.5 Endommagement

Les variables étudiées pour l'évolution de l'endommagement des matériaux sont les valeurs des paramètres identifiés pour chaque expérience : d_0 , α_d et β_d .

Les données d'endommagement sont parfois difficiles à extraire des courbes de traction cyclique, variation très faibles pour les matériaux de l'étude. C'est pourquoi, pour le 10K/40HM les données d'endommagement analysées ne sont pas suffisantes pour permettre une quelconque régression (variables fortement corrélées), ce qui donne des résultats dénués de tout sens.

De même, il n'existe pas de points de validation pour cette étude à cause du manque d'éprouvettes, ce qui laisse comme seule évaluation de significativité des modèles la probabilité de non-nullité.

L'analyse de l'endommagement est donc focalisée sur le 90HMF40.

III.4.5.1 Effets sur d_0

Le paramètre d_0 correspond à un décalage de la courbe d'endommagement pour une énergie d'endommagement nulle, c'est pourquoi il peut être porteur de sens quant à l'état de contrainte original (post-process). La Figure III.30 représente les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la valeur de d_0 pour la loi d'endommagement pour le 90HMF40.

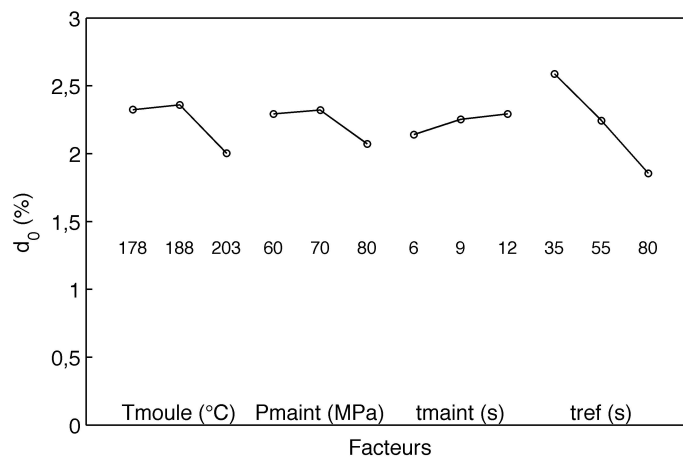


FIGURE III.30 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur d_0 pour le 90HMF40

On constate un endommagement initial qui varie grandement (15%) en fonction des niveaux des facteurs, surtout pour le temps de refroidissement. Ce qui est confirmé par la Figure III.31 qui représente le résultat d'une analyse descendante.

En effet, quand le temps de refroidissement augmente, l'endommagement initial diminue. Ce qui peut s'écrire (avec une $pvalue$ de 1,25%) par :

$$d_0 (\%) = 2,21 - 0,34 \cdot t_{ref} \quad (\text{III.28})$$

Ceci peut s'expliquer par le fait que plus le temps de séjour de la pièce dans le moule augmente, plus la pièce a eu le temps de refroidir. Les cinétiques de refroidissement sont donc plus lentes, ce qui favorise une amélioration de la cristallinité, de l'interface entre les fibres et la matrice et une évacuation des contraintes résiduelles due à l'injection.

C'est pourquoi, dans le domaine de l'injection, il existe un temps minimum de refroidissement pour

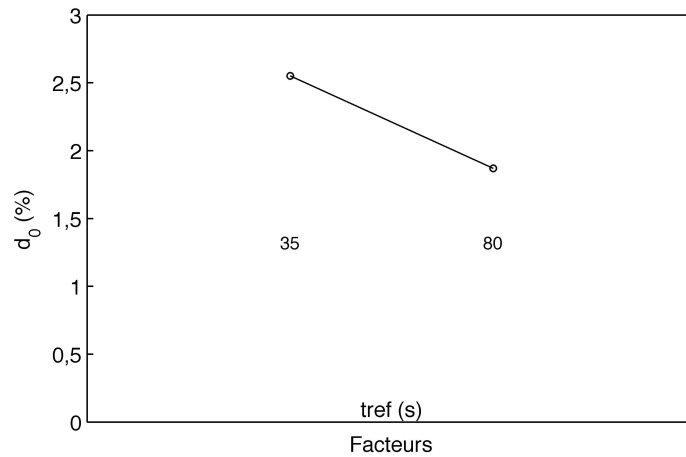


FIGURE III.31 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur d_0 pour le 90HMF40 après analyse descendante

assurer d'une part les tolérances dimensionnelles, mais d'autre part, pour ne pas pré-endommager la pièce.

III.4.5.2 Effets du procédé sur α_d

Le coefficient α_d correspond à la pente d'évolution de l'endommagement en fonction de l'énergie d'endommagement. La Figure III.32 représente les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la valeur de α_d pour la loi d'endommagement pour le 90HMF40.

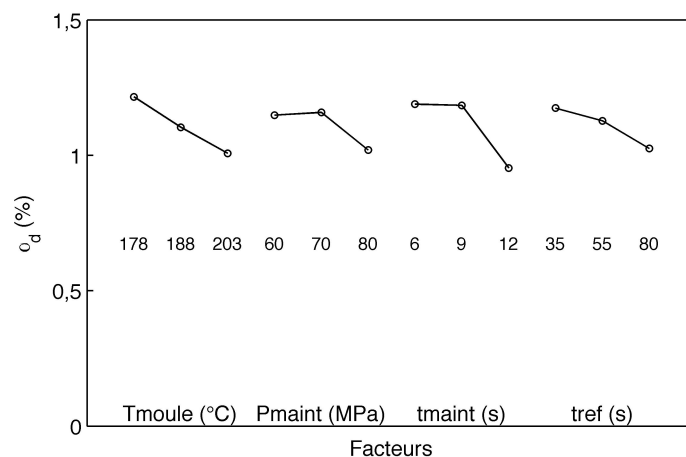


FIGURE III.32 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur α_d pour le 90HMF40

À la vue des résultats, on s'aperçoit que α_d comporte des variations négatives lorsque les paramètres du procédé augmentent.

Cependant, en réalisant une analyse descendante, on constate qu'aucun facteur n'est significatif. α_d n'est donc pas fonction des paramètres du procédé et est égal à 1,1.

III.4.5.3 Effets du procédé sur β_d

β_d est un paramètre qui affecte la pente d'endommagement en fonction de l'énergie d'endommagement.

ment. La Figure III.33 représente les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la valeur de β_d pour la loi d'endommagement pour le 90HMF40.

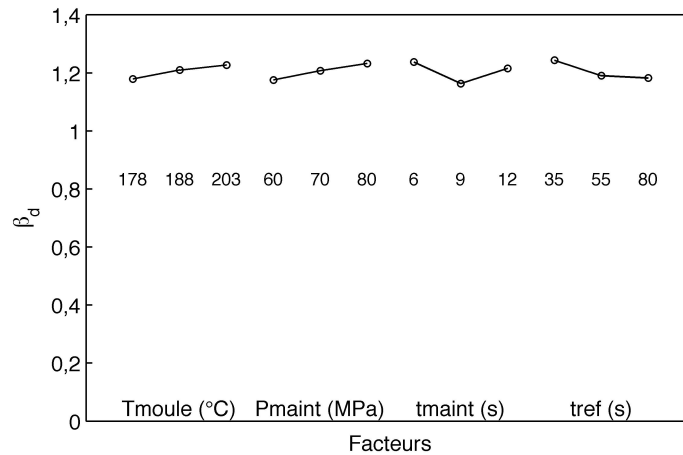


FIGURE III.33 – Effets des facteurs et de leurs niveaux obtenus sur β_d pour le 90HMF40

Les variations obtenues par régression sur le graphe des effets ne montrent que très peu d'amplitude. En effet, si l'on réalise une analyse descendante, on ne constate pas de facteur significatif pour β_d , il est donc égal à 1,21 en moyenne.

Le problème rencontré pour l'endommagement est dû au caractère du matériau. En effet, on a pu constater que la rupture s'effectue de manière abrupte et pour des valeurs d'endommagement très faibles (de l'ordre de 4%). Il est donc très difficile de modéliser l'endommagement macroscopique de ce type de matériau avec des lois interpolées. Il faudrait réaliser plus d'essais pour pouvoir avoir une représentativité des résultats.

III.4.6 Thermique

Les variables étudiées pour l'analyse thermique des matériaux lors des essais de traction cyclique sont les pentes de thermoélasticité (cycles pour une contrainte inférieure à 100 MPa) et d'endommagement (cycles pour une contrainte supérieure à 160 MPa).

Dans cette étude, les modèles obtenus par régression ne sont pas validés par des points de validation. Il faut se référer au p_{value} pour évaluer leur pertinence. Seuls les résultats du 90HMF40 sont présentés.

III.4.6.1 Pente de thermoélasticité

Les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux ont été étudiés sur la pente de thermoélasticité ($\dot{T}_{élasticité}$) par régression linéaire multiple pour le 90HMF40 (Figure III.34).

On relève une augmentation générale moyenne non-linéaire (entre les facteurs bas et haut) de la pente de thermoélasticité lorsque les paramètres augmentent. Les effets de la pression de maintien et du temps de maintien sont plus importants que pour les autres paramètres.

En effectuant une analyse descendante, on obtient la Figure III.35.

Ces résultats nous donnent accès à la fonction suivante ($p_{value}=0,20\%$) :

$$\dot{T}_{élasticité} = -1,49 + 0,68 \cdot P_{main} + 0,82 \cdot t_{main}^{(1)} - 1,13 \cdot t_{main}^{(3)} \quad (\text{III.29})$$

Si l'on met ce résultat en regard des résultats sur le taux de cristallinité, on pourrait comprendre que plus le taux de cristallinité est élevé, plus il y a absorption de chaleur [134]. Avec un taux de fibres constant, la partie amorphe augmentant, pour un même niveau de déformation, il y a besoin de plus d'énergie (donc de chaleur) pour réorganiser les chaînes macromoléculaires. La non-linéarité de l'effet du temps de maintien sur la pente thermoélastique réside dans le fait qu'il y a un temps optimum d'application de la pression de maintien.

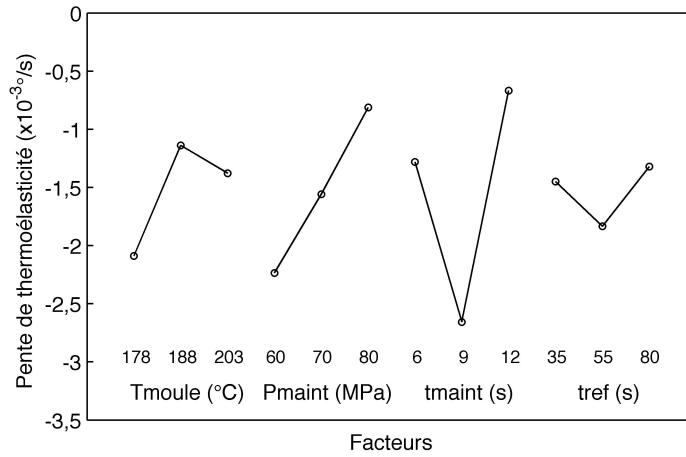


FIGURE III.34 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la pente de thermoélasticité pour le 90HMF40

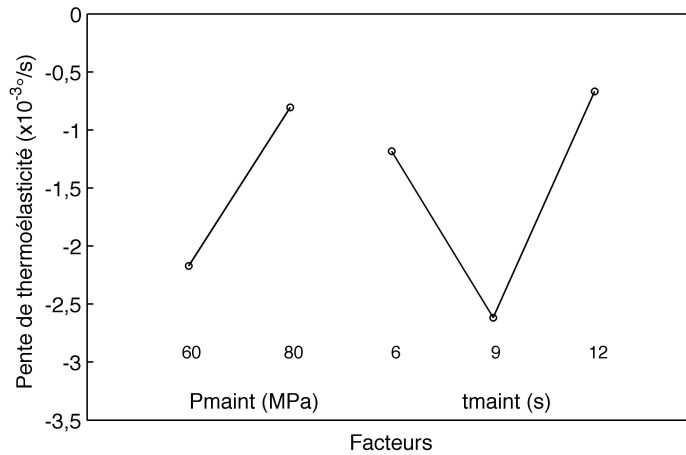


FIGURE III.35 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la pente de thermoélasticité pour le 90HMF40 après analyse descendante

III.4.6.2 Pente d'endommagement

Une régression linéaire multiple avec simple et double codage n'ont pas permis de trouver une quelconque influence d'un facteur sur la pente d'endommagement. Pour voir uniquement les effets des phénomènes irréversibles et s'affranchir de la « thermoélasticité », il a été fait le choix de soustraire la pente thermoélastique à la pente d'endommagement (\dot{T}_{endom}).

La Figure III.36 représente les effets des paramètres du procédé et de leurs niveaux obtenus par régression linéaire multiple sur la pente d'endommagement corrigée.

De même que pour la pente thermoélastique, on constate une variation plus importante pour la pression de maintien et le temps de maintien.

En effectuant une analyse descendante, on obtient la Figure III.37.

On s'aperçoit que les effets sont inverses à ceux observés sur la pente de thermoélasticité et issus des mêmes facteurs. Il est à noter que cela est sans doute dû à un effet d'alias. La probabilité de non-nullité est de 0,77%. Si l'on regarde l'équation trouvée :

$$\dot{T}_{endom} = 2,55 - 0,74 \cdot P_{maint} - 1,02 \cdot t_{maint}^{(1)} + 1,19 \cdot t_{maint}^{(2)} \quad (III.30)$$

on s'aperçoit bien que les effets sont quasiment opposés et de même grandeur, seule la moyenne est altérée, ce qui confirme un aliassage des données.

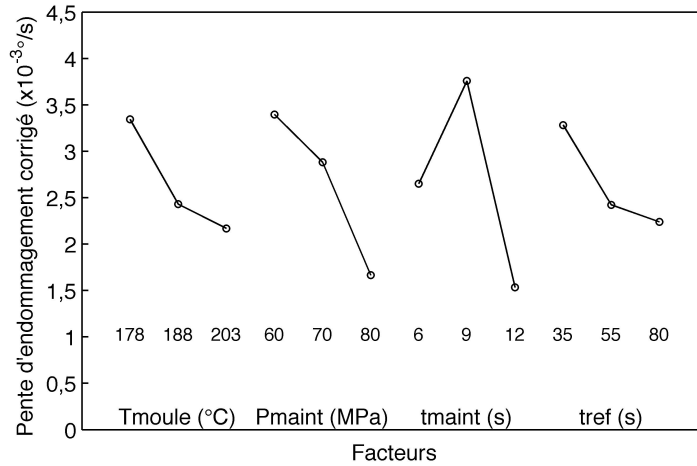


FIGURE III.36 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la pente d'endommagement corrigée pour le 90HMF40

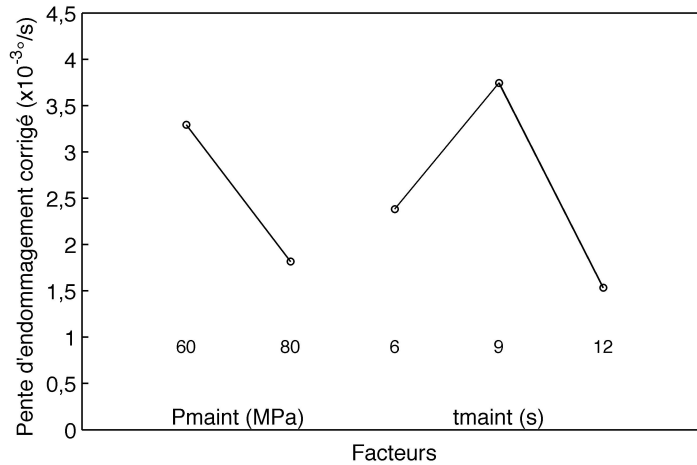


FIGURE III.37 – Effets des facteurs et de leurs niveaux sur la pente d'endommagement corrigée pour le 90HMF40 après analyse descendante

En comparant également avec les résultats sur le taux de cristallinité, on peut expliquer le fait qu'il y ait moins d'endommagement par le fait que la cristallinité soit plus élevée. Il est vrai que si la cristallinité est plus élevée, l'interface fibre/matrice et la matrice elle-même sont plus résistantes et donc dégagent moins de chaleur. De même, la non-linéarité de l'effet du temps de maintien sur la pente d'endommagement corrigée montre qu'il y a un temps d'application de la pression de maintien néfaste au matériau (trop d'endommagement dû aux contraintes internes).

Cependant la variation de la cristallinité reste faible, il est donc difficile d'affirmer qu'elle est la seule responsable des effets relevés. Un complément d'information sur la qualité de l'interface entre les fibres et la matrice, l'orientation et la longueur des fibres en fonction des paramètres des procédés permettrait de comprendre de manière plus exhaustive la variation et l'influence des propriétés microstructurales.

III.4.7 Synthèse

À titre de synthèse, le Tableau III.13 (respectivement le Tableau III.14) condense les effets des facteurs significatifs sur les réponses ainsi que les équations des modèles associés pour le 90HMF40 (respectivement le 10K/40HM). Ils reflètent les principaux résultats obtenus pour chaque matériau.

TABLEAU III.13 – Tableau récapitulatif des effets des facteurs significatifs pour les propriétés analysées pour le 90HMF40

Propriétés	Effets des facteurs				Équation
	T_{moule}	P_{main}	t_{main}	t_{ref}	
X (%)		↗	↗	↗	$33,00 + 0,72 \cdot P_{main} + 0,50 \cdot t_{main} + 0,33 \cdot t_{ref}$
E (GPa)	↘ ↗		↗		$43,45 + 0,03 \cdot T_{moule}^{(1)} - 0,60 \cdot T_{moule}^{(2)} + 0,52 \cdot t_{main}$
σ_R (MPa)	↗ ↘				$317,12 + 2,44 \cdot T_{moule}^{(1)} + 6,57 \cdot T_{moule}^{(2)}$
ε_R (%)	↗ ↘			↗	$1,00 + 0,01 \cdot T_{moule}^{(1)} + 0,06 \cdot T_{moule}^{(2)} + 0,03 \cdot t_{ref}$
R_0 (MPa)	↘				$44,35 - 7,16 \cdot T_{moule}$
R_{ult} (MPa)					$266,8 \pm 14,99$
γ					$-1948,88 \pm 319,08$
d_0 (%)				↘	$2,21 - 0,34 \cdot t_{ref}$
α_d (%)					$1,10 \pm 0,38$
β_d					$1,21 \pm 0,13$
$\dot{T}_{élasticité}$ (°/s)		↗	↘ ↗		$-1,49 + 0,68 \cdot P_{main} + 0,82 \cdot t_{main}^{(1)} - 1,13 \cdot t_{main}^{(3)}$
\dot{T}_{endom} (°/s)		↘	↗ ↘		$2,55 - 0,74 \cdot P_{main} - 1,02 \cdot t_{main}^{(1)} + 1,19 \cdot t_{main}^{(3)}$

TABLEAU III.14 – Tableau récapitulatif des effets des facteurs significatifs pour les propriétés analysées pour le 10K/40HM

Propriétés	Effets des facteurs				Équation
	T_{moule}	P_{main}	t_{main}	t_{ref}	
E (GPa)					$43,32 \pm 1,60$
σ_R (MPa)	↗		↗	↗	$232,23 + 8,94 \cdot T_{moule} + 9,34 \cdot t_{main} + 10,46 \cdot t_{ref}$
ε_R (%)	↗			↗	$0,72 + 0,06 \cdot T_{moule} + 0,06 \cdot t_{ref}$
R_0 (MPa)			↗		$47,49 + 5,13 \cdot t_{main}$
R_{ult} (MPa)				↘ ↗	$205,29 + 1,39 \cdot t_{ref}^{(1)} - 9,44 \cdot t_{ref}^{(2)}$
γ					$-2270,31 \pm 325,10$

III.5 Conclusion

Les variations des paramètres d'injection ont un impact quantifié sur les propriétés microstructurales, mécaniques, non-linéaires et les phénomènes thermiques des pièces composites thermoplastiques renforcées de fibres courtes.

Comme il a été montré, la microstructure est modifiée et induit une variation des propriétés du matériau. Les essais de traction monotone et cyclés suivis par thermographie infrarouge ont permis de mettre en évidence le scénario des phénomènes irréversibles (plasticité et décohésion fibre/matrice).

Une analyse par régression linéaire multiple descendante a révélé les effets des facteurs significatifs au sens statistique en fonction de leurs niveaux.

En mettant en relation les résultats des différentes régressions, on pourrait affirmer que plus la pression et le temps de maintien sont élevés, plus le taux de cristallinité augmente, ce qui améliore l'interface entre les fibres et la matrice et donc diminue l'endommagement. Ceci pourrait être vérifié par coupe du matériau et attaque chimique pour faire apparaître les sphérolites comme Lin [82] l'a fait.

Les résultats (endommagement du 10K/40HM par exemple) ayant un problème de régression à cause

du manque de données entraînant une multicolinéarité des facteurs pourraient être analysés en utilisant les techniques de PLS, Ridge ou des composantes principales.

De plus, la technique de suppression de certains points expérimentaux (outlier) permettrait d'affiner les résultats et la prédiction des modèles identifiés. Cependant, cette technique requiert une extrême précaution pour être sûr de ne pas perdre d'information significative.

Grâce à ces résultats il est possible de quantifier la variation des paramètres d'entrée issus de la caractérisation des matériaux afin d'évaluer la sensibilité du modèle micromécanique proposé.

Chapitre IV

Modélisation micromécanique du comportement

Table des matières

IV.1 Introduction	89
IV.2 Modèles micromécaniques	89
IV.2.1 Hypothèses	89
IV.2.2 Méthode d'homogénéisation	89
IV.2.2.1 Étape de représentation	89
IV.2.2.2 Étape de localisation	90
IV.2.2.3 Étape d'homogénéisation	90
IV.2.2.4 Problème d'inclusions	91
IV.2.3 Bornes	92
IV.2.3.1 Borne de Voigt	92
IV.2.3.2 Borne de Reuss	93
IV.2.3.3 Bornes d'Hashin-Shtrikman	93
IV.2.4 Modèles à base d'inclusions	93
IV.2.4.1 Méthode de Mori-Tanaka	93
IV.2.4.2 Schéma auto-cohérent	94
IV.2.5 Prise en compte de la distribution de longueurs des fibres	94
IV.2.6 Prise en compte de la distribution d'orientation des fibres	95
IV.2.7 Prise en compte de l'endommagement	97
IV.2.7.1 Variables d'endommagement	97
IV.2.7.2 Contrainte effective	97
IV.2.8 Prise en compte de la plasticité de la matrice	98
IV.3 Choix du modèle	100
IV.3.1 Approximation de Mori-Tanaka	100
IV.3.2 Critère quadratique local	101
IV.3.3 Modèle de Prandtl-Reuss et critère de Mises	102
IV.4 Validation du modèle	102
IV.4.1 Étude de sensibilité	102
IV.4.1.1 Propriétés des matériaux	103
IV.4.1.2 Distributions de longueur et d'orientation des fibres	104
IV.4.1.3 Propriétés microscopiques de l'interface	106
IV.4.1.4 Propriétés macroscopiques de la loi d'écroutissage	107
IV.4.1.5 Détection de la rupture	109
IV.4.2 Résultats du modèle	110
IV.4.2.1 Comparaison des calculs aux essais	110
IV.4.2.2 Validation de la traction de l'éprouvette	112
IV.4.3 Application industrielle	113

IV.4.3.1	Modélisation par éléments finis	114
IV.4.3.2	Corrélation essais / calcul	114
IV.5	Conclusion	116

IV.1 Introduction

Le dimensionnement des pièces est la partie de la conception la plus importante pour assurer un bon fonctionnement de celles-ci. Aussi il est nécessaire de connaître les propriétés mécaniques des matériaux qui seront utilisés. La prédiction de ces caractéristiques est donc primordiale.

Les propriétés peuvent être prédites à partir de différentes échelles (macro, méso, micro) selon lesquelles il y aura considération d'un matériau homogène ou hétérogène. Pour l'échelle microscopique, la méthode de prédiction par homogénéisation des propriétés se base sur un VER (Volume Élémentaire Représentatif) qui est un élément de matière qui peut s'appliquer dans toute la pièce. En partant de ce VER hétérogène et en l'homogénéisant, il est possible d'appliquer les propriétés obtenues pour le matériau utilisé.

Les différentes méthodes de prédiction de propriétés mécaniques par homogénéisation sont abordées dans ce chapitre. La théorie des modèles « simples » à des modèles plus « complexes » d'homogénéisation est explicitée, en prenant en compte des phénomènes plus fins tels que l'endommagement ou la rupture. Enfin il est intéressant de regarder les moyens disponibles pour l'identification des propriétés par essais mécaniques pour comparer avec les modèles, et ainsi les modifier et les rendre plus fidèles à la réalité.

IV.2 Modèles micromécaniques

IV.2.1 Hypothèses

Toute la suite des considérations mécaniques se place dans l'hypothèse de matériaux standards généralisés soumis à de petites perturbations où les effets de vitesse de sollicitation et de température sont négligés.

Les modèles de prédiction de propriétés mécaniques exposés dans la suite du chapitre sont uniquement focalisés sur un matériau composite constitué de deux types d'éléments isotropes homogènes : une matrice PEEK et des fibres courtes de carbone.

IV.2.2 Méthode d'homogénéisation

Le principe d'homogénéisation s'applique à un assemblage plus ou moins complexe d'éléments de petites tailles. Cet assemblage s'appelle le Volume Élémentaire Représentatif (VER), ce matériau est hétérogène tandis que ses éléments constitutifs sont homogènes.

La taille du VER (l) doit être largement supérieure à la taille caractéristique des éléments constitutifs (d) pour que la méthode d'homogénéisation soit valide ($d \ll l$). De plus, pour une application structurelle, la taille du VER doit être largement inférieure à la taille caractéristique de la structure (L) pour pouvoir appliquer les propriétés homogènes ($l \ll L$) [21, 29].

La méthode se décompose en trois étapes principales :

- L'étape de *représentation* qui correspond à la description du VER. On définit l'échelle à laquelle les hétérogénéités sont prises en compte afin d'identifier les lois de comportement de chaque élément constitutif ainsi que leur géométrie et leur distribution.
- L'étape de *localisation* où des lois de localisation des déformations ou de concentration des contraintes permettent d'établir un lien entre l'échelle microscopique et l'échelle macroscopique.
- L'étape d'*homogénéisation* qui utilise les deux étapes précédentes pour construire une loi de comportement du VER.

IV.2.2.1 Étape de représentation

Dans le cas présent, il est supposé des fibres réparties avec des distributions d'orientation et de longueur aléatoires (définies ci-après) ayant un comportement élastique linéaire fragile. Le PEEK est considéré comme ayant un comportement élastoplastique, en effet il se décompose en deux parties, une partie amorphe et une partie cristalline. Une troisième partie peut se dégager lorsqu'il y a apparition

du phénomène de transcristallinité, de par l'incorporation des fibres de carbone.

Un VER est composé par différentes « phases » qui, pour le cas de résines thermoplastiques renforcées, se distinguent entre la « matrice » et les « hétérogénéités » (voir l'illustration sur la Figure IV.1). On peut donc distinguer en plus de la matrice un nombre N d'hétérogénéités correspondant aux fibres, familles de fibres de mêmes propriétés, porosités, etc

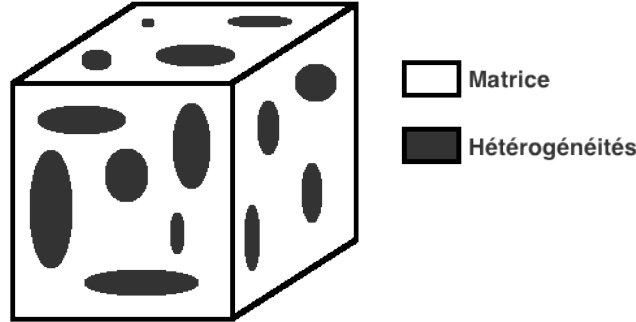


FIGURE IV.1 – Illustration du VER composé de la matrice et des hétérogénéités

Pour une représentation statistique, on utilise la fraction volumique de chaque phase, avec i l'indice de chaque hétérogénéité et m celui de la matrice, notée v_i , qui vérifie dans le VER :

$$1 = v_m + \sum_{i=1}^N v_i \quad (\text{IV.1})$$

IV.2.2.2 Étape de localisation

Les champs de contrainte et de déformation au point x du VER ($\underline{\sigma}(x)$ et $\underline{\varepsilon}(x)$) sont non-uniformes de par son hétérogénéité. La manipulation des champs locaux peut s'avérer difficile, c'est pourquoi la notion de contrainte et déformation moyenne dans les différentes phases [65] a été introduite. Pour une phase i de volume V_i on définit la contrainte moyenne $\bar{\tau}^i$ et la déformation moyenne $\bar{\gamma}^i$:

$$\bar{\tau}^i = \langle \underline{\tau}(x) \rangle_{V_i} = \frac{1}{V_i} \int_{V_i} \underline{\tau}(x) \cdot dV, \forall x \in V_i \quad (\text{IV.2})$$

$$\bar{\gamma}^i = \langle \underline{\gamma}(x) \rangle_{V_i} = \frac{1}{V_i} \int_{V_i} \underline{\gamma}(x) \cdot dV, \forall x \in V_i \quad (\text{IV.3})$$

De même, à l'échelle du VER de volume V , on définit les grandeurs similaires, notées $\bar{\sigma}$ pour la contrainte et $\bar{\varepsilon}$ pour la déformation. Comme décrit précédemment, l'étape de localisation sert à relier les champs moyens des phases aux champs moyens du VER. Ce problème de localisation s'effectue en posant des lois sur la localisation des déformations et sur la concentration des contraintes pour chaque phase. C'est-à-dire que les champs moyens des phases s'expriment linéairement en fonction des champs moyens du VER :

$$\begin{cases} \bar{\gamma}^i = \langle \underline{\gamma}(x) \rangle_{V_i} = \underline{A}^i(x) : \bar{\varepsilon} \\ \bar{\tau}^i = \langle \underline{\tau}(x) \rangle_{V_i} = \underline{B}^i(x) : \bar{\sigma} \end{cases} \quad (\text{IV.4})$$

avec $\underline{A}_{ijkl}(x)$ le tenseur de localisation des déformation d'ordre quatre, $\underline{B}_{ijkl}(x)$ le tenseur de concentration des contrainte d'ordre quatre. La moyenne de chaque tenseur est égale au tenseur identité ($\langle \underline{A} \rangle = \underline{I}$ et $\langle \underline{B} \rangle = \underline{I}$), et ils ont tous les deux les symétries mineures gauche et droite ($\underline{A}_{ijkl} = \underline{A}_{jikl} = \underline{A}_{ijlk}$ et $\underline{B}_{ijkl} = \underline{B}_{jikl} = \underline{B}_{ijlk}$).

IV.2.2.3 Étape d'homogénéisation

Cette étape d'homogénéisation va permettre de pouvoir déterminer le comportement effectif du matériau hétérogène en effectuant le passage des grandeurs locales aux grandeurs du VER en s'appuyant sur les opérations de moyennes définies ci-avant. On obtient donc les champs de contrainte et

déformation moyens du VER en fonction des champs de contrainte et déformation moyens de toute les phases :

$$\begin{cases} \bar{\varepsilon} = \langle \gamma(x) \rangle_V = \frac{1}{V} \int_V \gamma(x) \cdot dV, \forall x \in V \\ \bar{\sigma} = \langle \tau(x) \rangle_V = \frac{1}{V} \int_V \tau(x) \cdot dV, \forall x \in V \end{cases} \quad (\text{IV.5})$$

Ce qui devient, grâce à l'expression des champs moyens de contrainte et de déformation locaux, les relations de passage « micro / macro » qui relient les grandeurs moyennes à l'échelle de la microstructure et les grandeurs à l'échelle du VER :

$$\begin{cases} \bar{\varepsilon} = v_m \cdot \bar{\gamma}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot \bar{\gamma}^i \\ \bar{\sigma} = v_m \cdot \bar{\tau}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot \bar{\tau}^i \end{cases} \quad (\text{IV.6})$$

Finalement, grâce à l'hypothèse d'élasticité linéaire ($\tau^i = \underline{\underline{C}}^i : \gamma^i$ et $\gamma^i = \underline{\underline{S}}^i : \tau^i$), les tenseurs des rigidités effectives du VER $\underline{\underline{\tilde{C}}}$ et des souplesses effectives $\underline{\underline{\tilde{S}}}$ peuvent être déduits :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\tilde{C}}} = \underline{\underline{C}}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot (\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m) : \underline{\underline{A}}^i = \langle \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{A}} \rangle \\ \underline{\underline{\tilde{S}}} = \underline{\underline{S}}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot (\underline{\underline{S}}^i - \underline{\underline{S}}^m) : \underline{\underline{B}}^i = \langle \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{B}} \rangle \end{cases} \quad (\text{IV.7})$$

IV.2.2.4 Problème d'inclusions

Après avoir décrit la méthode d'homogénéisation générale, l'application de celle-ci au problème d'inclusions est décrite.

Les problèmes d'inclusions sont représentés par une matrice infinie élastique, dont le tenseur de rigidité est $\underline{\underline{C}}^m$, comportant une inclusion ellipsoïdale élastique, dont le tenseur de rigidité est $\underline{\underline{C}}^i$ (voir figure IV.2).

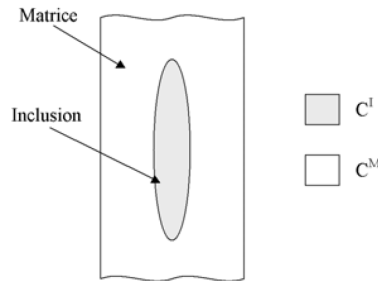


FIGURE IV.2 – Illustration du problème d'inclusions [63]

Ces problèmes admettent des solutions dans le cadre des milieux aléatoires, solutions détaillées amplement par Bornet [21]. Les schémas et méthodes d'homogénéisation analytiques de ce problème sont basés sur la solution d'Eshelby [49].

Solution d'Eshelby

Eshelby a défini un problème avec une inclusion équivalente, il a résolu le champ élastique de contrainte à l'intérieur et à l'extérieur de l'ellipsoïde entourée d'une matrice infinie. En laissant l'inclusion être une ellipse de révolution allongée, on peut utiliser ses résultats pour modéliser les champs de contrainte et de déformation autour d'une fibre cylindrique.

Tout d'abord, on considère un milieu infini (matrice) dont le tenseur de rigidité est $\underline{\underline{C}}^m$, initialement libre de toutes contraintes. On retire (par la pensée) une *inclusion de matrice* à laquelle on impose une déformation libre $\underline{\underline{\gamma}}^T$ (changement de phase, déformation d'origine thermique, libre de toutes contraintes). En replaçant cette ellipsoïde dans le milieu infini, il y a une accommodation entre les deux, la matrice exerce une contrainte sur l'inclusion et inversement. La perturbation de la déformation libre

induit une déformation de perturbation $\tilde{\gamma}^C$ sur le VER qui, lorsqu'elle satisfait les équations d'équilibre en tout point de la matrice et de l'inclusion, permet d'établir la relation suivante : $\tilde{\gamma}^C = \underline{\underline{E}}^m_{\tilde{\approx}_i} \cdot \tilde{\gamma}^T$, avec le tenseur $\underline{\underline{E}}^m_{\tilde{\approx}_i}$ nommé le « tenseur d'Eshelby » [21, 145, 136]. Ce tenseur est fonction du tenseur de rigidité du matériau environnant $\underline{\underline{C}}^m$ et de la forme de l'inclusion i , il vérifie les symétries mineures gauche et droite ($E_{ijkl} = E_{jikl} = E_{ijlk}$) mais pas la majeure ($E_{ijkl} \neq E_{klij}$). De plus, Eshelby a trouvé que le champ de déformation résultant est homogène dans l'inclusion. Si on en revient aux comportements de l'inclusion et de la matrice, la déformation $\tilde{\gamma}^C$ est valable autour de l'inclusion mais est nulle à l'infini pour la matrice et est homogène dans l'inclusion. Il s'ensuit le système suivant :

$$\begin{cases} \tilde{\tau}^m = \underline{\underline{C}}^m \cdot \tilde{\gamma}^C(x), \text{ avec } \tilde{\gamma}^C(x) \xrightarrow{\infty} 0 \\ \tilde{\tau}^i = \underline{\underline{C}}^m \cdot \left(\tilde{\gamma}^C - \tilde{\gamma}^T \right) \end{cases} \quad (\text{IV.8})$$

On suppose le problème identique au précédent mais en appliquant une déformation moyenne $\tilde{\varepsilon} = \tilde{\gamma}^A$ à l'infini et en remplaçant l'hétérogénéité (l'inclusion) de déformations par une hétérogénéité de rigidité, soit :

$$\tilde{\tau}^i = \underline{\underline{C}}^m \cdot \left(\tilde{\gamma}^A + \tilde{\gamma}^C - \tilde{\gamma}^T \right) = \underline{\underline{C}}^i \cdot \left(\tilde{\gamma}^A + \tilde{\gamma}^i \right) \quad (\text{IV.9})$$

Grâce à cette équation et celle d'Eshelby, on peut en déduire la relation entre la déformation moyenne appliquée à l'infini et la déformation homogène de l'inclusion (en posant $\tilde{\gamma}^i = \tilde{\gamma}^C + \tilde{\gamma}^A$) :

$$\left[\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{E}}^m_{\tilde{\approx}_i} : \underline{\underline{S}}^m : \left(\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m \right) \right] \cdot \tilde{\gamma}^i = \tilde{\varepsilon} \quad (\text{IV.10})$$

On peut donc montrer que le tenseur de localisation des déformations pour une inclusion est :

$$A^i_{Eshelby} = \left[\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{E}}^m_{\tilde{\approx}_i} : \underline{\underline{S}}^m : \left(\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m \right) \right]^{-1} \quad (\text{IV.11})$$

Ce qui donne le tenseur des rigidités effectives suivant :

$$\tilde{\underline{\underline{C}}}_{Eshelby} = \underline{\underline{C}}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot \left(\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m \right) : \left[\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{E}}^m_{\tilde{\approx}_i} : \underline{\underline{S}}^m : \left(\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m \right) \right]^{-1} \quad (\text{IV.12})$$

Comme il est visible, la solution s'applique seulement pour une inclusion dans une matrice infinie. Le tenseur de localisation des déformations de la solution d'Eshelby (appelé modèle dilué d'Eshelby) est indépendant de la fraction volumique d'inclusions. Le modèle n'est valable que pour de très faibles concentrations (jusqu'à 1%). Les prochains modèles et méthodes d'homogénéisation prennent ce critère en compte.

IV.2.3 Bornes

Afin de borner les propriétés mécaniques d'un matériau hétérogène, les approches variationnelles issues des théorèmes énergétiques ont été développées [21, 145].

IV.2.3.1 Borne de Voigt

La borne de Voigt [142] est obtenue en supposant un champ de déformation uniforme dans tout le VER, ceci revient à dire que le tenseur de localisation des déformations est égal au tenseur identité du même ordre ($\underline{\underline{A}} = \underline{\underline{I}}$), il s'ensuit que $\underline{\underline{C}}^V = \langle \underline{\underline{C}} \rangle$. De part la propriété variationnelle de minimisation en déplacement (déformation) on en déduit que le tenseur $\underline{\underline{C}}^V$ est une borne supérieure du tenseur des rigidités effectives $\tilde{\underline{\underline{C}}}$. Voici l'expression de la borne de Voigt :

$$\underline{\underline{C}}^V = \underline{\underline{C}}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot \left(\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m \right) \quad (\text{IV.13})$$

IV.2.3.2 Borne de Reuss

La borne de Reuss [111] est obtenue en supposant un champ de contrainte uniforme dans tout le VER, ceci revient à dire que le tenseur de concentration des contraintes est égal au tenseur identité du même ordre ($\underline{\underline{B}} = \underline{\underline{I}}$), il s'ensuit que $\underline{\underline{S}}^R = \langle \underline{\underline{S}} \rangle$. De part la propriété variationnelle du minimisation en effort (contrainte) on en déduit que le tenseur $\underline{\underline{S}}^R$ est une borne supérieure du tenseur des souplesses effectives $\underline{\underline{\tilde{S}}}$. Ce qui représente une borne inférieure du tenseur des rigidités effectives $\underline{\underline{\tilde{C}}}$, avec $(\underline{\underline{S}}^R)^{-1} = \underline{\underline{C}}^R$. Voici l'expression de la borne de Reuss :

$$\underline{\underline{S}}^R = \underline{\underline{S}}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot (\underline{\underline{S}}^i - \underline{\underline{S}}^m) \quad (\text{IV.14})$$

IV.2.3.3 Bornes d'Hashin-Shtrikman

Les bornes d'Hashin-Shtrikman [64, 136] sont une estimation plus précise du comportement effectif du VER pour un matériau isotrope. En effet, elle prend en compte un tenseur de polarisation par l'introduction d'un milieu de référence supposé élastique linéaire, homogène et isotrope. Le tenseur de localisation des déformations, pour la borne inférieure, est calculé lorsque l'on suppose le milieu de référence (matrice) plus souple que les hétérogénéités, et inversement pour la borne supérieure :

$$\begin{cases} \underline{\underline{A}}_{\underline{\underline{HSinf}}}^i = \left[\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{E}}_i^m : \underline{\underline{S}}^m : (\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m) \right]^{-1} \\ \underline{\underline{A}}_{\underline{\underline{HSsup}}}^i = \left[\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{E}}_i^i : \underline{\underline{S}}^i : (\underline{\underline{C}}^m - \underline{\underline{C}}^i) \right] \end{cases} \quad (\text{IV.15})$$

avec $\underline{\underline{E}}_i^i$ dépendant du tenseur des rigidités de la phase i et de la forme de l'inclusion i . Ce qui donne les approximations inférieure et supérieure du tenseur des rigidités effectives :

$$\begin{cases} \underline{\underline{C}}^{\underline{\underline{HSinf}}} = \underline{\underline{C}}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot (\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m) : \underline{\underline{A}}_{\underline{\underline{HSinf}}}^i : \left[(1 - v_f) \cdot \underline{\underline{I}} + v_f \cdot \underline{\underline{A}}_{\underline{\underline{HSinf}}}^i \right]^{-1} \\ \underline{\underline{C}}^{\underline{\underline{HSsup}}} = \underline{\underline{C}}^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot (\underline{\underline{C}}^i - \underline{\underline{C}}^m) : \underline{\underline{A}}_{\underline{\underline{HSsup}}}^i : \left[(1 - v_f) \cdot \underline{\underline{I}} + v_f \cdot \underline{\underline{A}}_{\underline{\underline{HSsup}}}^i \right]^{-1} \end{cases} \quad (\text{IV.16})$$

Ces bornes sont plus précises que celles de Voigt et de Reuss et permettent d'estimer les propriétés effectives du matériau homogène.

Dans le cas de l'étude, la solution recherchée est de prédire les propriétés effectives du matériau et non seulement de les borner. Cependant, les bornes d'Hashin-Shtrikman, basées sur les principes variationnels, permettent de vérifier si les prédictions des prochains modèles sont erronées.

IV.2.4 Modèles à base d'inclusions

Les modèles et méthodes d'homogénéisation qui suivent font suite aux travaux réalisés par Eshelby sur le problème d'inclusions, mais en prenant en compte l'influence de la fraction volumique des hétérogénéités.

IV.2.4.1 Méthode de Mori-Tanaka

Cette méthode a été développée pour des matériaux composites non-dilués, c'est-à-dire pour des fractions volumiques allant jusqu'à 30% [90]. L'approche modifiée de la méthode (énoncée ici) a été explicitée par Benveniste [15].

L'hypothèse de Mori-Tanaka est que lorsqu'un nombre important d'inclusions identiques est introduit dans un matériau composite, la déformation moyenne de l'inclusion s'exprime ainsi $\underline{\underline{\tilde{\gamma}}}^i = \underline{\underline{A}}^{\underline{\underline{Eshelby}}} : \underline{\underline{\tilde{\gamma}}}^m$ avec $\underline{\underline{A}}^{\underline{\underline{Eshelby}}}$ le tenseur de localisation des déformations d'Eshelby défini ci-avant. Le tenseur reliant les déformations d'une hétérogénéité i à celle de la matrice, pour Mori-Tanaka, est donc égal au

tenseur de localisation des déformations de la solution d'Eshelby. On peut donc en déduire le tenseur de localisation de l'approximation de Mori-Tanaka :

$$A_{\approx MT}^i = A_{\approx Eshelby}^i : \left[v_m \cdot I + \sum_{i=1}^N v_i \cdot A_{\approx Eshelby}^i \right]^{-1} \quad (\text{IV.17})$$

On a donc accès au tenseur des modules effectifs :

$$\tilde{C}_{\approx MT} = C^m + \sum_{i=1}^N v_i \cdot (C^i - C^m) : A_{\approx Eshelby}^i : \left[v_m \cdot I + \sum_{i=1}^N v_i \cdot A_{\approx Eshelby}^i \right]^{-1} \quad (\text{IV.18})$$

On peut constater que cette estimation est semblable à la borne inférieure d'Hashin-Shtrickman.

IV.2.4.2 Schéma auto-cohérent

Ce schéma itératif a tout d'abord été proposé par Hill [66], il suppose que les hétérogénéités sont plongées dans le milieu homogène équivalent recherché \tilde{C}^0 . Ceci se traduit par :

$$A_{AC}^i = \left[I + E_{\approx i}^m : S_{\approx}^m : (C^i - C^0) \right]^{-1} \quad (\text{IV.19})$$

Ce qui donne un tenseur des modules effectifs de la forme :

$$\tilde{C}^0 = C^0 + \sum_{i=1}^N v_i \cdot (C^i - C^0) : \left[I + E_{\approx i}^m : S_{\approx}^m : (C^i - C^0) \right]^{-1} \quad (\text{IV.20})$$

L'avantage de ce modèle réside dans le fait que les tenseurs de rigidité peuvent s'appliquer pour des matériaux non-isotropes. L'inconvénient est la méthode de résolution qui est implicite, de plus cette approximation s'avère trop rigide pour les matériaux à deux phases [103].

IV.2.5 Prise en compte de la distribution de longueurs des fibres

Comme il a été explicité pour les modèles précédents, à l'exception des bornes de Voigt et de Reuss, ils prennent en compte la longueur de fibres par phase, soit directement (modèles de « transfert par cisaillement »), soit par l'intermédiaire du tenseur d'Eshelby (rapport de forme de l'ellipsoïde). Avant de prendre en compte une distribution de longueur, il est important de pouvoir la modéliser. Il a été défini une distribution empirique par Tung [137] qui est semblable à celle de Weibull [146] qui s'applique à la représentation de la distribution de longueur des fibres pour un matériau injecté [138]. Elle précise que la fonction de densité de probabilité de longueur ($f(l)$), pour laquelle $f(l) \cdot dl$ et $F(l)$ sont les probabilités de longueur de fibres comprise entre l et $l + dl$ et la probabilité que la longueur de fibres soit inférieure à l . On a une relation entre ces deux entités : $F(l) = \int_0^l f(x) \cdot dx$. La loi de Tung est la suivante [53] :

$$f(l) = a \cdot b \cdot l^{b-1} \cdot \exp(-a \cdot l^b), \text{ pour } l > 0 \quad (\text{IV.21})$$

avec a et b qui sont des paramètres d'échelle et de forme.

Puis cette fonction est prise en compte dans l'équation de moyenne suivante [94] :

$$\bar{X} = \frac{\int_0^\infty X(l) \cdot f(l) \cdot dl}{\int_0^\infty f(l) \cdot dl} \quad (\text{IV.22})$$

où X est une variable dépendant de la longueur des fibres (tenseur des rigidités, tenseur de localisation, tenseur d'Eshelby...).

Ainsi pour les modèles d'homogénéisation, l'influence de la longueur des fibres peut être prise en compte, en supposant que l'orientation de celles-ci n'est pas corrélée.

Notion de longueur critique

Certains auteurs ont défini une longueur « critique » pour la fibre qui renforce les matériaux plastiques. Ces considérations sont issues de la théorie de « transfert par cisaillement ». On a ainsi trois principaux types de longueurs critiques qui dépendent du rapport de forme de la fibre, de la fraction volumique de fibres, et des paramètres des matériaux [113, 131, 78, 118] :

$$l_c^{Cox} = K \cdot d_f \cdot \left(\frac{E_f}{E_m} \right)^{1/2} \cdot \left[\ln \left(\frac{1}{v_f} \right)^{1/2} \right]^{1/2} \quad (IV.23)$$

$$l_c^{Rosen} = d_f \cdot \left(\frac{E_f \cdot (1 - \nu_m)}{E_m} \right)^{1/2} \cdot \left(\frac{1 - v_f^{1/2}}{v_f^{1/2}} \right)^{1/2} \quad (IV.24)$$

$$l_c^{Termonia} = K \cdot d_f \cdot \left(\frac{E_f}{E_m} \right) \quad (IV.25)$$

où K est une constante caractérisant l'arrangement des fibres unidirectionnelles : $\frac{\pi}{2}$ pour un arrangement carré ou $\frac{\pi}{2\sqrt{3}}$ pour un arrangement hexagonal.

Pour le matériau de l'étude et un arrangement hexagonal, ceci donne une longueur critique de l'ordre de $50 \mu m$ pour les modèles de Cox et Rosen et de $490 \mu m$ pour Termonia.

IV.2.6 Prise en compte de la distribution d'orientation des fibres

La prise en compte de l'orientation peut se faire de plusieurs manières, mais la méthode reste la même dans la généralité. L'effet de l'orientation est considéré en effectuant une moyenne de certains paramètres (tenseur des rigidités, de souplesse, d'Eshelby...) dans la prédiction des propriétés mécaniques sur lesquels l'orientation aura eu une influence [31].

Seul les moyens de représentation de l'orientation varient. Ils peuvent être soit scalaire, soit tensoriel d'ordre deux ou d'ordre quatre.

Représentation de l'orientation des fibres

L'orientation d'une fibre est caractérisée par le couple d'angles (θ, ϕ) qui représentent la direction du vecteur unitaire \vec{p} (voir la figure IV.3).

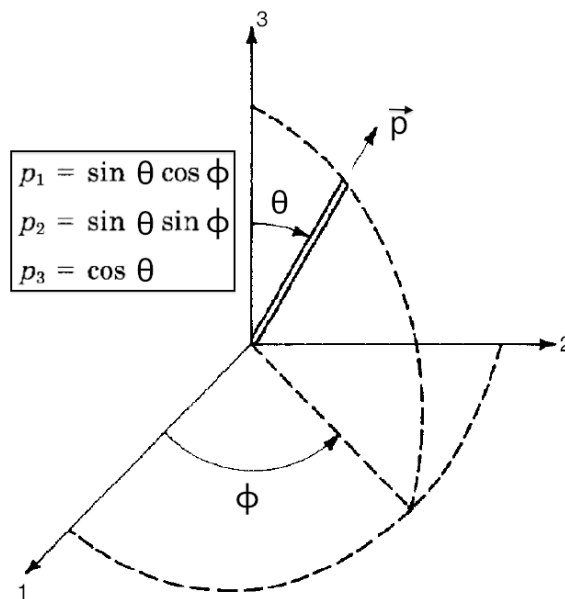


FIGURE IV.3 – Description de l'orientation d'une fibre [9]

La fonction scalaire de distribution d'orientation $\psi(\vec{p})$ décrit la probabilité P de rencontrer une fibre

ayant une orientation identique à celle de \vec{p} , dans l'intervalle $[\phi, \phi + d\phi]$ et $[\theta, \theta + d\theta]$. La probabilité P peut se traduire par l'expression suivante :

$$P = \psi(\vec{p}) \cdot d\vec{p} = \psi(\theta, \phi) \cdot \sin(\theta) \cdot d\theta \cdot d\phi \quad (\text{IV.26})$$

Si $\psi(\vec{p})$ est définie comme une fonction de densité de probabilité, alors la condition suivante de normalisation doit être respectée :

$$\oint_{\vec{p}} \psi(\vec{p}) \cdot d\vec{p} = 1 \quad (\text{IV.27})$$

La distinction entre les deux extrémités de la fibre étant complexe à réaliser, ceci entraîne que la fonction ψ est π -périodique ($\psi(\theta, \phi) = \psi(\pi - \theta, \phi + \pi)$). Cette représentation est complète mais a le désavantage d'être lourde à manipuler et à identifier. Dans la pratique, il convient d'utiliser des tenseurs basés sur cette fonction. Cependant cette représentation tensorielle est complétée par une fonction de distribution d'orientation. Il y a une perte d'information irréversible durant le passage de la fonction scalaire à l'état d'orientation tensoriel.

Le tenseur d'orientation le plus utilisé est le tenseur d'ordre deux appelé le tenseur d'Advani [9]. La formule proposée pour les termes du tenseur (a_{ij}) représente les projections de la fonction de distribution d'orientation sur le repère de la fibre :

$$a_{ij} = \langle p_i \cdot p_j \rangle = \oint_{\vec{p}} p_i \cdot p_j \cdot \psi(\vec{p}) \cdot \partial \vec{p} \quad (\text{IV.28})$$

De même, les conditions précédentes doivent être respectées, c'est pourquoi la trace du tenseur d'Advani est donc égale à 1 ($a_{11} + a_{22} + a_{33} = 1$) selon la condition de normalisation et que le tenseur est symétrique ($a_{ij} = a_{ji}$) selon la périodicité de la fonction.

Plusieurs formes de fonctions ont été proposées pour décrire la fonction de distribution d'orientation. Une fonction exponentielle, pour des orientations planaires, décrite par un simple paramètre décrite par Kacir [73] est de la forme $\rho(\theta) = \lambda \cdot e^{-\lambda \cdot \theta}$, avec λ qui indique le type d'orientation principale (très orientée pour λ élevé, quasi-isotrope pour λ faible). Ce qui donne une fonction de densité de fibre orienté selon $(\pm\theta)$ $F(\theta) = 1 - e^{-\lambda \cdot \theta}$, avec θ variant de 0 à π .

De plus, Tucker et Advani ont défini un tenseur d'orientation d'ordre quatre a_{ijkl} , de la même manière que pour le tenseur d'ordre deux [9] :

$$a_{ijkl} = \langle p_i \cdot p_j \cdot p_k \cdot p_l \rangle = \oint_{\vec{p}} p_i \cdot p_j \cdot p_k \cdot p_l \cdot \psi(\vec{p}) \cdot \partial \vec{p} \quad (\text{IV.29})$$

Ce tenseur doit de même respecter les propriétés énumérés ci-avant, c'est pourquoi il possède les symétries majeures et mineures (gauche et droite) et que la trace du tenseur est égale à 1.

Ainsi, il est possible de prendre en compte l'orientation des fibres, en effectuant une moyenne d'un paramètre, sur lequel l'orientation a un effet, multiplié par les tenseurs d'Advani pour le changement de base et par la fonction de distribution d'orientation. Ceci se traduit par l'équation qui suit pour un tenseur \overline{X} d'ordre quatre (tenseur des rigidités, de souplesse, d'Eshelby...) :

$$\overline{X_{ijkl}} = \frac{1}{V} \cdot \int a_{ip} \cdot a_{jq} \cdot a_{kr} \cdot a_{ls} \cdot X_{pqrs} \cdot f(\theta) \cdot d\theta \cdot d\phi = \int X_{ijkl} \cdot \psi(\vec{p}) \cdot d\vec{p} \quad (\text{IV.30})$$

Cette équation a été simplifiée par Advani et Tucker [9] :

$$\begin{aligned} \overline{X_{ijkl}} = & X_1 \cdot a_{ijkl} + X_2 \cdot (a_{ij} \cdot \delta_{kl} + a_{kl} \cdot \delta_{ij}) \\ & + X_3 \cdot (a_{ik} \cdot \delta_{jl} + a_{il} \cdot \delta_{jk} + a_{jl} \cdot \delta_{ik} + a_{jk} \cdot \delta_{il}) \\ & + X_4 \cdot (\delta_{ij} \cdot \delta_{kl}) + X_5 \cdot (\delta_{ik} \cdot \delta_{jl} + \delta_{il} \cdot \delta_{jk}) \end{aligned} \quad (\text{IV.31})$$

où $X_1 = X_{11} + X_{22} - 2 \cdot X_{12} - 4 \cdot X_{66}$, $X_2 = X_{12} - X_{23}$, $X_3 = X_{66} + \frac{1}{2} \cdot (X_{23} - X_{22})$, $X_4 = X_{23}$ et $X_5 = \frac{1}{2} \cdot (X_{22} - X_{23})$, avec X_{mn} la composante du tenseur X_{ijkl} suivant la notation contractée de Voigt.

L'inconvénient principale de cette méthode réside dans l'obtention du tenseur d'Advani d'ordre 4 qui n'est pas délivré par les codes d'injection (Moldflow). Il est donc nécessaire d'utiliser des équations

de fermeture [45] permettant d'avoir les composantes du tenseur d'Advani d'ordre 4 à partir des composantes du tenseur d'ordre 2. Ce sujet est encore discuté pour permettre d'utiliser l'équation de fermeture la plus propice en fonction de l'état d'orientation [45].

En déterminant expérimentalement l'orientation de chaque fibre dans le matériau [110], il est possible de moyenner les tenseurs en fonction de la probabilité d'apparition de l'angle, comme pour la distribution de longueur.

IV.2.7 Prise en compte de l'endommagement

Le principe d'endommagement est apparu lors de l'observation d'une dégradation des propriétés mécaniques d'un matériau suite à une succession de chargements. Le matériau passe d'un état sain à un état endommagé, ce qui implique l'introduction d'une nouvelle variable interne au sens de la thermodynamique notée D [92, 11].

Afin de modéliser au mieux le comportement dégradé du matériau lié aux phénomènes internes (changement de microstructure) dus à différents types de chargement, il convient de réaliser des essais mécaniques et des observations post-mortem.

Comme il a été montré précédemment, les matériaux composites à matrice thermoplastique renforcée de fibres courtes, lorsqu'ils sont soumis à un chargement de traction, passent par une phase linéaire élastique qui est suivie d'une phase non linéaire [96]. Pour prédire l'endommagement il est important d'identifier des mécanismes d'endommagement car c'est ce qui va influencer sur le choix des variables internes.

Pour les matériaux de l'étude, des mécanismes d'endommagement ont été observés tels que la décohésion de l'interface fibre/matrice et la plastification et fissuration de la matrice ont été observés. Le premier phénomène qui intervient lors d'une mise sous chargement du matériau composite est la plastification de la matrice. En effet la matrice est l'élément constitutif ayant des caractéristiques les plus faibles. La prise en compte de la plasticité de la matrice est explicitée dans la sous-section suivante.

L'endommagement induit par la microstructure du composite en question implique une anisotropie de celui-ci. La distribution spatiale des fibres joue un rôle prépondérant sur l'apparition de l'endommagement et sa propagation.

L'apparition de l'endommagement est modélisée par un critère fonction de la dimension de la variable d'endommagement et de l'état des autres variables internes (contrainte, déformation plastique...).

IV.2.7.1 Variables d'endommagement

Les variables d'endommagement peuvent être tensorielles d'ordre 0, 2 ou 4 selon les phénomènes pris en compte et la finesse de la modélisation [80, 93]. Les tenseurs d'ordre impair sont à proscrire puisqu'ils ne conservent pas les invariants quand le repère initial tourne.

Les variables scalaires sont utilisées pour les problèmes d'endommagement avec des phénomènes irréversibles pouvant être modélisés sur une seule dimension (déchaussement de fibres, rupture d'interface, délaminage...). Une anisotropie trop importante ne pourrait être décrite par une variable scalaire, c'est pourquoi on utilise préférentiellement des variables tensorielles d'ordre supérieur à 0 [11, 93]. En effet, les tenseurs d'ordre 2 permettent de décrire plus précisément l'état anisotrope d'endommagement du matériau (fissures microscopiques plus ou moins perpendiculaires à la contrainte principale appliquée). Malgré cela, cette variable reste une approximation du tenseur d'ordre 4 [80].

Le choix le plus général est celui du tenseur d'ordre quatre D_{ijkl} comme variable d'endommagement. Cependant, ceci nécessite plus de variables à enregistrer par rapport à une variable scalaire. De plus, une telle considération n'est pas nécessaire pour un endommagement macroscopique ou microscopique.

IV.2.7.2 Contrainte effective

La notion de matériau sain et de matériau endommagé conduit à la notion de contrainte effective initialement proposée par Kachanov [72] et Rabotnov [109]. Pour ceci, il faut partir de la définition de la contrainte qui peut s'écrire comme le rapport entre une force F et une surface S ($\sigma = F/S$).

L'endommagement du matériau revient à dire que la microstructure a évolué et qu'il n'y a plus continuité, il y a apparition de micro-fissures ou micro-cavités. Ainsi la surface initiale saine S se décompose en deux surfaces, l'une saine effective \tilde{S} et l'autre endommagée S_D (vide, fissures), telles que $\tilde{S} = S - S_D$. Il en découle la notion de contrainte effective qui s'écrit :

$$\sigma = \frac{F}{\tilde{S}} = \frac{F}{S - S_D} = \frac{F}{S \cdot \left(1 - \frac{S_D}{S}\right)} \quad (\text{IV.32})$$

où le rapport $\frac{S_D}{S}$ représente la variable D d'endommagement pour un problème à une dimension ou pour un endommagement isotrope. La contrainte effective $\tilde{\sigma}$ peut donc se résumer à l'équation suivante :

$$\tilde{\sigma} = \frac{\sigma}{(1 - D)} \quad (\text{IV.33})$$

De même, le module d'Young effectif \tilde{E} du matériau endommagé peut être déterminé par le principe d'équivalence en déformations :

$$\tilde{\sigma} = E \cdot \varepsilon \iff \sigma = \tilde{E} \cdot \varepsilon \quad (\text{IV.34})$$

L'évolution de l'endommagement est déduite des mesures expérimentales faites par des essais de charges/décharges. Par exemple, le module d'Young varie entre E pour un matériau sain et $E \cdot (1 - D_c)$ pour le matériau qui a atteint l'endommagement critique de rupture D_c .

Il est donc possible de comparer les prédictions du modèle avec l'expérimental.

IV.2.8 Prise en compte de la plasticité de la matrice

La modélisation de la plasticité (ductilité du matériau) passe tout d'abord par l'hypothèse de décomposition du tenseur des déformations du matériau ($\tilde{\varepsilon}$) en une partie élastique (récupérable par décharge) ($\tilde{\varepsilon}_e$) et une partie plastique (déformation permanente) ($\tilde{\varepsilon}_p$), tel que $\tilde{\varepsilon} = \tilde{\varepsilon}_e + \tilde{\varepsilon}_p$, ce qui donne pour la contrainte, une équation de la forme $\tilde{\sigma} = \tilde{C} : \tilde{\varepsilon}_e = \tilde{C} : (\tilde{\varepsilon} - \tilde{\varepsilon}_p)$.

Pour caractériser la transition de comportement élastique - plastique au niveau de la limite d'élasticité (σ_0), il est défini une surface seuil (critère de plasticité scalaire) f . Cette fonction de charge est fonction du tenseur de contrainte du matériau et peut prendre plusieurs formes selon le critère choisi. Le critère fait en général suite à des essais multiaxiaux qui ont permis de déterminer l'allure du domaine de plasticité du matériau.

Par exemple, le critère défini par Tresca [135] (ou critère de Tresca-Guest) est basé sur les contraintes maximales de cisaillement tandis que celui de Mises [143] (ou critère de Maxwell-Huber-Hencky-Mises) fonde son critère sur le deuxième invariant du tenseur déviatorique des contraintes. Ceci a pour conséquence que la surface définie par Mises est un cylindre dans l'espace des contraintes principales avec la trissectrice du repère comme axe de révolution.

Il est également possible que la fonction de charge prenne en compte l'état de contrainte hydrostatique (dépendance à la pression) comme les critères de Gurson [61], Mohr-Caquot [89, 24] ou Mohr-Coulomb [38] appliqués pour les géomatériaux et les bétons. Lorsque le critère de plasticité ne dépend pas de la contrainte moyenne, les déformations plastiques sont incompressibles, ce qui se traduit par $tr \left(\dot{\tilde{\varepsilon}}_p \right) = 0$, où $\dot{\tilde{\varepsilon}}_p$ est la vitesse de déformation plastique.

Dans le cas où la surface de charge ne se modifie pas en fonction des sollicitations appliquées, on parle d'une plasticité sans écrouissage, le matériau est élastique parfaitement plastique, voir Figure IV.4. Sinon, on parle d'un matériau avec écrouissage, dans le cas de la Figure IV.5 il est isotrope linéaire.

L'écrouissage peut être de deux types : isotrope ou cinématique. L'écrouissage isotrope s'avère être une dilatation de la surface seuil (Figure IV.6) tandis que l'écrouissage cinématique est une translation de celle-ci (Figure IV.7). Dans la suite, seulement le cas de l'écrouissage isotrope est développé car le

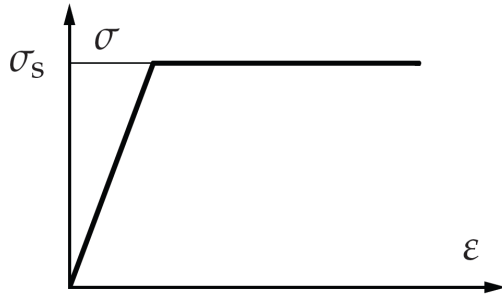


FIGURE IV.4 – Essai de traction pour un matériau élastique parfaitement plastique [98]

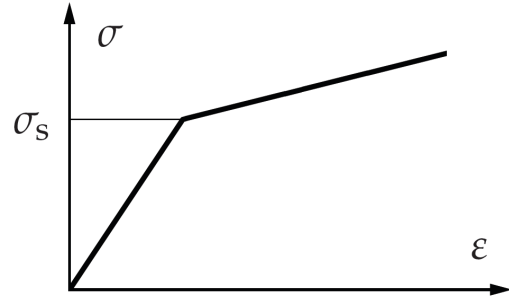


FIGURE IV.5 – Essai de traction pour un matériau avec écrouissage isotrope linéaire [98]

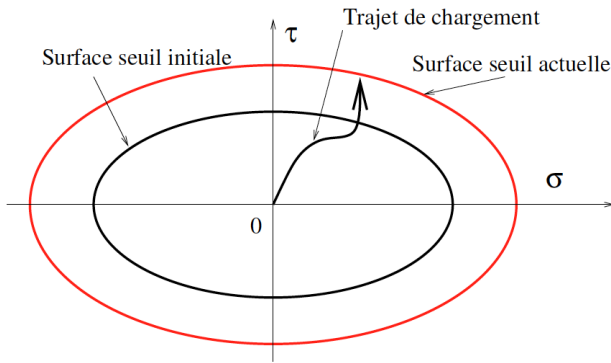


FIGURE IV.6 – Modification de la surface seuil pour un écrouissage isotrope [128]

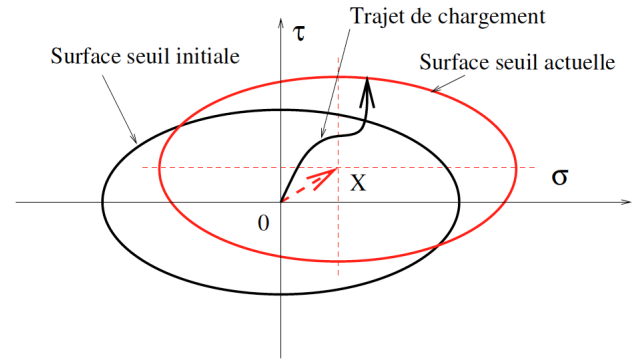


FIGURE IV.7 – Modification de la surface seuil pour un écrouissage cinématique [128]

matériau de l'étude peut se modéliser par cette loi d'écrouissage.

Il vient donc naturellement la question de comment « mettre à jour » cette surface de charge. En se basant sur le critère de plasticité f , il est possible de décrire trois états principaux du matériau :

- $f < 0$: charge élastique, les contraintes sont comprises dans le domaine élastique ;
- $f = 0$ et $\dot{f} < 0$: décharge élastique ;
- $f = 0$ et $\dot{f} = 0$: charge plastique.

En choisissant le critère de Mises, on définit une contrainte équivalente (σ_{eq}) relative au tenseur de contrainte du matériau (développé dans la section IV.3). La fonction f pour un écrouissage isotrope R prend donc la forme :

$$f(\underline{\sigma}) = \sigma_{eq} - R \quad (\text{IV.35})$$

avec comme condition initiale : $R_{initial} = \sigma_0$.

Puisque f est convexe en fonction de $\underline{\sigma}$ et que l'évolution des déformations plastiques dans le cadre des matériaux standards est régie par la règle de normalité ($\dot{\underline{\varepsilon}}_p$ est nulle lorsque les contraintes sont dans le domaine élastique et est normale extérieure au domaine de plasticité lorsqu'elles sont sur le seuil de plasticité), il vient que :

$$\dot{\underline{\varepsilon}}_p = \dot{\lambda} \cdot \frac{\partial f(\underline{\sigma}, R)}{\partial \underline{\sigma}} \quad (\text{IV.36})$$

où le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$ est un scalaire positif. Appliquée au critère de Mises, on obtient :

$$\dot{\underline{\varepsilon}}_p = \frac{3}{2} \cdot \dot{\lambda} \cdot \frac{\underline{s}}{\sigma_{eq}} \quad (\text{IV.37})$$

avec $\underline{\underline{s}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \cdot \text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \cdot \underline{\underline{I}}$ le tenseur déviatorique des contraintes et $\underline{\underline{I}}$ le tenseur identité d'ordre 4. La norme de la vitesse de déformation plastique est obtenue par :

$$\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \cdot \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_p} \quad (\text{IV.38})$$

Un calcul facile montre que $\dot{\lambda} = \dot{p}$. La déformation plastique cumulée est donc définie comme suit :

$$p(t) = \int_0^t \dot{p}(s) \cdot ds \quad (\text{IV.39})$$

Elle correspond à ϵ_p lors d'un essai de traction monotone.

Pour définir complètement la loi de comportement il reste à préciser comment évolue la surface seuil avec la déformation plastique, soit l'évolution de R en fonction de l'évolution de la déformation plastique cumulée, tel que :

$$\begin{cases} R = R(p) \\ \dot{R} = h(p) \cdot \dot{p} \end{cases} \quad (\text{IV.40})$$

où $h(p)$ est le module d'écroissage isotrope.

Il est donc indispensable de calculer le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$. Ce calcul peut être fait en prenant en compte la condition de cohérence (condition de charge), celle-ci se traduit par $\dot{f} = 0$, soit :

$$\dot{f} = \frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, R(p))}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} + \frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, R(p))}{\partial p} \cdot \dot{p} = \underline{\underline{n}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}} - \left(\underline{\underline{n}} : \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{n}} + h(p) \right) \cdot \dot{p} \quad (\text{IV.41})$$

où $\underline{\underline{n}} = \frac{\partial f(\underline{\underline{\sigma}}, R(p))}{\partial \underline{\underline{\sigma}}}$. Ce qui donne :

$$\dot{\lambda} = \frac{(\underline{\underline{n}} : \underline{\underline{\dot{\sigma}}})^+}{\underline{\underline{n}} : \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{n}} + h(p)} \quad (\text{IV.42})$$

où $(x)^+$ vaut 0 pour $x < 0$ et vaut x pour $x > 0$.

IV.3 Choix du modèle

Pour la modélisation, il a été choisi de prendre en compte l'approximation de Mori-Tanaka pour prédire la partie élastique du matériau qui est précise pour la prédiction des propriétés élastiques des matériaux composites à matrice plastique renforcée de fibres courtes [136].

Pour la partie non-linéaire, l'endommagement local est modélisé par un critère quadratique développé par Fitoussi [52] basé sur les contraintes microscopiques. La plasticité macroscopique est modélisée par une loi d'écroissage isotrope exponentielle avec saturation [141] comme il a été observé lors des essais de traction cyclée.

IV.3.1 Approximation de Mori-Tanaka

Le choix du modèle d'homogénéisation s'est porté sur l'approximation de Mori-Tanaka amélioré par Benveniste. En effet, ce modèle prend en compte l'interaction des fibres et est le plus précis quant à la prédiction des propriétés de composites plastiques renforcés de fibres courtes.

La prise en compte de la distribution de longueur s'effectue par une opération de moyenne sur le tenseur d'Eshelby :

$$\underline{\underline{S}} = \sum_{i=1}^n f_i \cdot \underline{\underline{S}}(l_i) \quad (\text{IV.43})$$

où $S(l_i)$ est le tenseur d'Eshelby de la fibre i de longueur l_i et n le nombre de classes de la distribution de longueur.

La prise en compte de la distribution d'orientation se fait par changement de base d'angle θ_i du tenseur d'Eshelby $\bar{\mathbb{S}}$ pour chaque famille de fibres en S_i .

Grâce au schéma d'homogénéisation, il est possible d'avoir accès aux tenseurs de concentration des contraintes, ainsi on peut revenir à la contrainte dans une famille de fibres i d'orientation θ_i par l'équation :

$$\bar{\tau}^i = C_m : \left[\left(\frac{I}{\approx} + \frac{H_i}{\approx} \right) : \left(\frac{I}{\approx} + \frac{H}{\approx} \right) \right] : \left(C_m \right)^{-1} : \sigma \quad (\text{IV.44})$$

avec, $\frac{H}{\approx} = \sum_{i=1}^n f_i \cdot V_f \cdot \left(S_i - \frac{I}{\approx} \right) : Q_i$, $Q_i = \left[\left(C_i - C_m \right) : S_i + C_m \right]^{-1} : \left(C_m - C_i \right)$ et σ la contrainte macroscopique appliquée au volume élémentaire représentatif.

IV.3.2 Critère quadratique local

La rupture interfaciale est le fruit de la combinaison d'une contrainte locale normale et d'une contrainte locale de cisaillement [51]. Le schéma de la Figure IV.8 représente le problème à résoudre. L'angle de la fibre par rapport à la sollicitation principale implique que selon l'endroit où l'on se trouve sur le diamètre de la fibre, il y ait rupture interfaciale ou non (Figure IV.9).

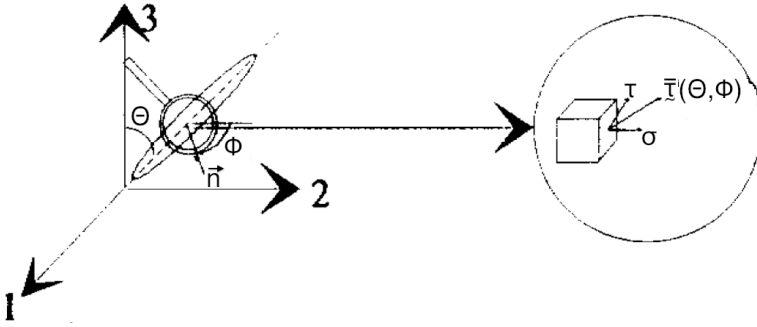


FIGURE IV.8 – Schéma de la contrainte normale et tangentielle à l'interface pour le critère [52]

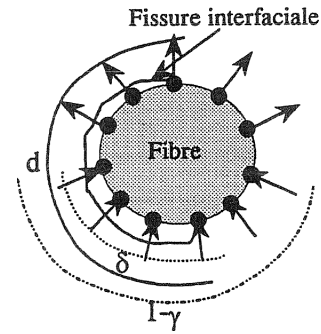


FIGURE IV.9 – Définition des paramètres locaux d'endommagement [52]

Grâce aux tenseurs de concentration des contraintes obtenus par homogénéisation, on peut calculer la composante normale σ et tangentielle τ par les équations suivantes :

$$\begin{cases} \sigma = \bar{\tau}^i \cdot \vec{n} \cdot \vec{n} = \bar{T} \cdot \vec{n} \\ \tau = \sqrt{\|\bar{T}\|^2 - \sigma^2} \end{cases} \quad (\text{IV.45})$$

où \vec{n} est la normale à l'interface.

On a choisi ici d'utiliser un critère quadratique en fonction de ces deux composantes :

$$R = \left(\frac{\sigma}{\sigma_r} \right)^2 + \left(\frac{\tau}{\tau_r} \right)^2 \quad (\text{IV.46})$$

où σ_r et τ_r sont les contraintes à rupture normale et tangentielle de l'interface. En appliquant le critère sur chaque point de l'interface, Figure IV.9, il est possible d'identifier deux cas principaux : $R < 1$ pas de rupture d'interface et $R = 1$ décohésion de l'interface. Le pourcentage de surface décollée est représenté par la variable d'endommagement microscopique d .

De plus, en fonction de l'état de contrainte au niveau de la fissure, deux sous cas existent lorsque $R = 1$: $\sigma \geq 0$ interface en traction et $\sigma < 0$ interface en compression. Ces deux états sont caractérisés respectivement par δ et γ .

Afin de prendre en compte ces endommagements, une mise à jour du tenseur des rigidités de la fibre est effectué. Celle-ci s'effectue de deux manières selon si l'on veut prendre en compte un endommagement isotrope (équation IV.47) ou anisotrope (équation IV.48).

$$\bar{C}^{i, \acute{e}q} = (1 - d) \cdot \bar{C}^i \quad (\text{IV.47})$$

où $\underset{\sim}{C}^{i,éq}$ est le tenseur de rigidité mis à jour pour une fibre i .

$$\begin{cases} C_{kk}^{i,éq} = (1 - \gamma) \cdot C_{kk}^i, \text{ pour } k = \{1, 2, 3\} \\ C_{44}^{i,éq} = C_{55}^{i,éq} = (\delta \cdot (\mu - 1) + (1 - \delta) \cdot (1 - d)) \cdot C_{44}^i \\ C_{66}^{i,éq} = C_{66}^i \\ C_{12}^{i,éq} = C_{13}^{i,éq} = C_{21}^{i,éq} = C_{23}^{i,éq} = (\gamma \cdot (1 - d) + (1 - \gamma)) \cdot C_{12}^i \end{cases} \quad (\text{IV.48})$$

où μ est le coefficient de frottement entre la fibre et la matrice pour une fissure en compression.

IV.3.3 Modèle de Prandtl-Reuss et critère de Mises

Afin d'implémenter la plasticité macroscopique du matériau, il a été choisi une fonction de charge de Prandtl-Reuss [107, 112] (équation IV.49) comportant le critère de plasticité de Mises (équation IV.50) et un écrouissage isotrope $R(p)$ de type exponentielle avec saturation (équation IV.51).

$$f(\underset{\sim}{\sigma}) = \sigma_{eq} - R \quad (\text{IV.49})$$

$$\sigma_{eq} = \sqrt{J_2^s} = \sqrt{\frac{3}{2} \cdot \underset{\sim}{s} : \underset{\sim}{s}} \quad (\text{IV.50})$$

$$R(p) = R_0 + R_{ult} \cdot [1 - \exp(\gamma \cdot p)] \quad (\text{IV.51})$$

Afin d'implémenter la plasticité, il a été choisi de résoudre le système d'équation de manière explicite avec des itérations assurant la stabilité du système.

IV.4 Validation du modèle

Pour valider les prédictions du modèle sur le module élastique longitudinal homogénéisé (E_1), une étude de sensibilité a été réalisée en faisant varier les propriétés des matériaux, les distributions de longueur et d'orientation des fibres.

Une fois la partie élastique validée, la partie non-linéaire est étudiée en analysant l'effet des propriétés de l'interface et de la loi d'écrouissage.

Le modèle est implémenté dans un logiciel de calcul industriel d'éléments finis, les résultats sont comparés aux essais de traction monotone réalisés durant l'étude. La loi matériau est testée sur une pièce industrielle ayant des caractéristiques différentes pour vérifier la prédictibilité du modèle.

IV.4.1 Étude de sensibilité

Afin de faire le lien entre la modélisation et le procédé, les équations linéaires, extrapolant les propriétés microstructurales en fonction des paramètres d'injection, sont utilisées pour quantifier les variations des paramètres lors de l'étude de sensibilité. L'étude de sensibilité a été effectuée en prenant les paramètres suivants fixes (sauf lors de leur variation) :

- module d'Young longitudinal de la fibre : $E_f = 450 \text{ GPa}$;
- taux de cristallinité du PEEK : $X = 33\%$;
- coefficient de Poisson de la fibre : $\nu_f = 0,28$;
- coefficient de Poisson du PEEK : $\nu_m = 0,325$;
- diamètre de la fibre : $d_f = 5 \text{ } \mu\text{m}$;
- distribution de longueur des fibres ($d_l f$) : données expérimentales discrétisées en 95 classes (Figure IV.10) ;
- distribution d'orientation des fibres ($d_o f$) : données expérimentales discrétisées en 90 classes (Figure IV.11).

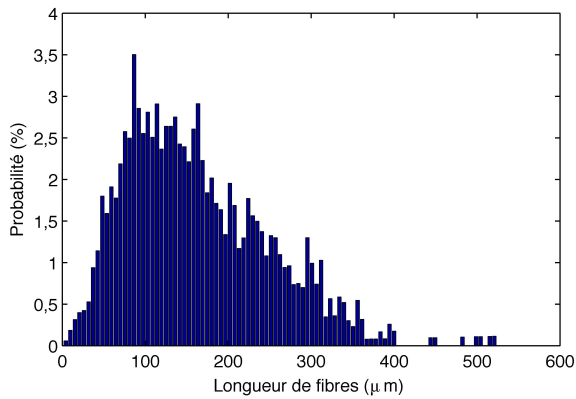


FIGURE IV.10 – Histogramme de la distribution de longueur des fibres discrétisée en 95 classes

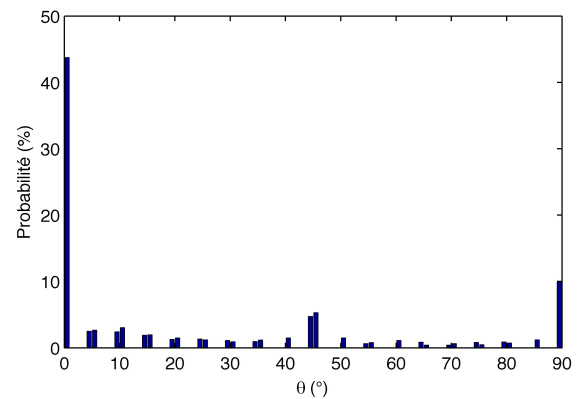


FIGURE IV.11 – Histogramme de la distribution d'orientation des fibres discrétisée en 90 classes

IV.4.1.1 Propriétés des matériaux

Cristallinité de la matrice et module d'Young des fibres : X et E_f

Talbot [130] a validé expérimentalement la prédiction du module d'Young du PEEK en fonction du taux de cristallinité X , pour un taux variant entre 15% et 40% (équation IV.52).

$$E_m = 2785,5 + 25,6 \cdot X + 0,07 \cdot X^2 \quad (\text{IV.52})$$

Le taux de cristallinité a une moyenne de 33% et varie en fonction des paramètres du procédé entre 30% et 35%, ce qui permet de calculer un module du PEEK variant entre 4,1 GPa et 4,4 GPa.

Le module d'Young longitudinal des fibres n'est pas connu (achat des granulés chez un compounder). S'agissant de fibres « haut module » (dédié de part la dénomination des produits) leur module varie entre 400 GPa et 500 GPa.

Le résultat sur la prédiction du module du composite est exprimé sur la Figure IV.12.

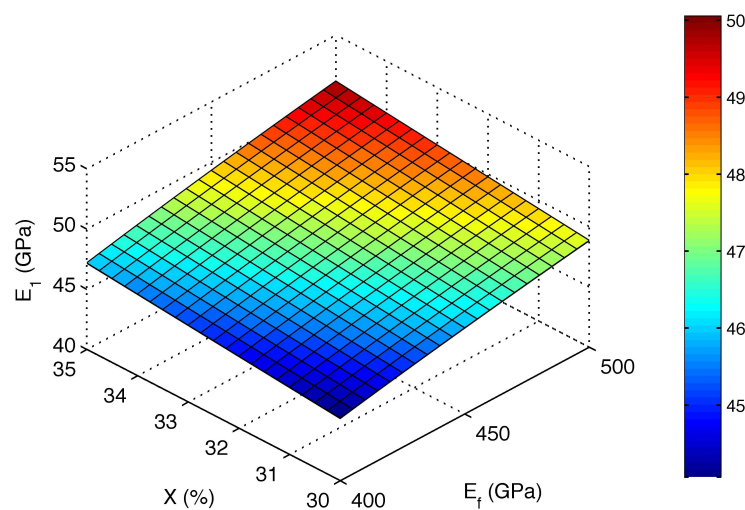


FIGURE IV.12 – Influence de E_f et X sur le module d'Young du composite

Comme attendu, le module de la fibre a plus d'influence sur les prédictions du module d'Young que le taux de cristallinité (relatif au module du PEEK).

Coefficients de Poisson ν_m et ν_f

Les coefficients de Poisson des matériaux ont été modifiés sur une plage de $\pm 10\%$, le résultat de leur influence sur le module d'élasticité longitudinal du matériau homogène est représenté sur la Figure IV.13.

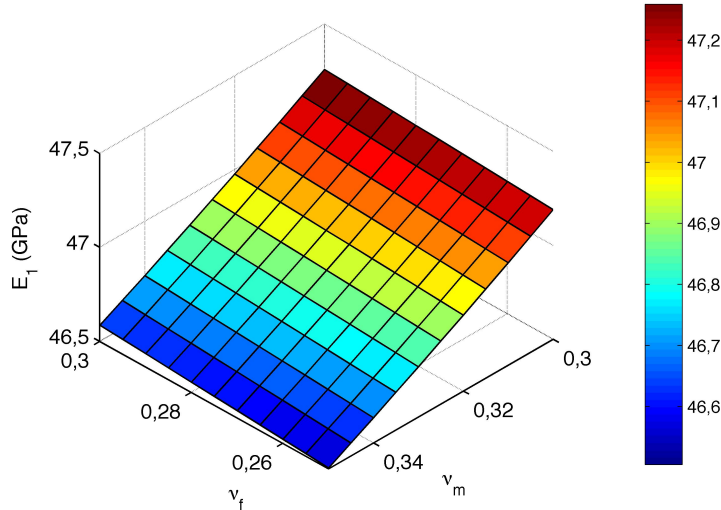


FIGURE IV.13 – Influence de ν_f et ν_m sur le module d'Young du composite

On s'aperçoit bien de l'influence prépondérante du coefficient de Poisson de la matrice par rapport à celui de la fibre. En effet, le coefficient de Poisson du PEEK va altérer les résultats de prédiction car le tenseur d'Eshelby est fonction de celui-ci. Cependant, pour 10% de variation du coefficient de Poisson du PEEK, le module longitudinal du composite ne varie que de 1%.

IV.4.1.2 Distributions de longueur et d'orientation des fibres

Grâce aux techniques décrites dans le Chapitre I, il a été possible d'avoir accès aux histogrammes expérimentaux des distributions de longueur (dlf) et d'orientation des fibres (dof). La représentativité des distributions sur le plan statistique implique d'avoir une loi de densité de probabilité qui corresponde au mieux aux données. Or, celle-ci est fortement dépendante de la discrétisation (nombre de classes) des distributions. Ceci est vérifié sur l'influence du nombre de classes pour ces deux distributions sur le module d'Young calculé par le modèle (Figure IV.14).

Le nombre optimal de classe k permettant d'avoir une distribution représentative est toujours une question à laquelle différentes réponses sont apportées, selon les hypothèses formulées. En 1926, Sturges [127] énonce une formule pour laquelle $k = \log_2(n) + 1$ avec le nombre de points de données n supérieur à 30. D'autres, comme Doane [43] se sont également basés sur le nombre de points de données. C'est en 1979 que Scott définit une largeur de classe optimale de la façon suivante [122] :

$$h = \frac{3,5 \cdot \hat{\sigma}}{n^{1/3}} \quad (\text{IV.53})$$

En utilisant les réseaux de neurones et en minimisant l'écart à une densité de probabilité normale, Shimazaki [125] réussit à déterminer un nombre de classe optimal par itération.

Avec les données obtenues expérimentalement et l'algorithme de Shimazaki, il a été trouvé un nombre optimal de classe de 20 pour les deux distributions.

Un seuil allant de 41 GPa à 45 GPa a été appliqué sur les prédictions calculées pour les différentes discrétisations des distributions de longueur et d'orientation des fibres pour quantifier la validité du modèle par rapport aux résultats expérimentaux. On observe que de 32 classes à 80 classes pour la distribution de longueur des fibres et que de 15 classes à 90 classes pour la distribution d'orientation des fibres, il y a une validité des prédictions sur le module d'Young par rapport aux résultats obtenus expérimentalement. Ces observations sont somme toute en accord avec l'aspect statistique énoncé qui

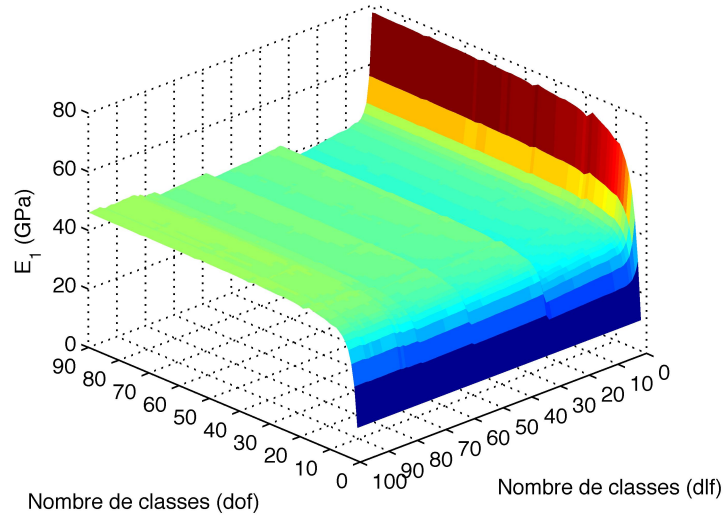


FIGURE IV.14 – Influence du nombre de classes pour les distributions de longueur et d’orientation des fibres sur le module d’Young du composite

a permis de trouver un nombre optimal de classes de 20 pour les deux distributions. Cependant, s’affranchir de la distribution de longueur de fibres et de la remplacer par la longueur moyenne des fibres en nombre permet un gain de temps de calcul évident. La distribution de longueur de fibres va intervenir dans le calcul du tenseur d’Eshelby des fibres. Or, plus la distribution est discrétisée, plus les itérations vont être conséquentes. C’est donc dans une deuxième approche que le nombre de classes pour la distribution d’orientation des fibres a été étudié pour une longueur moyenne des fibres en nombre $L_n = 111,5\mu m$ (Figure IV.15).

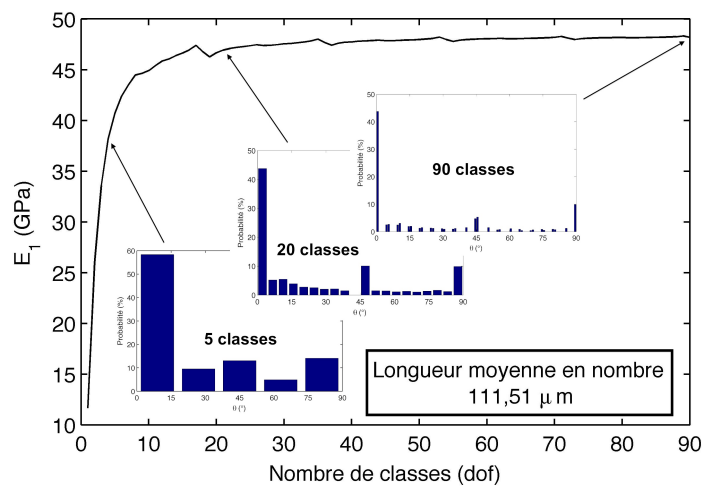


FIGURE IV.15 – Influence du nombre de classes pour la distribution d’orientation des fibres sur le module d’Young du composite

On observe premièrement que les prédictions calculées avec la longueur de fibres moyenne en nombre surestime le module d’Young (supérieur à 45 GPa). Il est donc moins précis de remplacer la distribution de longueur des fibres par la longueur moyenne des fibres en nombre.

De plus, on remarque que pour la distribution d’orientation des fibres, un nombre de classes supérieur à 20 garantit une stabilisation des prédictions, courbe asymptotique. En effet, à partir de 20 classes (donc 20 orientations sur 90 degrés), l’homogénéisation s’effectue comme pour un composite quasi-

isotrope pondéré par les probabilités des angles.

Toujours dans un esprit de gain de temps de calcul, il est intéressant de calculer le tenseur des rigidités homogène du matériau avec un nombre de classes réduit pour la distribution d'orientation des fibres. Cependant, la discrétisation sur l'orientation des fibres engendre une deuxième problématique, celle liée au critère de rupture micromécanique qui prend en compte l'orientation des familles de fibres. Il est donc nécessaire d'évaluer l'influence de celle-ci sur le comportement obtenu pour la traction monotone avec un endommagement microscopique isotrope (Figure IV.16).

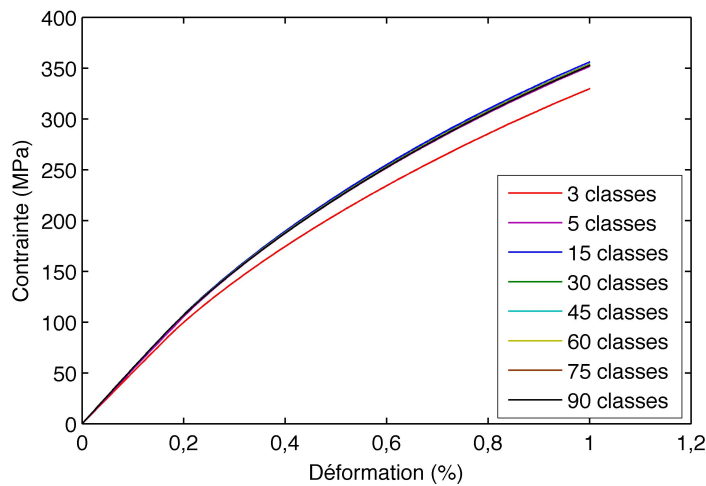


FIGURE IV.16 – Influence du nombre de classes pour la distribution d'orientation des fibres sur l'endommagement isotrope du composite

Ceci met en évidence qu'une discrétisation de la distribution d'orientation des fibres avec 5 classes est aussi précise que pour 90 classes, tout en réduisant le temps de calcul.

La première partie de l'étude de sensibilité a donc permis de caractériser les effets des paramètres sur la prédiction des constantes élastiques. Grâce à celle-ci, il a été possible d'établir un jeu de paramètres optimisés, regroupés dans le Tableau IV.1. Ces paramètres sont utilisés dans la suite de l'étude

TABLEAU IV.1 – Valeurs des paramètres des constituants du composite

PEEK		Fibres de carbone				
X (%)	ν_m	E_f (GPa)	ν_f	d_f (μm)	L_n (μm)	dof
32%	0,325	450	0,28	5,0	60 classes	30 classes

de sensibilité axée sur la partie non-linéaire.

IV.4.1.3 Propriétés microscopiques de l'interface

Les propriétés de l'interface entre les fibres de carbone et le PEEK ont été extrapolées des travaux de Lachaud [74]. Grâce à des essais de traction sur composites (AS4/APC2) avec une stratification précise, il est possible d'approximer les valeurs microscopiques de rupture d'interface.

L'essai de traction sur une stratification $[\pm 45]_{2S}$ (Tableau C.1 dans l'Annexe C) permet d'obtenir la contrainte de rupture interfaciale en cisaillement τ_r (σ_{12}^R). Alors que la contrainte à rupture interfaciale en traction σ_r (σ_{22}^R) est issue d'un essai sur un stratifié $[90]_{16}$ (Tableau C.2 dans l'Annexe C). Ces deux valeurs sont regroupées dans le Tableau IV.2.

Durant ces essais, aucune rupture adhésive n'a été constatée, il est donc pertinent de prendre les valeurs comme étant les propriétés maximales atteignables par l'interface.

Dans son article, Talbott [130] exprime la contrainte à rupture en traction et en cisaillement du PEEK pur en fonction du taux de cristallinité (équation IV.54).

TABLEAU IV.2 – Valeurs des données du critère de Fitoussi

σ_r (MPa)	τ_r (MPa)
$80,78 \pm 2,82$ (3,49%)	$164,60 \pm 10,34$ (6,28%)

$$\begin{cases} \sigma_r = 56,54 + 1,17 \cdot X \\ \tau_r = 33,78 + 0,69 \cdot X + 0,10 \cdot X^2 \end{cases} \quad (IV.54)$$

Pour 33% de cristallinité, $\sigma_r = 95,15 \text{ MPa}$ et $\tau_r = 165,45 \text{ MPa}$, soit des valeurs proches de celles du Tableau IV.2, excepté pour la contrainte normale (17,79% d'écart avec les résultats de Lachaud [74]). Afin d'évaluer la variabilité de ces paramètres, un coefficient d'abattement (coefficient d'interface) est donc appliqué aux valeurs du Tableau IV.2, variant de 10% à 100%. La Figure IV.17 montre le résultat obtenu pour le modèle d'endommagement isotrope tandis que la Figure IV.18 expose les résultats pour l'endommagement microscopique anisotrope sans prendre en compte la plasticité. Le coefficient de frottement de l'interface μ (équation IV.48) a été fixé arbitrairement à 0,3.

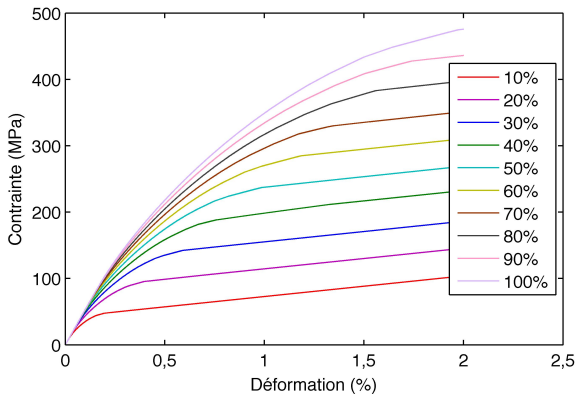


FIGURE IV.17 – Comportement en traction en fonction du coefficient d'abattement pour l'endommagement microscopique isotrope

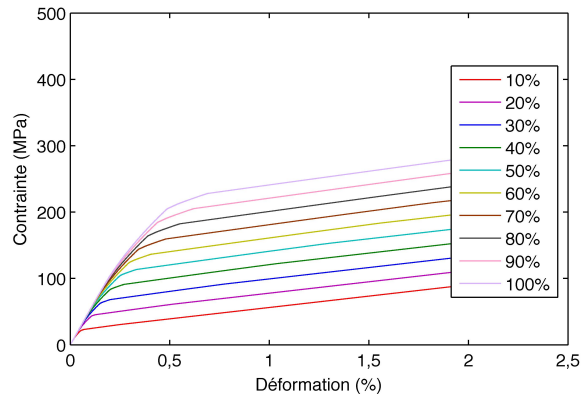


FIGURE IV.18 – Comportement en traction en fonction du coefficient d'abattement pour l'endommagement microscopique anisotrope

Au premier abord, on constate que le coefficient d'interface diminuant (interface plus faible), il y a une baisse de la contrainte pour la même déformation, comme l'a constaté Derrien [41].

De plus, ces courbes permettent de mettre en évidence que l'endommagement anisotrope est plus élevé que l'endommagement isotrope à coefficient d'abattement équivalent (contrainte plus faible).

Au vue des courbes expérimentales, il est plus intéressant de prendre en compte un modèle d'endommagement microscopique isotrope pour la suite de l'étude.

IV.4.1.4 Propriétés macroscopiques de la loi d'écroissage

Une loi d'écroissage isotrope de type exponentielle avec saturation (équation IV.47) a été choisie pour modéliser la plasticité du matériau. Les coefficients de celle-ci (Tableau IV.3) ont été obtenus par optimisation comme décrit dans le Chapitre II pour l'ensemble des expériences réalisées. L'étude de l'influence des paramètres d'injection a permis de quantifier leur variation « significative au sens statistique ».

TABLEAU IV.3 – Valeurs des coefficients de la loi d'écroissage : $R(p) = R_0 + R_{ult} \cdot [1 - \exp(\gamma \cdot p)]$

R_0 (MPa)	R_{ult} (MPa)	γ
45 ± 10 (22%)	240 ± 40 (17%)	-2100 ± 500 (24%)

L'étude de l'influence des paramètres d'injection sur ces coefficients, Chapitre III, a permis d'évaluer

leur variabilité (maximum 24%).

Il a donc été possible d'évaluer l'influence de ces paramètres sur le comportement du matériau en traction. Pour cette partie, l'endommagement n'a pas été pris en compte.

Coefficient R_0

La variation de R_0 s'effectue entre 35 MPa et 55 MPa (pour les deux matériaux), la Figure IV.19 représente son influence sur le comportement en traction.

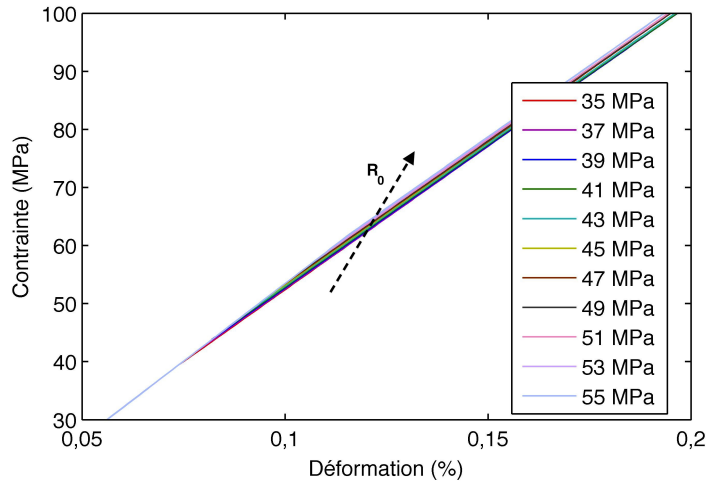


FIGURE IV.19 – Agrandissement sur le comportement en traction en fonction du coefficient R_0 avec $R_{ult} = 240$ MPa et $\gamma = -2100$

On constate que la variation engendre un décalage au début de la plasticité. Cependant, les courbes de comportement restent très proches (écart maximal inférieur à 2%).

Coefficient R_{ult}

La variation de R_{ult} s'effectue entre 200 MPa et 280 MPa (entre 250 MPa et 280 MPa pour le 90HMF40 et entre 200 MPa et 220 MPa pour le 10K/40HM), la Figure IV.20 représente son influence sur le comportement en traction.

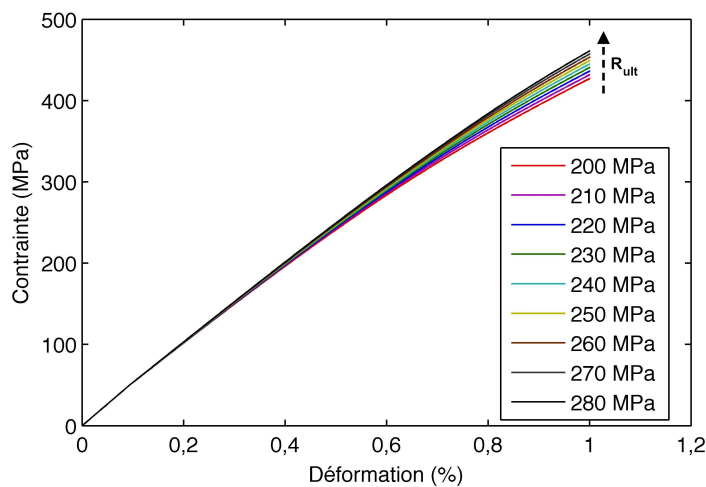


FIGURE IV.20 – Comportement en traction en fonction du coefficient R_{ult} avec $R_0 = 45$ MPa et $\gamma = -2100$

On discerne bien que plus le coefficient R_{ult} augmente plus le comportement devient rigide, ce qui se

traduit par une diminution de la déformation plastique. De part cette observation, on peut affirmer que le 10K/40HM doit avoir une plasticité légèrement plus importante, ce qui a été vu lors des essais de traction (Chapitre II).

Coefficient γ

La variation de γ s'effectue entre -1600 et -2600 (entre -1600 et -2200 pour le 90HMF40 et entre -1900 et -2600 pour le 10K/40HM), la Figure IV.21 représente son influence sur le comportement en traction.

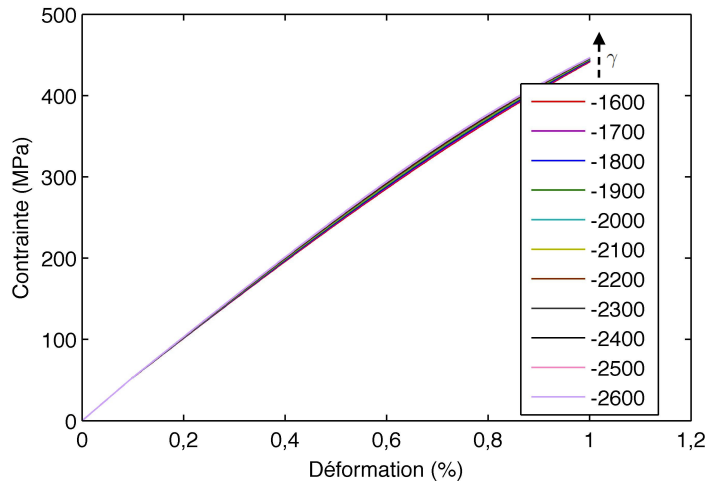


FIGURE IV.21 – Comportement en traction en fonction du coefficient γ avec $R_0 = 45$ MPa et $R_{ult} = 240$ MPa

On remarque que la diminution du coefficient γ , comme R_{ult} , diminue la composante plastique. Ceci confirme l'hypothèse énoncée pour l'étude de l'influence du paramètre R_{ult} .

IV.4.1.5 Détection de la rupture

La plasticité et l'endommagement microscopique isotrope ont été couplés, ainsi l'endommagement macroscopique obtenu par le modèle a pu être analysé. On s'aperçoit que pour environ 55% il y a un point d'inflexion, correspondant à une instabilité, pour tous les coefficients d'interface (Figure IV.22).

Or, la rupture totale des matériaux de l'étude intervient lors d'une forte instabilité de l'endommagement, taux d'endommagement pour lequel il y a propagation subite des fissures. Il est donc très intéressant de prédire cette instabilité afin de l'implémenter dans un code de calcul.

Pour affiner l'analyse, un polynôme d'ordre trois a permis d'interpoler chaque courbe d'endommagement macroscopique pour chaque coefficient d'interface. En calculant le point qui annule la dérivée seconde, on peut identifier l'endommagement macroscopique au niveau de l'inflexion (instabilité). Ainsi, il est possible d'obtenir l'endommagement macroscopique d'instabilité d_{instab} en fonction du coefficient d'interface (Figure IV.23).

On s'aperçoit que pour tous les coefficients d'interface, l'endommagement macroscopique au niveau de l'instabilité est en moyenne égale à 46,07% avec un écart-type de 2,07%, soit 4,49% d'écart relatif. Or, lorsque l'on reporte les résultats d'endommagement au niveau de l'instabilité sur la Figure IV.22, on observe que la contrainte correspondante au point d'inflexion pour un coefficient d'interface de 1 (coefficient maximal) est très inférieure à la contrainte à rupture du 90HMF40. Ce point est donc une première phase de détection d'instabilité qui minimiserait trop la contrainte à rupture.

En cherchant à optimiser la valeur de détection de rupture, on s'est aperçu qu'un endommagement global de 56% est optimal. On obtient donc une courbe de contrainte à rupture en fonction du coefficient d'interface, Figure IV.24.

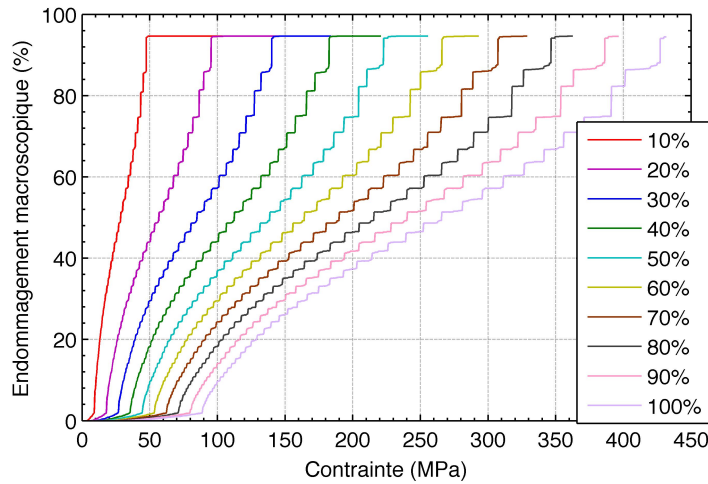


FIGURE IV.22 – Endommagement macroscopique en fonction de la contrainte pour différents coefficients d'interface

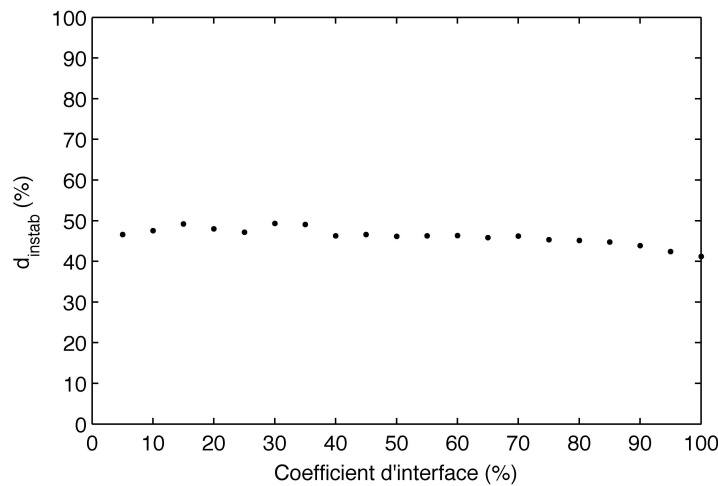


FIGURE IV.23 – Endommagement macroscopique au niveau de l'instabilité détectée en fonction du coefficient d'interface

Ainsi, lors de la prédiction du comportement en traction, il est possible d'implémenter un critère sur l'endommagement macroscopique.

IV.4.2 Résultats du modèle

IV.4.2.1 Comparaison des calculs aux essais

À la suite de l'étude de sensibilité, comme pour la partie élastique, il a été possible de déterminer les paramètres optimaux pour la partie non-linéaire pour le 90HMF40 et le 10K40HM. Le Tableau IV.4 expose les paramètres communs pour les deux matériaux. Le coefficient de l'interface est fixé à 1 pour le 90HMF40 et à 0,7 pour le 10K40HM. L'endommagement global maximal des matériaux avant rupture a été fixé à 55%.

Enfin, les résultats des modèles sont comparés aux données expérimentales pour le 90HMF40 (Figure IV.25) et le 10K/40HM (Figure IV.26).

Le modèle proposé est de manière globale fidèle aux données expérimentales moyennes pour les deux matériaux.

Cependant, les effets visqueux n'ont pas été pris en compte lors de la modélisation, c'est pourquoi on

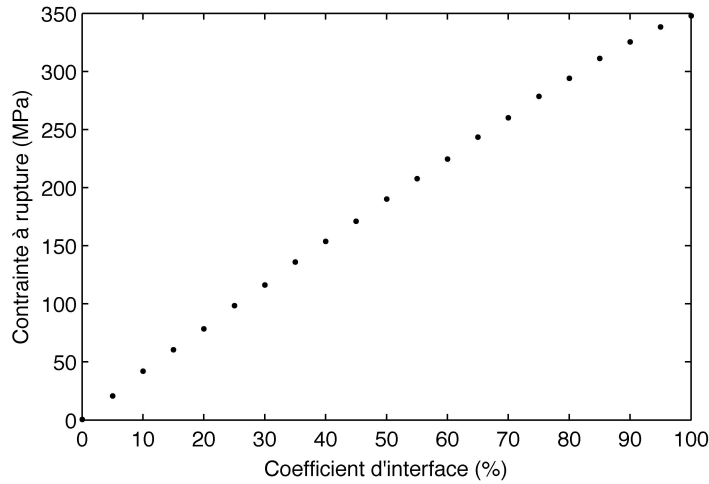


FIGURE IV.24 – Contraite à rupture en fonction du coefficient d’interface

TABLEAU IV.4 – Valeurs des paramètres macroscopiques du composite

Composite				
V_f	σ_r (MPa)	τ_r (MPa)	Endommagement isotrope	Écrouissage avec saturation
32%	80,78	164,60	$C_f^d = (1 - d) \cdot C_f$	$R(p) = 45 + 240 \cdot [1 - \exp(-2100 \cdot p)]$

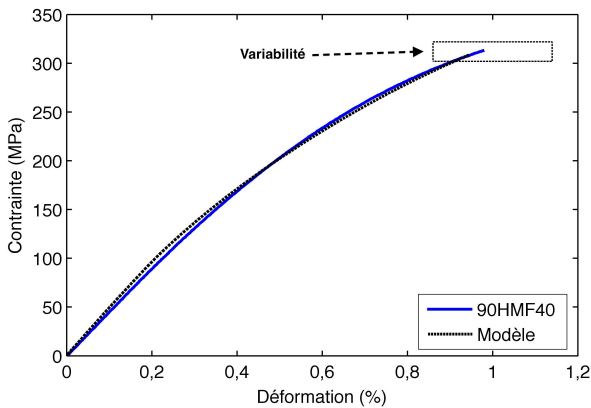


FIGURE IV.25 – Comparaison du modèle avec les données expérimentales pour le 90HMF40

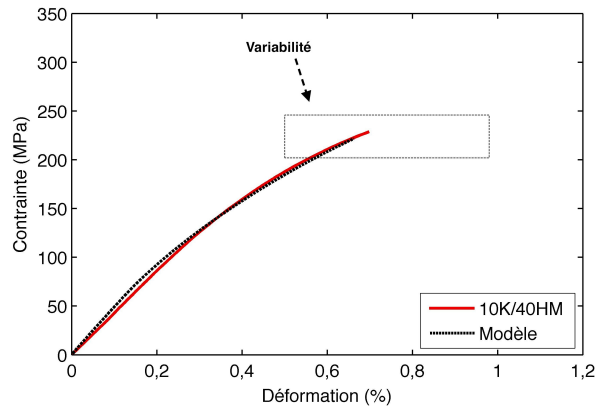


FIGURE IV.26 – Comparaison du modèle avec les données expérimentales pour le 10K/40HM

peut constater une légère surestimation de la contrainte entre 50 MPa et 150 MPa, comme l’explique Lachaud [75].

Le Tableau IV.5 regroupe les valeurs de Module d’Young, contrainte à rupture et déformation à rupture des deux matériaux et de leur modèle associé. L’écart entre les modèles et les données expérimentales, pour le Module d’Young E par exemple, se calcule par $E_{\text{écart}} = (E_{\text{exp}} - E_{\text{modèle}}) / E_{\text{exp}}$

TABLEAU IV.5 – Tableau des constantes de l’ingénieur des matériaux et des modèles associés

	90HMF40	Modèle	Écart (%)	10K40HM	Modèle	Écart (%)
E (GPa)	43,5 ($\pm 1,2$)	43,1	0,9	43,3 ($\pm 1,6$)	43,1	0,5
σ_r (MPa)	317 (± 10)	308	2,7	235 (± 22)	222	5,7
ε_r (%)	1,00 ($\pm 0,07$)	0,94	5,6	0,74 ($\pm 0,12$)	0,66	10,5

On constate que les prédictions du modèle sur les constantes de l’ingénieur sont fidèles à moins de 1%

par rapport à la valeur moyenne. Ce résultat est dû au fait que les distributions expérimentales de longueur et d'orientation des fibres ont été prises en compte.

Si l'on observe les variations expérimentales, les valeurs de contrainte à rupture et déformation à rupture sont cohérentes avec l'expérience.

IV.4.2.2 Validation de la traction de l'éprouvette

Afin de valider le modèle, la loi de comportement des matériaux a été implémentée dans un code de calcul industriel (ABAQUS®) par l'intermédiaire d'une subroutine UMAT (codé en langage Fortran). Il est ainsi possible d'avoir accès aux champs de contrainte (Figure IV.27), déformation (Figure IV.28) et d'endommagement (Figure IV.29) dans l'éprouvette. Les figures représentent les résultats pour le 90HMF40 (coefficient d'interface de 1, les autres paramètres sont fixes).

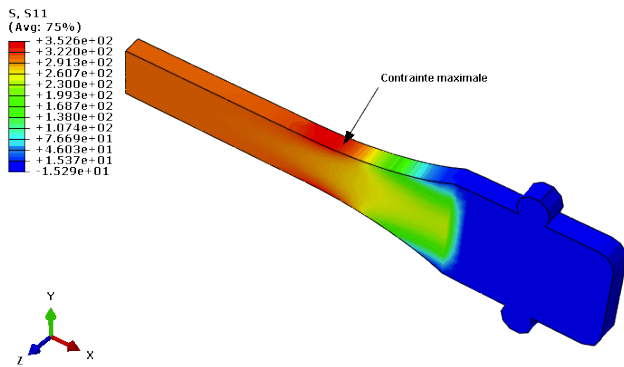


FIGURE IV.27 – Contrainte longitudinale de l'éprouvette en traction pour le 90HMF40

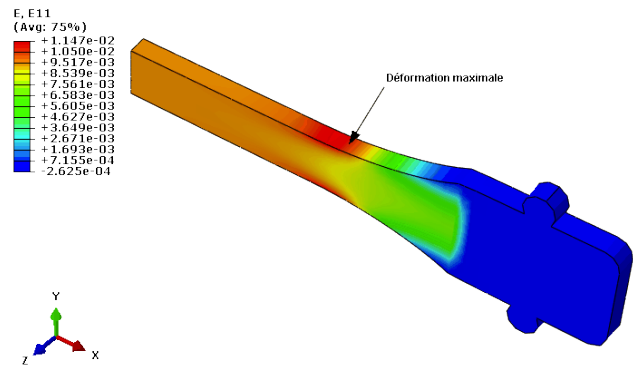


FIGURE IV.28 – Déformation longitudinale de l'éprouvette en traction pour le 90HMF40

Sur ces figures, on peut se rendre compte que les positions sur l'éprouvette où la contrainte et de déformation longitudinales sont maximales sont confondues.

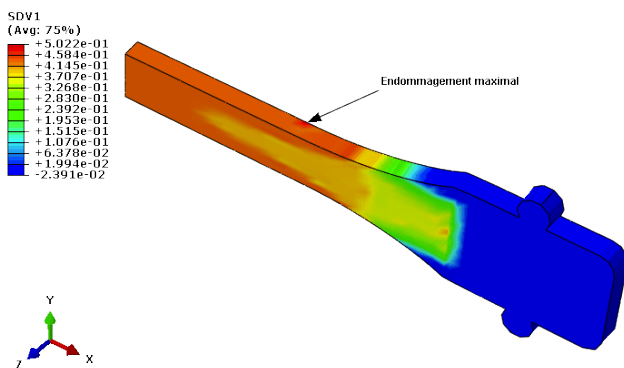


FIGURE IV.29 – Endommagement macroscopique de l'éprouvette en traction pour le 90HMF40

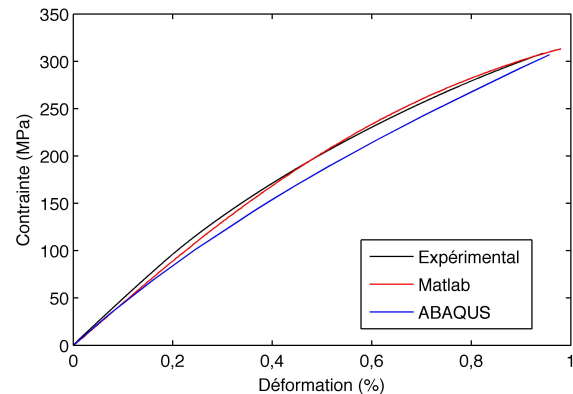


FIGURE IV.30 – Courbes de contrainte longitudinale en fonction de la déformation longitudinale expérimentale et des modélisations sur MATLAB® et ABAQUS® pour le 90HMF40

On constate que l'endommagement macroscopique maximal coïncide avec la position de la contrainte et de la déformation longitudinales maximales. Cette position est située au niveau du raccordement entre le rayon de courbure et la partie utile. Ce changement de section entraîne une concentration de contrainte.

Les courbes de contrainte longitudinale en fonction de la déformation longitudinale des deux modélisation et des données expérimentales sont données sur la Figure IV.30. Pour la modélisation éléments finis la courbe est relevée au centre de la zone utile de traction. On constate une bonne prédiction des deux modèles par rapport aux données expérimentales, avec moins de 1% d'écart pour le modèle ABAQUS pour la contrainte à rupture et la déformation à rupture.

Ces résultats valident bien l'application de la loi de comportement et du modèle éléments finis pour la traction des éprouvettes avec les paramètres des matériaux de l'étude.

IV.4.3 Application industrielle

Afin de valider le modèle proposé pour le dimensionnement de pièces réelles, il a été choisi d'appliquer le modèle à un démonstrateur technologique conçu par Eurocopter. Cette charnière de porte d'hélicoptère (Figure IV.31), initialement réalisée en métal, a fait l'objet d'une étude de fabrication par plusieurs composites thermoplastiques [?]. Cette étude a été réalisée à iso-géométrie.

L'auteur a utilisé des fibres de carbone AS4 (fibres Haute Résistance) en comparant des éléments de base sous différentes formes :

- bandes de préimprégné (fibres continues) ;
- coupons de 10 mm et 20 mm découpés à partir de bandes de préimprégné ;
- fragments recyclés (longueur de fibre inférieure à 10 mm) ;
- granulés pour injection (longueur de fibre inférieure à 1 mm).

Les quatre premiers type de composites sont renforcés à hauteur de 58% en volume de fibres de carbone, tandis que les granulés sont renforcés à 24%. Les composites à fibre discontinues ont été fabriqués avec le même outillage (Figure IV.32) qui permet d'être chauffé au-dessus de la température de fusion du PEEK (343°C) et une pression de 100 bar a été appliquée pendant le refroidissement jusqu'à la température de transition vitreuse (143°C). Aucune information n'est donnée sur l'emplacement du seuil d'injection ou les vitesses d'injection.



FIGURE IV.31 – Pièce Eurocopter injectée [47]

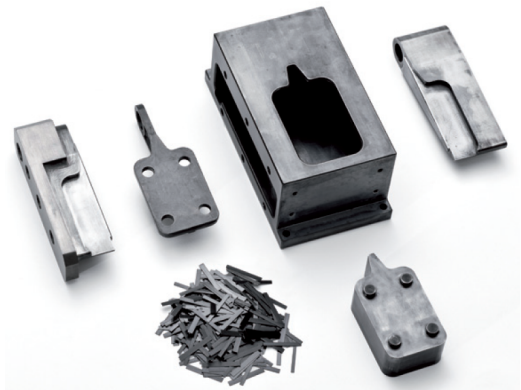


FIGURE IV.32 – Outillage de fabrication de la pièce Eurocopter [47]

Le cahier des charges de la nouvelle pièce impose qu'elle doit supporter un effort statique maximal de 2,172 kN sans rompre et montrer un comportement de rupture progressif avec une grande déformation plastique (comme la pièce originale).

Pour se rendre compte des propriétés des pièces manufacturées un montage d'essai a été créé (Figure IV.33). La pièce est maintenue par quatre boulons au niveau de la base et est tirée à l'emplacement du roulement (insert aluminium). Il a été constaté que les pièces issues des fragments recyclés et des granulés d'injection ont un comportement fragile et que la rupture intervient au niveau de l'insert en acier, sans autre précision sur le lieu et le mode de rupture (matage, rupture section nette...).

Les résultats expérimentaux des différents composites sont illustrés sur la Figure IV.34.

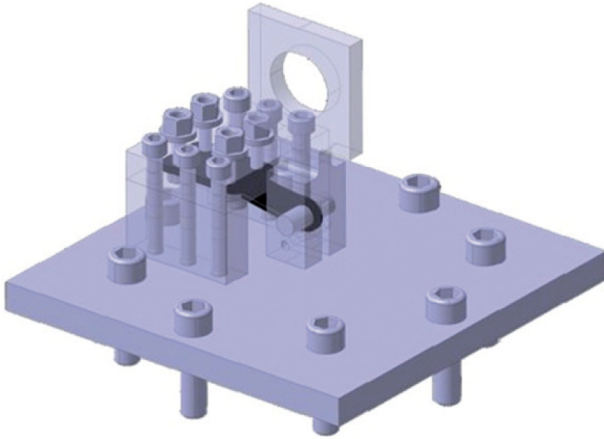


FIGURE IV.33 – Montage d'essai pour la pièce Eurocopter [47]

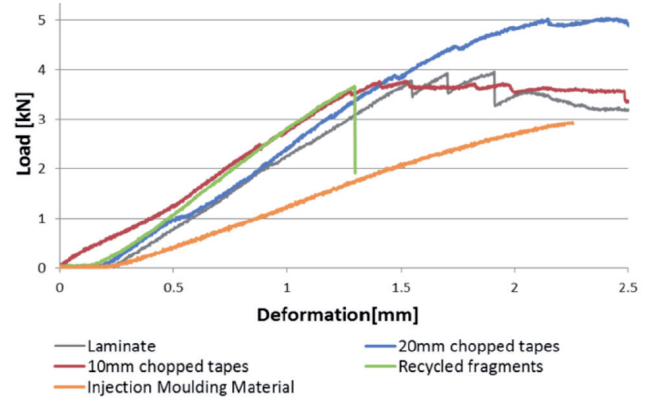


FIGURE IV.34 – Comportement force / déplacement de la charnière en fonction des éléments de base [47]

IV.4.3.1 Modélisation par éléments finis

Afin de reproduire au mieux les conditions d'essai, la pièce a été modélisée sous CATIA et importée dans ABAQUS. Le maillage est constitué de 550000 éléments tétraédriques d'ordre 1 à 3 degrés de liberté par nœuds. La taille caractéristique des éléments est de 0,6 mm. Une étude avec des éléments tétraédriques d'ordre 2 a permis d'obtenir des résultats identiques aux éléments d'ordre 1. Ceci permet de valider que le maillage de la pièce est suffisamment fin.

La modélisation de l'insert en acier a été réalisé par des éléments rigides. Les conditions limites d'encastrement sont appliquées aux alésages de la base et un déplacement de 2 mm a été appliqué sur l'ensemble de l'insert (Figure IV.35).

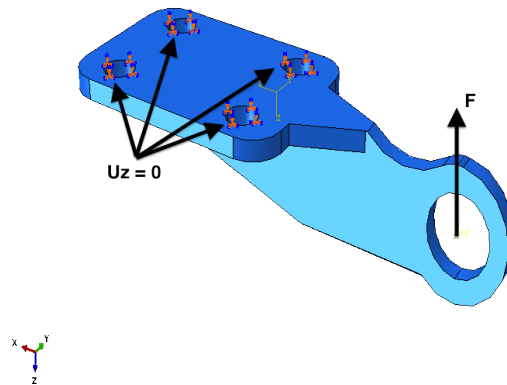


FIGURE IV.35 – Conditions limites appliquées au modèle éléments finis

IV.4.3.2 Corrélation essais / calcul

Plusieurs types de modélisation ont été réalisées.

En première approche, un matériau homogène isotrope élastique a été appliqué à la pièce. En prenant en compte les propriétés microstructurales des fibres AS4 ($E=231$ GPa, $d_f=7 \mu m$) et le taux volumique (24%), le modèle micromécanique a permis d'obtenir le tenseur des rigidités effectives. De plus, la longueur des fibres est supposée inférieure à 1 mm par Eguémann, c'est pourquoi, dans le modélisation, elle est représentée par une longueur moyenne en nombre de 1 mm.

Il y a une méconnaissance sur le procédé de fabrication, de ce fait, deux modèles se sont distingués (Tableau IV.6) :

- distribution d'orientation des fibres uniforme (composite quasi-isotrope) ;

- distribution d’orientation des fibres expérimentales déterminées pour les éprouvettes de traction de l’étude. L’orientation principale des fibres est appliquée dans le sens de la longueur de la pièce.

TABLEAU IV.6 – Efforts maximaux obtenus par le modèle éléments finis de la pièce Eurocopter, matériau AS4/PEEK en granulés, pour un déplacement de 2 mm

Modèles	dof	Module d’Young (MPa)	Effort maximal (kN)	Écart (%)
1) Élastique	uniforme	15305	4,68	58,6
2) Élastique	expérimentale	21128	6,32	114,2
3) Non-Linéaire	expérimentale	21128	3,02	2,4

Un troisième modèle prend en compte l’endommagement et la plasticité avec le modèle développé pour les éprouvettes de traction en gardant un coefficient d’interface de 1 (Tableau IV.6).

La Figure IV.36 représente les courbes de force en fonction du déplacement au niveau de l’insert pour les deux premiers modèles ainsi que le résultat expérimental pour le composite injecté.

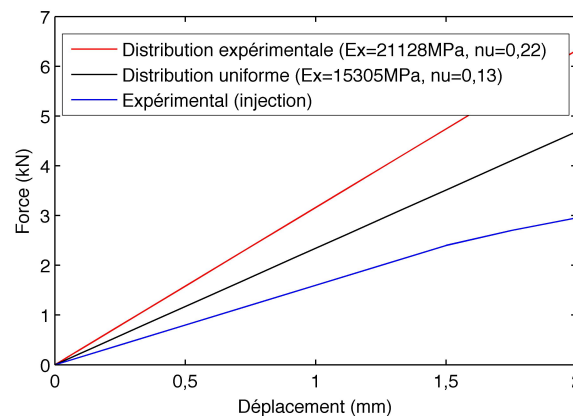


FIGURE IV.36 – Courbes de la force en fonction du déplacement pour deux cas isotrope élastique et les données expérimentales [47]

On constate que les rigidités prédites pour la pièce sont plus élevées. Pour le premier modèle il y a un écart par rapport aux résultats expérimentaux de 58,6%, tandis que pour le deuxième modèle l’écart est de 114,2%. Ces différences peuvent s’expliquer par le fait que l’orientation des fibres dans la pièce n’est pas déterminée expérimentalement.

Le troisième modèle, prenant en compte l’endommagement et la plasticité, donne les courbes sur la Figure IV.37. De plus, une application du matériau 90HMF40 sur la pièce est affichée.

On peut voir que le résultat obtenu pour la distribution d’orientation des fibres expérimentale corrèle très bien la courbe obtenue par Eguémann. Le 90HMF40 rencontre un effort plus important (3,8 kN) que l’AS4/APC-2, ce qui est logique vu qu’il comporte un taux volumique de fibres de 32% (comparé à 24%) et les fibres ont un module deux fois plus élevé. La Figure IV.38 représente l’endommagement macroscopique pour l’AS4/APC-2 et la Figure IV.39 pour le 90HMF40.

On constate bien qu’il y a un endommagement maximal au niveau de l’insert pour les deux matériaux, emplacement de la rupture observée expérimentalement [47]. L’endommagement expérimenté par l’AS4/APC-2 est plus important (60%) que pour les 90HMF40 (45%). Il est donc envisageable, d’après la modélisation, d’utiliser le 90HMF40 pour cette application car il répond au cahier des charges. Cependant pour un dimensionnement optimal il faudrait prendre en compte le comportement en fluage et en vibration.

Une modélisation des résultats expérimentaux pour les pièces fabriquées à partir de coupons aurait pu être envisageable [106], mais pour des raisons de confidentialité, il n’a pas été possible de le faire.

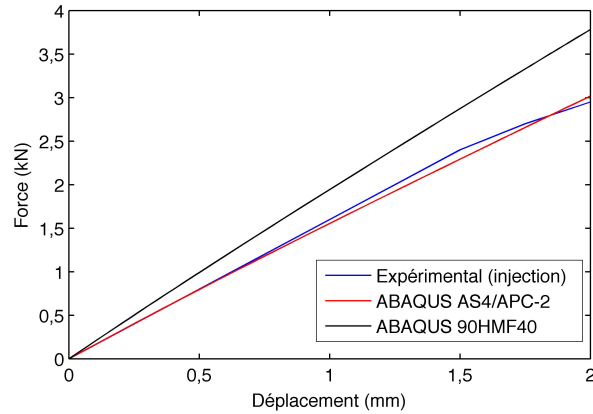


FIGURE IV.37 – Courbes de la force en fonction du déplacement pour le modèle non-linéaire et les données expérimentales [47]

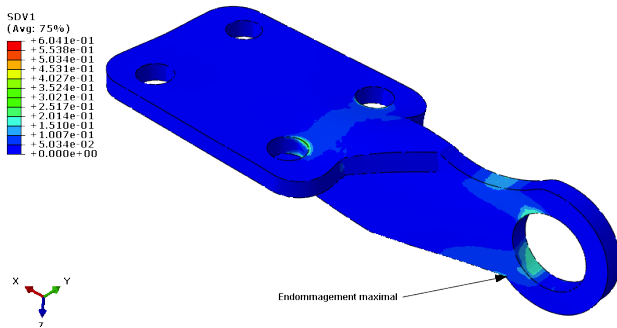


FIGURE IV.38 – Endommagement macroscopique de la pièce Eurocopter pour un déplacement de 2 mm pour l'AS4/APC-2

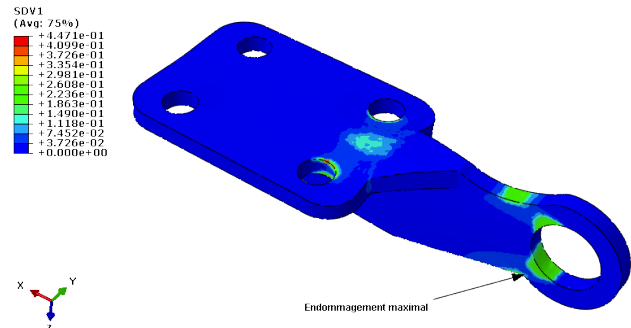


FIGURE IV.39 – Endommagement macroscopique de la pièce Eurocopter pour un déplacement de 2 mm pour le 90HMF40

IV.5 Conclusion

Dans ce chapitre, les modèles micromécaniques ont été exposés. Les résultats des chapitres précédents ont permis de prendre en compte ou d'écarter des hypothèses afin de modéliser au mieux le comportement non-linéaire des matériaux de l'étude.

Le modèle de Mori-Tanaka a été choisi car il prédit de manière plus précise les propriétés élastiques des matériaux à matrice plastique renforcée de fibres courtes.

De plus, une prise en compte des distributions expérimentales de la longueur et de l'orientation des fibres, du taux de cristallinité, de la loi d'écrouissage et des paramètres d'endommagement microscopiques a permis de prédire de façon très fidèle les résultats expérimentaux d'essais de traction monotone quasi-statique.

Un modèle éléments finis sous ABAQUS® a permis d'appliquer la loi de comportement développée sous MATLAB®. Ce modèle a confirmé pour les éprouvettes de traction la position d'apparition de la rupture au niveau du raccordement entre le rayon de courbure et la zone utile.

La prédictibilité du modèle a été confirmée par une application sur une pièce industrielle d'Eurocopter. En effet, les résultats obtenus corrélaient très fidèlement les résultats expérimentaux.

Afin d'améliorer le modèle existant, plusieurs axes restent ouverts, comme l'incorporation de la plasticité microscopique, qui peut être faite par linéarisation du comportement plastique de la matrice [105]. Pour affiner les paramètres du critère d'endommagement microscopique et réussir à prédire la rupture de manière précise, des essais de traction sous MEB permettraient de constater l'évolution de la microstructure lors d'une sollicitation. Des essais de traction sur fibre seule noyée dans de la matrice permettraient de quantifier les propriétés de l'interface.

Conclusion générale et Perspectives

DURANT ce travail, le comportement et l'endommagement de composites injectés à matrice PEEK renforcée de fibres courtes de carbone ont été étudiés expérimentalement et numériquement. Cette étude s'est décomposée en quatre axes de recherches :

- le premier est une étude expérimentale orientée sur la caractérisation de la microstructure et des propriétés des composites afin d'avoir des données pour l'implémentation et la validation d'un modèle micromécanique.
- deuxièmement, l'application de la thermographie infrarouge a permis d'affiner les conclusions quant au scénario d'endommagement des matériaux de l'étude. Ces résultats sont vérifiés par émission acoustique.
- la fabrication des éprouvettes par injection suivant la méthode des plans d'expériences a permis d'évaluer l'influence des paramètres et de leurs valeurs sur les propriétés microscopiques et macroscopiques.
- finalement, un modèle micromécanique a été développé prenant en compte les propriétés expérimentales observées. Son application à des cas industriels a permis de le valider pour le dimensionnement de pièces injectées à matrice PEEK renforcée de fibres courtes de carbone.

Les deux matériaux de l'étude sont le PEEKTM 90HMF40 de Victrex[®] et le LarPeekTM10K/40HM de Lati[®], tous deux ayant des grades de PEEK renforcé à 40% en masse de fibres courtes de carbone HM. Ces deux matériaux montrent des propriétés largement au-dessus du lot pour des matières thermoplastiques.

L'étude du premier point a permis d'évaluer les propriétés mécaniques macroscopiques et microstructurales.

En effet, il a été possible d'évaluer le taux de cristallinité et sa variabilité par DSC ($33\% \pm 5\%$). Les distributions d'orientation et de longueur de fibres donnent une information sur la composition de la microstructure des matériaux.

Une fois cette analyse faite, des essais macroscopiques (traction monotone et cyclée) ont été effectués pour comprendre le comportement et l'endommagement des matériaux de l'étude. On a pu se rendre compte, de part les essais cyclés, que le comportement est élastoplastique endommageable. Les deux matériaux expriment un écrouissage similaire et un endommagement global semblable.

Les photographies sous MEBE ont confirmé que les phénomènes non-linéaires des matériaux sont la plasticité de la matrice et la rupture interfaciale et qu'aucune fibre n'a été rompue.

Perspectives La différence entre les deux matériaux après ces études s'avère être l'interface. Afin de vérifier la qualité de l'interface entre les fibres et la matrice, il serait judicieux de réaliser une coupe du matériau et d'attaquer chimiquement la surface pour faire apparaître les sphérolites. Ainsi il serait possible d'avoir un paramètre supplémentaire de la microstructure pouvant être analysé par régression linéaire multiple et être relié aux propriétés macroscopiques.

Une technique de suivi d'essai par thermographie infrarouge a permis de quantifier l'évolution de

la température de l'éprouvette lors de la sollicitation en traction.

Lors d'essais de traction monotone, on constate un refroidissement de l'éprouvette dû à la partie élastique de celle-ci (jusqu'à 100 MPa), puis une stabilisation suivi d'un échauffement dus à l'apparition de la plasticité et de la propagation de fissures, et, enfin une rupture non-progressive qui provoque un dégagement important de chaleur.

Pour des essais cyclés (charges / décharges), cette technique a affiné les conclusions quant à l'apparition des différents phénomènes thermodynamiques irréversibles : plasticité, propagation de fissures. Lors des charges dans le domaine élastique on constate des pentes d'échauffement et de refroidissement linéaires et une température moyenne qui décroît. Jusqu'à une valeur de contrainte de 270 MPa, on constate des pentes d'échauffement et de refroidissement linéaires et une température moyenne qui se stabilise puis qui croît. Enfin, après 270 MPa, on relève des pentes d'échauffement et de refroidissement non-linéaires caractéristiques de frottement entre les fibres déchaussées et la matrice et de propagation de fissures, ainsi qu'une élévation de la température moyenne.

Ce qui mène au scénario d'endommagement qui suit la phase élastique. Il y a tout d'abord une plasticité de la matrice en bout de fibres et une création de cavitation dans la matrice, puis coalescence des fissures et enfin rupture.

Une analyse par émission acoustique a confirmé et justifié les observations et conclusions apportées. Cette étude a permis d'ajouter des données pour l'analyse de l'influence des paramètres d'injection afin de relier les propriétés microstructurales aux propriétés macroscopiques.

Perspectives Dans cette étude, les effets viscoélastique et viscoplastique n'ont pas été étudiés. Or on sait que pour un thermoplastique semi-cristallin comportant un taux de cristallinité de 33%, il reste 67% de partie amorphe. Cette partie amorphe peut avoir une influence sur le comportement mécanique des matériaux pour les essais cyclés. Pour le quantifier, il faudrait réaliser les essais de traction monotone et cyclée avec différentes vitesses de chargement, des essais de fatigue ou des essais de traction sur des éprouvettes trouées.

La troisième partie de l'étude, concernant la fabrication des éprouvettes de la campagne d'essais, a été réalisée à partir d'un plan d'expériences (table L9 de Taguchi). Les paramètres d'injection qui ont été choisis sont : la température de moule, la pression et le temps de maintien et le temps de refroidissement. Grâce à cette étude, il a été possible de quantifier les effets significatifs des paramètres d'injection sur les propriétés macroscopiques et microscopiques des matériaux de l'étude.

Pour comprendre au mieux l'influence du procédé sur les propriétés microstructurales et macroscopiques, les résultats obtenus par les précédentes analyses sont modélisés par régression linéaire multiple. En se basant sur la théorie des plans d'expériences, il est possible d'avoir accès aux effets des paramètres du procédé sur ces propriétés. En effectuant une analyse descendante, on écarte les paramètres non significatifs, ce qui a permis de modéliser fiablement les propriétés en fonction des facteurs.

Ainsi, pour la plage de variation des paramètres utilisés, il a été montré que le taux de cristallinité dépend de la phase de maintien (pression et temps). De plus, il est à noter que les propriétés mécaniques statiques (module d'Young, contrainte à rupture et déformation à rupture) du 90HMF40 sont moins sensibles que celles du 10K40HM. Les effets significatifs relevés pour le 10K40HM témoignent bien d'une différence d'interface entre les fibres et la matrice par rapport au 90HMF40.

Il a donc été possible de faire le lien entre le procédé, les propriétés microstructurales et les propriétés macroscopiques, ce qui a permis d'avoir des données d'entrée à implémenter dans le code de calcul.

Perspectives Un ajout d'information sur les distributions de longueur et d'orientation des fibres pourrait permettre d'avoir accès aux effets des paramètres sur celles-ci et de voir si elles ont une influence sur les propriétés macroscopiques.

Pour améliorer les résultats des régressions multiples et s'affranchir d'une possible multicollinéarité (à cause d'un manque de résultat pour le 10K40HM), les régressions de type Ridge, PLS ou à composantes principales seraient optimales. De plus, l'élimination des outliers permettrait d'affiner les résultats et la prédiction des modèles identifiés.

En dernier lieu, un modèle basé sur la théorie des champs moyens (Mori-Tanaka), prenant en compte les propriétés microstructurales du matériau (identifiées expérimentalement), a été développé au sein du laboratoire. L'endommagement microscopique a été modélisé par un critère quadratique, ce qui a permis de prédire au mieux la non-linéarité du matériau face à une sollicitation en traction. L'écrouissage du composite a été implémenté sous forme macroscopique par une loi isotrope exponentielle avec un terme de saturation.

Une très bonne corrélation a été constatée entre les calculs et les résultats expérimentaux. Une application du modèle de loi de comportement sur une éprouvette de type 1B (correspondant à la norme utilisée lors des campagnes d'essais) par éléments finis a permis de prédire la position d'initiation de rupture.

Une application sur une pièce industrielle, qui comporte un taux volumique de fibres différents avec des fibres différentes (Haute Résistance et non Haut Module), a permis de valider le modèle par rapport aux essais. La prédictibilité du modèle a été validé pour l'application au dimensionnement de pièces injectées à matrice PEEK renforcée de fibres courtes de carbone.

Perspectives Le modèle proposé peut être amélioré en incorporant la plasticité de la matrice à l'échelle microscopique par linéarisation du comportement de celle-ci.

Les paramètres du critère de rupture interfacial peuvent être affinés par la réalisation d'essais de traction de fibres noyées dans de la résine pour différentes orientations. Ceci permettrait d'avoir des valeurs expérimentales pour les couples fibre/matrice des deux matériaux.

Bibliographie

- [1] JIS K7113 : Testing method for tensile properties of plastics, 1995.
- [2] ISO 527-4 : Plastics — Determination of tensile properties — Part 4 : Test conditions for isotropic and orthotropic fibre-reinforced plastic composites, 1997.
- [3] NF EN 2564 : Série aérospatiale - Stratifiés de fibres de carbone - Détermination de la teneur en fibres en résine et du taux de porosité., 1998.
- [4] ISO 1183-3 : Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics — Part 3 : Gas pycnometer method, 1999.
- [5] ISO 1183-1 : Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics — Part 1 : Immersion method, liquid pycnometer method and titration method, 2004.
- [6] ISO 11357-1 : Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 1 : General principles, 2009.
- [7] ASTM D638-10 : Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, 2010.
- [8] ISO 527-2 : Plastics — Determination of tensile properties — Part 2 : Test conditions for moulding and extrusion plastics, 2012.
- [9] S. G. ADVANI et C. L. TUCKER III. The Use of Tensors to Describe and Predict Fiber Orientation in Short Fiber Composites. *Journal of Rheology*, 31(8) :751–784, 1987.
- [10] H. AKAIKE. Information Theory and an Extension of the Maximum Likelihood Principle. Dans *Second International Symposium on Information Theory*, pages 267–281, 1973.
- [11] O. ALLIX et F. HILD. *Continuum Damage Mechanics of Materials and Structures*. Elsevier, 2002.
- [12] P. AMPANTHONG et P. SUWATTEE. A Comparative Study of Outlier Detection Procedures in Multiple Linear Regression. Dans *Proceedings of the International MultiConference of Engineering and Computer Scientists*, pages 978 – 988, Hong-Kong, 2009.
- [13] A. AVANZINI, G. DONZELLA, D. GALLINA, S. PANZINI, and C. PETROGALLI. Fatigue behavior and cyclic damage of peek short fiber reinforced composites. *Composites : Part B : Engineering*, 45(1) :397–406, 2013.
- [14] M. AVRAMI. Kinetics of Phase Change. I General Theory. *Journal of Chemical Physics*, 7(12) :1103–1112, 1939.
- [15] Y. BENVENISTE. A new approach to the application of Mori-Tanaka’s theory in composite materials. *Mechanics of Materials*, 6(2) :147–157, 1987.
- [16] F. BERTHET. *Contribution à l’étude de l’influence des paramètres de mise en oeuvre et de constitution sur les propriétés mécaniques de composites carbone/époxy injectés sur renfort (R.T.M.)*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.
- [17] E. BESSARD. *Matériaux composites structuraux à base PEEK élaborés par thermo-compression dynamique : relation procédé-propriétés*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2012.
- [18] S. BHATT, M. YUAN, J. GALLOWAY, and R. HOFFMAN. Influence of molecular weight on the properties of poly(ether ether ketone). *Society of Plastics Engineers*, 2011.
- [19] D. J. BLUNDELL et B. N. OSBORN. The morphology of poly(aryl-ether-ether-ketone). *Polymer*, 24(8) :953–958, 1983.

- [20] A. H. BOAS. Modern Mathematical Tools for Optimisation. Dans *Chemical Engineering*, page 147. 1962.
- [21] M. BORNERT, T. BRETHERAU, et P. GILORMINI. *Homogénéisation en mécanique des matériaux 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. Hermes Science, 2001.
- [22] G. E. P. BOX et D. W. BEHNKEN. Some New Three Level Designs for the Study of Quantitative Variables. *Technometrics*, 2(4) :455–476, 1960.
- [23] F. BOYER. *Développement de nanocomposites et composites de fibres de carbone/PEEK/nanotubes de carbone : Caractérisation mécanique et électrique*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2013.
- [24] A. CAQUOT. Le rôle des matériaux inertes dans le béton. *Mémoire de la Société des ingénieurs civils de France*, 4 :562–582, 1937.
- [25] P. CEBE et S.-D. HONG. Crystallization behaviour of poly(ether-ether-ketone). *Polymer*, 27(8) :1183–1192, 1986.
- [26] X. L. CHANG, T. NI, et C. AI. Influence of Disbond Defects on the Dispersion Properties of Adhesive Bonding Structures. *Key Engineering Materials*, 413-414 :767–774, 2009.
- [27] M. CHATAIN. *Comportements physique et thermomécanique des plastiques*, volume A 3110. Editions T.I., 1993.
- [28] E. J. H. CHEN et B. S. HSIAO. The Effects of Transcrystalline Interphase in Advanced Polymer Composites. *Polymer Engineering and Science*, 32(4) :280–286, 1992.
- [29] Y. CHEVALIER. *Micromécanique des composites. Prévisions en élasticité, en viscoélasticité et à la rupture*, volume A 7780. Editions T.I., 1989.
- [30] N. S. CHOI et K. TAKAHASHI. Characterization of the damage process in short-fibre/thermoplastic composites by acoustic emission. *Journal of Materials Science*, 33(9) :2357–2363, 1998.
- [31] T.-W. CHOU et S. NOMURA. Fibre orientation effects on the thermoelastic properties of short-fibre composites. *Fibre Science and Technology*, 14(4) :279–291, 1981.
- [32] A. CHRYSOCHOOS. La thermographie infrarouge, un outil en puissance pour étudier le comportement des matériaux. *Mécanique & Industries*, 3(1) :3–14, 2002.
- [33] A. CHRYSOCHOOS et H. LOUCHE. An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation. *International Journal of Engineering Science*, 38(16) :1759–1788, 2000.
- [34] W. G. COCHRAN et F. YATES. The analysis of groups of experiments. *The Journal of Agricultural Science*, 28(4) :556–580, 1938.
- [35] R. D. COOK et S. WEISBERG. *Residuals and Influence in Regression*. Chapman and Hall, 1982.
- [36] F. CROISE et M. GONDRAN. Confrontation/expérience/plan d'expérience orthogonal réduit, à l'injection de thermoplastiques. *Ingénieurs de l'automobile*, 707 :51–56, 1996.
- [37] G. da CUNHA VASCONCELOS, R. LAGO MAZUR, E. COCCHIERI BOTELHO, M. CERQUEIRA REZENDE, et M. LEALI COSTA. Evaluation of crystallization kinetics of poly(ether-ketone-ketone) and poly(ether-ether-ketone) by DSC. *Journal of Aerospace Technology and Management*, 2(2) :155–162, 2010.
- [38] C.-A. de Coulomb. Essai sur une application des règles des maximis et minimis à quelques problèmes de statique, relatifs à l'architecture. *Mémoires de mathématiques et de physique*, 7 :343–382, 1773.
- [39] J. DENAULT et T. VU-KHANH. Crystallization and Fiber/Matrix Interaction During the Molding of PEEK/Carbon Composites. *Polymer Composites*, 13(5) :361–371, 1992.
- [40] J. DENAULT et T. VU-KHANH. Fiber/Matrix Interaction in Carbon/PEEK Composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 6(3) :190–204, 1993.

- [41] K. DERRIEN, J. FITOUSSI, G. GUO, et D. BAPTISTE. Prediction of the Effective Damage Properties and Failure Properties of Nonlinear Anisotropic Discontinuous Reinforced Composites. *Mechanics of Composite Materials and Structures*, 361 :131–150, 1999.
- [42] M. L. DI LORENZO et C. SILVESTRE. Non-isothermal crystallization of polymers. *Progress in Polymer Science*, 24(6) :917 – 950, 1999.
- [43] D. P. DOANE. Aesthetic frequency classification. *The American Statistician*, 30(4) :181–183, 1976.
- [44] D. H. DOEHLERT. Uniform Shell Designs. *Journal of the Royal Statistical Society. Series C (Applied Statistics)*, 19(3) :231–239, 1970.
- [45] D. DRAY, P. GILORMINI, et G. RÉGNIER. Comparison of several closure approximations for evaluating the thermoelastic properties of an injection molded short-fiber composite. *Composites Science and Technology*, 67(7-8) :1601–1610, 2007.
- [46] G. DUPUPET. *Fibres de carbone*, volume AM 5134. Editions T.I., 2008.
- [47] N. EGUÉMANN, L. GIGERA, F. THIÉBAUD, C. DRANSFELD, et D. PERREUX. Compression moulding of hinges for aerospace with recyclable materials. *JEC Composites Magazine*, 80 :55–58, 2013.
- [48] H. A. EL KADI et J. DENAULT. Effects of Processing Conditions on the Mechanical Behavior of Carbon-Fiber-Reinforced PEEK. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 14(1) :34–53, Jan. 2001.
- [49] J. D. ESHELBY. The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 241(1226) :376–396, 1957.
- [50] R. A. FISHER. On the mathematical foundations of theoretical statistics. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 222(594-604) :309–368, 1922.
- [51] J. FITOUSSI, N. BOURGEOIS, G. GUO, et D. BAPTISTE. Prediction of the anisotropic damaged behavior of composite materials : introduction of multilocal failure criteria in a micro-macro relationship. *Computational Materials Science*, 5(1-3) :87–100, 1996.
- [52] J. FITOUSSI, G. GUO, et D. BAPTISTE. Determination of a tridimensional failure criterion at the fibre/matrix interface of an organic-matrix/discontinuous-reinforcement composite. *Composites Science and Technology*, 56(7) :755–760, 1996.
- [53] S.-Y. FU et B. LAUKE. Effects of fiber length and fiber orientation distributions on the tensile strength of short-fiber-reinforced polymers. *Composites Science and Technology*, 56(10) :1179–1190, 1996.
- [54] S.-L. GAO et J.-K. KIM. Cooling rate influences in carbon fibre/PEEK composites. Part 1. Crystallinity and interface adhesion. *Composites Part A-Applied Science and Manufacturing*, 31(6) :517–530, 2000.
- [55] G. GAUSSORGUES. *La thermographie infrarouge : Principes, Technologie, Applications*. Tec Et Doc - Lavoisier, 1999.
- [56] P. GERMAIN, Q. S. NGUYEN, et P. SUQUET. Continuum Thermodynamics. *Journal of Applied Mechanics*, 50(4) :1010 – 1020, 1983.
- [57] I. GIRAUD. *Elaboration d'ensimages thermoplastiques thermostables : Influence sur le comportement mécanique des composites PEEK / Fibres de carbone*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2011.
- [58] J. GOUPY. *Plans d'expériences*. Editions T.I., 1997.
- [59] J. GOUPY. *Modélisation par les plans d'expériences*, volume R275. Editions T.I., 2000.
- [60] A.-F. GOURGES et J.-M. HAUDIN. Microstructure des polymères. In *Matériaux pour l'ingénieur*, chapter VIII, pages 67–76.

- [61] A. L. GURSON. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth – Part I : Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 99(1) :2–15, 1977.
- [62] Z. HANMIN, Z. ZHANG, P. WEIZOU, et P. TIAYOU. Transcrystalline structure of PEEK. *European Polymer Journal*, 30(2) :235–237, 1994.
- [63] E. HARAMBURU. *Approche intégrée du dimensionnement mécanique de structures en composite injecté avec fibres courtes : une interface entre injection et calcul de structure*. Thèse de doctorat, Université de Toulouse 3, 2003.
- [64] Z. HASHIN et S. SHTRIKMAN. A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(2) :127–140, 1963.
- [65] R. HILL. Elastic properties of reinforced solids : Some theoretical principles. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(5) :357–372, 1963.
- [66] R. HILL. A self-consistent mechanics of composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(4) :213–222, 1965.
- [67] C.-M. HSIUNG, M. CAKMAK, et J. L. WHITE. Crystallization phenomena in the injection molding of poly ether ether ketone and its influence on mechanical properties. *Polymer Engineering and Science*, 30(16) :967–980, 1990.
- [68] T. ISHIKAWA, S. SUGIMOTO, M. MATSUSHIMA, et Y. HAYASHI. Some experimental findings in compression-after-impact (CAI) tests of CF/PEEK (APC-2) and conventional CF/epoxy flat plates. *Composites Science and Technology*, 55(4) :349–363, 1995.
- [69] P.-Y. B. JAR, W. J. CANTWELL, et H.-H. KAUSCH. Study of the crystal morphology and deformation behaviour of carbon fibre reinforced PEEK (APC-2). *Composites Science and Technology*, 43(3) :299–306, 1992.
- [70] C.-C. JENG et M. CHEN. Flexural failure mechanisms in injection-moulded carbon fibre/PEEK composites. *Composites Science and Technology*, 60(9) :1863–1872, 2000.
- [71] M. J. JENKINS, J. N. HAY, et N. J. TERRILL. Structure evolution in melt crystallised PEEK. *Polymer*, 44(22) :6781 – 6787, 2003.
- [72] L. M. KACHANOV. Time of the rupture process under creep conditions. *Izvestia Akademii Nauk SSSR, Otdelenie tekhnicheskich nauk*, 8 :26–31, 1958.
- [73] L. KACIR, M. NARKIS, et O. ISHAI. Oriented short glass-fiber composites : I. Preparation and statistical analysis of aligned fiber mats. *Polymer Engineering and Science*, 15(7) :525–531, 1975.
- [74] F. LACHAUD. *Délamination de matériaux composites à fibres de carbone et à matrices organiques : Étude numérique et expérimentale, suivi par émission acoustique*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 1992.
- [75] F. LACHAUD. *Multi scale analysis of composite structures behavior*. Habilitation à Diriger des Recherches, Université Toulouse III Paul Sabatier, 2011.
- [76] A. LAKSIMI, S. BENMEDAKHENE, et L. BOUNOUAS. Monitoring Acoustic Emission During Tensile Loading of Thermoplastic Composites Materials. Dans *International Conference on Composite Materials 12*, 1999.
- [77] J.-F. LAMETHE. *Étude de l'adhésion de composites thermoplastiques semi-cristallins, Application à la mise en oeuvre par soudure*. Thèse de doctorat, Paris, 2004.
- [78] D.-J. LEE. On Studies of Tensile Properties in Injection Molded Short Carbon Fiber Reinforced PEEK Composite. *The Korean Society of Mechanical Engineers Journal*, 10(3) :362–371, 1996.
- [79] D.-J. LEE. Comparison of Mechanical Properties of Compression and Injection Molded PEEK/-Carbon Fiber Reinforced Composites. *Key Engineering Materials*, 306-308 :751–756, 2006.
- [80] J. LEMAITRE et R. DESMORAT. *Engineering Damage Mechanics : Ductile, Creep, Fatigue and Brittle Failures*, volume 2. Springer, 2005.

- [81] T. Q. LI, M. Q. ZHANG, et H. M. ZENG. Processing dependent morphology, interfacial interaction and shear behavior of short carbon fiber reinforced PEEK. *Composites Part A-Applied Science and Manufacturing*, 32(12) :1727–1733, 2001.
- [82] H.-M. LIN, R. LEE, C.-H. LIU, J.-S. WU, et C.-S. HUANG. Effects of high pressure on the crystallization and mechanical properties of carbon-fiber-reinforced poly(ether ether ketone) laminated composites. *Composites Science and Technology*, 52(3) :407–416, 1994.
- [83] H. LOUCHE. *Études de certains phénomènes de localisation à partir de champs thermomécaniques*. Habilitation à Diriger des Recherches, Université de Savoie, 2009.
- [84] H. LOUCHE, F. PIETTE-COUDOL, R. ARRIEUX, et J. ISSARTEL. An experimental and modeling study of the thermomechanical behavior of an ABS polymer structural component during an impact test. *International Journal of Impact Engineering*, 36(6) :847–861, 2009.
- [85] Q. LU, Z. YANG, X. LI, et S. JIN. Synthesis, Morphology, and Melting Behavior of Poly(ether ether ketone) of Different Molecular Weights. *Journal of Applied Polymer Science*, 114(4) :2060–2070, 2009.
- [86] P. LUCAS et G. ZANELLA. *Mise en oeuvre des composites TP - Compounds à fibres courtes et longues*, volume AM 5235. Editions T.I., 2007.
- [87] A. LUSTIGER. Morphological Aspects of the Interface in the PEEK-Carbon Fiber System. *Polymer Composites*, 13(5) :408–412, 1992.
- [88] M. L. MINUS et S. KUMAR. The Processing, Properties, and Structure of Carbon Fibers. *JOM*, 57(2) :52–58, 2005.
- [89] C. O. MOHR. Welche Umstände bedingen die Elastizitätsgrenze und den Bruch eines Materials. *Zeitschrift des Vereins Deutscher Ingenieure*, 24 :1524–1530, 1900.
- [90] T. MORI et K. TANAKA. Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgica*, 21(5) :571–574, May 1973.
- [91] H. MOTZ et J. M. SCHULTZ. Mechanical Failure in PEEK and Its Short-Fiber Composites. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 3(2) :110–130, 1990.
- [92] T. MURA. *Micromechanics of Defects in Solids*. Martinus Nijhoff Publishers, second edition, 1987.
- [93] S. MURAKAMI. *Continuum Damage Mechanics : A Continuum Mechanics Approach to the Analysis of Damage and Fracture*. Springer, 2012.
- [94] B. N. NGUYEN, S. K. BAPANAPALLI, J. D. HOLBERY, M. T. SMITH, V. KUNC, B. J. FRAME, J. H. PHELPS, et C. L. TUCKER III. Fiber Length and Orientation in Long-Fiber Injection-Molded Thermoplastics - Part I : Modeling of Microstructure and Elastic Properties. *Journal of Composite Materials*, 42(10) :1003–1029, 2008.
- [95] C. NICODEAU. *Modélisation du soudage en continu de composites à matrices thermoplastiques*. Thèse de doctorat, Paris, 2005.
- [96] H. NOURI, F. MERAGHNI, et P. LORY. Fatigue damage model for injection-molded short glass fibre reinforced thermoplastics. *International Journal of Fatigue*, 31(5) :934–942, 2009.
- [97] A. A. OGALE et R. L. MCCULLOUGH. Influence of Microstructure on Elastic and Viscoelastic Properties of Polyether Ether Ketone. *Composites Science and Technology*, 30(3) :185–201, 1987.
- [98] H. OUDIN. Introduction à la plasticité, 2009.
- [99] T. OZAWA. Kinetics of non-isothermal crystallization. *Polymer*, 12(3) :150–158, 1971.
- [100] S. ÖZDEN, A. M. CHARAYEV, et A. H. SHAOV. The synthesis of polyetheretherketones and investigations of their properties. *Journal of Materials Science*, 34(11) :2741–2744, 1999.
- [101] F. PAPINI et P. GALLET. *Thermographie infrarouge : Image et mesure*. MASSON Mesures Physiques, 1994.
- [102] K. PARK et Y.-S. KIM. Effects of Mold Temperature on Mechanical Properties of an Injection-Molded Part with Microfeatures. *Journal of Polymer Engineering*, 29(1-3) :135–153, 2009.

- [103] O. PIERARD, C. FRIEBEL, et I. DOGHRI. Mean-field homogenization of multi-phase thermoelastic composites : a general framework and its validation. *Composites Science and Technology*, 64(10-11) :1587–1603, 2004.
- [104] R. L. PLACKETT et J. P. BURMAN. The design of optimum multifactorial experiments. *Biometrika*, 33(4) :305–325, 1946.
- [105] P. PONTE CASTAÑEDA. Exact Second-Order Estimates for the Effective Mechanical Properties of Nonlinear Composite Materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(6) :827–862, 1996.
- [106] T. POUMADÈRE. *Etude du couplage procédé/propriétés du matériau à fibres discontinues de carbone et à matrice époxy mis en œuvre par un procédé innovant d'injection/transfert*. Thèse de doctorat, ISAE, 2013.
- [107] L. PRANDTL. Spannungsverteilung in plastischen Körpern. Dans *Proceedings of the 1st International Congress on Applied Mechanics*, page 43, Delft, 1924.
- [108] H. QUAN, Z.-M. LI, M.-B. YANG, et R. HUANG. On transcrystallinity in semi-crystalline polymer composites. *Composites Science and Technology*, 65(7-8) :999–1021, 2005.
- [109] Y. N. RABOTNOV. *Creep problems in structural members*. North-Holland Publishing Company, 1969.
- [110] G. RÉGNIER, D. DRAY, E. JOURDAIN, S. LE ROUX, et F. M. SCHMIDT. A Simplified Method to Determine the 3D Orientation of an Injection Molded Fiber-Filled Polymer. *Polymer Engineering and Science*, 48(11) :2159–2168, 2008.
- [111] A. REUSS. Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle. *ZAMM Journal of Applied Mathematics and Mechanics : Zeitschrift für angewandte Mathematik und Mechanik*, 9(1) :49–58, 1929.
- [112] A. REUSS. Berücksichtigung der elastischen Formänderung in der Plastizitätstheorie. *ZAMM Journal of Applied Mathematics and Mechanics : Zeitschrift für angewandte Mathematik und Mechanik*, 10(3) :266–274, 1930.
- [113] I. M. ROBINSON et J. M. ROBINSON. The influence of fibre aspect ratio on the deformation of discontinuous fibre-reinforced composites. *Journal of Materials Science*, 29(18) :4663–4677, 1994.
- [114] R. SABRE. *Plans d'expériences - Méthode de Taguchi*. Editions T.I., 2007.
- [115] G. SAINT-MARTIN. *Étude typologique des défauts structuraux générés au cours de la mise en forme par injection de composites à matrice polymère thermostable renforcés par fibres de verre courtes*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [116] P. SAJKIEWICZ, L. CARPANETO, et A. L. WASIAK. Application of the Ozawa model to non-isothermal crystallization of poly(ethylene terephthalate). *Polymer*, 42(12) :5365–5370, 2001.
- [117] G. SAPORTA. *Probabilités, analyse des données et statistique*. Editions Technip, 2006.
- [118] J. R. SARASUA, P. M. REMIRO, et J. POUYET. The mechanical behaviour of PEEK short fibre composites. *Journal of Materials Science*, 30(13) :3501–3508, 1995.
- [119] N. SATO, T. KURAUCHI, S. SATO, et O. KAMIGAITO. SEM observations of the initiation and propagation of cracks in a short fibre-reinforced thermoplastic composite under stress. *Journal of Materials Science Letters*, 2(5) :188–190, 1983.
- [120] J. M. SCHULTZ. Semicrystalline Polymer Matrix Materials. Dans *Composite Materials Science, Volume 7*, chapter 3, L. A. Carlsson, pages 73–102, 1991.
- [121] G. E. SCHWARTZ. Estimating the dimension of a model. *Annals of Statistics*, 6(2) :461–464, 1978.
- [122] D. W. SCOTT. On optimal and data-based histograms. *Biometrika*, 66(3) :605–610, 1979.
- [123] M. SEMADENI, H. ZERLIK, P. ROSSINI, J. MEYER, et E. WINTERMANTEL. High Fibre Volume Fraction Injection Moulding of Carbon Fibre Reinforced Polyetheretherketone (PEEK) in Order to Raise Mechanical Properties. *Polymers and Polymer Composites*, 6(5) :279–286, 1998.

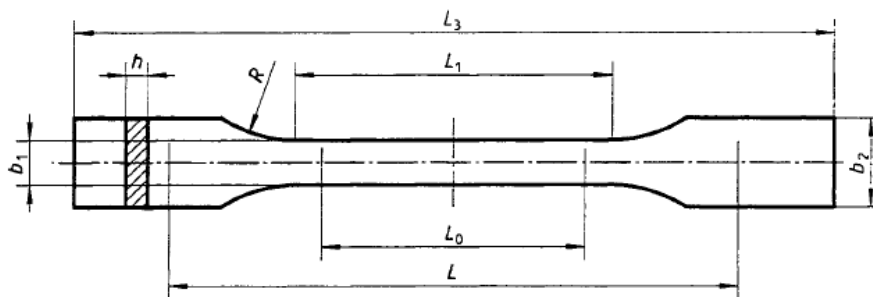
- [124] Y. SEO et S. KIM. Nonisothermal Crystallization Behavior of Poly(aryl ether ether ketone). *Polymer Engineering and Science*, 41(6) :940–945, 2001.
- [125] H. SHIMAZAKI et S. SHINOMOTO. A method for selecting the bin size of a time histogram. *Neural Computation*, 19(6) :1503–1527, 2007.
- [126] Student. The Probable Error of a Mean. *Biometrika*, 6(1) :1–25, 1908.
- [127] H. A. STURGES. The choice of a class interval. *Journal of the American Statistical Association*, 21(153) :65–66, 1926.
- [128] P. SUQUET. Rupture et Plasticité. Rapport technique.
- [129] G. TAGUCHI. *System of Experimental Design : Engineering Methods to Optimize Quality and Minimize Costs*. UNIPUB/Kraus International Publications, 1987.
- [130] M. F. TALBOTT, G. S. SPRINGER, et L. A. BERGLUND. The Effects of Crystallinity on the Mechanical Properties of PEEK Polymer and Graphite Fiber Reinforced PEEK. *Journal of Composite Materials*, 21(11) :1056–1081, 1987.
- [131] Y. TERMONIA. Tensile strength of discontinuous fibre-reinforced composites. *Journal of Materials Science*, 25(11) :4644–4653, 1990.
- [132] L. TOUBAL, M. KARAMA, et B. LORRAIN. Damage evolution and infrared thermography in woven composite laminates under fatigue loading. *International Journal of Fatigue*, 28(12) :1867–1872, 2006.
- [133] E. TOUSSAINT, X. BALANDRAUD, J.-B. LE CAM, et M. GRÉDIAC. Combining displacement, strain, temperature and heat source fields to investigate the thermomechanical response of an elastomeric specimen subjected to large deformations. *Polymer Testing*, 31(7) :916–925, 2012.
- [134] A. TREGUB, V. P. PRIVALKO, H. G. KILIAN, et G. MAROM. The Thermoelastic Behaviour of Semicrystalline and of Glassy Poly(Ether-Ether-Ketone). *Applied Composite Materials*, 1(2) :167–176, 1994.
- [135] H. E. TRESCA. Mémoire sur l'écoulement des corps solides soumis à de fortes pressions. *Comptes rendus des séances de l'Académie des sciences*, 59 :754–758, 1864.
- [136] C. L. TUCKER III et E. LIANG. Stiffness predictions for unidirectional short-fiber composites : Review and evaluation. *Composites Science and Technology*, 59(5) :655–671, 1999.
- [137] L. H. TUNG. Molecular weight-intrinsic viscosity relationship and molecular weight distribution of low pressure polyethylenes. *Journal of Polymer Science*, 24(107) :333–348, 1957.
- [138] F. ULARYCH, M. SOVA, J. VOKROUCHLECKÝ, et B. TURČÍČ. Empirical relations of the mechanical properties of polyamide 6 reinforced with short glass fibers. *Polymer Composites*, 14(3) :229–237, 1993.
- [139] C. N. VELISARIS et J. C. SEFERIS. Crystallization Kinetics of Polyetheretherketone (PEEK) Matrices. *Polymer Engineering and Science*, 26(22) :1574–1581, 1986.
- [140] J. VILLOUTREIX et J.-D. ACETARIN. *Polyétheréthercétone (PEEK)*, volume AM 3 394. Editions T.I., 1998.
- [141] E. VOCE. A practical strain hardening function. *Metallurgica*, 51(307) :219–226, 1955.
- [142] W. VOIGT. *Lehrbuch Der Kristallphysik*. B.G. Teubner, 1910.
- [143] R. E. von Mises. Mechanik der festen Körper im plastisch-deformablen Zustand. *Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-Physikalische Klasse*, 4 :582–592, 1913.
- [144] A. J. WADDON, M. J. HILL, A. KELLER, et D. J. BLUNDELL. On the crystal texture of linear polyaryls (PEEK, PEK and PPS). *Journal of Materials Science*, 22(5) :1773–1784, 1987.
- [145] Y. M. WANG et G. J. WENG. The influence of Inclusion Shape on the Overall Viscoelastic Behavior of Composites. *Journal of Applied Mechanics*, 59(3) :510–518, 1992.
- [146] E. H. W. WEIBULL. A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. *Journal of Applied Mechanics*, 18(3) :293–297, 1951.

- [147] M. H. WESSELMANN. *Influence des conditions de mise en oeuvre sur les caractéristiques des pièces injectées en composites à matrice thermostable renforcée de fibres de verre courtes*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2003.
- [148] D. J. WILDE et C. S. BEIGHTLER. *Foundations of Optimization*. Prentice Hall, 1967.
- [149] G.-M. WU et J. M. SCHULTZ. Processing, Microstructure, and Failure Behavior in Short-Fiber-Reinforced Poly(Ether Ether Ketone) Composites. *Polymer Composites*, 11(2) :126–132, 1990.
- [150] F. YATES. *The design and analysis of factorial experiments*. Imperial Bureau of Soil Science, 1937.
- [151] W. J. YOUDEN. *Statistical Methods for Chemists*. John Wiley edition, 1951.
- [152] M. Q. ZHANG, J. XU, Z. ZHANG, H. ZENG, et X. XIONG. Effect of transcristallinity on tensile behaviour of discontinuous carbon fibre reinforced semicrystalline thermoplastic composites. *Polymer*, 37(23) :5151–5158, 1996.
- [153] Z. ZHANG et H. ZENG. Nucleation and Crystal Growth of PEEK on Carbon Fiber. *Journal of Applied Polymer Science*, 48(11) :1987–1995, 1993.

Annexe A

Éprouvette de type 1B obtenue par moulage par injection

Le schéma du type d'éprouvette 1B utilisé pour cette étude est représenté sur la Figure A.1.



Dimensions en millimètres		
L_3	Longueur totale	≥ 150
L_1	Longueur de la partie étroite parallèle	$60 \pm 0,5$
R	Rayon	≥ 60
b_2	Largeur aux extrémités	$20 \pm 0,2$
b_1	Largeur de la partie étroite	$10 \pm 0,2$
h	Épaisseur	2 à 10
L_0	Longueur de référence (recommandée pour les extensomètres)	$50 \pm 0,5$
L	Distance initiale entre mors	115 ± 1

FIGURE A.1 – Schéma d'une éprouvette de type 1B [8]

Annexe B

Conditions expérimentales pour le 10K/40HM

TABLEAU B.1 – Niveaux des facteurs pour le 10K/40HM

Facteurs	Niveaux (bas - milieu - haut)
Température du moule (°C)	178 - 188
Pression de maintien (MPa)	60 - 70 - 80
Temps de maintien (s)	3 - 6 - 9
Temps de refroidissement (s)	35 - 55 - 80

TABLEAU B.2 – Conditions expérimentales pour le 10K/40HM

N ° expérience	Facteurs			
	Température moule (° C)	Pression de maintien (MPa)	Temps de maintien (s)	Temps de refroidissement (s)
1	178	60	3	35
2	178	70	6	55
3	178	80	9	80
4	188	60	6	80
5	188	70	9	35
6	188	80	3	55
7	188	60	9	55
8	188	70	3	80
9	188	80	6	35

TABLEAU B.3 – Conditions expérimentales pour les essais de validation pour le 10K/40HM

N ° expérience	Facteurs			
	Température moule (° C)	Pression de maintien (MPa)	Temps de maintien (s)	Temps de refroidissement (s)
1L	188	80	9	80
2L	178	80	6	35

Annexe C

Résultats d'essais sur AS4/APC2

Les tableaux suivants regroupent les résultats d'essais de traction pour deux stratifiés AS4/APC2 issu des travaux de thèse de Lachaud [74]. Le Tableau C.1 synthétise les résultats pour un stratifié $[\pm 45]_{2S}$ et le Tableau C.2 ceux pour un stratifié $[90]_{16}$.

TABLEAU C.1 – Résultats des essais de traction sur $[\pm 45]_{2S}$

N° ep	Épaisseur (mm)	Largeur (mm)	G_{12}^0 (MPa)	σ_{12}^R (MPa)	ε_{12}^R (%)
1	1,10	20,00	5768,0	181,1	22,6
2	1,08	20,02	5820,0	164,3	19,2
3	1,06	19,96	5740,0	152,5	17,6
4	1,10	20,00	5802,0	155,1	18,0
5	1,12	20,00	5842,0	170,0	20,1
Moyenne	1,09	20,00	5794,4	164,6	19,5
Ecart type	0,02	0,02	36,4	10,4	1,8
Ecart type/moy. (%)	1,87	0,10	0,6	6,3	9,2

TABLEAU C.2 – Résultats des essais de traction sur $[90]_{16}$

N° ep	Épaisseur (mm)	Largeur (mm)	E_{22}^0 (MPa)	s_{22}^R (MPa)	ε_{22}^R (%)
1	2,06	20,04	9207,1	85,2	1,04
2	2,10	20,02	9403,3	78,0	0,96
3	2,08	20,00	9336,0	82,3	1,01
4	2,10	20,00	9521,2	80,8	1,00
5	2,10	20,00	9620,2	77,6	0,97
Moyenne	2,09	20,01	9417,6	80,8	1,00
Ecart type	0,02	0,02	143,5	2,8	0,03
Ecart type/moyenne (%)	0,83	0,08	1,5	3,5	2,70

