

Thèse
présentée devant
l'Ecole Centrale de Lyon
pour obtenir le grade de docteur
par Vincent PAUCHARD
le 13 juillet 2001.

ETUDE DES MECANISMES DE RUPTURE DES FIBRES
DANS LES COMPOSITES UD VERRE/EPOXY SOUS
SOLLICITATION DE FATIGUE LONGITUDINALE EN
MILIEU HUMIDE : APPLICATION D'UN MODELE DE
CORROSION SOUS CONTRAINTE.

Directeur de thèse : A. Chateauminois
Ecole Doctorale Matériaux de Lyon

Jury

Mme M.C. Lafarie-Frenot (ENSMA de Poitiers)	Présidente
MM. A. CHATEAUMINOIS (ESPCI de Paris)	
J. CHEVALIER (INSA de LYON)	
F.R. JONES (University of Sheffield)	
J. LAMON (Université de Bordeaux)	Rapporteur
D. PERREUX (Université de Franche Comté)	Rapporteur
F. SIDOROFF (Ecole Centrale de Lyon)	

Thèse
présentée devant
l'Ecole Centrale de Lyon
pour obtenir le grade de docteur
par Vincent PAUCHARD
le 13 juillet 2001.

**ETUDE DES MECANISMES DE RUPTURE DES FIBRES
DANS LES COMPOSITES UD VERRE/EPOXY SOUS
SOLLICITATION DE FATIGUE LONGITUDINALE EN
MILIEU HUMIDE : APPLICATION D'UN MODELE DE
CORROSION SOUS CONTRAINTE.**

Directeur de thèse : A. Chateauminois
Ecole Doctorale Matériaux de Lyon

Jury

Mme M.C. Lafarie-Frenot (ENSMA de Poitiers)	Présidente
MM. A. CHATEAUMINOIS (ESPCI de Paris)	
J. CHEVALIER (INSA de LYON)	
F.R. JONES (University of Sheffield)	
J. LAMON (Université de Bordeaux)	Rapporteur
D. PERREUX (Université de Franche Comté)	Rapporteur
F. SIDOROFF (Ecole Centrale de Lyon)	

T1868
EGOLE CENTRALE DE LYON
BIBLIOTHEQUE
BP 163 - 69131 ECULLY CEDEX

ECOLE CENTRALE DE LYON
Liste des personnes habilitées à diriger des recherches

<i>AIT-EL-HADJ Smaïl</i>	<i>professeur</i>	GRESTI	ECL
<i>ARQUES Philippe</i>	<i>professeur</i>		ECL
<i>AURIOL Philippe</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL
<i>BAILLY Christophe</i>	<i>maître de conférence</i>	LMFA	ECL
<i>BATAILLE Jean</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
<i>BEN HADID Hamda</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
<i>BERGHEAU Jean-Michel</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE
<i>BEROUAL Abderrhamane</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL
<i>BERTOGLIO Jean-Pierre</i>	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
<i>BLAIZE Alain</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	UCBL
<i>BLANC-BENON Philippe</i>	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
<i>BLANCHET Robert</i>	<i>professeur</i>	LEOM	ECL
<i>BRUN Maurice</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
<i>BUFFAT Marc</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
<i>CAMBON Claude</i>	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
<i>CAMBOU Bernard</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>CARRIERE Philippe</i>	<i>chargé de recherche</i>	LMFA	CNRS
<i>CHAMPOUSSIN J-Claude</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
<i>CHAUVET Jean-Paul</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
<i>CHEN Liming</i>	<i>professeur</i>	ICTT	ECL
<i>CLERC Guy</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	UCBL
<i>COMTE-BELLOT Geneviève</i>	<i>professeur émérite</i>	LMFA	ECL
<i>COQUILLET Bernard</i>	<i>maître de conférence</i>	IFOS	ECL
<i>DAVID Bertrand</i>	<i>professeur</i>	ICTT	ECL
<i>DONNET Christophe</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	ECL
<i>DUBUJET Philippe</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	ECL
<i>ESCODIE Dany</i>	<i>chargé de recherche</i>	LMFA	CNRS
<i>FERRAND Pascal</i>	<i>directeur de recherche</i>	LMFA	CNRS
<i>GAFFIOT Frédéric</i>	<i>maître de conférence</i>	LEOM	ECL
<i>GAGNAIRE Alain</i>	<i>maître de conférence</i>	LEOM	ECL
<i>GALLAND Marie-Annick</i>	<i>maître de conférence</i>	LMFA	ECL
<i>GARRIGUES Michel</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
<i>GAY Bernard</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
<i>GENCE Jean-Noël</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
<i>GENDRY Michel</i>	<i>chargé de recherche</i>	LEOM	CNRS
<i>GEORGES Jean-Marie</i>	<i>professeur émérite</i>	LTDS	ECL
<i>GRENET Geneviève</i>	<i>chargé de recherche</i>	LEOM	CNRS
<i>GUIRALDENQ Pierre</i>	<i>professeur émérite</i>	IFOS	ECL

ECOLE CENTRALE DE LYON
Liste des personnes habilitées à diriger des recherches

<i>HAMADICHE Mahmoud</i>	<i>maître de conférence</i>	LMFA	UCBL
<i>HELLOUIN Yves</i>	<i>maître de conférence</i>		ECL
<i>HENRY Daniel</i>	<i>chargé de recherche</i>	LMFA	CNRS
<i>HERRMANN Jean-Marie</i>	<i>directeur de recherche</i>	IFOS	CNRS
<i>HOLLINGER Guy</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
<i>JAFFREZIC-RENAULT Nicole</i>	<i>directeur de recherche</i>	IFOS	CNRS
<i>JEANDEL Denis</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
<i>JEZEQUEL Louis</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>JOSEPH Jacques</i>	<i>professeur</i>	LEOM	ECL
<i>JUVE Daniel</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
<i>JUVE Denyse</i>	<i>ingénieur de recherche</i>	IFOS	ECL
<i>KAPSA Philippe</i>	<i>directeur de recherche</i>	LTDS	CNRS
<i>KRÄHENBÜHL Laurent</i>	<i>directeur de recherche</i>	CEGELY	CNRS
<i>KRAWCZYK Stanislas</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
<i>LANCE Michel</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
<i>LANGLADE-BOMBA Cécile</i>	<i>maître de conférence</i>	IFOS	ECL
<i>LE HELLEY Michel</i>	<i>professeur</i>		ECL
<i>LEBOEUF Francis</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
<i>LOPEZ Jacques</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	UCBL
<i>LOUBET Jean-Luc</i>	<i>directeur de recherche</i>	LTDS	CNRS
<i>LYONNET Patrick</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE
<i>MAITRE Jean-François</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	ECL
<i>MARION Martine</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	ECL
<i>MARTELET Claude</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
<i>MARTIN Jean-Michel</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>MARTIN Jean-René</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
<i>MATHIA Thomas</i>	<i>directeur de recherche</i>	LTDS	CNRS
<i>MATHIEU Jean</i>	<i>professeur émérite</i>	LMFA	ECL
<i>MAZUYER Denis</i>	<i>professeur</i>		ECL
<i>MIDOL Alain</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	UCBL
<i>MOREL Robert</i>	<i>professeur</i>	LMFA	INSA
<i>MOUSSAOUI Mohand</i>	<i>professeur</i>	MAPLY	ECL
<i>MUSY François</i>	<i>maître de conférence</i>	MAPLY	ECL
<i>NGUYEN Du</i>	<i>maître de conférence</i>	IFOS	ECL
<i>NICOLAS Alain</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL
<i>NICOLAS Laurent</i>	<i>directeur de recherche</i>	CEGELY	CNRS

ECOLE CENTRALE DE LYON
Liste des personnes habilitées à diriger des recherches

<i>PERKINS Richard</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
<i>PERRET-LIAUDET Joël</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	ECL
<i>PERRIN Jacques</i>	<i>professeur</i>		INSA
<i>PICHAT Pierre</i>	<i>directeur de recherche</i>	IFOS	CNRS
<i>PONSONNET Laurence</i>	<i>maître de conférence</i>	LTDS	ECL
<i>PREVOT Patrick</i>	<i>professeur</i>	ICTT	INSA
<i>REBOUX Jean-Luc</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE
<i>ROBACH Yves</i>	<i>maître de conférence</i>	LEOM	ECL
<i>ROGER Michel</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
<i>ROJAT Gérard</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	UCBL
<i>ROUSSEAU Jacques</i>	<i>professeur émérite</i>	LTDS	ENISE
<i>SALVIA Michelle</i>	<i>maître de conférence</i>	IFOS	ECL
<i>SCOTT Julian</i>	<i>professeur</i>	LMFA	ECL
<i>SELLIER Antoine</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
<i>SIDOROFF François</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ECL
<i>SOUTEYRAND Eliane</i>	<i>directeur de recherche</i>	IFOS	CNRS
<i>STREMSDOERFER Guy</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
<i>SUNYACH Michel</i>	<i>professeur</i>	LMFA	UCBL
<i>TARDY Jacques</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
<i>THOMAS Gérard</i>	<i>professeur</i>	CEGELY	ECL
<i>TREHEUX Daniel</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
<i>VANNES André-Bernard</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
<i>VIKTOROVITCH Pierre</i>	<i>directeur de recherche</i>	LEOM	CNRS
<i>VINCENT Léo</i>	<i>professeur</i>	IFOS	ECL
<i>ZAHOUANI Hassan</i>	<i>professeur</i>	LTDS	ENISE

Table des matières

SYMBOLIQUE	5
INTRODUCTION	7
I.1 Fatigue des UD 0°	8
I.2 Vieillessement hygrothermique des composites verre / époxy	9
I.3 Interaction fatigue / humidité	11
I.4 Conclusion	14
1 DURABILITÉ DU VERRE	15
1.1 Equilibre d'une fissure	15
1.1.1 Analyse de Griffith	15
1.1.2 Notion de ténacité	17
1.1.3 Généralisation	18
1.2 Cinétique de propagation	19
1.2.1 Approche théorique	19
1.2.2 Données expérimentales	21
1.3 Cas du verre	23
1.3.1 Action de l'eau	25
1.3.2 Courbes de propagation	26
1.3.3 Prévision des durées de vie	27
1.4 Comportement statistique d'une population d'éprouvettes	30
1.5 Comportement d'un écheveau de fibres	34
1.6 Conclusion	36
2 MATÉRIAUX ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES	38
2.1 Matériaux	38
2.1.1 Fibres	39
2.1.2 Composite de laboratoire	40
2.1.3 Composite industriel	42

2.2	Méthodes de caractérisation	44
2.2.1	Traction sur écheveau instrumentée en Emission Acoustique	44
2.2.2	Flexion instrumentée en analyse d'images	49
2.2.3	Fatigue en immersion	57
2.3	Protocole de vieillissement	59
 3 RUPTURE DES FIBRES AU SEIN D'UN ÉCHEVEAU		 65
3.1	Distribution des résistances mécaniques	65
3.2	Courbes $v(K)$	68
3.2.1	Etat de l'art	68
3.2.2	Méthode proposée	71
3.2.3	Résultats	74
3.3	Distribution des durées de vie sous sollicitation statique	78
3.4	Conclusion	82
 4 ANALYSE MICROSCOPIQUE IN SITU DU PREMIER ENDOMMAGEMENT D'UN COMPOSITE		 84
4.1	Distribution expérimentale des résistances mécaniques	84
4.2	Validation de l'hypothèse du quasi-écheveau	87
4.2.1	Effet des gradients de déformation	88
4.2.2	Effet de la multifragmentation	91
4.2.3	Ruptures de fibres induites par les concentrations de contrainte	93
4.2.4	Synthèse	96
4.3	Validation du protocole de pré-conditionnement	97
4.4	Courbe $v(K)$ dans un composite vieilli	99
4.5	Distribution des temps à rupture dans un composite vieilli sous sollicitation statique	102
4.6	Apparition d'un endommagement macroscopique	104
4.7	Conclusion	106
 5 ANALYSE DE LA PERTE DE RAIDEUR EN TERMES DE STRESS CORROSION CRACKING		 108
5.1	Relation raideur macroscopique / endommagement microscopique	108

5.1.1	Corrélation empirique entre perte de raideur et densité de fibres rompues	108
5.1.2	Modélisation par éléments finis	109
5.1.3	Utilisation de la perte de raideur comme traceur de l'endommagement	112
5.1.4	Approximation analytique de la courbe effort / déplacement en flexion	113
5.2	Perte de raideur d'une poutre courbe sous sollicitation monotone	116
5.3	Perte de raideur d'une poutre courbe sous sollicitation statique	117
5.3.1	Courbe $v(K)$ à 40 °C	117
5.3.2	Effet du niveau de charge à 40 °C	119
5.3.3	Effet de la température	121
5.4	Perte de raideur d'une poutre courbe sous sollicitation de fatigue	123
5.4.1	Sollicitation sinusoïdale à 40 °C	124
5.4.2	Fatigue par blocs à 40 °C	129
5.5	Conclusion	130
	CONCLUSION GÉNÉRALE	131
	RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	133
	ANNEXE 1 : RÉSISTANCE MÉCANIQUE DU VERRE	143
A1.1	Calcul de la résistance mécanique	143
A1.2	Distribution des résistances mécaniques	144
	ANNEXE 2 : MÉCANIQUE DES POUTRES	148
A2.1	Poutre droite	148
A2.2	Poutre courbe	150
	ANNEXE 3 : PHÉNOMÈNES DE TRANSFERT DE CHARGE DANS LES COMPOSITES	153
	TABLE DES ILLUSTRATIONS	155

SYMBOLIQUE

σ désigne une contrainte,

ε une déformation relative,

$\dot{\varepsilon}$ ou $\dot{\sigma}$ une vitesse de chargement,

E le module d'Young,

ν le coefficient de Poisson,

P un effort,

f un déplacement,

t le temps,

a la longueur d'une fissure,

Y son facteur de forme,

K_I son facteur d'intensité de contrainte en mode I,

v sa vitesse de propagation,

t_f la durée de vie d'une éprouvette,

σ_E sa résistance mécanique en milieu humide,

σ_i sa résistance mécanique en milieu inerte,

ε_E sa déformation à rupture en milieu humide,

ϵ_i sa déformation à rupture en milieu inerte,

U une énergie,

γ une énergie de surface,

S une probabilité de survie.

Les indices 0 , F et C désignent respectivement un état initial, final et critique.

Les indices I et E désignent respectivement un environnement inerte et actif.

INTRODUCTION

I.1 FATIGUE DES UD 0°

I.2 VIELLISSEMENT HYGROTHERMIQUES DES COMPOSITES VERRE /EPOXY

I.3 INTERACTION FATIGUE/HUMIDITE

I.4 CONCLUSION

INTRODUCTION

Pour beaucoup d'applications structurales, comme sur les plate-formes pétrolières offshore, les composites apparaissent comme de sérieux concurrents des métaux du fait principalement de leur légèreté et de leur insensibilité à la corrosion saline. Pourtant, l'industrialisation de solution composites est rare, car ces avantages compétitifs sont largement amoindris par la difficulté à prévoir l'évolution des propriétés d'usage de ce type de matériaux, notamment sous sollicitations environnementales et mécaniques combinées.

Cette carence procède à la fois de la relative nouveauté des composites et de leur nature hétérogène. En effet, à défaut d'un retour sur expérience aussi consistant que dans le cas des métaux, toute prévision doit s'appuyer sur des essais de laboratoire dits accélérés. Or, compte tenu de la présence de trois phases (matrice, renfort et interface), l'accélération peut conduire à une activation différentielle de mécanismes compétitifs ou coopératifs, donc à une dénaturation de la cinétique macroscopique de dégradation. Conséquemment, il est difficile de fonder une procédure de dimensionnement sur des lois identifiées phénoménologiquement lors d'essais accélérés. Par ailleurs, tout modèle requiert un nombre de variables croissant avec la complexité du système analysé. A l'extrême, des solutions mathématiques multiples peuvent coexister, ne pas être discriminables sur le domaine d'identification et diverger en dehors. Enfin, la définition même des paramètres à prendre en compte peut être problématique, car ceux-ci doivent pouvoir s'intégrer à un formalisme unique quelle que soit leur nature : mécanique ou physico-chimique.

Aux Etats-Unis, ces limitations ont conduit à la création de l'école dite *micro-cinétique*, qui vise à la prévision par l'explicitation des cinétiques de dégradation microscopiques [Reifsnider et al] [Talreja, 1]. Toutefois, ni la modélisation des propriétés résiduelles du composite en fonction de l'état de ses constituants, ni la détermination des lois et des paramètres d'activation gouvernants les différents mécanismes n'échappent à la complexité inhérente aux composites. Il convient donc de procéder à une simplification du problème. [Reifsnider] postule que l'espace des sollicitations peut généralement être divisé en sous-espaces à l'intérieur desquels la ruine du matériau est gouvernée par la déchéance *d'un élément critique*, situé concurrentement dans la matrice, l'interface ou les fibres. Une hypothèse comparable a été formulée par [Salmon], celle *des échelles de temps*. Elle pose que l'espace des sollicitations peut être divisé en sous-espaces à l'intérieur desquels la cinétique

de dégradation macroscopique est gouvernée par une cinétique microscopique unique : lorsque deux mécanismes agissent concurremment (resp. coopérativement), la cinétique du plus rapide (resp. lent) gouverne l'évolution globale.

Le cas pratique qui nous intéresse est a priori plus favorable à l'approche de l'élément critique. Il s'agit d'une structure auto-portée fibres de verre / matrice époxy, conçue à l'Institut Français du Pétrole pour conduire le brut du fond marin à la plate-forme d'exploitation. Les sollicitations de traction uni-axiale y sont variables mais dominantes et le matériau retenu est un unidirectionnel sollicité parallèlement aux fibres (U.D. 0°). Ces dernières assurant l'essentiel des propriétés de rigidité et de résistance, leur rupture contrôle a priori la déchéance de la structure. Il convient donc en première intention d'en déterminer la cinétique. Tel sera l'objectif principal de cette étude.

Lors d'une étude bibliographique préliminaire quant à la fatigue, au vieillissement et à leurs interactions, nous analyserons l'état de l'art sur les unidirectionnels à matrice organique et renfort verre en mettant l'accent sur la sensibilité des fibres à la superposition des sollicitations environnementales et mécaniques.

1.1 Fatigue des UD 0°

Les travaux de [Talreja, 2], [Reifsnider], [Fournier] et [Chateauminois et al] conduisent à une description convergente de l'endommagement des unidirectionnels à matrice organique en fatigue longitudinale.

Durant le premier cycle, on observe la rupture des fibres dont la déformation à rupture est inférieure à la déformation maximale imposée. Il y a ensuite accumulation progressive des ruptures de fibres, décohésions interfaciales et fissures matricielles. Le verre étant réputé ne pas connaître d'endommagement différé lorsqu'il est sollicité en milieu chimiquement inactif (i.e. comportement élastique fragile), le moteur de cette dégradation se situe par élimination dans la matrice et à l'interface : usure, modifications microstructurales puis fissuration entraînent par transfert de charge la rupture de nouvelles fibres. Ce premier endommagement s'opère de manière diffuse, car il dépend largement de la distribution aléatoire des défauts surfaciques des fibres au sein du volume de matière sollicité.

Dans un deuxième temps, on observe une tendance à la localisation : des régions particulièrement dégradées voient des fissures transverses se former sous l'effet des concentrations de contrainte autour des premières ruptures de fibres. La propagation de ces fissures conduit in fine à la rupture de plis et à la déchéance de la structure.

En dessous d'une certaine déformation maximale imposée, la déchéance n'intervient jamais ou est largement différée. Cette limite d'endurance, qui reste mal définie dans les composites, est contrôlée par celle de la matrice non renforcée mais aussi par la ténacité de la matrice et les possibilités de déviation des fissures à l'interface (notion de tolérance à l'endommagement). Au dessus, une relation de type Wöhler relie généralement déformation maximale imposée (ϵ_{\max}) et nombre de cycles à 10 % de perte de raideur (N_{10}), indépendamment de la fréquence :

$$\epsilon_{\max} = A - B \log N_{10},$$

avec A la déformation maximale admissible et B une constante de vitesse de dégradation [Fournier].

1.2 Vieillessement hygrothermique des composites verre / époxy

Lors d'un vieillissement sans contrainte, la diffusion d'eau à travers la matrice a principalement pour conséquences [Schutte, review] :

- la diminution des propriétés mécaniques et thermomécaniques de la matrice par plastification et hydrolyse ;
- la diminution des propriétés cohésives de l'interface par hydrolyse ou condensation de l'agent de couplage ;
- la création de micro-fissures et décohésions interfaciales sous l'effet de différentiels de gonflement et éventuellement de pressions osmotiques.

Si les propriétés élastiques longitudinales varient peu après vieillissement, la résistance mécanique diminue systématiquement [Chateauinois et al], [Metcalfé & Schmitz], [Ishai]. Ceci suppose une fragilisation des fibres de verre par l'eau, mise en évidence par dénombrement optique des ruptures de monofilaments à la surface de poutres de flexion préalablement vieilles, figure I.1 d'après [Vauthier]. On observe par ailleurs une fractographie très particulière : dans les plis à 0° les surfaces de rupture sont largement coplanaires perpendiculairement aux fibres et présentent très peu de défibrage [Kim & Lim].

Ceci est significatif d'une localisation extrême de l'endommagement, donc d'une grande sensibilité du mécanisme mis en jeu aux concentrations de contraintes. La planéité [Kim & Lim] et la perte de résistance [Metcalf & Schmitz] diminuant avec l'augmentation de la vitesse de chargement, on peut en déduire que le paramètre déterminant est le temps passé sous charge en présence d'eau. Ceci est confirmé par la quasi-réversibilité de la perte de propriétés au séchage, au moins lorsque le vieillissement s'est effectué dans des conditions hygrothermiques peu sévères [Ishai].

Cette sensibilité des composites verre/époxy à la superposition des sollicitations environnementales et mécaniques a largement été mise en évidence lors d'essais statiques en immersion. On a en effet observé la rupture fragile d'éprouvettes pour des sollicitations très inférieures à celles limitant la déchéance par fluage [Jones F.R. et al], [Aveston et al]. Comme précédemment, les faciès de rupture étaient plans et sans défibrage.

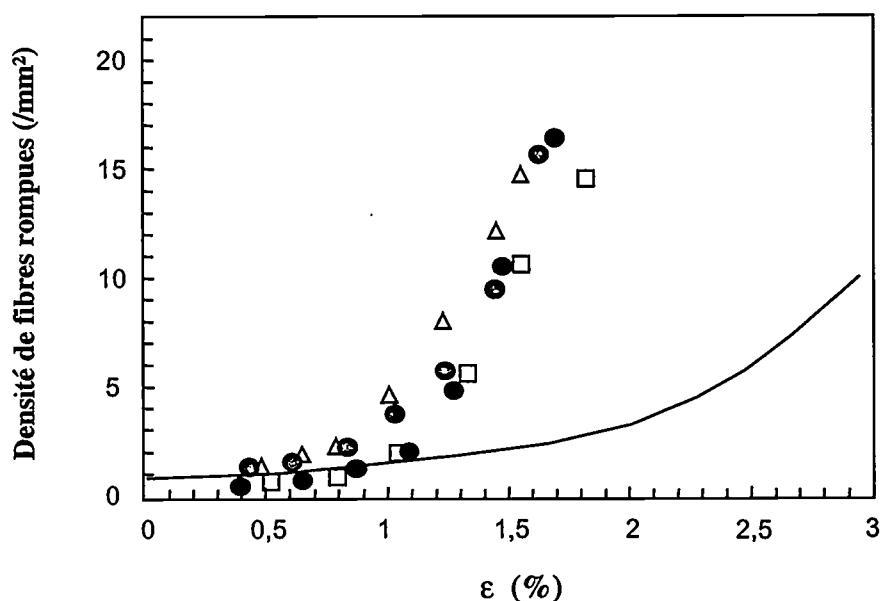


Figure I.1 : densité de fibres rompues sur la face en traction d'éprouvettes de flexion vieilles sous sollicitation monotone [Vauthier].

- : M_f=1,5% immersion 50°C - 180 j
- : M_f=1,5% immersion 60°C - 77 j
- △ : M_f=1,5% immersion 70°C - 51 j
- : M_f=1,5% immersion 90°C - 10 j
- : non vieilli

Toutes ces observations sont caractéristiques de la corrosion sous contrainte ou Stress Corrosion Cracking, dont l'occurrence dans les composites à renfort verre est attestée par la propagation d'entailles macroscopiques sous sollicitation statique en immersion dans l'eau ou

un acide fort [Jones], [Price & Hull]. L'origine physique de ce mécanisme reste cependant à préciser.

Par spectrographie infra-rouge à la surface de fibres de verre E, on peut observer après vieillissement en immersion l'extraction des ions modificateurs du réseau de silice (Na^+ ...) et leur remplacement par des protons [Metcalf & Schmitz]. Cependant, ce mécanisme n'est pas conditionné par l'application de contraintes externes et [Caddock & Hull] ont montré qu'il ne peut être incriminé que dans le cas d'une exposition directe du renfort à l'environnement externe. Il n'a ainsi été mis en évidence que pour des matrices facilement hydrolysables ou des stratifiés préalablement endommagés [Jones F.R. et al]. Ceci est incompatible avec les observations fractographiques de [Hogg & Hull], qui montrent que l'effet de l'environnement sur les fibres est sensible dans le volume du matériau et dès les premiers stades de l'endommagement (i.e. avant création mécanique ou chimique de fissures débouchantes). Pour en rendre compte, il faut recourir à un mécanisme pouvant avoir lieu du fait des quantités d'eau limitées diffusant à travers une matrice organique. C'est le cas de la chimie-sorption de l'eau sur la silice expliquant la rupture différée du verre massif sollicité en milieu humide (cf. Chap.1), aujourd'hui largement reconnue comme l'origine de la corrosion sous contrainte dans les composites à renfort verre. Toutefois, à ce jour, aucune évidence expérimentale directe n'a pu être donnée dans le cas de fibres de renfort au sein d'une matrice.

1.3 Interaction fatigue / humidité

Peu d'études concernent ce type de matériau sous sollicitation de fatigue en milieu humide. Celle de [Jones C.J. et al] traite de la fatigue de stratifiés $0/90^\circ$ préconditionnés en immersion et montre une importante perte d'endurance (en terme de nombre de cycles) par rapport à l'état non vieilli. Celle-ci est largement conditionnée par la fréquence, ce qui confirme l'influence du temps passé sous charge.

Les travaux de thèse de [Vauthier] à l'Ecole Centrale de Lyon sur les U.D. 0° en flexion présentent des résultats analogues. Deux situations extrêmes ont été envisagées afin de prendre en compte le caractère progressif de la sorption d'eau :

- lorsque l'endommagement par fatigue est plus rapide que la diffusion, l'interaction est a priori limitée aux surfaces libres;

- lorsque la diffusion est plus rapide que l'endommagement par fatigue, l'interaction est répartie dans le volume du matériau.

La figure I.2 présente les courbes de Wöhler $\epsilon_{\max} = f(N_{10})$ d'un UD verre / époxy non vieilli, fortement sollicité en flexion dans différentes conditions hygrothermiques. Si à température ambiante les effets de l'humidité sont faibles voire bénéfiques, à 70°C la perte d'endurance est sensible. La déformation maximale admissible (A) reste constante, conformément à l'absence d'eau dans le volume du matériau. La pente (B) diminue, ce qui traduirait l'accélération de l'endommagement en front de fissures par corrosion sous contrainte des fibres directement exposées à l'humidité. Cette hypothèse semble confirmée par l'observation de la propagation d'entailles dans des unidirectionnels sous sollicitation de fatigue en immersion dans des solutions acides [Onodera et al].

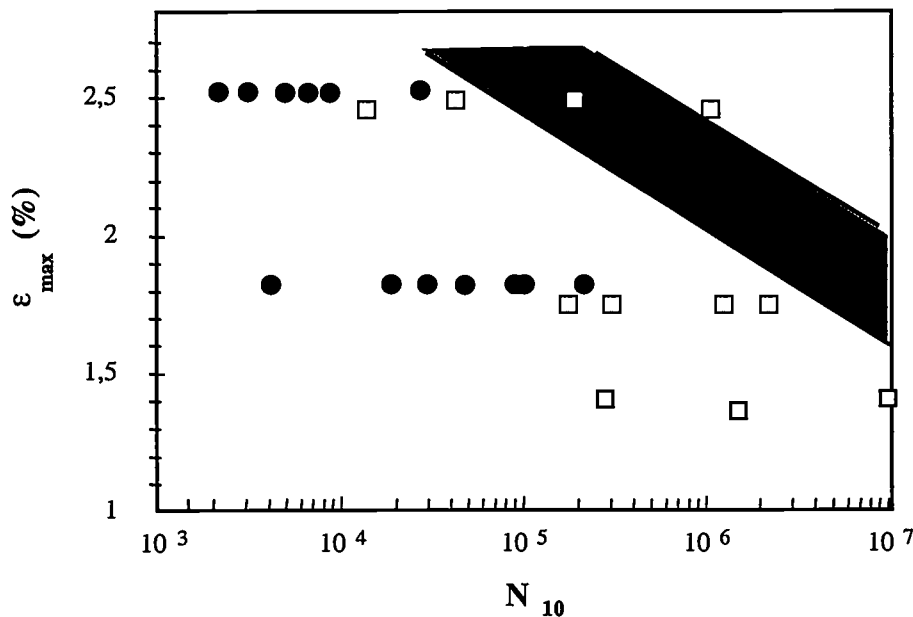


Figure I.2 : courbes de Wöhler en flexion d'un UD 0° verre / époxy non vieilli testé dans différentes conditions hygrothermiques [Vauthier].

\square : 70°C & 5% H.R.
 \bullet : 70°C & 40% H.R.
 aire en gris : 23°C & 5% H.R..

La figure I.3 présente les courbes de Wöhler du même matériau, vieilli à différentes températures jusqu'à contenir une quantité d'eau donnée, puis sollicité en atmosphère ambiante. La grande variabilité de l'effet du vieillissement préalable en fonction de la température disqualifie l'emploi de la prise d'eau comme seul paramètre environnemental. On observe toutefois une perte d'endurance systématique relativement à l'état non vieilli, A et B

diminuant conjointement. L'eau ayant pu diffuser en volume, la diminution de A été attribuée à la fragilisation des fibres dans tout le matériau.

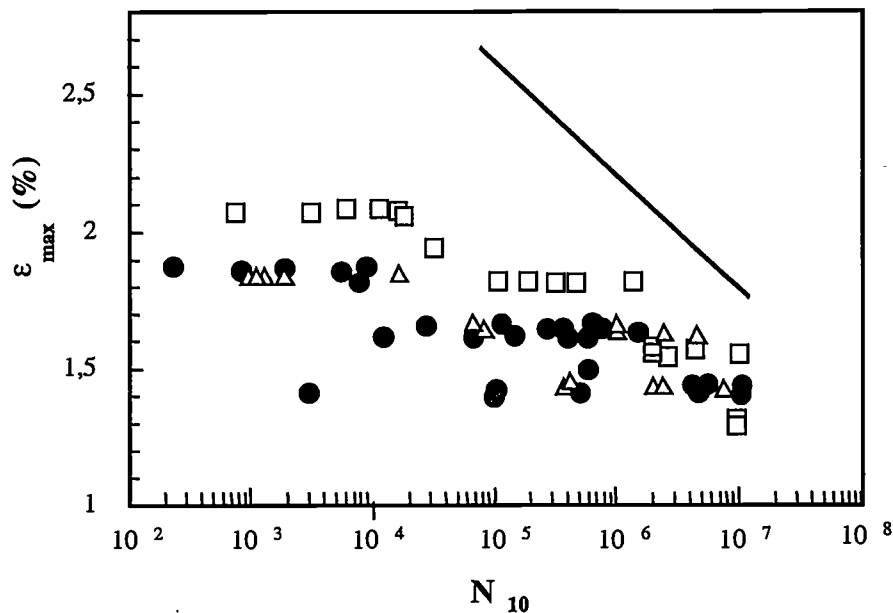


Figure I.3 : courbes de Wöhlher en flexion d'un UD 0° verre / époxy vieilli puis testé en atmosphère ambiante [Vauthier].

- : $M_t=1,5\%$ immersion 50°C - 180 j
- : $M_t=1,5\%$ immersion 60°C - 77 j
- △ : $M_t=1,5\%$ immersion 70°C - 51 j
- : $M_t=1,5\%$ immersion 90°C - 10 j
- : non vieilli

Cette analyse tend à décrire l'interaction entre sollicitations mécaniques et environnementales comme une modification des paramètres d'entrée des processus d'endommagement. Or, la corrosion sous contrainte n'est pas réductible à une synergie entre les effets séparés de la fatigue et de l'humidité. Toute prévision devra donc a minima prendre en compte les paramètres *temps passé sous charge* et *nombre de cycles*. A notre connaissance, aucun modèle ne le permet actuellement. Même dans le cas plus simple d'une sollicitation statique, les modèles utilisables tels quels ne sont pas nombreux : la mécanique de l'endommagement ne prend pas en compte le temps [Suri], les analyses rhéologiques sont manifestement plus adaptées au cas des sollicitations transverses et ne prennent pas en compte la physico-chimie [Schapery]. Alternativement, deux analyses micromécaniques semblent intéressantes [Aveston et al], [Lesko et al]. Elles s'appuient sur l'application aux fibres de renfort du formalisme de chimie-sorption dissociative établi pour le verre massif et permettent de reproduire qualitativement la dépendance entre temps à rupture et effort imposé. Toutefois, l'absence de données expérimentales impose l'identification des paramètres d'activation via

l'ajustement de la prévision sur des essais accélérés. Un dimensionnement conservatif des structures ne saurait donc s'appuyer en l'état sur de telles approches.

1.4 Conclusion

Au vu de cette étude bibliographique, il apparaît capital d'établir directement la nature du mécanisme de corrosion sous contrainte dans les composites et d'en déterminer les paramètres d'activation. Il est toutefois inenvisageable d'accéder par des méthodes spectrographiques directes à la physique de l'interaction moléculaire entre l'eau et le verre au sein d'une matrice. Ces deux objectifs amont seront réalisés concomitamment à un troisième plus pratique, en vérifiant les caractéristiques générales de la cinétique de rupture des monofilaments, telle que prévue par le formalisme de la chimie-sorption dissociative (Chap. 1). Ceci requiert de caractériser une population de fibres soumises à des conditions environnementales et mécaniques uniformes. Le modèle théorique sera donc validé sur écheveau de fibres non imprégnées (Chap. 3) avant d'être appliqué à un Volume Élémentaire Représentatif à la surface d'une poutre de flexion, au sein duquel nous préciserons l'influence du transfert de charge avec la matrice pendant la période de premier endommagement (Chap. 4). Il conviendra par ailleurs de déconvoluer la cinétique de corrosion sous contrainte de celle des autres mécanismes de dégradation, dus au vieillissement et à la fatigue. D'une part, nous nous abstrairons des hétérogénéités de vieillissement dus aux transitoires de diffusion et à la l'hydrolyse en proposant un protocole de vieillissement préalable, basé sur des considérations d'échelle de temps (Chap. 2). D'autre part, le verre ne connaissant pas a priori d'effet spécifique de fatigue cyclique, nous mènerons dans un premier temps notre étude dans le cas d'une sollicitation statique. A la lumière de ces résultats, nous examinerons finalement l'effet des paramètres d'accélération sur la cinétique de perte de raideur d'éprouvettes de flexion en relaxation et en fatigue (Chap. 5).

1 DURABILITE DU VERRE

1.1 EQUILIBRE D'UNE FISSURE

1.2 CINETIQUE DE PROPAGATION

1.3 CAS DU VERRE

1.4 COMPORTEMENT STATISTIQUE D'UNE POPULATION D'EPROUVETTES

1.5 COMPORTEMENT D'UN ECHEVEAU DE FIBRES

1.6 CONCLUSION

1 DURABILITE DU VERRE

Depuis les travaux de [Griffith], la propagation de défauts préexistants est identifiée comme la cause de la rupture du verre : une éprouvette rompt si et lorsque son défaut le plus critique (~le plus grand) s'est propagé jusqu'à la traverser. Cela a lieu si la force motrice de la fissuration est régulièrement non nulle d'une part, après un temps déterminé par la vitesse de fissuration d'autre part. La prévision des propriétés à rupture (durée de vie et résistance mécanique) repose donc sur la construction d'un critère énergétique et d'un modèle cinétique.

Nous expliciterons ces deux points dans le cadre général des matériaux fragiles (§1.1 et §1.2), avant de procéder dans le seul cas du verre au calcul des durées de vie sous sollicitation prolongée (§1.3). Nous aborderons enfin les aspects statistiques liés à la distribution des tailles de défauts dans une population d'éprouvettes (§1.4) ou un écheveau de fibres (§1.5).

Cette analyse critique de l'état de l'art nous permettra de définir le cadre théorique de notre propre étude (§1.6).

1.1 Equilibre d'une fissure

1.1.1 Analyse de Griffith

[Griffith] a explicité l'équilibre d'une fissure à la lumière du premier principe de la thermodynamique : une fissure est stable si pour une variation réversible de sa longueur la variation de son énergie libre est nulle.

Considérons le chargement d'un corps élastique contenant une fissure initialement immobile de longueur a et de largeur unité. La variation de l'énergie totale du système est:

$$dU = (-dW + dU_E) + dU_s \text{ ou } dU = dU_M + dU_s, \quad (1.1)$$

avec W le travail des forces extérieures, U_E l'énergie élastique emmagasinée, $U_M = (-W + U_E)$ l'énergie mécanique totale et U_s l'énergie des surfaces libres.

$$\text{L'équilibre correspond donc à } \frac{\partial U_M}{\partial a} + \frac{\partial U_s}{\partial a} = 0, \quad (1.2)$$

la fissuration réversible à $\frac{\partial U_M}{\partial a} + \frac{\partial U_s}{\partial a} < 0$, (1.3)

la cicatrisation réversible à $\frac{\partial U_M}{\partial a} + \frac{\partial U_s}{\partial a} > 0$. (1.4)

En première approximation $dU_s = 2\gamma da$, (1.5)

avec $2da$ l'accroissement de surface dû à la fissuration et γ l'énergie de surface.

En notant $G = \frac{-\partial U_M}{\partial a}$ le taux de restitution d'énergie mécanique, la condition d'équilibre (équation 1.2) devient $G = 2\gamma$. (1.6)

L'illustration en est donnée par l'expérience de clivage du mica conduite par [Obreimoff], figure 1.1.

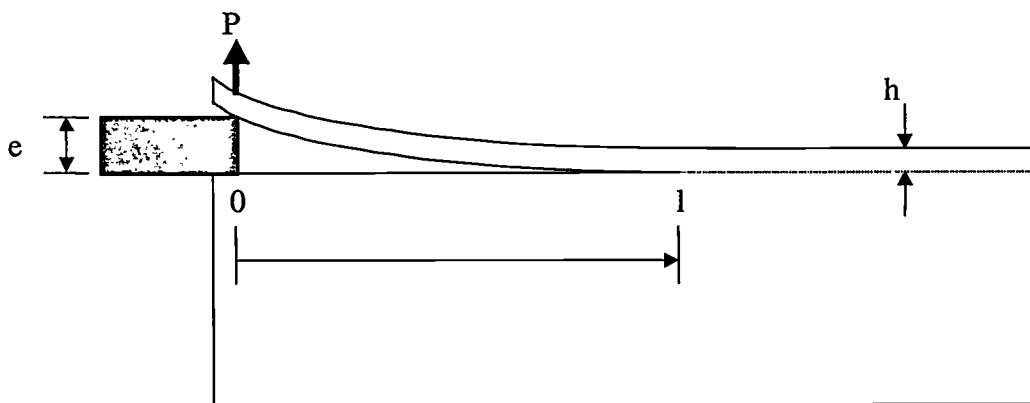


Figure 1.1 : dispositif de clivage du mica d'[Obreimoff].

Dans cette configuration il y a équilibre stable (i.e. l'énergie totale du système connaît un minimum figure 1.2) pour une distance constante entre le bord du coin et le front de fissure :

$$l = \left(\frac{3Ee^3h^2}{16\gamma} \right)^{1/4}, \quad (1.7)$$

où E est le module d'Young du mica.

On observe effectivement à l'introduction du coin que le clivage se propage, puis s'arrête. Si l'on continue d'enfoncer le coin à vitesse constante la fissure se propage à la même vitesse (l reste constante). Inversement, si l'on retire le coin, le clivage se résorbe au moins partiellement.

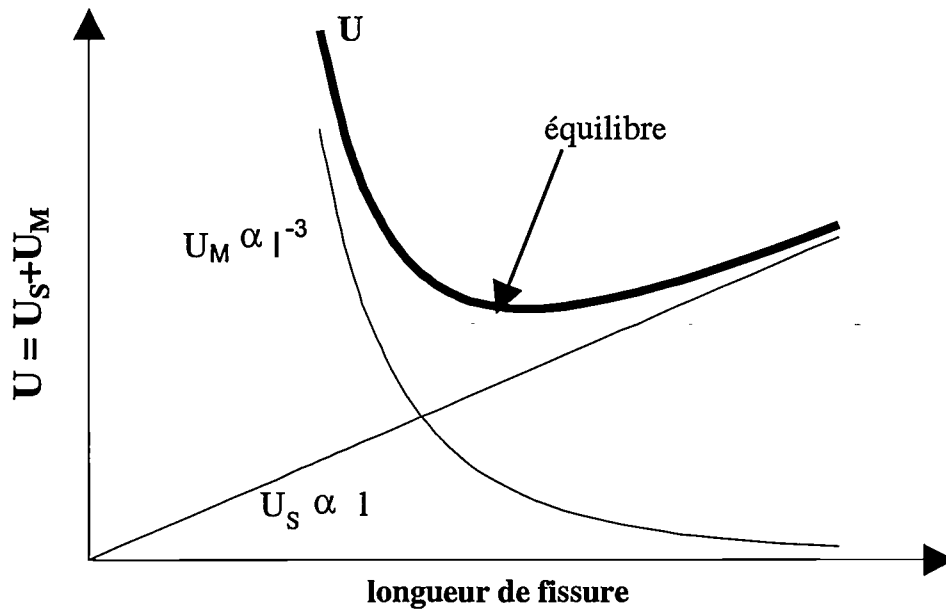


Figure 1.2 : énergie d'une fissure de clivage en fonction de sa longueur, d'après [Lawn].

1.1.2 Notion de ténacité

Le formalisme élaboré par Griffith ne met pas en évidence la résistance propre du matériau à la fissuration. [Irwin] remédie à cette lacune grâce à la mécanique des milieux continus.

Dans un système de coordonnées cylindriques (r, θ) rapporté au front de fissure (figure 1.3), les composantes du tenseur des contraintes sont le produit d'une fonction géométrique de répartition, $f_{ij}(\theta)$, et d'une constante exprimant l'intensité du champ de contrainte, K , :

$$\sigma_{ij} = \left(\frac{f_{ij}(\theta)}{\sqrt{2\pi r}} \right) K. \quad (1.8)$$

Le facteur d'intensité de contrainte dépend du mode d'application et de la valeur des charges, ainsi que de la géométrie de la fissure : en mode I (ou mode d'ouverture, figure 1.3) pour une fissure de longueur a : $K_I = Y\sigma \sqrt{a}$, (1.9)

avec Y un facteur de forme,
 σ la contrainte d'extension.

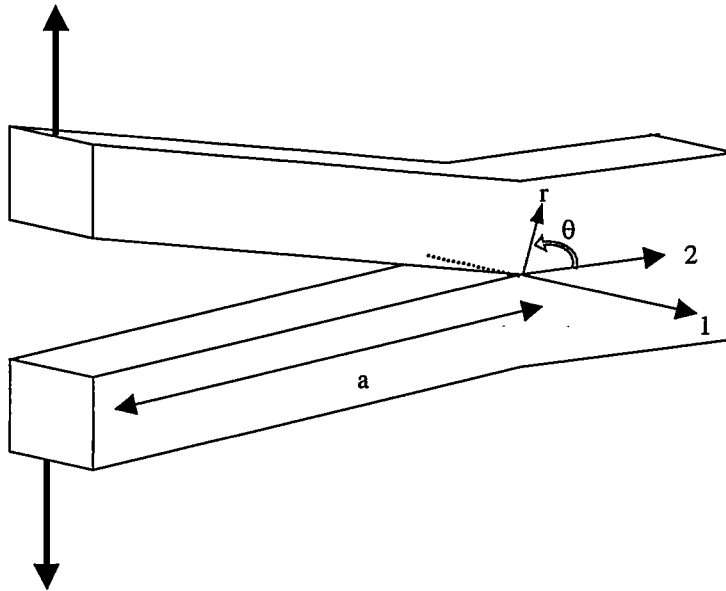


Figure 1.3 : fissure sollicitée en mode I,
axe 1 : front de fissure, axe 2 : direction de propagation.

En élasticité linéaire le calcul du travail de fermeture de la fissure conduit pour chaque mode de chargement à une relation bijective entre G et K . L'équilibre énergétique (1.6) peut donc être traduit par un critère sur le facteur d'intensité de contrainte :

$$K = K_C, \quad (1.10)$$

avec K_C la ténacité, grandeur caractéristique de la résistance du matériau dans le mode de chargement considéré.

$$\text{En mode I} \quad G_I = \frac{K_I^2}{E} \text{ en contraintes planes,} \quad (1.11)$$

$$\text{ou} \quad G_I = \frac{K_I^2}{E} (1-\nu^2) \text{ en déformations planes.} \quad (1.12)$$

$$\text{D'où} \quad K_{IC} = \sqrt{2E\gamma}, \quad (1.13)$$

$$\text{ou} \quad K_{IC} = \sqrt{\frac{2E\gamma}{(1-\nu^2)}}. \quad (1.14)$$

1.1.3 Généralisation

L'analyse développée ci-dessus conduit à considérer la ténacité comme une propriété intrinsèque du matériau. Pourtant, celle de certaines céramiques augmente avec la longueur de la fissure (notion de courbe de renforcement). Inversement, celle du verre diminue fortement en présence d'eau. L'examen des hypothèses émises par [Griffith] permettra d'intégrer ces observations à un critère d'équilibre généralisé.

Premièrement, le solide étant considéré comme idéalement élastique, l'énergie consommée par la propagation de la fissure est assimilée à l'énergie des surfaces nouvelles. Or plasticité, transformation de phase ou pontage de la fissure peuvent s'opposer à la propagation en consommant une partie de l'énergie mécanique disponible. Inversement, le cyclage peut fragiliser le matériau en amont de la fissure. [Irwin] et [Orowan] complètent donc le bilan énergétique (équation 1.1) d'un terme dissipatif (U_D) :

$$dU = dU_M + dU_S + dU_D. \quad (1.15)$$

La résistance à la propagation (R) est alors définie comme l'énergie nécessaire à la création d'une unité de surface : $R = \frac{\partial(U_S + U_D)}{\partial a}$. (1.16)

A l'équilibre $G = R$. (1.17)

Deuxièmement l'énergie de surface dépend des interactions physiques (adsorption) ou chimiques (réaction en front de fissure) avec l'environnement. La quantité $dU_S = 2\gamma_E da$ pourra être identifiée au travail réversible d'adhésion de Dupré mesuré dans l'environnement correspondant [Orowan].

On décomposera donc $R = 2\gamma_E + R_D$, (1.18)
avec $R_D = \frac{\partial U_D}{\partial a}$.

1.2 Cinétique de propagation

1.2.1 Approche théorique

L'évolution d'une fissure n'est pas forcément réversible, notamment lorsque sa vitesse est non nulle. Considérant que pour des vitesses modérées le système connaît une succession d'équilibres contraints, [Rice] généralise l'analyse de [Griffith] aux fissures en mouvement en intégrant un terme entropique au bilan énergétique :

$$dU = -G^* da + TdS. \quad (1.19)$$

avec T la température absolue, S l'entropie et $G^* = G - R$ la force motrice de l'extension ou de la fermeture de la fissure.

Si les échanges caloriques entre le système et l'environnement extérieur sont isothermes alors

$$dU = dQ, \quad (1.20)$$

avec dQ la chaleur échangée.

Le deuxième principe de la thermodynamique nous indique par ailleurs que

$$dS = \frac{dQ}{T} + \Lambda dt, \quad (1.21)$$

avec $\Lambda \geq 0$ la vitesse de création d'entropie et t le temps.

En combinant ces trois équations et en explicitant la vitesse de propagation de la fissure

$v = da / dt$ on obtient :

$$\Lambda = \frac{G^* v}{T}. \quad (1.22)$$

$$\text{Donc } G^* v \geq 0. \quad (1.23)$$

L'équation 1.23 constitue un critère de Griffith généralisé : si $G^* \leq 0$ alors $v \leq 0$, inversement si $G^* \geq 0$ alors $v \geq 0$.

La fonction $v(G^*)$ peut être explicitée grâce à la théorie générale de cinétique des processus [Lawn]. Notons respectivement ΔF^+ et ΔF^- les énergies libres de rupture et de formation d'une liaison inter-atomique.

A l'échelle moléculaire la vitesse (positive ou négative) du processus est la somme statistique des vitesses de destruction et de formation des liaisons inter-atomiques en front de fissure :

$$\xi = v_0 \left[\exp\left(\frac{-\Delta F^+}{kT}\right) - \exp\left(\frac{-\Delta F^-}{kT}\right) \right], \quad (1.24)$$

où k est la constante de Boltzmann, T la température absolue et v_0 la fréquence fondamentale de vibration du système.

En posant d la distance inter-atomique, on peut exprimer la vitesse de propagation ou de cicatrisation de la fissure :

$$v = d \xi. \quad (1.25)$$

En première approximation $\Delta F^\pm = E_a \pm \alpha G^*$, avec E_a et α une énergie et une aire d'activation respectivement, donc

$$v = 2d v_0 \exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right) \sinh\left[\frac{\alpha G^*}{kT}\right]. \quad (1.26)$$

L'allure générale de ce sinus hyperbolique est représentée en figure 1.4. Elle est indifférente à une éventuelle action de l'environnement.

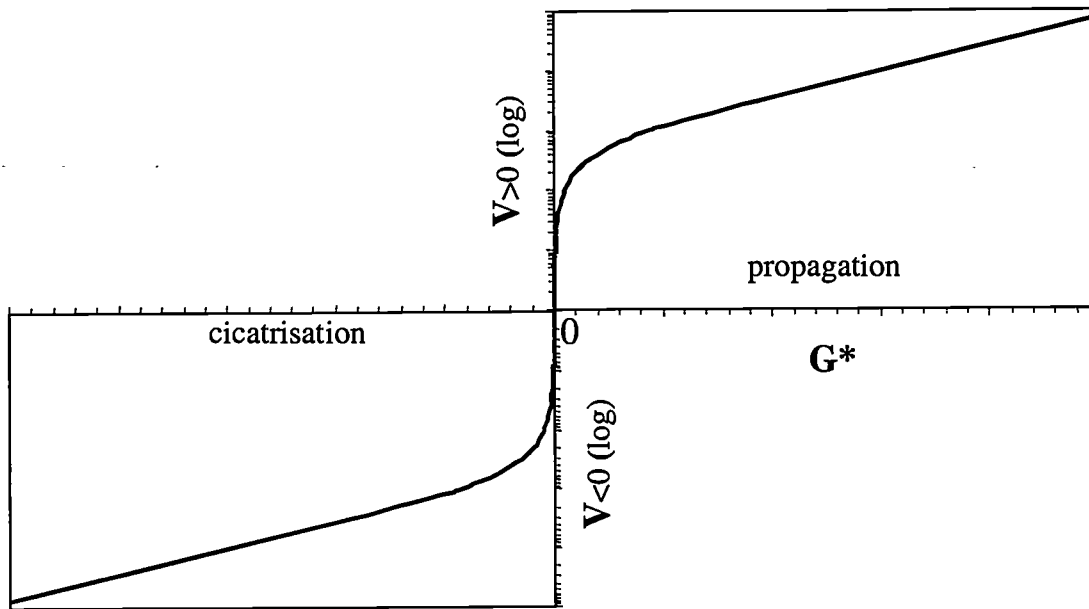


Figure 1.4 : allure de la fonction théorique $v(G^*)$ d'après [Lawn].

Pour $G^* \gg 0$ la vitesse de propagation se simplifie en :

$$v = d v_0 \exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right) \exp\left[\frac{\alpha G^*}{kT}\right]. \quad (1.27)$$

1.2.2 Données expérimentales

Les grandeurs accessibles en première intention sont la vitesse de la fissure v et la contrainte appliquée, donc le facteur d'intensité de contrainte. La figure 1.5 présente dans une échelle semi-log des courbes $v(K)$ caractéristiques, obtenues sur une zircone en milieu inerte (vide secondaire ou huile silicone) et en milieu humide (humidité relative ou immersion).

En milieu inerte, la courbe est linéaire croissante au dessus d'un point d'inflexion ou seuil de non propagation, que l'on peut identifier comme le lieu de l'équilibre énergétique. Elle est réputée dépendre de la cinétique de rupture des liaisons inter-atomiques par voie mécanique.

En milieu humide, les courbes présentent un seuil et une portion linéaire croissante (stade I), puis un palier (stade II) et une seconde portion linéaire croissante (stade III).

Le facteur d'intensité de contrainte au seuil décroît lorsque la concentration en eau augmente, ce qui peut être attribué au déplacement du lieu de l'équilibre énergétique par diminution de l'énergie de surface (γ_E).

Le stade I est réputé dépendre de la cinétique intrinsèque de rupture des liaisons interatomiques en présence d'eau. Sa pente insensible à la concentration en eau est plus faible que dans le cas de la propagation en milieu inerte.

Le stade II est fortement dépendant du degré d'hygrométrie : il serait atteint lorsque la quantité d'eau consommée par la propagation égale celle apportée en front de fissure par la diffusion.

Le stade III rejoint la courbe obtenue en milieu inerte : la propagation serait alors tellement rapide que l'eau ne diffuserait pas assez vite pour suivre le front de fissure.

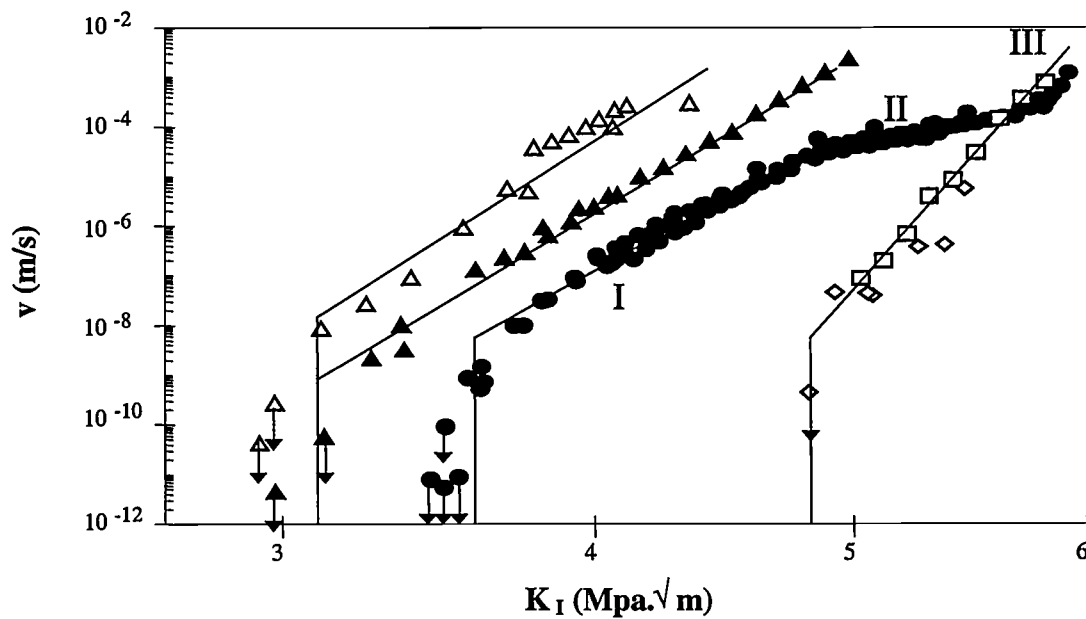


Figure 1.5 : courbes $v(K)$ d'une zircone en milieu humide ou inerte d'après [Chevalier et al].

- | | | | | | |
|---|-------------------------|---|-------------------------|---|----------------------|
| △ | eau distillée à 75°C ; | ▲ | eau distillée à 25 °C ; | ● | air ambiant à 25°C ; |
| □ | huile silicone à 25°C ; | ◇ | vide secondaire à 25°C. | | |

Cette analyse qualitative ne peut être vérifiée sur la seule courbe $v(K)$, qui est la composée des relations $v(G^*)$ et $G^*(K)$ [Lawn]. En effet, sauf à présumer de cette dernière, les stades I et III ne conservent pas a priori la forme en sinus hyperbolique. Plus encore, les phénomènes dissipatifs dépendant de nombreux paramètres, les relations $G^*(K)$ et donc $v(K)$ ne sont pas forcément bijectives.

Dans le cas de la zircone, l'analyse des mécanismes de transformation de phase a permis [Chevalier et al] d'expliciter la relation $G^*(K)$ et de tracer une courbe $v(G^*)$ en milieu humide, figure 1.6 . Elle présente un point d'inflexion et trois stades comme la courbe $v(K)$.

Conformément à la notion d'équilibre la vitesse tend vers 0 lorsque G^* tend vers 0. On retrouve par ailleurs la dépendance mathématique prévue par l'analyse physique :

- la zone d'inflexion et le stade I peuvent être modélisés conjointement par un sinus hyperbolique (équation 1.26) ;
- la vitesse en stade II peut être calculée à partir de la quantité d'eau diffusant jusqu'en front de fissure $v_{II} = Fd$ avec d la distance inter-atomique et F le flux (une molécule d'eau consommée par liaison rompue) ;
- le stade III peut lui aussi être modélisé par un sinus hyperbolique.

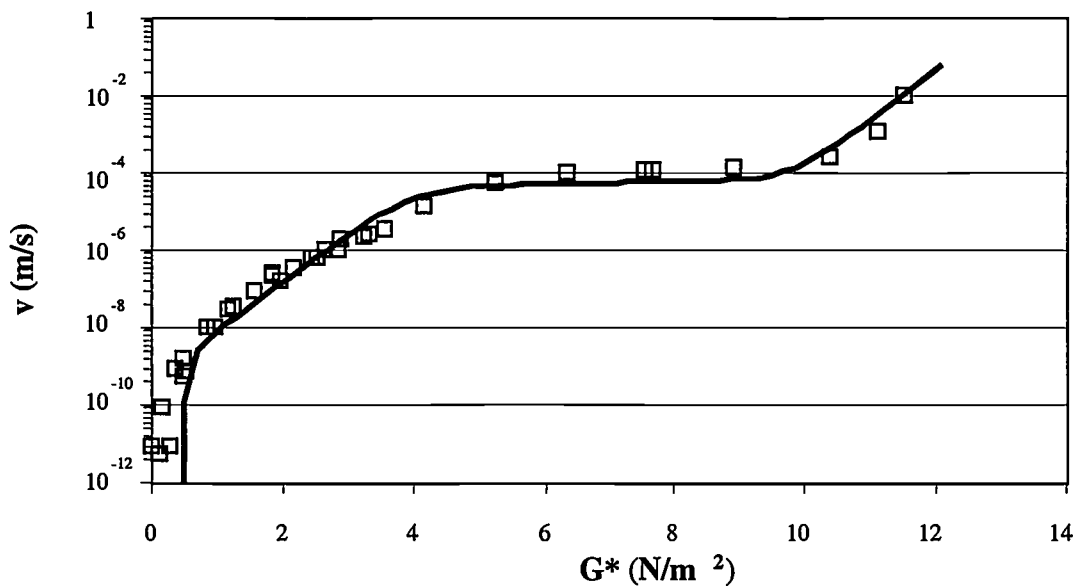


Figure 1.6 : courbe $v(G^*)$ d'une zircone en atmosphère ambiante, données d'après [Chevalier et al].

1.3 Cas du verre

Le verre est le plus souvent caractérisé en traction sous chargement statique (ϵ constante) ou monotone ($\dot{\epsilon}$ constante). Les défauts étant généralement surfaciques, ceux présents sur les bords parallèles à la direction de sollicitation sont globalement en mode I.

Dans cette configuration, le taux de restitution d'énergie mécanique augmente continûment avec la longueur de la fissure. Le verre ne connaissant pas de phénomène de renforcement,

c'est à dire d'augmentation du taux de dissipation d'énergie avec la longueur de la fissure, la force motrice augmente continûment sitôt la propagation amorcée. L'équilibre est donc instable (i.e. il correspond à un maximum d'énergie figure 1.7) : dès qu'il est dépassé la fissuration s'accélère jusqu'à la rupture de l'échantillon.

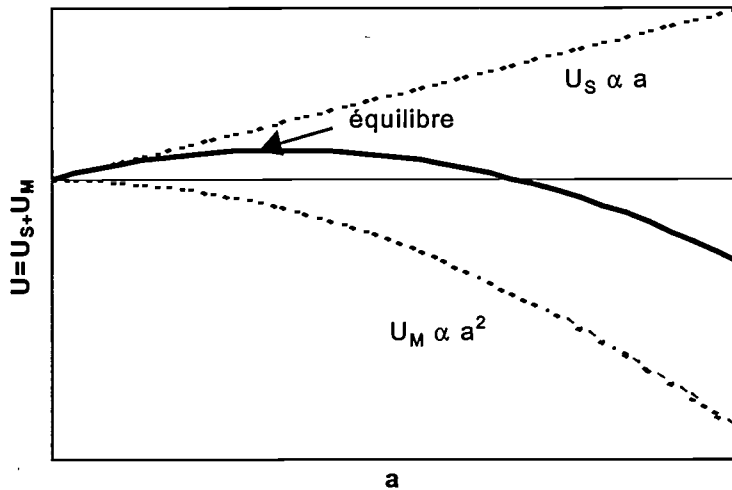


Figure 1.7 : énergie d'une fissure dans un corps élastique sous sollicitation statique en mode I, d'après [Lawn].

En milieu inerte cette rupture intervient quasi instantanément ($K_I = K_{IC}^+$) ou jamais ($K_I < K_{IC}$). Ce caractère brutal peut être attribué à une augmentation très rapide de la vitesse avec la force motrice, comme observé sur la courbe $v(K)$ de la zircone. Cela a régulièrement conduit à considérer la ténacité comme une grandeur caractéristique de la rupture, nonobstant sa définition comme le lieu de l'équilibre énergétique.

En milieu humide on observe des ruptures différées pour des sollicitations parfois très faibles. Ce phénomène appelé fatigue statique pose un problème de dimensionnement et a donc motivé un grand nombre d'études tant sur les mécanismes d'action de l'eau, la cinétique de propagation, que la prévision des durées de vie. Toutefois, la confusion sur la nature de la ténacité a souvent induit un biais fondamental. En effet pour de nombreux auteurs le défaut croît à vitesse lente jusqu'à rupture explosive pour une taille critique a_c telle que la ténacité en milieu inerte soit atteinte :

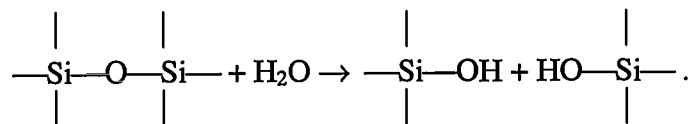
$$a_c = K_{IC}^2 \sigma_{app}^{-2} Y^{-2}. \quad (1.28)$$

Mais, soit la ténacité est mesurée en milieu inerte et donc ce scénario n'ont aucune signification en milieu humide, soit la propagation lente (dite *sous critique*) a lieu en dessous

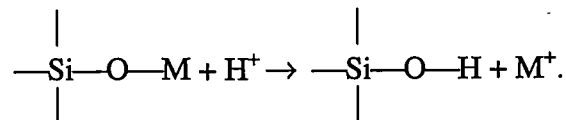
de l'équilibre et échappe donc au premier principe de la thermodynamique. Les conséquences en sont multiples tant pour l'analyse des cinétiques de propagation que pour les calculs durabilistes ; nous les signalerons au cas par cas en présentant l'état de l'art.

1.3.1 Action de l'eau

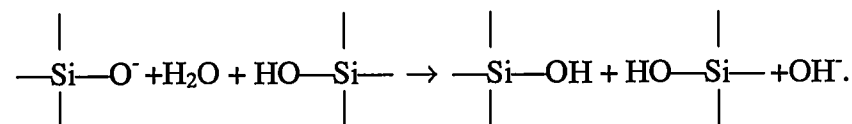
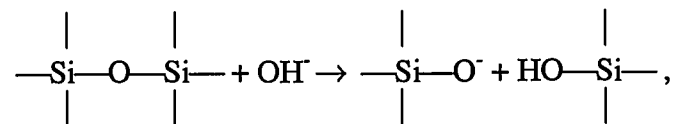
Elle est réputée procéder d'un phénomène de chimi-sorption dissociative : après adsorption en front de fissure, une molécule d'eau hydrolyse un pont siloxane à une vitesse dépendant de l'extension des liaisons inter-atomiques [Michalske & Bunker]. Le bilan chimique de la réaction est :



Concernant les verres alcalins dont le verre E, cette réaction peut être accélérée voire occultée par l'extraction des ions alcalins superficiels (sodium, aluminium...) et leur remplacement par des protons :



Dans l'eau cette réaction entraîne la basification progressive du milieu [Wiederhorn, 2]. L'hydrolyse des ponts siloxanes est alors catalysée selon le scénario établi par [Charles & Hillig] :



En milieu confiné comme dans un composite, ceci conduit in fine à la précipitation de sels alcalins [Jones et al].

En immersion dans un acide fort, les quantités d'ions extraits sont plus importantes [Metcalf & Schmitz]. La diminution conséquente du volume spécifique des couches superficielles conduit à leur mise en tension voire à leur fissuration spontanée, figure 1.8.

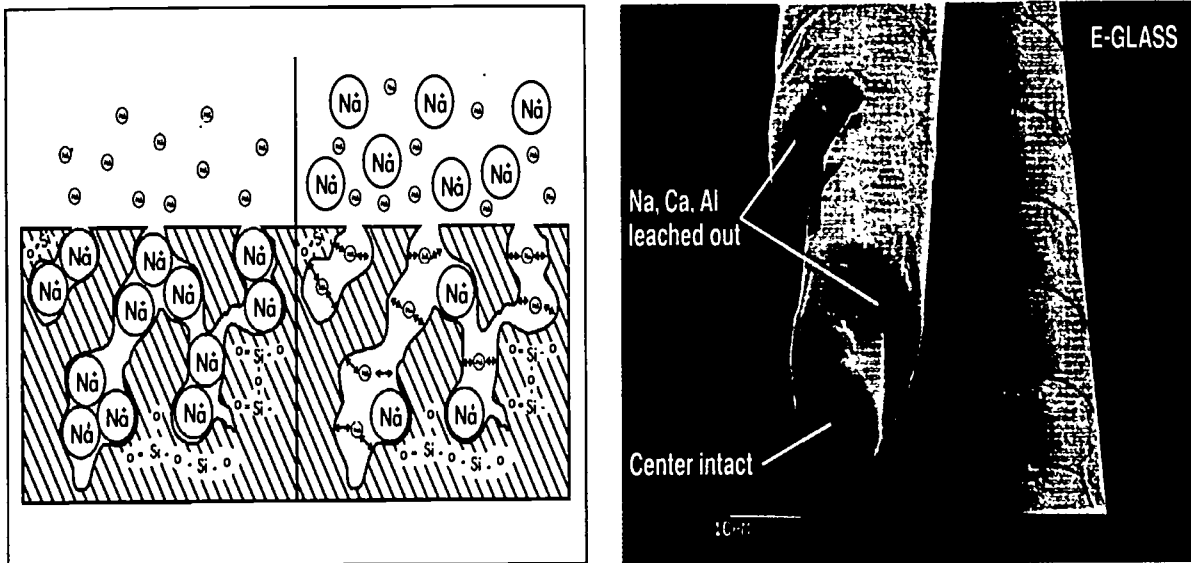


Figure 1.8 : principe et conséquences de l'extraction ionique, [OCF].

1.3.2 Courbes de propagation

L'estimation de l'énergie de surface du verre à partir des mesures de ténacité [Zarzycki] est deux à trois fois supérieure aux valeurs obtenues par des moyens physiques [Lawn], ce qui révèle des phénomènes dissipatifs non négligeables. Pourtant, excepté dans le cas des défauts d'indentation qui connaissent une plasticité localisée, le bilan énergétique de la fissuration n'est jamais explicité. L'analyse des cinétiques de propagation s'appuie donc exclusivement sur les courbes $v(K)$. Malgré des incertitudes élevées, celles-ci présentent généralement les trois stades caractéristiques précédemment décrits (cf. §1.2.2).

Plusieurs formes mathématiques concurrentes sont réputées pouvoir décrire le stade I [Bubel et Matthewson], [Tomozawa 2] :

- $v = A_1 K^{n_1}$, (1.29)

- $v = A_2 \exp(n_2 K)$, (1.30)

- $v = A_3 \exp(n_3 K^2)$. (1.31)

Le coefficient de fatigue statique n est fonction de la nature chimique du verre et de l'environnement. Dans l'eau ou en atmosphère humide il est compris entre 15 et 40 (loi puissance); il diminue dans les solutions acides [Cowking et al, 1] ou en présence d'un revêtement organique [Ritter]. Les stades II et III sont généralement peu étudiés car ils sont de moindre importance pratique (cf. §1.3.3). Quant au seuil, sa mise en évidence délicate (cf. §3.1) et la notion de propagation sous-critique ont souvent conduit soit à l'ignorer [Bubel & Matthewson], soit à le remettre en cause [Höhne & Ullner].

La seule courbe $v(K)$ publiée à notre connaissance pour le verre E ne présente ainsi que le stade I (figure 1.9). L'estimation du coefficient de fatigue statique n est de 15 (loi puissance).

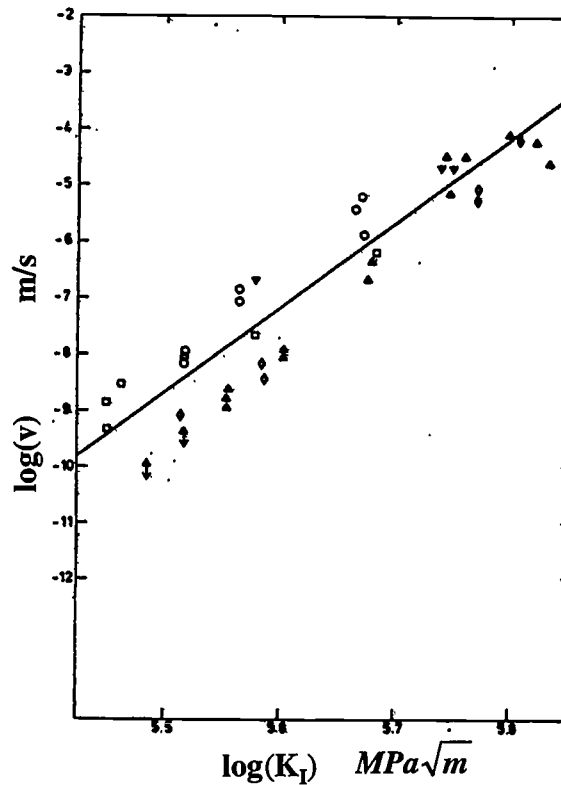


Figure 1.9 : courbe $v(K)$ du verre E massif dans l'eau d'après [Aveston et al].

1.3.3 Prédiction des durées de vie

Le temps à rupture d'une pièce t_f est le temps nécessaire à un défaut pour la traverser, c'est à dire pour se propager de sa taille initiale a_0 à ϕ le diamètre de la section où il se situe.

Le verre ne connaissant pas d'effet de cyclage ou de renforcement, la vitesse de propagation d'un défaut à un instant t est réputée ne dépendre que de son facteur d'intensité de contrainte, c'est à dire de sa taille et de la contrainte appliquée.

Considérons une sollicitation prolongée périodique ou statique. La durée de vie d'une pièce sera infinie si, pour la contrainte maximale imposée, le facteur d'intensité de contrainte du défaut le plus critique dans son état initial est inférieur au seuil. Elle sera finie dans le cas contraire ; le calcul pourra en être fait par intégration de l'égalité $v = da/dt$ de $t = 0$ à t_f et de $a = a_0$ à ϕ en explicitant la loi de propagation.

Les stades II et III correspondant à des sollicitations élevées (i.e. des temps de vie très courts), on ne s'intéresse généralement qu'aux défauts se propageant initialement en stade I. Etant donné les vitesses mises en jeu, on néglige alors la contribution des stades II et III au temps de propagation. Par ailleurs, on néglige implicitement que, compte tenu des variations de sollicitation, un défaut pourra se propager à certains moments et être stable à d'autres. La modélisation de la loi de propagation est donc réduite au stade I. Une littérature abondante discute du choix de la forme mathématique adéquate : en effet si les estimations numériques des temps de vie sont identiques sur le domaine d'identification des paramètres des différentes lois, elles divergent aux faibles facteurs d'intensité de contrainte [Matthewson]. Toutefois, ce choix ne semble critique que par méconnaissance du seuil qui borne l'intervalle d'intégration mais qui est complètement négligé par la littérature.

Nous exposerons donc les calculs analytiques les plus simples, c'est à dire ceux réalisés avec une loi de propagation puissance.

$$v = AK_I^n \text{ et } K_I = \sigma(t)Y\sqrt{a},$$

$$\text{donc } dt = \frac{da}{A\sigma(t)^n Y^n a^{\frac{n}{2}}}. \quad (1.32)$$

Par défaut d'informations, Y est implicitement considéré comme constant ($\approx \sqrt{\pi}$),

$$\text{donc } \int_0^{t_f} \sigma(t)^n dt = \int_{a_0}^{\phi} \frac{da}{AY^n a^{\frac{n}{2}}} \quad (1.33)$$

$$\text{et } \int_0^{t_f} \sigma(t)^n dt = \frac{1}{AY^n} \frac{2}{2-n} \left[a^{\frac{2-n}{2}} \right]_{a_0}^{\phi}. \quad (1.34)$$

Compte tenu des ordres de grandeur de n , a_0 et ϕ , on peut négliger le premier terme de l'intégrale,

$$\text{donc } \int_0^{t_f} \sigma(t)^n dt \approx \frac{2a_0^{2-n}}{AY^n(n-2)}. \quad (1.35)$$

nota : remplacer Φ par $a_c = K_{IC}^2 \sigma_{app}^{-2} Y^{-2}$ n'a pour effet que de limiter la validité de l'approximation à $\sigma_{app} < 0,5 \sigma_i$ environ.

$$\text{Or } K_{IC} = \sigma_i (a_0)^{1/2} Y,$$

avec σ_i la résistance mécanique de la pièce telle qu'elle aurait été mesurée en milieu inerte. (Nous montrons en annexe A1 que cette égalité n'est valable que si la vitesse de chargement est très lente.)

Donc :

$$\int_0^{t_f} \sigma(t)^n dt = \frac{2K_{IC}^{2-n} \sigma_i^{n-2}}{AY^2(n-2)}. \quad (1.36)$$

Pour tout chargement périodique à l'échelle de la durée de vie de la pièce $\int_0^{t_f} \sigma(t)^n dt \propto t_f$, donc

l'équation 1.36 pourra donc être écrite

$$t_f = \frac{2K_{IC}^{2-n} \sigma_i^{n-2}}{AY^2(n-2)\lambda\sigma_{max}^n}, \quad (1.37)$$

$$\text{avec } \sigma_{max} \text{ la contrainte maximum et } \lambda = \frac{1}{t} \int_0^t \left(\frac{\sigma(t)}{\sigma_{max}} \right)^n dt. \quad (1.38)$$

Dans le cas d'un chargement statique $\sigma(t) = \sigma_{app} = \sigma_{max}$ et $\lambda = 1$ donc

$$t_f = \frac{2K_{IC}^{2-n} \sigma_i^{n-2}}{\sigma_{app}^n AY^2(n-2)}. \quad (1.39)$$

Vérifier directement ces résultats suppose d'une part que l'on dispose d'une courbe $v(K)$ pour estimer A et n , d'autre part que l'on puisse accéder à σ_i . A défaut de pouvoir réaliser sur une même éprouvette un essai prolongé et un essai monotone, on montre généralement que le logarithme du temps à rupture moyen d'un groupe d'éprouvettes varie linéairement avec le logarithme de la contrainte appliquée (figure 1.10).

On peut par ailleurs utiliser des éprouvettes à la surface desquelles on aura créé un défaut connu et reproductible. [Lü] a ainsi pu prévoir numériquement la durée de vie en fatigue d'éprouvette entaillées.

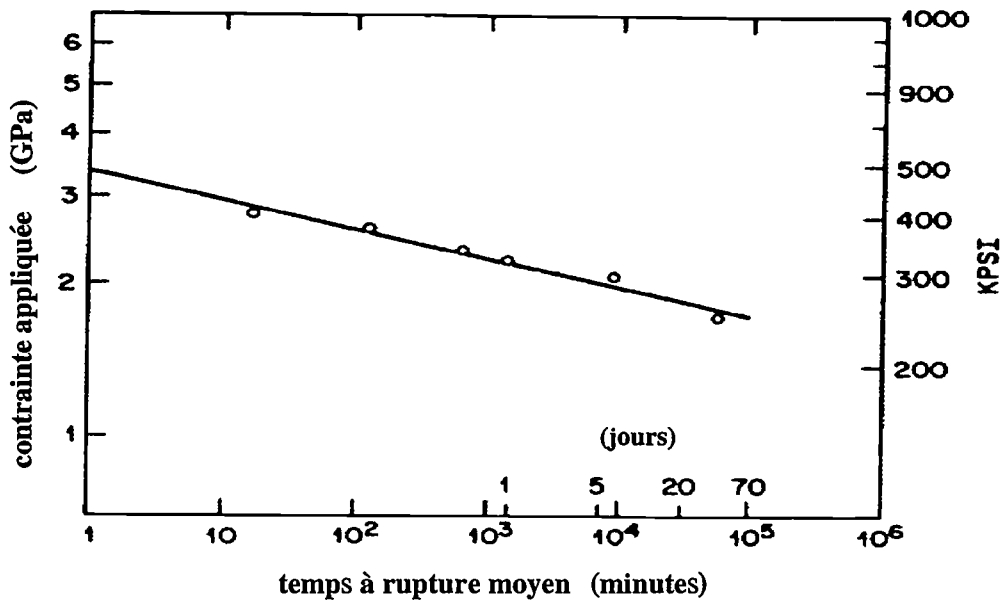


Figure 1.10 : courbe de fatigue statique de fibres optiques, d'après [Wang et al].

1.4 Comportement statistique d'une population d'éprouvettes

Au sein d'une population d'éprouvettes issues du même procédé de fabrication, la distribution des tailles de défauts induit une distribution des propriétés à rupture qui peut être décrite par la théorie du maillon le plus faible.

Chaque éprouvette de longueur L est représentée comme l'association en série de N maillons indépendants de longueur dx, dont un seul suffit à entraîner la rupture. La probabilité de survie de l'éprouvette (S) est donc le produit de la probabilité de survie de tous les maillons

$$(s) : S = \prod_N s. \quad (1.40)$$

Pour une section constante [Weibull] a suggéré que la résistance mécanique des maillons suit une distribution de type :

$$r(\sigma) = 1 - s(\sigma) = \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_M} \right)^m dx \quad (1.41)$$

σ_u est la résistance mécanique minimum d'un maillon (pour le verre on considèrera que $\sigma_u=0$), m caractérise la largeur de la distribution et σ_M est un facteur d'échelle qui situe la résistance moyenne des maillons.

Des équations 1.40 et 1.41 on tire : $S = \prod_N \left(1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_M}\right)^m\right) dx$. (1.42)

Comme $\left(\frac{\sigma}{\sigma_M}\right)^m dx \ll 1$ et N très grand il vient

$$S = \exp\left(-\int_0^L \left(\frac{\sigma}{\sigma_M}\right)^m dx\right). \quad (1.43)$$

Si comme lors d'un essai de traction la contrainte est uniforme dans l'éprouvette, on obtient

$$S(\sigma) = \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_M L^{-1/m}}\right)^m\right). \quad (1.44)$$

A l'échelle macroscopique, l'exposant m (ou module de [Weibull]) caractérise encore la largeur de la distribution des résistances mécaniques. Pour des échantillons de longueur L le facteur d'échelle devient $\sigma_0 = \sigma_M L^{-1/m}$ (la valeur moyenne étant $\sigma_{moy} = \sigma_0 \Gamma(1 + 1/m)$ avec $\Gamma(1 + 1/m) \approx 1$ pour les valeurs usuelles de m). On écrit donc généralement :

$$S(\sigma) = \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right). \quad (1.45)$$

D'où $\log[-\ln(S)] = m \log[\sigma] - m \log[\sigma_0]$. (1.46)

Cette dépendance est généralement bien vérifiée : sur un grand nombre d'éprouvettes identiques les distributions expérimentales des résistances mécaniques sont linéaires dans une représentation dite de [Weibull], $\log(-\ln(S)) = f(\log(\sigma))$, figure 1.11. On identifie alors m à la pente de la droite puis on calcule σ_0 à partir de l'ordonnée à l'origine.

Si l'on veut utiliser ces résultats pour une seconde population d'éprouvettes de même nature et de longueur différente, on écrira :

$$S(\sigma) = \exp\left(-\frac{L}{L_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right), \quad (1.47)$$

avec L_0 la longueur des éprouvettes de référence et L la longueur des éprouvettes dont on veut prévoir les propriétés.

Nous examinerons en annexe A1 l'effet de la vitesse de chargement et de l'humidité sur les distributions des résistances mécaniques.

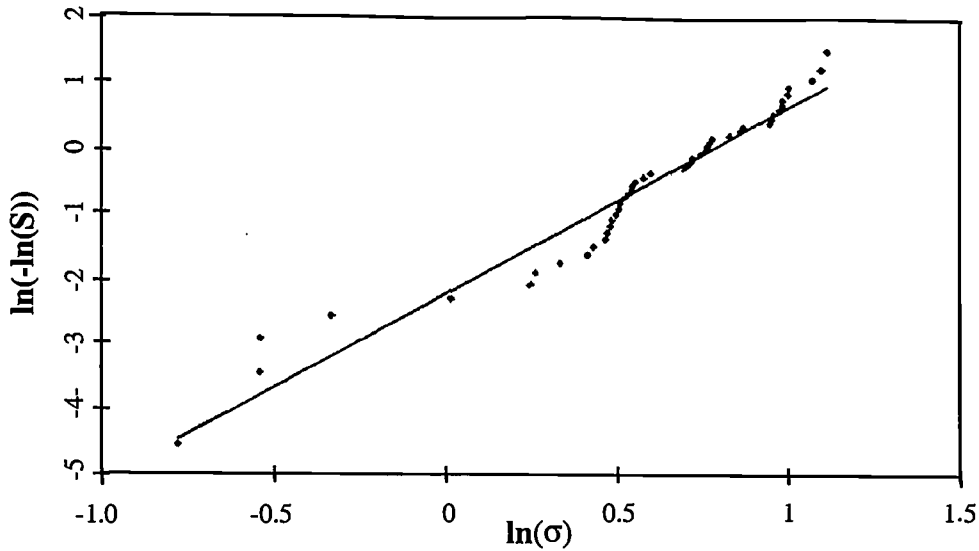


Figure 1.11 : distribution des résistances mécaniques (représentation de [Weibull]) de monofilaments de verre E d'après [Zinck et al].

Des considérations analogues pourraient conduire à la construction d'une loi statistique sur les durées de vie sous sollicitation prolongée. Celle-ci est généralement construite en couplant la distribution des résistances mécaniques (éq. 1.45) et la relation entre résistance et temps à rupture (éq. 1.37).

Cette dernière est implicitement considérée comme bijective, ce qui suppose que le facteur de forme n n'est pas distribué. Cette hypothèse peut se justifier si l'on considère que la variation $Y(a)$ a pu être négligée dans les calculs de la durée de vie, et que tous les défauts tendent vers le même facteur de forme (longueur importante et rayon de courbure proche de la distance inter-atomique).

On peut alors montrer que les distributions des temps à rupture et des résistances mécaniques sont de même nature statistique [Lü]. Ainsi en injectant l'expression de σ donnée par l'équation 1.37) dans l'équation 1.45, on obtient :

$$S(t) = \exp\left[-t^{\frac{m}{n-2}} \lambda^{\frac{m}{n-2}} \sigma_{\max}^{\frac{mn}{n-2}} C\right], \quad (1.48)$$

$$\text{où } C = \left(\frac{(n-2)AY^2}{2K_{IC}^{2-n} \sigma_0^{n-2}}\right)^{\frac{m}{n-2}} \text{ et } \lambda = \frac{1}{t_0} \int_0^t \left(\frac{\sigma(t)}{\sigma_{\max}}\right)^n dt.$$

La forme de la fonction $S(t)$ a largement été vérifiée pour des populations d'éprouvettes massives sous sollicitation statique :

- dans une représentation de [Weibull] $\log(-\ln(S)) = f(\log(t))$ on obtient une droite, dont la pente vaut $\frac{m}{n-2}$ selon l'équation 1.48 (figure 1.12) ;
- le logarithme du temps à rupture moyen positionnant cette distribution varie linéairement avec le logarithme de la contrainte appliquée, selon une pente que l'équation 1.46 nous dit valoir $-n$ (figure 1.10).

Ces deux moyens de calculer n sont généralement convergents, mais les estimations peuvent tout de même varier de plus de 20% [Jakus & Coyne].

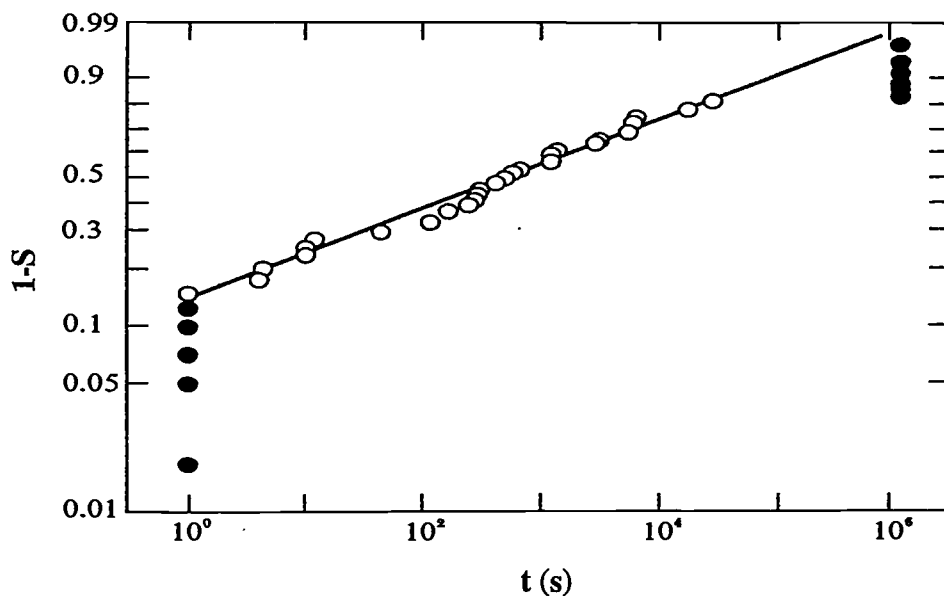


Figure 1.12 : distribution des durées de vie (représentation de [Weibull]) d'éprouvettes d'alumine sous sollicitation statique en humidité relative d'après [Wiederhorn & Fuller].

Les cercles noirs en tête ou queue de distribution correspondent à des ruptures précoces ou des survivantes.

En procédant au calcul du facteur λ grâce à une estimation préalable de n , [Lü] a par ailleurs montré que la probabilité de survie en un temps donné est la même pour deux essais statique et cyclique tels que $\sigma_{app} = \lambda^{1/n} \sigma_{max}$. La synthèse de ses résultats dans un diagramme SPT (pour Strength-Probability-Time) donne à tout instant une courbe $\log(-\ln(S)) = \log(\sigma_{equ} = \lambda^{1/n} \sigma_{max})$ linéaire de pente approximative $\frac{mn}{n-2}$, comme prévu par l'équation 1.48.

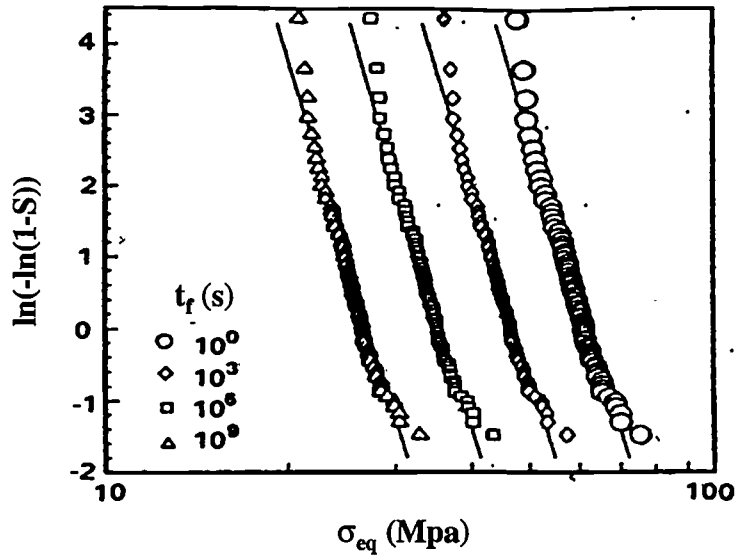


Figure 1.13 : $\log(-\ln(S)) = f[\log(\sigma_{\text{equ}} = \lambda^{1/n} \sigma_{\text{max}})]$, éprouvettes de verre sous sollicitation statique (trait plein) ou cyclique (symboles) en humidité relative, d'après [Lü].

1.5 Comportement d'un écheveau de fibres

Les calculs précédents peuvent a priori être transposés aux fibres dans un écheveau sollicité en traction à déplacement imposé : les fibres étant d'une part parallèles et d'autre part purement élastiques, elles connaissent toutes la même déformation ($\epsilon = \delta l / l$) et la même contrainte ($\sigma = E \epsilon$). Il a effectivement pu être vérifié la probabilité de rupture des monofilaments au sein d'un écheveau sous sollicitation statique ou monotone suit une statistique de Weibull sur le temps ou la déformation [Cowking et al, 1&2] figure 1.14. Pour plus de simplicité les équations 1.45 et 1.48 seront réécrites :

$$\boxed{S(\sigma) = \exp\left(-\left(\frac{\epsilon}{\epsilon_0}\right)^m\right)}, \quad (1.47)$$

$$\text{et } \boxed{S(t) = \exp\left[-t^{\frac{m}{n-2}} \lambda^{\frac{m}{n-2}} \epsilon_{\text{max}}^{\frac{mn}{n-2}} C\right]}, \quad (1.48)$$

$$\text{avec } C = \left(\frac{E^n (n-2) A Y^2}{2 K_{IC}^{2-n} \epsilon_0^n}\right)^{\frac{m}{n-2}}$$

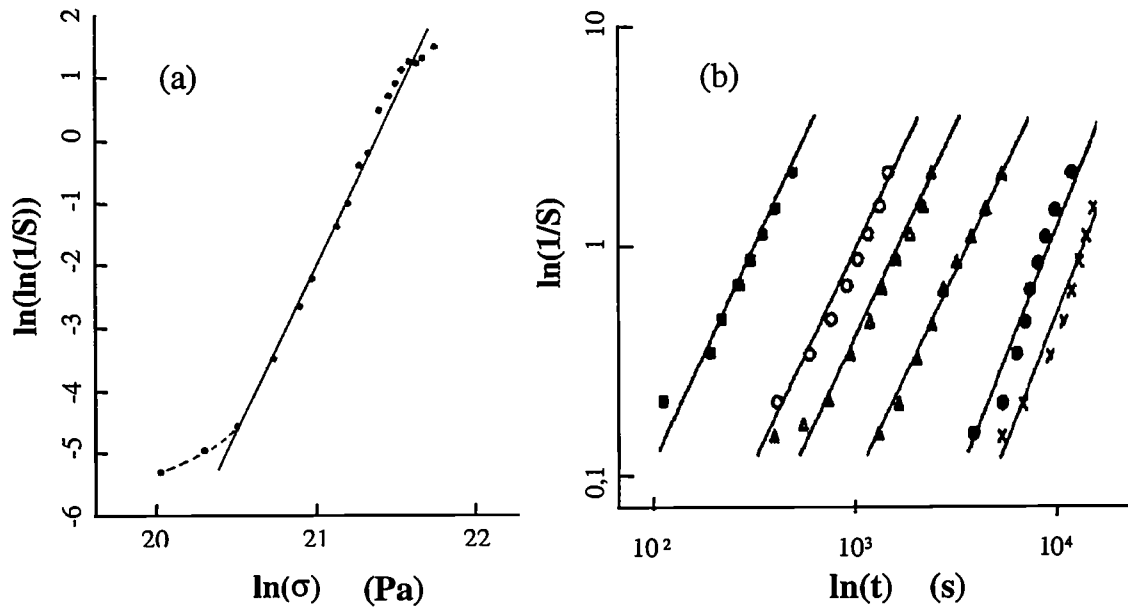


Figure 1.14 : distribution des résistances mécaniques ou des temps à rupture dans un écheveau de fibres de verre E sous déplacement imposé (a) monotone en air ambiant ou (b) statique en immersion, d'après [Cowking et al, 1&2].

Dans le cas d'une sollicitation à effort imposé, la rupture progressive des monofilaments entraîne l'augmentation de la charge subie par les survivants jusqu'à la rupture de l'écheveau. [Aveston et al] ont montré que la cinétique de rupture des fibres est obtenue par la résolution d'une équation différentielle :

$$\left[\left(\frac{P}{N_0 \alpha \sigma_0} \right)^{n-2} S(t) - \frac{S(t)^{n-1} (\ln S(t))^{\frac{n-2}{m}-1}}{m} \right] \frac{dS(t)}{N_0 dt} = \frac{AK_{IC}^{n-2} Y^2 \sigma_0^2 P^n}{2(N_0 \sigma_0 \alpha)^n}, \quad (1.51)$$

avec P la charge imposée, N_0 le nombre de fibres dans l'écheveau, α la section d'une fibre, S la probabilité de survie, σ_0 et m les caractéristiques de la distribution des résistances mécaniques, A et n les paramètres de la loi de propagation.

Par ailleurs, l'équation 1.51 permet d'expliquer la relation expérimentale linéaire de pente $-n$ entre le logarithme du temps à rupture de l'écheveau et le logarithme de la charge appliquée [Aveston et al]. Ce dernier résultat est encore vérifié sur mèche de fibres imprégnée d'une matrice organique [Aveston et al], ce qui suggère qu'en première approximation la cinétique d'endommagement d'un composite unidirectionnel serait celle d'un quasi écheveau de fibres indépendantes les unes des autres.

1.6 Conclusion

La rupture des fibres de verre en milieu humide semble donc pouvoir être décrite par un formalisme associant une distribution statistique des tailles de défauts sur les monofilaments et une loi de propagation. Un des objectifs de cette étude sera d'examiner si ce formalisme et une hypothèse décrivant un volume élémentaire représentatif au sein d'un composite comme un quasi-écheveau permettent de décrire la phase de premier endommagement de ce dernier.

Afin de définir notre démarche, nous examinerons a priori les modalités d'utilisation des équations donnant la probabilité de survie des fibres en fonction du temps et de la déformation (§1.5), puis leur pertinence dans les conditions hygrothermiques vues par le verre au sein d'un composite.

D'après l'équation 1.50 la probabilité de survie des fibres peut être calculée pour toute sollicitation statique ou cyclique à partir des seuls paramètres C , m et n . Leur identification ne requiert théoriquement que deux essais : un essai monotone en milieu inerte pour obtenir m via la pente de $\log(-\ln(S)) = f(\log(\epsilon))$, un essai statique en milieu humide pour obtenir C et n via l'ordonnée à l'origine et la pente de $\log(-\ln(S)) = f(\log(t))$. Pratiquement les estimations statistiques de n s'avèrent insuffisamment précises pour être plus que descriptives [Lawn]. Il nous appartiendra donc d'en proposer une nouvelle pour questionner les capacités prédictives du modèle.

Dans le cas de fibres voyant des quantités d'eau limitées diffusant à travers une matrice organique, on peut par ailleurs s'interroger sur l'hypothèse de défauts se propageant tous en stade I qui préside aux calculs précédents. Sa validité est en effet soumise aux conditions hygrothermiques :

- en immersion directe, le stade I occupe un très large intervalle de facteur d'intensité de contrainte, la courbe $\log(\ln(1/S))$ ne montre donc pas d'écart à la linéarité (cf. figure 1.14) ;
- en humidité relative, on observe par contre des déviations positives (ruptures précoces) et négatives (survivants) en tête et queue de distribution, que l'on peut attribuer aux stades II/III et au seuil respectivement (cf. figure 1.12).

Or la proportion de fibres ne connaissant jamais la rupture est une information capitale pour le dimensionnement d'un composite. Il paraît donc nécessaire de caractériser et de prendre en compte le seuil de non propagation.

Afin de répondre à ce double objectif, il nous a semblé pertinent de coupler l'analyse statistique des résistances mécaniques et des durées de vie au tracé de la courbe $v(K)$, qui fournira des estimations du seuil K_{IS} et du coefficient n . Toutefois, la cinétique de propagation est très difficile à caractériser sur une éprouvette massive et le sera encore plus à l'échelle de monofilaments de faible diamètre dans un composite. Nous proposerons une méthode basée sur un appariement statistique des distributions des résistances mécaniques et des temps à rupture au sein d'une population de fibre représentative (cf. Chap. 3). L'ensemble de notre approche repose donc sur l'acquisition des cinétiques de rupture de fibres sous sollicitation monotone et statique.

2 MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2.1 MATERIAUX

2.2 METHODES DE CARACTERISATION

2.3 PROTOCOLE DE VIEILLISSEMENT

2 Matériaux et techniques expérimentales

Dans le cadre de la démarche exposée en conclusion de l'analyse bibliographique, nous aborderons successivement des configurations de complexité croissante :

- écheveau de fibres sous sollicitation statique,
- composite de laboratoire préalablement vieilli sous sollicitation statique de relaxation,
- portion de structure préalablement vieillie sous sollicitation statique puis cyclique.

A chacune de ces étapes correspondent des moyens d'investigation des cinétiques de rupture des fibres :

- la traction instrumentée en émission acoustique ;
- la flexion instrumentée en analyse d'images;
- le suivi de la perte de raideur d'éprouvettes de flexion en fatigue.

Les deux premières techniques permettent d'accéder directement à un nombre de fibres rompues en fonction du temps ou de la déformation, selon que l'essai est statique ou monotone. L'utilisation de la perte de raideur comme traceur de l'endommagement repose sur l'établissement, à l'aide de l'analyse d'images, d'une relation empirique entre une quantité locale de ruptures de fibres et la raideur macroscopique de l'éprouvette de flexion. Cela résout deux problèmes : d'une part l'insuffisante transparence du matériau industriel pour le soumettre à la détection optique, d'autre part la nécessité de procéder à des essais de fatigue cyclique.

2.1 Matériaux

Le matériau industriel qui nous a été soumis se présente sous la forme de poutres unidirectionnelles courbes de section droite. Cette géométrie correspond à une portion de structure porteuse destinée à l'exploitation pétrolière off-shore. La flexion trois points sera considérée comme représentative des sollicitations en service. Cette configuration particulière et un taux de porosité important nous ont conduits à produire un matériau plan de même nature mais de meilleure qualité du point de vue de l'imprégnation, afin de pouvoir mener des observations microscopiques in situ.

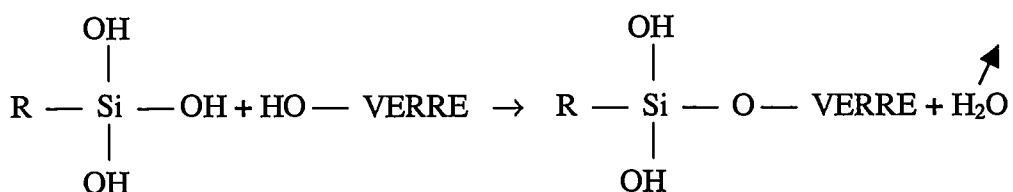
2.1.1 Fibres

Les fibres utilisées sont d'une nuance de verre E (E_{CR} ou Advantex ©, Owens Corning Fiberglass) développée pour augmenter sa résistance à l'extraction ionique. Sa composition est surtout caractérisée par l'absence de bore (tableau 2.1). Sa masse volumique est de $2,6 \text{ g/cm}^3$, son module de $72,5 \text{ GPa}$ et sa ténacité de $0,7 \text{ MPa.m}^{0,5}$, données fournies par OCF.

Composition moyenne (%)	Verre E	E_{CR}
SiO_2	52-56	52-56
Al_2O_3	12-16	10-15
B_2O_3	5-11	-
CaO	15-25	18-25
MgO	0-5	0-5
$\text{Na}_2\text{O}+\text{K}_2\text{O}$	0,5-2	0,5-2
Fe_2O_3	0,05-0,5	0,05-0,5
ZnO	-	2-5
TiO_2	0-1	0,3

Tableau 2.1 : composition des verre E et E_{CR} d'après [OCF].

La surface des fibres est conditionnée par le dépôt d'un ensimage. La présence d'un organosilane ($\text{R-Si}(\text{OH})_3$) dans celui-ci assure le couplage mécanique entre les fibres et la résine époxy. Les groupements silanols (SiOH) se condensent entre eux ou avec leurs homologues présents à la surface du verre et le radical organique (R) réagit chimiquement avec la matrice :

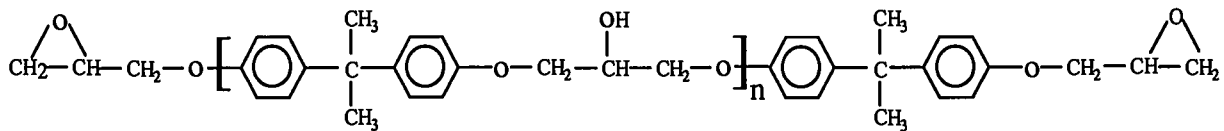


2.1.2 Composite de laboratoire

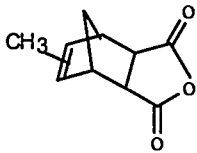
Le renfort utilisé est un fil de 1200 Tex, contenant environ 3400 fibres de nuance Advantex et de diamètre 13 μm . L'ensimage à base de diglycidyl-silane est spécifique aux poly-époxydes.

La matrice est obtenue par polycondensation :

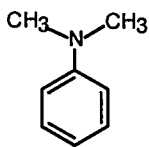
- d'un prépolymère diépoxyde DGEBA (Epikote 828 Shell), 100 parties



- et d'un anhydride (méthyl-nadique NMA), 90 p



- catalysée par une amine tertiaire (BDMA). 2 p



La mise en œuvre a été réalisée sur une installation pilote de l'IFP, par enroulement filamenteux autour d'une plaque plane (figure 2.1) puis cuisson entre deux contre-moules à état de surface miroir. Cette dernière étape comprenait une heure de gélification à 80 °C puis deux heures à 140 °C.

L'état de cuisson de la matrice a été contrôlé par analyse thermomécanique dynamique (mesure de $\tan\delta$ avec une sollicitation de flexion à 2 Hz et une rampe de température de 2 °/min) : lors de deux passages consécutifs le pic de transition mécanique principale (T_{α}) s'est révélé stable à 140 °C.

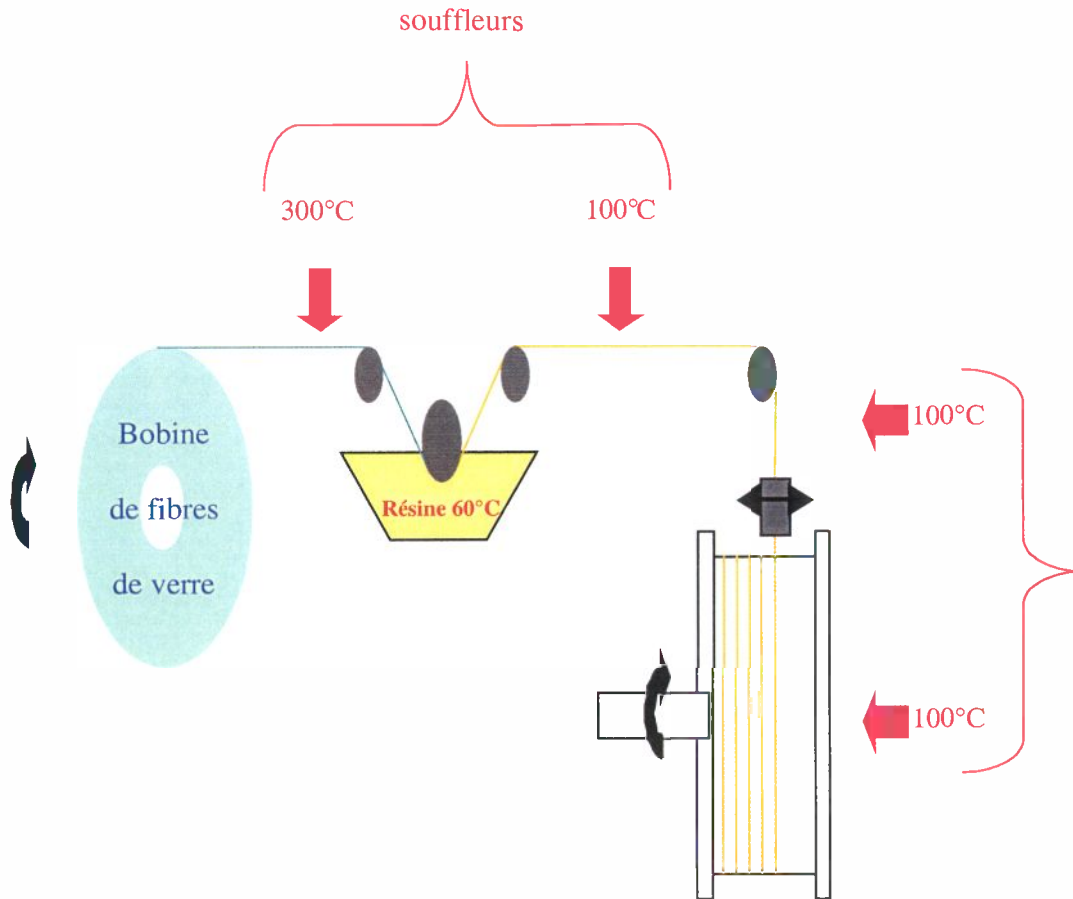


Figure 2.1 : dispositif d'enroulement filamentaire.

L'optimisation de la vitesse d'enroulement ainsi que l'introduction de souffleurs d'air chaud sur la chaîne d'enroulement ont permis d'atteindre un bon état d'imprégnation, caractérisé par la transparence du produit malgré son épaisseur de 2 mm.

Sa composition, déterminée par mesure de densité et perte au feu, est :

- verre 57 ± 1 % en volume,
- matrice 43 ± 1 %,
- porosités $< 0,5$ %.

Cette qualité d'élaboration est confirmée par l'observation d'une coupe transversale, figure 2.2, qui montre peu de porosités et des intermèches assez peu apparents.

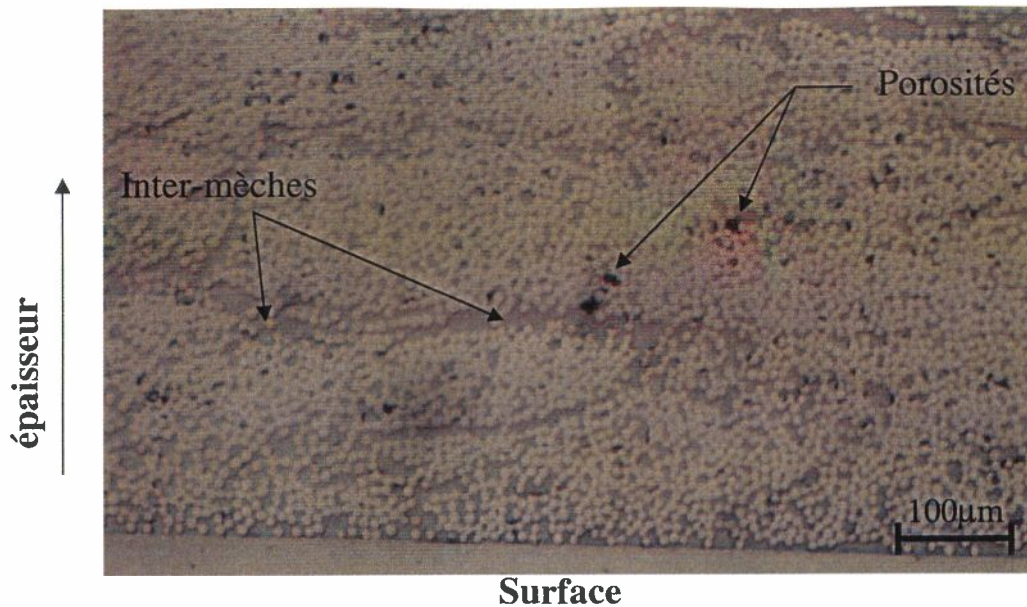


Figure 2.2 : micrographie d'une coupe transversale du matériau modèle.

Les propriétés mécaniques initiales ont été déterminées en flexion trois points à une vitesse de 5 mm / min en atmosphère ambiante. La longueur entre appui (L) était de 60 mm soit 30 fois l'épaisseur (e), ce qui permet de négliger le cisaillement. Sur la portion linéaire de la courbe effort/déplacement (figure en annexe A2) on calcule le module d'Young initial (non dégradé) $E_0 = 43 \pm 1$ GPa. L'endommagement est localisé sur la seule face en traction et la déformation à rupture est de $3,8 \pm 0,2$ %.

2.1.3 Composite industriel

Les fibres utilisées sont de type E_{CR} sous la forme d'un fil 2400 Tex. La matrice est une résine DGEBA durcie par un anhydride méthyl-nadique. La configuration courbe a été obtenue sur une installation industrielle par imprégnation et cuisson continues dans une préforme hélicoïdale de faible pas. Les détails de formulation et de mise en œuvre présentent un caractère confidentiel.

Les caractéristiques géométriques du produit sont :

- épaisseur $e = 5,2$ mm,
- largeur $b = 10$ mm,
- rayon de courbure $R = 700$ mm.

Sa composition, déterminée par mesure de densité et perte au feu, est :

- verre 55 % en volume,
- matrice 42 %,
- porosités 3 %.

Déterminé dans les mêmes conditions que précédemment, le pic de transition T_{α} est stable à 140 °C.

Les propriétés mécaniques initiales ont été déterminées en flexion trois points à une vitesse de 5 mm / min en atmosphère ambiante. La longueur entre appui était de 130 mm soit 26 fois l'épaisseur, ce qui permet de négliger le cisaillement. L'annexe A2 montre que les équations générales de la mécanique des poutres planes sont encore valables dans le cas des poutres courbes. Sur la portion linéaire de la courbe effort/déplacement (figure en annexe A2) on calcule le module $E_0 = 40 \pm 2$ GPa. L'endommagement est localisé sur la seule face en traction et la déformation à rupture est de $3,1 \pm 0,2$ %.

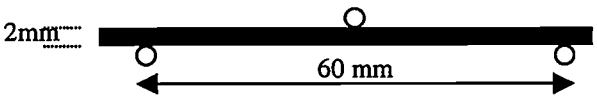
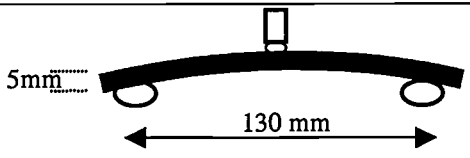
Composite de laboratoire	Composite industriel
<ul style="list-style-type: none"> • verre Advantex 57 % en volume, • porosités <0,5 %. 	<ul style="list-style-type: none"> • verre ECR 55 % en volume, • porosités 3 %.
 <ul style="list-style-type: none"> • $E_0 = 43$ GPa • $\epsilon_R = 3,8$ % 	 <ul style="list-style-type: none"> • $E_0 = 40$ GPa • $\epsilon_R = 3,1$ %

Tableau 2.2 : récapitulatif des caractéristiques des composites de laboratoire et industriel en flexion trois points.

2.2 Méthodes de caractérisation

2.2.1 Traction sur écheveau instrumentée en Emission Acoustique

- Principe

La difficulté à tester des monofilaments de faible diamètre nous a incité à utiliser l'essai de traction sur écheveau instrumentée en Emission Acoustique (figure 2.3) avec le concours de Nathalie Godin (GEMPPM, Insa de Lyon).

Cette technique met à profit la détection par des capteurs piézoélectriques des ondes ultrasonores émises par libération d'énergie élastique lors de la propagation d'une fissure. Dans le cas d'un matériau fragile, le signal acoustique (ou salve) est de courte durée et de forte intensité. On peut donc détecter individuellement les ruptures de fibres de verre au sein d'une mèche. Afin de connaître la sollicitation supportée par chaque fibre, on réalise les essais à déplacement imposé : les fibres étant purement élastiques et de même longueur, elles connaissent toutes la même déformation et la même contrainte. Le décompte des salves lors d'un essai monotone (respectivement statique) fournit donc la distribution des résistances mécaniques (resp. des temps à rupture) [Cowking et al, 1&2].

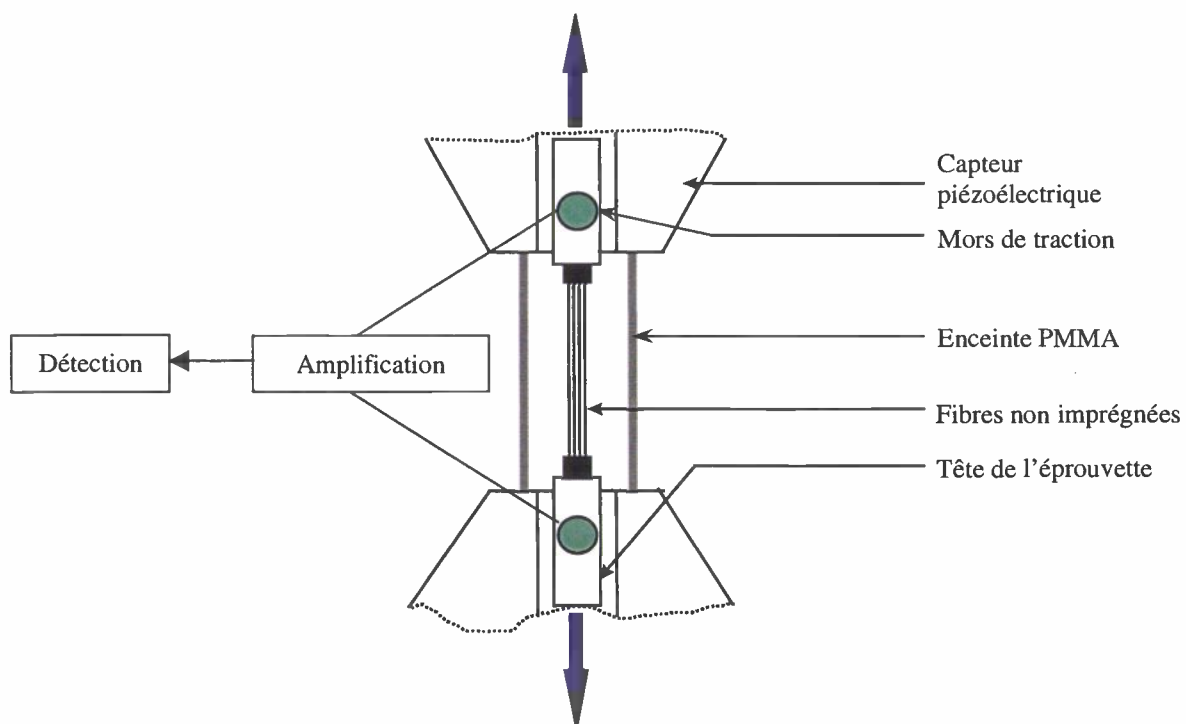


Figure 2.3 : dispositif de traction sur écheveau instrumentée en Emission Acoustique.

- Eprouvettes

Les fibres caractérisées sont de nuance Advantex. Les éprouvettes sont réalisées directement à partir du fil fourni par le fabricant.

Après prélèvement sur la bobine, les extrémités de l'échantillon sont imprégnées de colle époxy et insérées dans un tube inox servant de tête de traction. La cuisson de la colle est réalisée dans une étuve à 80°C. La longueur non imprégnée entre têtes (ou longueur utile) est de 100 mm.

- Dispositif d'Emission Acoustique

Une chaîne d'acquisition Locan-At (Europhysical Acoustics) a été associée à un préamplificateur (+ 40 dB) et à un capteur piézoélectrique résonant (50 – 200 kHz).

La qualité de la détection dépend des paramètres définissant la fenêtre d'acquisition. Celle-ci est ouverte lorsque l'amplitude du signal dépasse un seuil. Le maximum d'amplitude est ensuite recherché pendant un temps prédéfini (HDT) ; lorsqu'il est trouvé le système est bloqué pendant un temps mort (HLT) (figure 2.4). Un coup est alors compté. Si le temps mort est insuffisant pour que l'amplitude ait décré en dessous du seuil, une même salve est comptée deux fois. Inversement, si la durée totale de la fenêtre d'acquisition est trop importante, on court le risque de compter pour une seule deux salves consécutives.

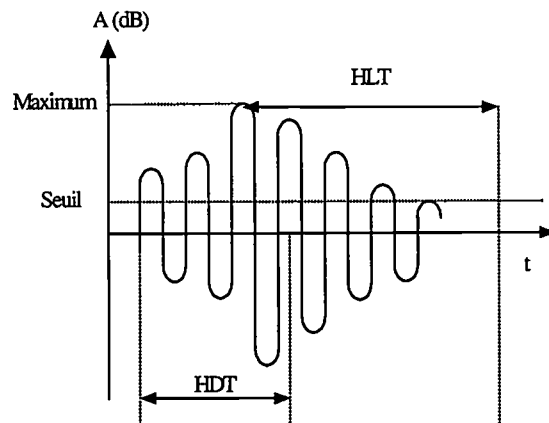


Figure 2.4 : fenêtre d'acquisition d'une salve acoustique.

Dans notre cas les paramètres d'acquisition optimaux sont HDT = 200 μ s et HLT = 300 μ s.

- Conditions d'essais

Les essais monotones ($\dot{\epsilon}$ constante) ont été réalisés à 25 °C en milieu inerte (huile silicone) et en atmosphère ambiante (50 % H.R.), sur des éprouvettes séchées sous vide ou exposées une semaine à l'environnement ambiant respectivement. La vitesse de chargement était de 0,1 à 5 mm / min, soit $1,67 \cdot 10^{-3}$ à $8,3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Les essais statiques (ε constante) ont été réalisés à 25 °C au sein d'une enceinte étanche en PMMA, sous balayage d'air humide (10 ou 50 % H.R.). Les éprouvettes avaient été préalablement exposées une semaine à l'environnement correspondant. Les déformations imposées ont varié de 1 à 1,7 %. La vitesse de chargement initiale était de 20 à 50 mm / min, afin de limiter la propagation des défauts sous des contraintes inférieures au chargement nominal. Pendant quelques secondes, la détection est alors saturée par le bruit du déplacement de la traverse et par la trop grande quantité de fibres rompant quasi-instantanément. On a donc estimé le nombre de ruptures pendant la mise en charge par la diminution de la raideur de l'éprouvette, puis on a suivi son augmentation par voie acoustique. Après 24 ou 48 heures, le nombre de fibres survivantes a été estimé par émission acoustique lors d'un essai monotone à rupture.

Des essais cycliques ont été tentés, mais l'écheveau est alors animé d'une pulsation d'ensemble (comme un muscle qui se contracte et se relâche) et les fibres ne peuvent donc être considérées comme indépendantes les unes des autres.

- Protocole expérimental

Des essais monotones ont été réalisés en atmosphère ambiante sur des éprouvettes non conditionnées (sortant de l'étuve de cuisson). Une vitesse de chargement très faible (0,1 mm / min) a été choisie pour étaler au maximum les évènements acoustiques. La figure 2.5 présente les courbes effort-déplacement et nombre de coups-temps correspondant à un même essai.

L'allure continue des deux courbes montre qu'il n'y a pas de phénomène d'avalanche et donc que les ruptures de fibres peuvent être considérées comme indépendantes les unes des autres. Conséquemment, une fibre ne pourra casser qu'une fois et cessera alors de contribuer à la rigidité de l'éprouvette. Par ailleurs, la décroissance monotone de la raideur (rapport effort / déplacement) indique qu'en première approximation tous les filaments sont équitendus. Sa valeur initiale permet de calculer qu'environ 3000 fibres ont été sollicitées. 2200 évènements ayant été enregistrés en EA, le taux de détection est de l'ordre de 75 %.

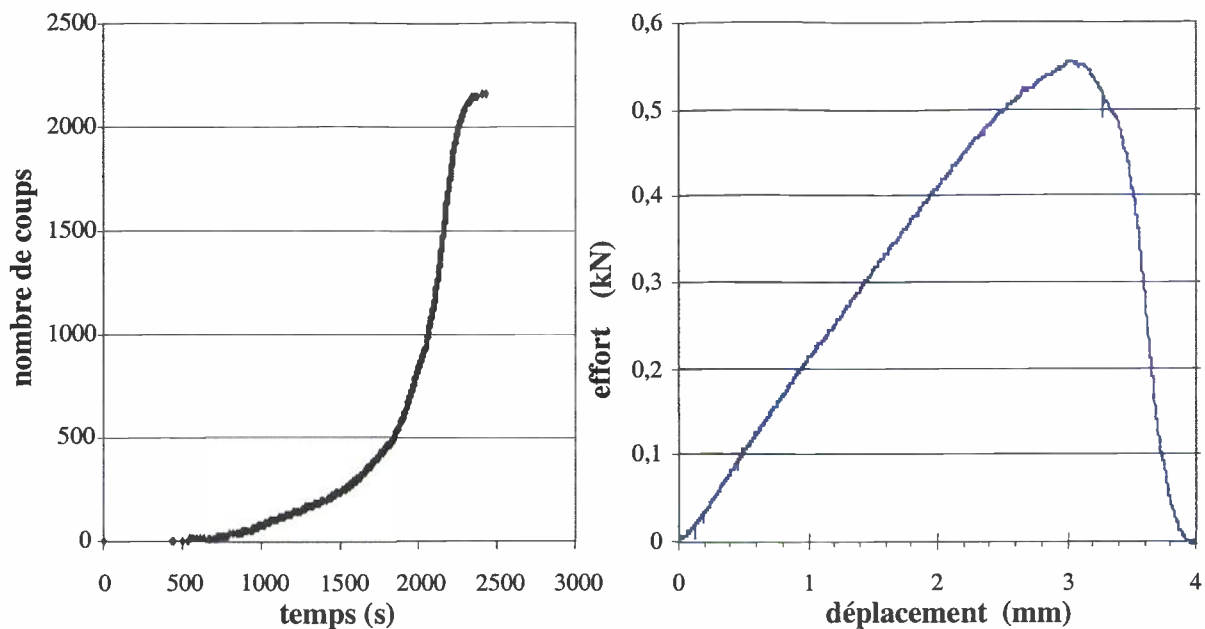


Figure 2.5 : données brutes d'un essai monotone sur écheveau ;
atmosphère ambiante, 0,1 mm / min, éprouvette non conditionnée.

La probabilité de survie des fibres au sein de l'écheveau (S) est déterminée pour chaque niveau de déformation (ε) par deux méthodes :

- $$S(\varepsilon) = \frac{R(\varepsilon)}{R_0}, \quad (2.1)$$

avec $R(\varepsilon)$ la raideur résiduelle de l'éprouvette à la déformation ε et R_0 sa raideur initiale,

- $$S(\varepsilon) = 1 - \frac{N(\varepsilon)}{N_T}, \quad (2.2)$$

avec $N(\varepsilon)$ le nombre cumulé de coups à la déformation ε et N_T le nombre de coups total.

Les deux courbes étant quasiment superposées (figure 2.6), les deux techniques pourront être utilisées pour notre étude. Nous aurons principalement recourt à l'émission acoustique car sa sensibilité permet de traiter individuellement les ruptures de monofilaments, lorsque celles-ci sont suffisamment espacées dans le temps.

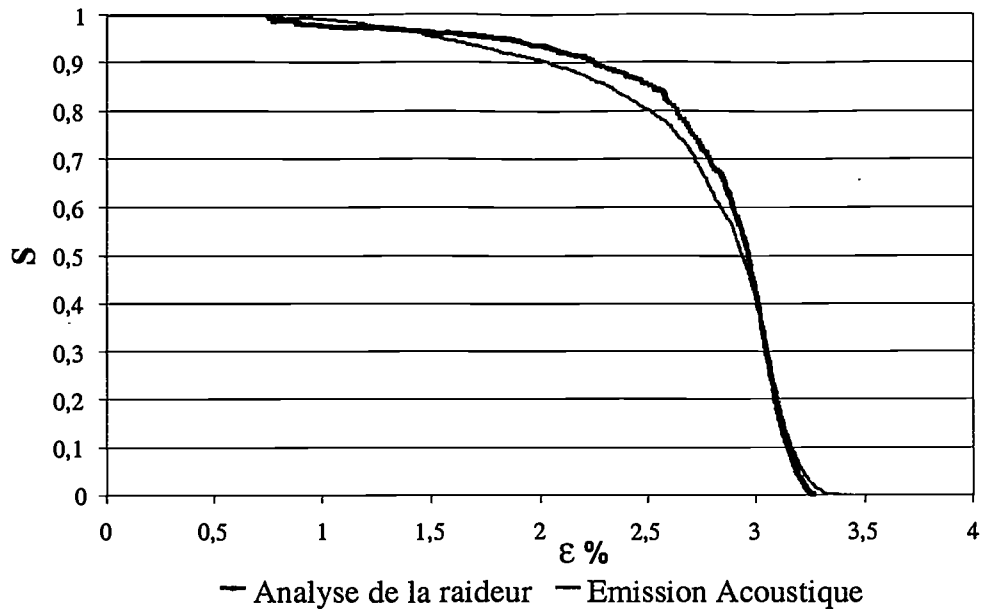


Figure 2.6 : probabilité de survie au sein d'un écheveau en fonction de la déformation ;
(mêmes conditions que fig. 2.5).

- Reproductibilité

La caractérisation consécutive de trois mèches (dans les mêmes conditions que précédemment) montre la bonne reproductibilité des courbes $S(\epsilon)$ (figure 2.7), significative à la fois de la répétabilité de l'essai et de la représentativité statistique de l'échantillonnage.

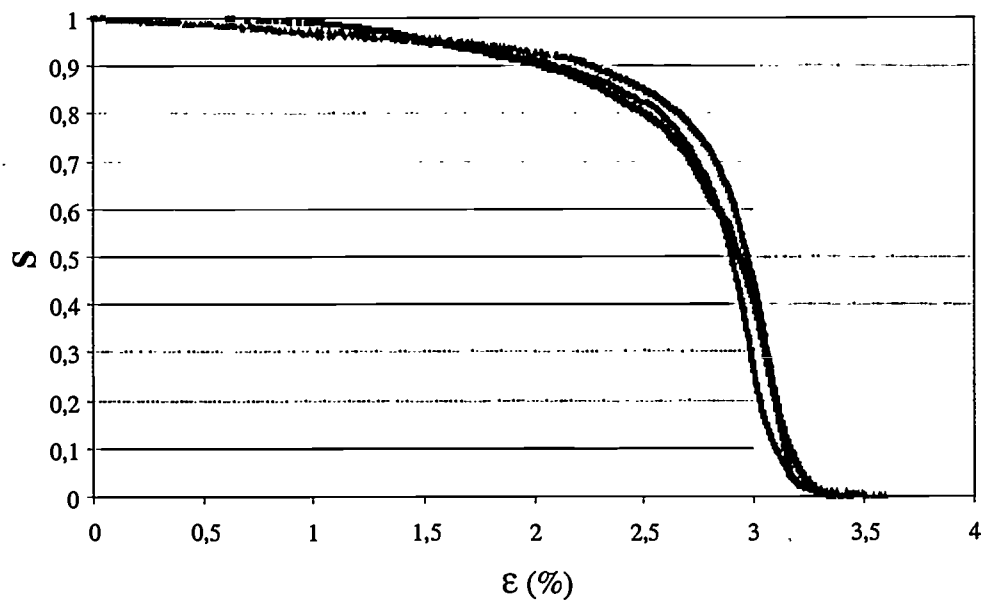


Figure 2.7 : reproductibilité des courbes probabilité de survie-déformation,
mêmes conditions que fig. 2.5.

2.2.2 Flexion instrumentée en analyse d'images

- Principe

Pour caractériser in situ l'endommagement d'un composite, différentes techniques indirectes ont été développées. Dans le cas des unidirectionnels carbone/époxy on a ainsi pu mettre à profit la diminution de la conductivité électrique en fonction du nombre de fibres rompues [Abry]. Dans le cas d'un renfort isolant comme le verre, on peut utiliser l'émission acoustique [Huguet]. Au moyen de cette technique il est cependant difficile de quantifier et de localiser l'endommagement dans le champ de contrainte hétérogène de l'éprouvette de flexion.

La solution retenue a été développée à l'Ecole Centrale de Lyon, c'est la flexion instrumentée en analyse d'images [Chateauminois]. Un appui central en verre et une fibre optique permettent d'éclairer le centre de l'éprouvette et d'observer en transmission un volume élémentaire représentatif sur sa face tendue, figure 2.8. Les polyépoxydes et le verre étant transparents, l'image ne présente de contraste que si l'épaisseur observée contient des surfaces libres, défauts d'imprégnation ou endommagement. Dans un composite de bonne qualité, les ruptures de monofilaments superficielles peuvent donc être détectées. On peut parallèlement évaluer la raideur relative de l'éprouvette, qui est a priori très sensible à l'endommagement au droit de l'appui central.

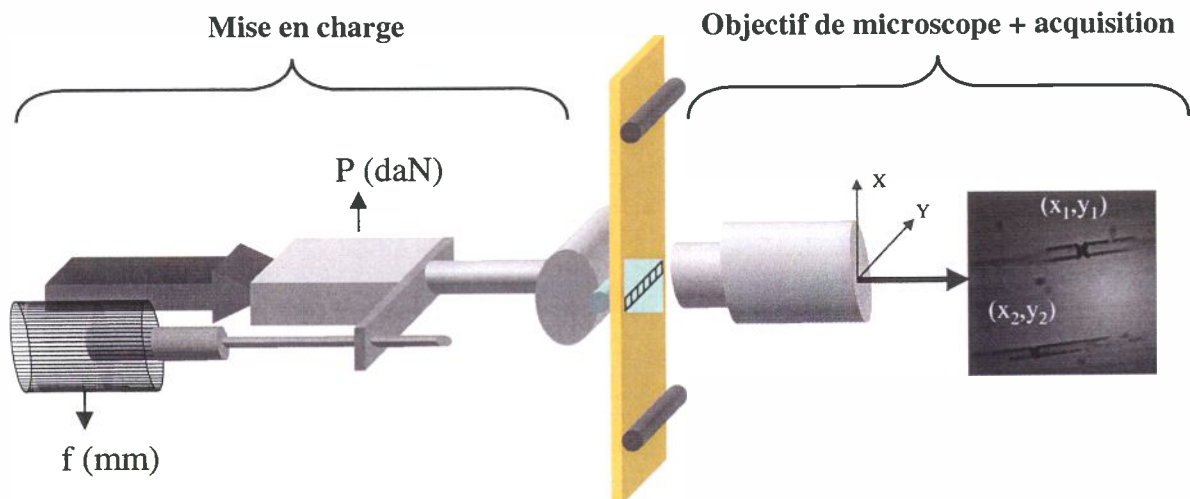


Figure 2.8 : schéma de principe du banc de flexion instrumenté en analyse d'images.

Transposer aux fibres dans un composite le formalisme statistique établi pour les écheveaux suppose l'acquisition des cinétiques de rupture sur un échantillonnage représentatif de fibres, connaissant une déformation de traction et un environnement physicochimique constants et uniformes.

On s'est assuré à l'échelle de la zone superficielle analysée d'un état de traction pure et constante dans le temps en choisissant un rapport longueur entre appuis sur épaisseur élevé ($L/e \sim 30$) et un asservissement en déplacement.

Le calcul théorique des gradients de déformation en flexion (annexe A2) a conduit au choix arbitraire mais raisonné d'un critère d'uniformité, puis à la définition d'un volume d'observation ou volume élémentaire représentatif au sein duquel nous identifierons des lois de comportement.

Le paragraphe 2.3 définira le protocole de préconditionnement permettant de garantir un vieillissement uniforme au sein du VER.

- Dispositif expérimental

La mise en charge est effectuée grâce à un système vis-écrou entraîné par un moteur à courant continu. Un capteur d'effort (P) est intercalé dans ce dispositif. Un capteur inductif (LVDT) monté en parallèle permet de mesurer le déplacement (f) juste en amont de l'appui central.

La déformation au centre et en surface de l'éprouvette (i.e. la déformation maximale cf. A2) est donnée par :

$$\varepsilon_m = \frac{6fh}{L^2}, \quad (2.3)$$

avec h et L l'épaisseur de l'éprouvette et la longueur entre appuis.

La raideur de l'éprouvette est estimée par le rapport effort / déplacement :

$$R(t \text{ ou } \varepsilon_m) = \frac{P(t \text{ ou } \varepsilon_m)}{f(t \text{ ou } \varepsilon_m)}. \quad (2.4)$$

On définit donc la raideur relative par

$$\frac{R(t \text{ ou } \varepsilon_m)}{R_0} = \frac{P(t \text{ ou } \varepsilon_m) f_0}{f(t \text{ ou } \varepsilon_m) P_0}, \quad (2.5)$$

où f_0 et P_0 sont un couple effort / déplacement identifié au début du chargement.

Le dispositif optique est constitué d'un objectif de microscope (*5) et d'une caméra à matrice CCD reliée à une carte d'acquisition, codant des images 512 * 512 en 8 bits. Des tables à mouvements croisés permettent de balayer la zone centrale. Le traitement des images est effectué en différé par détection visuelle des ruptures de fibres. Les données recueillies sont le nombre de ces objets et leurs coordonnées dans un plan de projection parallèle à la surface de l'éprouvette (la troisième coordonnée dans l'épaisseur nous est inconnue). Si l'on connaît le nombre de fibres observées (N_f) on a accès à la probabilité de survie locale en fonction de la déformation maximale (ϵ_m) lors d'un essai monotone ou en fonction du temps (t) lors d'un essai statique :

$$S = 1 - \frac{N_f}{N_T}, \quad (2.6)$$

où N_f est le nombre de fibres rompues.

- Définition du champ d'observation

Le champ d'observation élémentaire est défini par l'optique du système : c'est un parallépipède rectangle, dont la base située sur la surface tendue de l'éprouvette mesure 1600 et 1200 μm parallèlement et perpendiculairement aux fibres (512 * 512 pixels de 3,1 * 2,2 μm). La troisième dimension parallèle à l'épaisseur de l'éprouvette est inconnue mais a priori limitée par la profondeur de champ de l'objectif (~ 140 μm).

Ce parallépipède peut être centré sur l'appui central par observation en transparence d'un ménisque formé entre la panne en verre et la surface en compression de l'éprouvette. La théorie des poutres (A2) indique que la variation relative de la déformation au sein de ce volume est au maximum de $\pm 0,08$. Cette variabilité nous est apparue ne pas devoir être dépassée et nous avons donc choisi d'optimiser le nombre de fibres observées en juxtaposant six champs élémentaires parallèlement à la largeur de l'éprouvette (direction selon laquelle la déformation ne varie pas). Ceci constitue un volume de 1,6 * 7,2 * h mm^3 ($h \leq 0,14 \text{ mm}$) contenant au maximum 4340 fibres, dont l'observation sur une coupe transversale (figure 2.9) montre qu'elles sont réparties uniformément. Un nombre limité de champs permet par ailleurs de réaliser les acquisitions en peu de temps, donc de suivre avec précision les cinétiques de rupture.

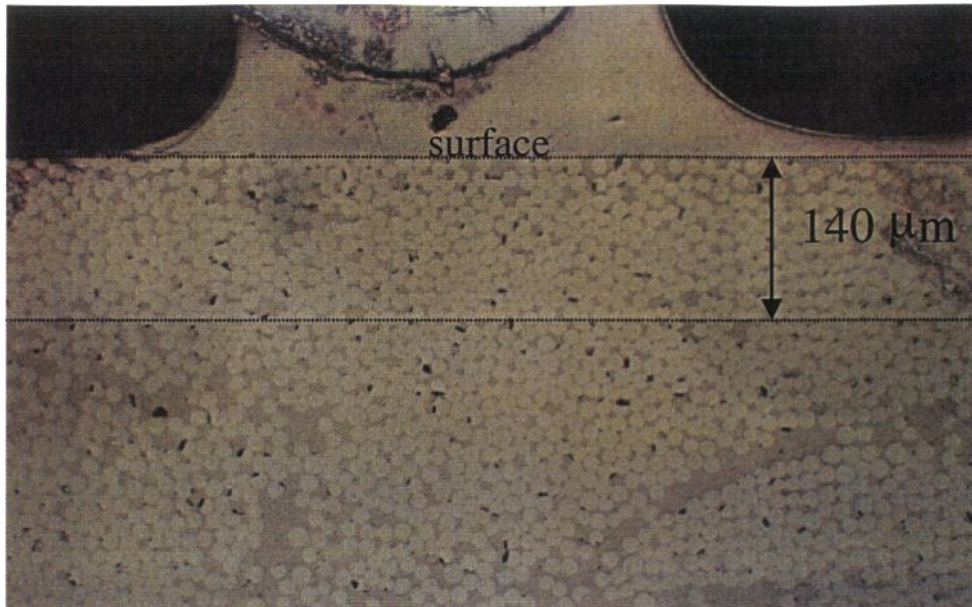


Figure 2.9 : observation micrographique de la profondeur analysée sur une coupe transversale.

- Conditions d'essai

Des essais monotones ont été conduits à l'ambiante sur éprouvettes conservées à l'ambiante. Etant donné le caractère discontinu de l'acquisition des images (lié à la nature de l'appareillage), la déformation est imposée par incréments à une vitesse instantanée de 5mm/min soit environ 1,7 % / min, figure 2.10. Typiquement il faut 60 minutes pour atteindre par paliers de 0,5 % une déformation de 2,7 % environ, pour laquelle l'endommagement macroscopique apparaît. La vitesse de chargement moyenne est donc de 0,05 % / min.

Des essais statiques de relaxation ont été conduits à l'ambiante sur éprouvettes préalablement vieilles pour des sollicitations variant de 1 à 2 %. La mise en charge initiale est réalisée à une vitesse de 5mm/min soit 1,7 % / min. Les acquisitions sont ensuite effectuées périodiquement sans déplacer le dispositif, figure 2.10. Afin de limiter la désorption pendant l'expérience, un linge humide est maintenu au contact de la surface du composite entre les acquisitions et la durée totale de l'essai est limitée à quelques heures.

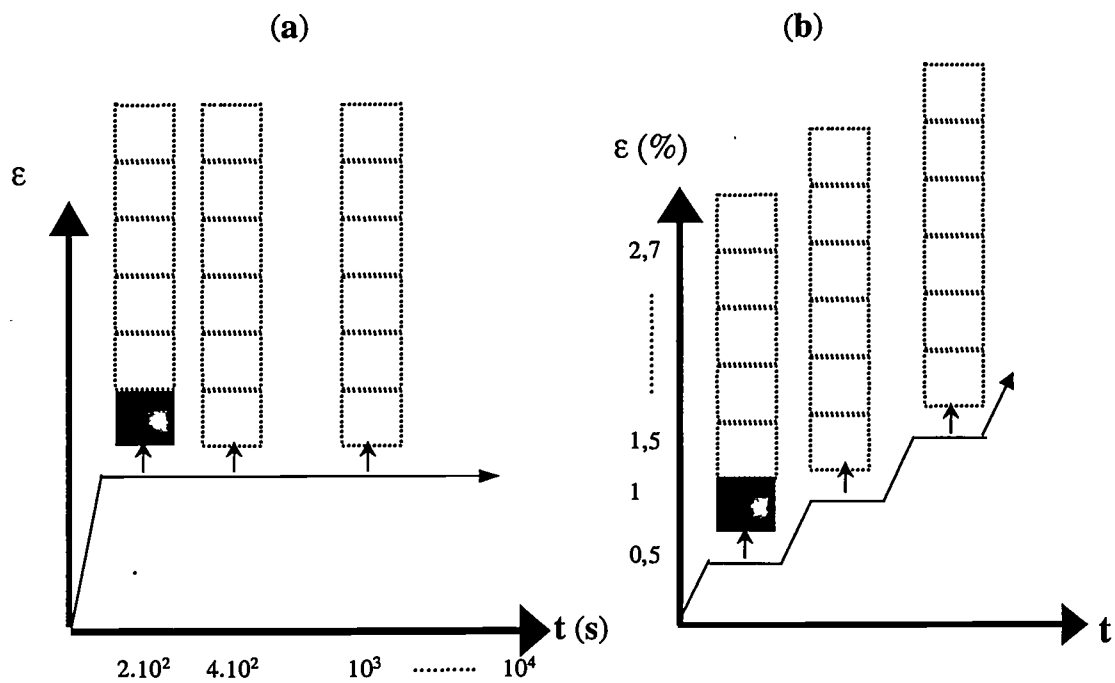


Figure 2.10 : protocole d'acquisition des images lors d'un essai statique (a) ou d'un essai monotone (b).

Dans tous les cas les observations sont interrompues à l'apparition d'une zone de fissuration transverse se propageant jusqu'à la rupture d'une mèche ou de tout le pli superficiel (figure 2.11).

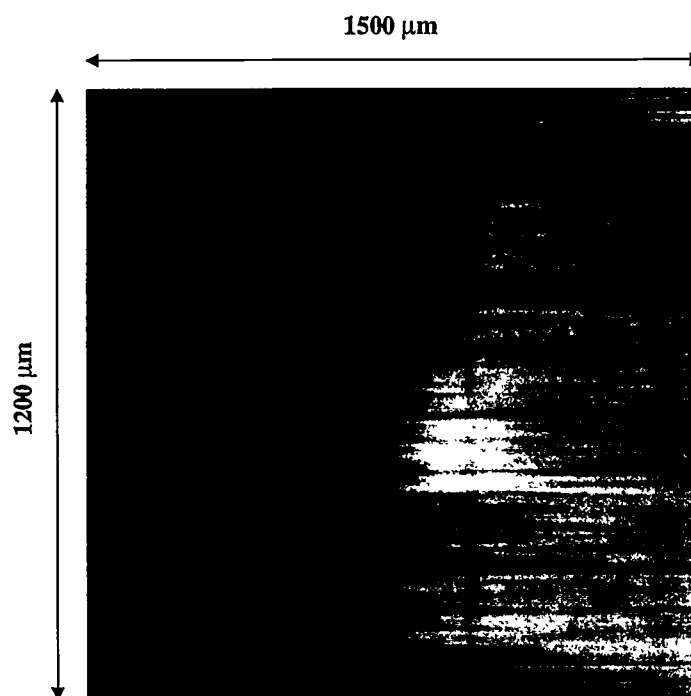


Figure 2.11 : propagation d'une fissure transverse conduisant à la rupture du pli superficiel.

- Développement de l'endommagement

On observe successivement deux stades.

Aux temps courts pour une sollicitation de relaxation ou aux faibles déformations pour une sollicitation monotone, il y a multiplication diffuse des ruptures de fibres (figure 2.12 a et b) : très peu de ruptures sont immédiatement voisines les unes des autres.

Aux temps longs pour une sollicitation statique deux situations peuvent se présenter :

- soit le nombre de fibres rompues se stabilise (plutôt aux faibles déformations),
- soit il augmente jusqu'à la rupture du pli superficiel (plutôt aux fortes déformations).

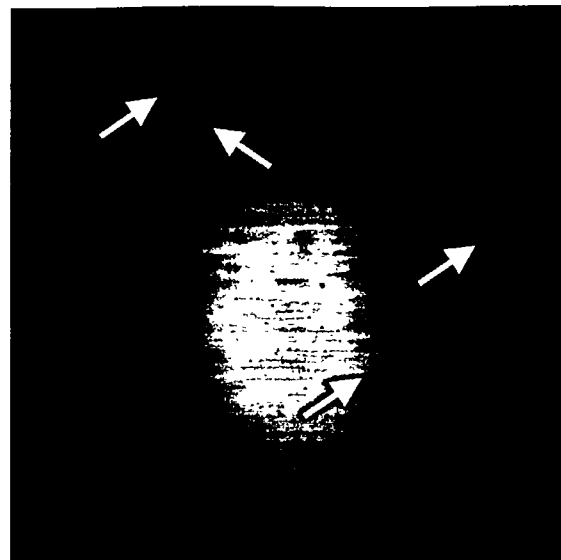
Dans le deuxième cas, qui est aussi celui des essais monotones aux fortes déformations, la proportion de ruptures immédiatement voisines les unes des autres augmente fortement jusqu'à l'apparition de triplets, quadruplets ou quintuplets qui constituent autant de zones critiques (figure c et d). Ce processus est manifestement conditionné par les concentrations de contraintes autour des fibres rompues.

La transition entre le comportement global initial et le comportement local final ne peut être déterminée à partir des seules cartographies de l'endommagement. En effet, pour chaque champ d'observation, le nombre d'évènements est faible (typiquement inférieur à 150). L'écart entre la distribution expérimentale des distances entre ruptures et une distribution aléatoire peut donc être dû à des fluctuations statistiques comme aux concentrations de contrainte.

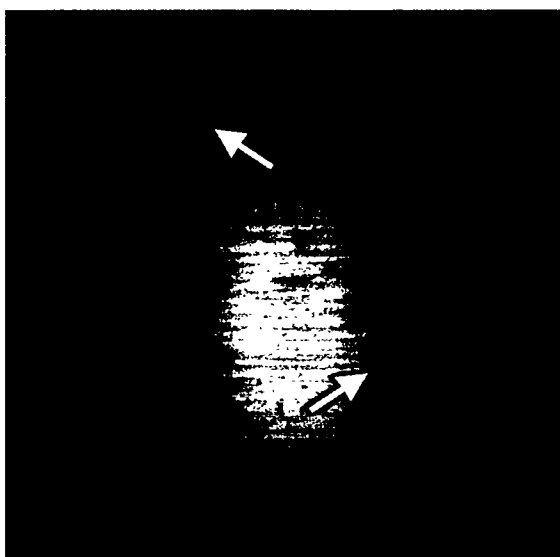
Dans un premier temps nous limiterons a minima l'analyse du premier endommagement à l'apparition d'un triplet ou d'un quadruplet. Une analyse micromécanique semi-quantitative permettra de préciser l'influence du rechargement autour des premières ruptures (chap. 4).



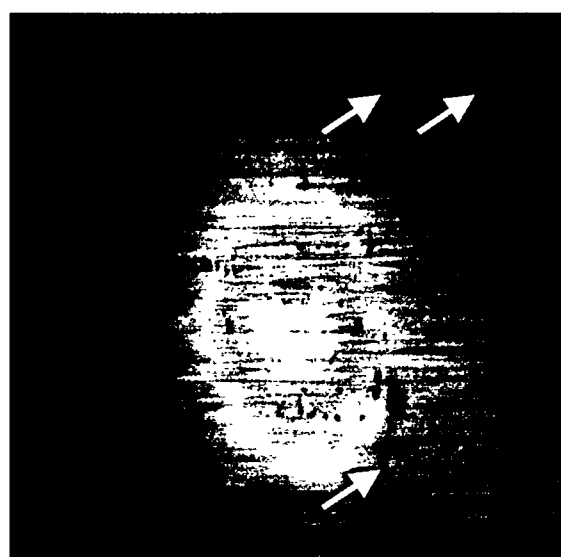
(a) $t = 180$ s, $N_f = 5$.



(c) $t = 1040$ s, $N_f = 20$.
4 Biplets.



(b) $t = 420$ s, $N_f = 15$.
2 Biplets (flèches).



(d) $t = 6120$ s, $N_f = 45$.
9 Biplets, 1 Triplet, 1 Quadruplet, 1 Quintuplet.

Figure 2.12 : développement de l'endommagement pendant un essai conduisant à la rupture, déformation constante $\epsilon_m = 1,9$ %.

- Reproductibilité de la cinétique de rupture

La figure 2.13 présente l'évolution du nombre de fibres rompues dans le volume d'observation lors de deux essais statiques à 1,7 % de déformation. La reproductibilité de la cinétique d'endommagement est significative à la fois de la répétabilité de l'essai et de la représentativité statistique de la population de fibres observée.

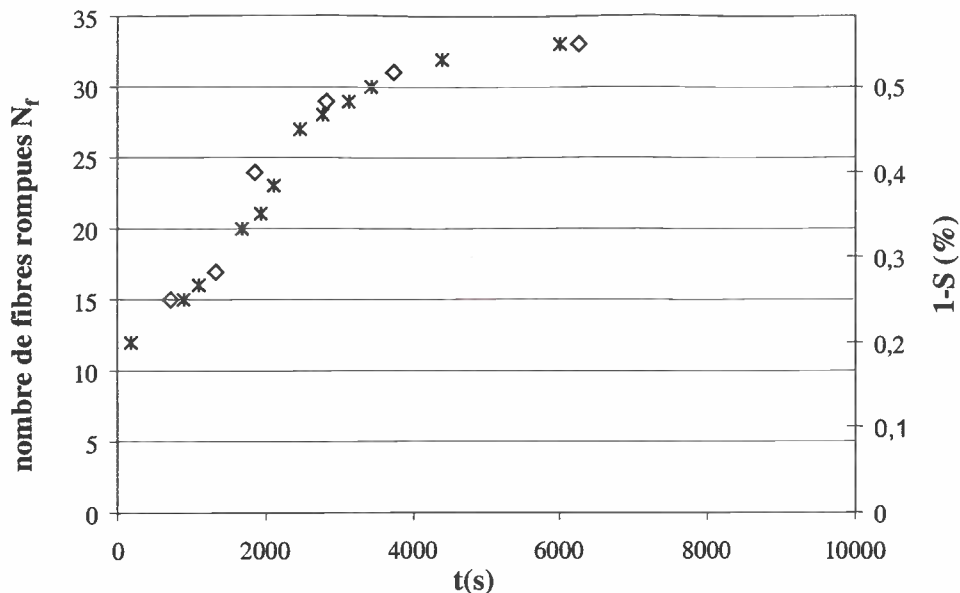


Figure 2.13 : reproductibilité de la cinétique de rupture des fibres sous sollicitation statique, $\epsilon_m = 1,7 \%$ sur composite vieilli 10 jours en immersion à $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

La figure 2.14 présente la répartition spatiale de 500 ruptures de fibres observées lors de 8 essais statiques ou monotones. Parallèlement et perpendiculairement aux fibres la densité de l'endommagement n'est pas stable, si l'on divise le champ d'observation en seize intervalles de 100 et 450 μm respectivement. Compte tenu de l'impératif de reproductibilité, la taille du champ d'analyse ne peut donc être réduite. On peut observer par ailleurs que le gradient de déformation parallèlement aux fibres n'a pas d'effet manifeste sur la densité d'endommagement.

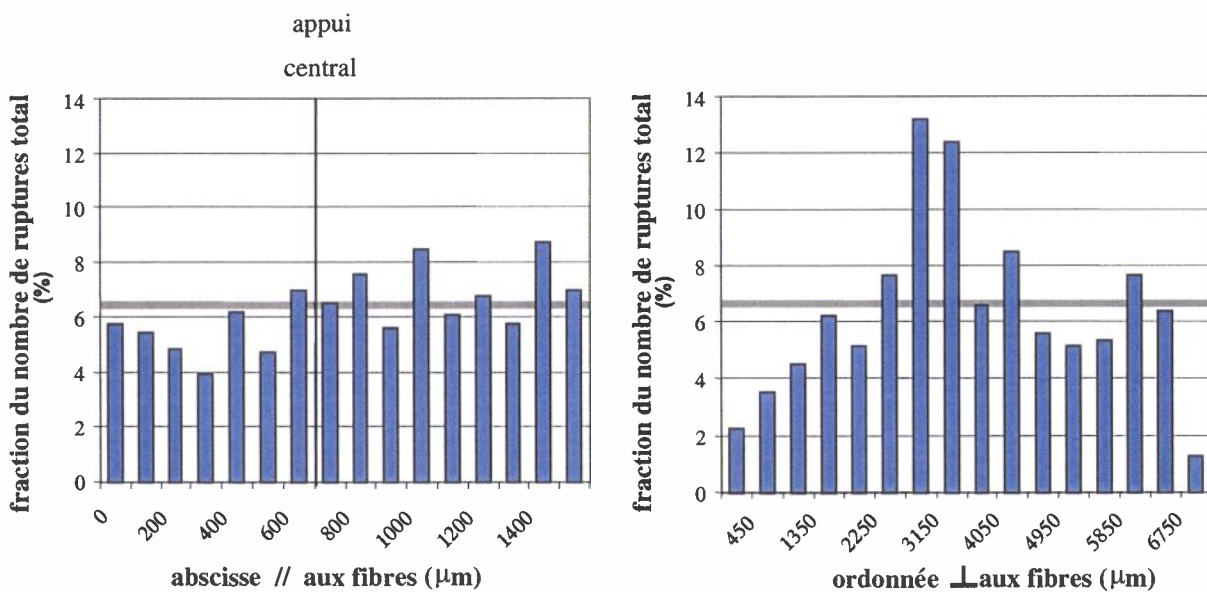


Figure 2.14 : répartition des ruptures dans les directions parallèle et perpendiculaire aux fibres pour huit essais statiques ou monotones.

immersion : d'une part on a choisi un rapport L/h élevé ($130/5 \sim 26$), d'autre part on a limité l'analyse à la période de premier endommagement. Les conditions de vieillissement préalable aux essais seront définies au paragraphe 2.3.

- Premier endommagement

Des essais interrompus suivis de l'observation de la face tendue des éprouvettes ont permis de montrer que la rupture de mèches superficielles d'environ $400 \mu\text{m}$ d'épaisseur apparaît généralement vers 10 % de perte de raideur (figure 2.16). Cette valeur faisant souvent office de critère de déchéance pour les unidirectionnels en flexion, elle constituera en première intention la limite de notre champ d'investigation. Nous verrons au chapitre 5 qu'un endommagement local très critique peut intervenir aléatoirement pour des pertes de raideur beaucoup plus faibles.

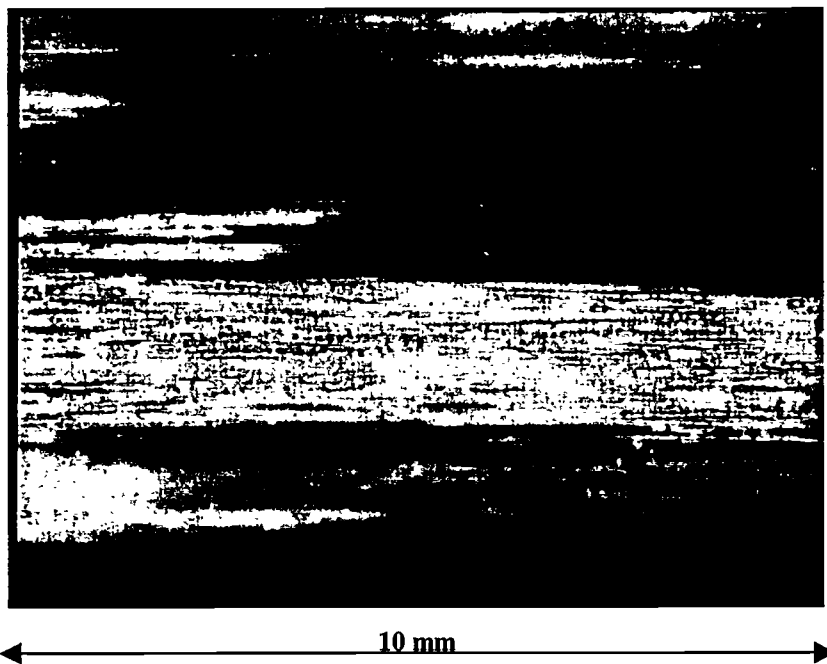


Figure 2.16 : rupture de mèches sur la face en tension d'une éprouvette ayant perdu 10% de sa raideur.

- Conditions d'essai

Dans tous les cas la mise en charge initiale a été effectuée à une vitesse de l'ordre de 5mm/min . La température du bain était le plus souvent de 40°C pour s'abstraire des

fluctuations journalières et annuelles de température dans le hall d'essai sans risquer une trop grande activation de l'hydrolyse.

Les essais statiques ont été réalisés pour des déformations imposées variant de 1 à 2 %.

Les essais cycliques ont été réalisés pour des déformations sinusoïdales :

$$\varepsilon = \varepsilon_{\max} \left(\frac{1+r}{2} + \frac{1-r}{2} \sin \pi \nu t \right) \text{ avec } \varepsilon_{\max} \text{ la valeur maximale de la déformation imposée au}$$

centre et en surface de l'éprouvette (de 1 à 2 %), $r = \frac{\varepsilon_{\min}}{\varepsilon_{\max}}$ le rapport de sollicitation (de 0,3 à

0,7) et ν la fréquence (de 0,5 à 10 Hz).

2.3 *Protocole de vieillissement*

Comme exposé au chapitre 1, la propagation sous critique des défauts de surface du verre procède de l'effet combiné de l'environnement et des contraintes. Afin d'identifier les paramètres du modèle de S.C.C., il importe donc d'en déterminer la cinétique sur une population de fibres soumises à des sollicitations uniformes, tant d'un point de vue mécanique que physicochimique.

Nous avons vu dans les paragraphes précédents (cf. §2.2) comment répondre à la première de ces exigences. Pour satisfaire la deuxième il convient de définir un protocole ad-hoc de conditionnement préalable aux essais mécaniques. En toute rigueur, il faudrait expliciter les cinétiques microscopiques des différents mécanismes de vieillissement. Ceux-ci sont largement décrits dans la littérature: après diffusion, l'eau peut avoir selon la nature du matériau et la température une action chimique sur chacune des phases constitutives (matrice, interface, fibres). Les transitoires de diffusion entraînent alors une hétérogénéité des états de dégradation chimique à travers l'épaisseur des éprouvettes. L'uniformité du vieillissement ne peut donc être garantie que pour des temps de vieillissement très supérieurs au temps de saturation en eau. Or, à haute température et/ou aux temps longs, on observe des états de dégradation très difficiles à maîtriser (dérive physicochimique du milieu de vieillissement, micro-fissuration de la matrice, dégradation de la surface du verre...).

Pour nous en affranchir nous avons choisi de procéder au pré-conditionnement à des températures suffisamment faibles pour que la dégradation hydrolytique soit absente ou différée. Nous ferons l'hypothèse que dans ces conditions l'état de vieillissement du composite est aux temps courts contrôlé par la seule diffusion. L'uniformité du vieillissement est alors garantie par celle de la concentration en eau à travers l'épaisseur de l'éprouvette. Moyennant un critère d'uniformité et le calcul des gradients de concentration dans le volume de matière analysé (V.E.R. lors des observations vidéos, premier pli lors des essais de fatigue), nous pouvons donc définir un temps de pré-conditionnement inférieur au temps de saturation de l'éprouvette.

Cette procédure s'appuie sur le suivi gravimétrique des cinétiques de sorption d'eau (prise de poids relative en fonction du temps $M_t = f(t)$). Au moins aux temps courts, i.e. tant que les phénomènes chimiques sont négligeables, ces cinétiques peuvent être décrites par intégration de la seconde loi de Fick [Springer],[Poirette], [Chateauminois], [Dewimille] :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial t} \left(\mathbf{D}_{x,y,z} \frac{\partial c}{\partial x,y,z} \right), \quad (2.8)$$

avec c la concentration locale, t le temps, (x,y,z) un repère orthonormé et $D_{x,y,z}$ le coefficient de diffusion dans les directions considérées. Cette équation est fondée sur l'hypothèse de molécules diffusant en mouvement libre et aléatoire. Le flux statistique à travers une surface est alors déterminé par le gradient de concentration dans la direction normale à cette surface :

$$\mathbf{F}_i = -D_i \frac{\partial c}{\partial i}, \quad (2.9)$$

avec F_i le flux diffusant dans la direction i à travers une surface unité.

- Composite de laboratoire

Les cinétiques de sorption (figure 2.17) ont été étudiées en immersion dans de l'eau permutée sur des éprouvettes parallélépipédiques (2 * 14 * 60 mm), préalablement séchées sous vide à 140°C dans un dessiccateur contenant un gel de silice, puis conservées à l'ambiante dans ce même dessiccateur.

A basse température (40 ou 25 °C) les courbes gravimétriques exhibent un comportement globalement Fickien : la prise de poids augmente d'abord linéairement avec la racine du temps, puis tend asymptotiquement vers la saturation.

A haute température (60 °C) on observe un premier stade Fickien, puis une accélération de la prise d'eau et finalement une perte de masse significatives d'une dégradation chimique sévère et du relargage des produits d'hydrolyse. Cette interprétation est confirmée par la basification progressive du milieu de vieillissement (pH = 9,5 après 2 mois de vieillissement) et par l'apparition de micro-fissures opacifiant l'éprouvette.

Conformément aux considérations présentées en introduction de ce paragraphe la température de vieillissement retenue est de 25 °C. Une étude thermomécanique nous a permis de vérifier que la température de transition T_{α} reste dans ces conditions très supérieure à la température de vieillissement ($\Delta T > 60$ °C).

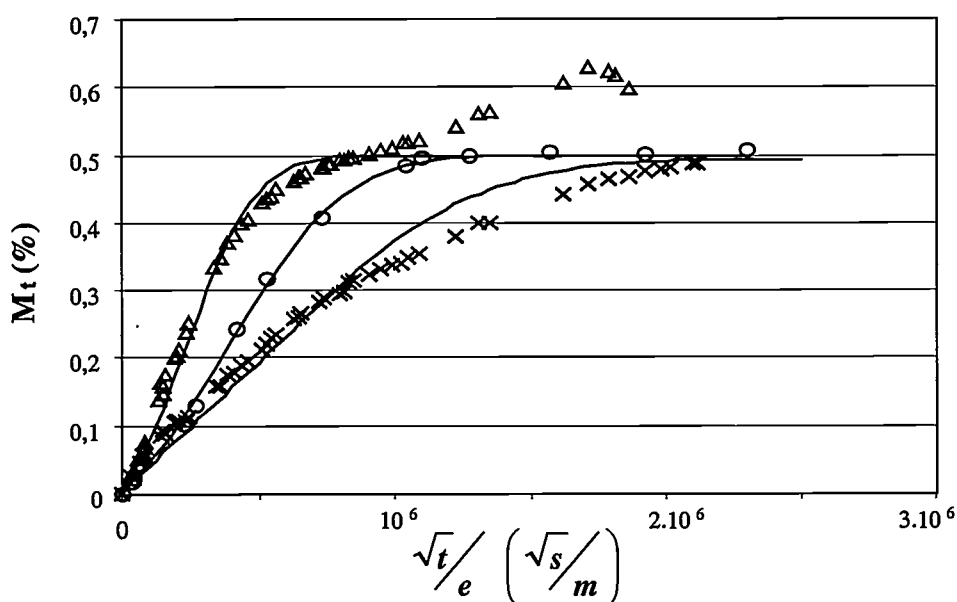


Figure 2.17 : courbes gravimétriques de sorption d'eau du matériau de laboratoire en immersion à différentes températures, données expérimentales en points et simulation en trait continu.

× 25°C ○ 40°C △ 60°C

L'épaisseur des éprouvettes étant suffisamment faible par rapport aux autres dimensions, les coefficients de diffusion ont été déterminés par minimisation des écarts quadratiques entre les résultats expérimentaux et un modèle de diffusion unidirectionnelle [Cranck] :

$$\frac{M(t)}{M_{\infty}} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp\left(\frac{-D(2n+1)^2 \pi^2 t}{e^2}\right)}{(2n+1)^2}, \quad (2.10)$$

avec $M(t)$ la prise de poids à l'instant t , M_{∞} la prise de poids à saturation, D le coefficient de diffusion et e l'épaisseur. Les résultats sont regroupés dans le tableau 2.3.

	25°C	40°C	60°C
D (m ² /s)	1,2.10 ⁻¹³	3,1.10 ⁻¹³	8,5.10 ⁻¹³
M _∞ (%)	0,5	0,5	0,5

Tableau 2.3 : coefficient de diffusion et prise de poids à saturation du matériau de laboratoire.

Ceci permet de calculer en tout point de l'éprouvette et à tout instant la concentration en eau [Cranck] :

$$\frac{C(z,t)}{C_\infty} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{2n+1} \exp\left(\frac{-D(2n+1)^2 \pi^2 t}{e^2}\right) \cos\left(\frac{(2n+1)\pi z}{e}\right), \quad (2.11)$$

avec C/C_∞ la concentration normée par rapport à la concentration à saturation, t le temps, z la coordonnée (profondeur), e l'épaisseur de l'éprouvette et D le coefficient de diffusion.

La figure 2.18 présente les profils de concentration en eau dans l'épaisseur de l'éprouvette après différentes durées de conditionnement en immersion à 25°C. A l'échelle du volume défini par la profondeur de champ du système optique (140 μm), on obtient :

- $C/C_\infty = 0,83 \pm 0,17$ après 5 jours,
- $C/C_\infty = 0,88 \pm 0,12$ après 10 jours,
- $C/C_\infty = 0,92 \pm 0,08$ après 23 jours.

Un vieillissement de dix jours nous a semblé un minimum. Nous verrons au chapitre 3 que ce choix est suffisant vis à vis de la sensibilité du verre à la concentration en eau.

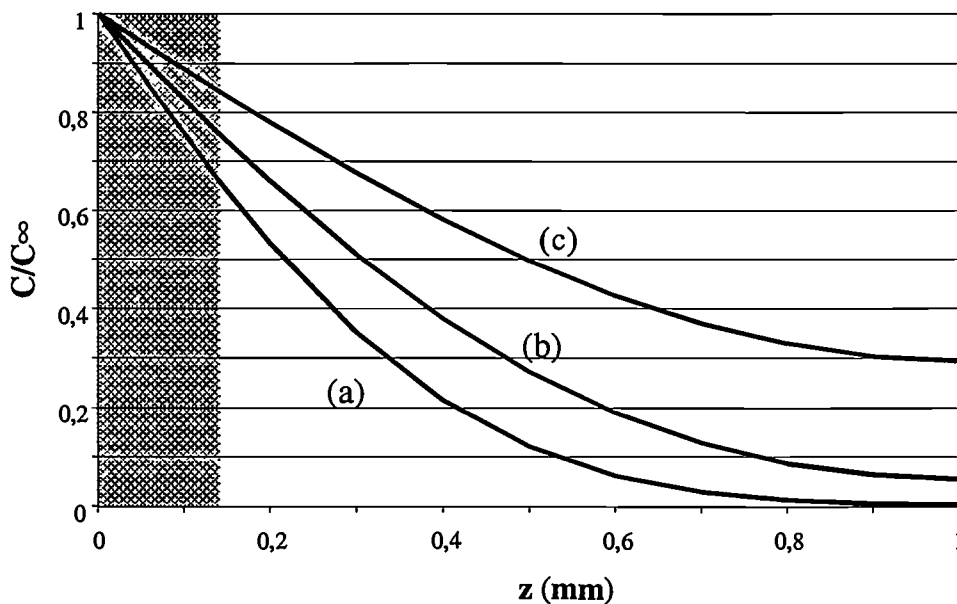


Figure 2.18 : concentration théorique en eau dans l'épaisseur d'une éprouvette après 5 (a), 10 (b) et 23 jours (c) d'immersion à 25 °C .

- Composite industriel

Les cinétiques de sorption (figure 2.19) ont été étudiées en immersion dans de l'eau permutée sur des éprouvettes parallélépipédiques (5 * 10 *100 mm), préalablement séchées sous vide dans un dessiccateur contenant un gel de silice.

Les courbes de sorption du matériau industriel ont les mêmes caractéristiques que celles du matériau modèle : diffusion fickienne puis éventuellement hydrolyse selon la température. Comme précédemment la température de conditionnement retenue est de 25°C.

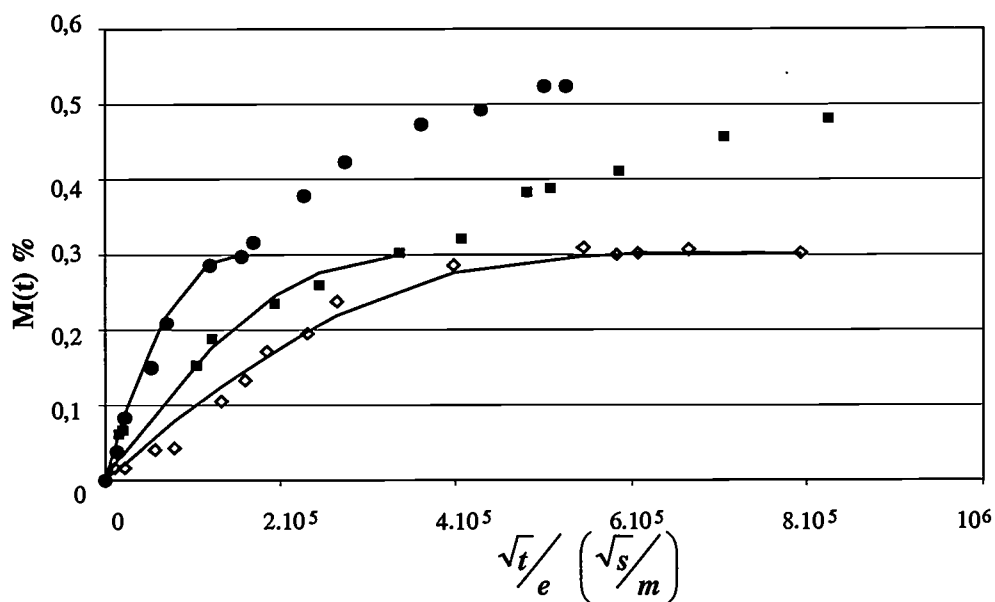


Figure 2.19 : courbes gravimétriques de sorption d'eau du matériau industriel en immersion à différentes températures, données expérimentales en points et simulation en trait continu.

◇ 25°C ■ 40°C ● 80°C

Compte tenu des dimensions des éprouvettes $(1 + \frac{e}{b} + \frac{e}{l} \sqrt{\frac{D_z}{D_x}} \approx 2,2)$ [Shen], l'estimation du coefficient de diffusion a du prendre en compte les effets de bords. Notre matériau étant isotrope transverse, nous avons utilisé un modèle de diffusion bidimensionnelle [Dewimille] :

$$\frac{M(t)}{M_{\infty}} = 1 - \left(\frac{8}{\pi^2}\right)^2 \sum_{m=0}^{\infty} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{\exp\left(-D\pi^2 t \left(\left(2n + \frac{1}{e}\right)^2 + \left(2m + \frac{1}{b}\right)^2\right)\right)}{(2n + 1)^2 (2m + 1)^2} \quad (2.12)$$

Les résultats sont regroupés dans le tableau 2.4. On peut remarquer que, à température égale, le coefficient de diffusion de l'eau dans le matériau industriel est environ dix fois supérieur à

celui dans le matériau de laboratoire. Le taux de fibre étant voisin pour les deux matériaux, ceci peut être significatif de différences de composition chimique ou de cuisson.

	25°C	40°C	60°C
D (m ² /s)	1.10 ⁻¹²	2,7.10 ⁻¹²	1,5.10 ⁻¹¹
M _∞ (%)	0,3	0,3	0,3

Tableau 2.4 : coefficient de diffusion et prise de poids à saturation du matériau industriel.

On peut alors calculer en tout point de l'éprouvette et à tout instant la concentration en eau [Dewimille] :

$$C(y, z, t) = 1 - \frac{16}{\pi^2} u(y) v(z), \quad (2.13)$$

$$\text{avec } v(z) = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{2n+1} \exp\left(\frac{-D(2n+1)^2 \pi^2 t}{e^2}\right) \cos\left(\frac{(2n+1)\pi z}{e}\right)$$

$$\text{et } u(y) = \sum_{m=0}^{\infty} \frac{(-1)^m}{2m+1} \exp\left(\frac{-D(2m+1)^2 \pi^2 t}{b^2}\right) \cos\left(\frac{(2m+1)\pi y}{b}\right).$$

La définition d'un vieillissement équivalent à celui des éprouvettes de flexion planes doit s'appuyer sur l'identification d'une épaisseur caractéristique équivalente à celle du VER défini précédemment (cf. §2.2.2). Par défaut, nous avons procédé géométriquement en calculant l'épaisseur (h) dont la contribution à la raideur de l'éprouvette courbe (e = 5 mm) serait la même que celle de la couche observée optiquement (h = 0,140 μm) à la raideur de l'éprouvette de flexion droite (e = 2 mm) : $\frac{5-h}{5} = \frac{2-0,14}{2}$, soit h = 350 μm. Cette épaisseur correspond approximativement à celle du pli superficiel (~400 μm), dont la rupture est souvent retenue comme une critère de déchéance.

D'après l'équation 2.10 le critère C = 0,88 ± 0,12 est alors satisfait en huit jours d'immersion à 25 °C. Ceci constituera le protocole de conditionnement de toutes les éprouvettes testées.

3 RUPTURE DES FIBRES AU SEIN D'UN ECHEVEAU

3.1 DISTRIBUTION DES RESISTANCES MECANIQUES

3.2 COURBES $V(K)$

3.3 DISTRIBUTION DES DUREES DE VIE SOUS SOLLICITATION STATIQUE

3.4 CONCLUSION

3 Rupture des fibres au sein d'un écheveau

3.1 Distribution des résistances mécaniques

L'analyse durabiliste présentée au chapitre 1 nécessite la caractérisation de la distribution des résistances mécaniques des fibres en milieu inerte (cf. §1.3.3). Comme exposé en annexe A1, l'utilisation de la résistance mécanique comme indicateur bijectif de la taille de défaut n'est valable que si l'essai est réalisé à chargement très lent. Nous avons donc utilisé la plus faible vitesse disponible sur notre appareillage : 0,1 mm / min soit $1,7 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

La figure 3.1 montre l'évolution de la probabilité de survie (S) des fibres en fonction de la déformation imposée (ϵ) dans une représentation linéaire et dans une représentation de [Weibull].

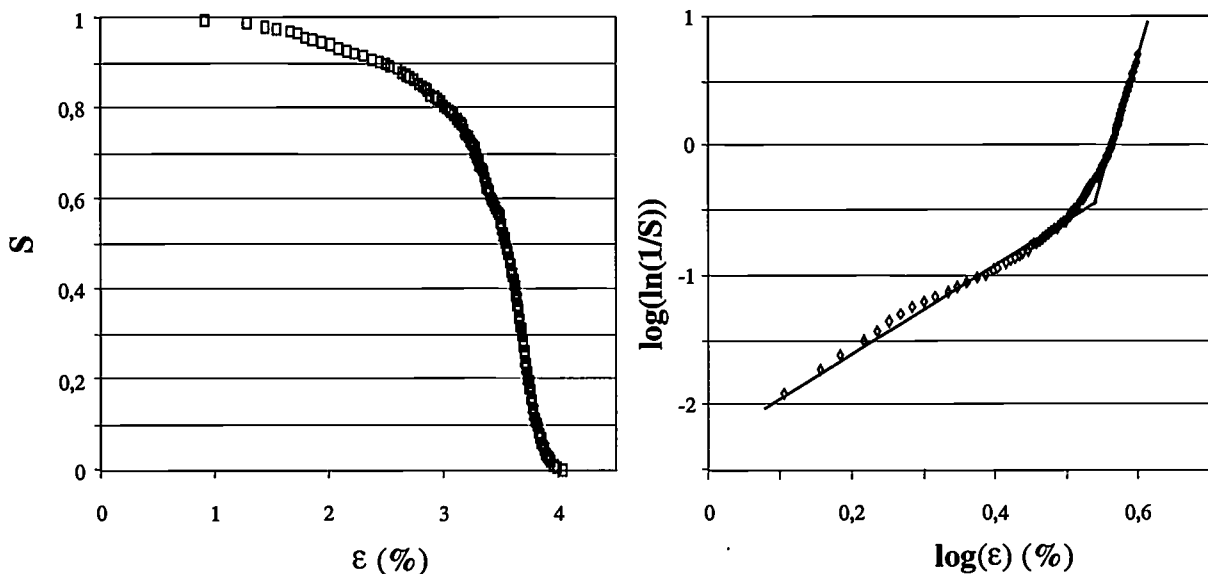


Figure 3.1 : distribution des résistances mécaniques lors d'un essai monotone sur écheveau en milieu inerte à $1,7 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$; $S = f(\epsilon)$ et $\log[\ln(1/S)] = f(\log[\epsilon])$.

Cette dernière est caractérisée par deux portions linéaires de pente $m_1 = 3,7$ et $m_2 = 17,5$, ce qui est significatif de l'existence de deux populations de défauts. Différents modèles permettraient de déconvoluer les deux distributions à condition qu'elles soient suffisamment séparées [Santini]. La densité de probabilité de rupture montre malheureusement deux pics dont le premier forme un épaulement sur le second, figure 3.2.

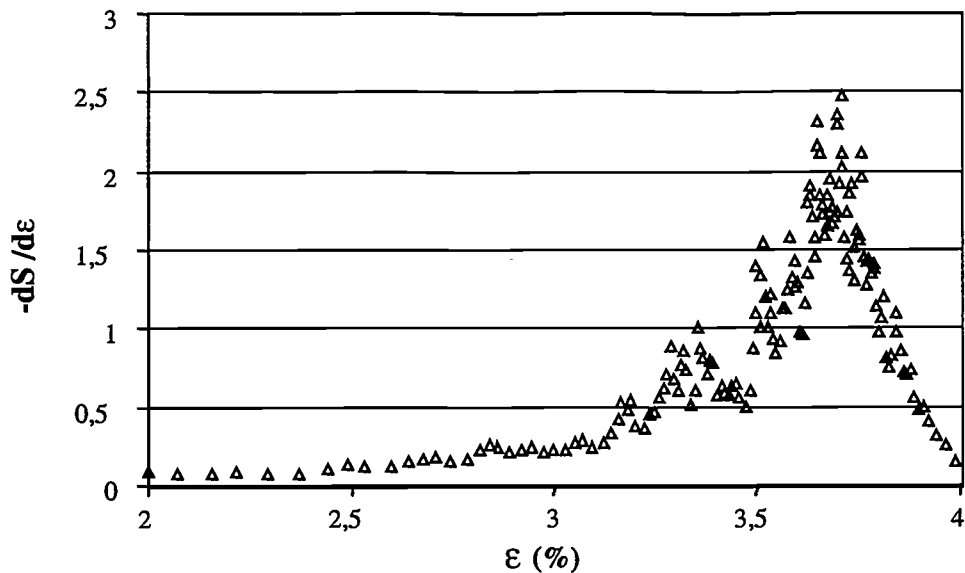


Figure 3.2 : densité de probabilité de rupture en fonction de la déformation, mêmes conditions que fig.3.1.

Nous devons donc nous contenter d'une modélisation par parties avec les modules apparents définis ci-dessus :

$$S = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\varepsilon}{4,4}\right)^{3,7}\right] \quad (3.1)$$

pour $\varepsilon(\%) \in [0 ; 3,4]$ soit pour le premier tiers des fibres ($S > S^{\wedge} = 0,66$),

$$S = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\varepsilon}{3,6}\right)^{17,5}\right] \quad (3.2)$$

pour $\varepsilon(\%) \in [3,4 ; 4,4]$.

Ces deux expressions ne correspondent pas individuellement aux deux distributions de défauts, mais à deux intervalles sur lesquels leur composition peut être décrit par une simple loi de [Weibull]. La figure 3.3 confronte la modélisation à la distribution expérimentale. On peut noter une distorsion au niveau du point de raccordement entre les expressions 3.1 et 3.2; elle est due à l'impossibilité à rendre compte simplement du point d'inflexion entre les deux portions linéaires de la représentation de [Weibull].

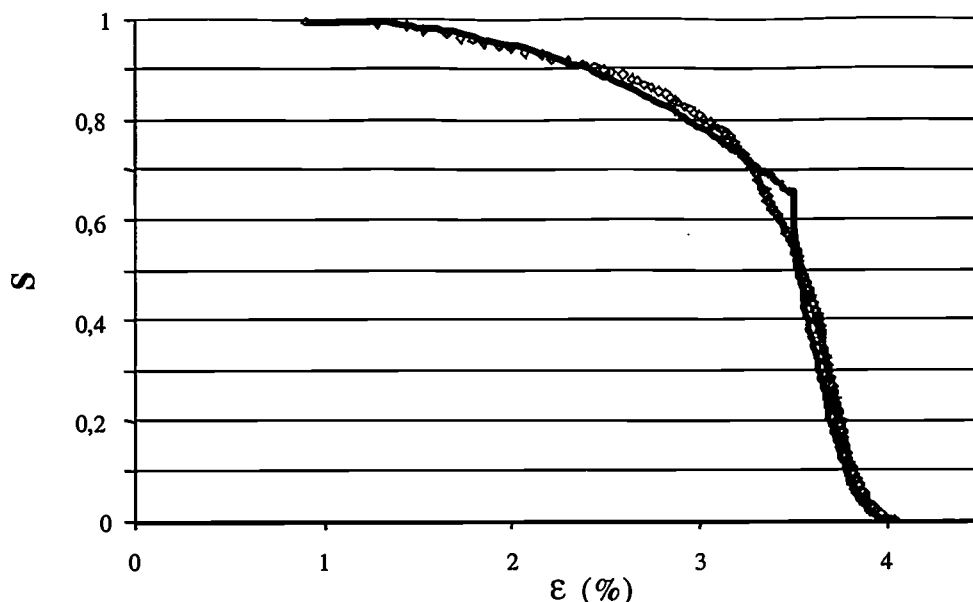


Figure 3.3 : modélisation par parties de la distribution des résistances mécaniques ;
mêmes conditions que fig. 3.1 , expérience en points et calculs en trait plein.

Cette bimodalité perturbe-t-elle l'analyse statistique que nous voulons entreprendre ?

Si l'une des deux populations de défauts se situe en volume comme cela a pu être supposé par [Zinck et al], son comportement ne sera pas affecté par la présence d'eau. La distribution des temps à rupture en milieu humide dépendra donc de la seule distribution des défauts en surface, à laquelle nous ne pouvons accéder par l'essai monotone en atmosphère inerte.

Dans le cas contraire et pour peu que le facteur de forme Y ne varie pas trop d'une population à l'autre, on pourra considérer que la relation entre résistance mécanique et temps à rupture est bijective. L'évolution de la probabilité de survie en fonction du temps lors d'un essai statique en milieu humide sera donc bimodale et les expressions théoriques seront a priori valables sur les intervalles et avec les modules définis ci-dessus.

La deuxième hypothèse semble être confirmée par l'analyse qualitative d'un essai monotone en milieu humide (figure 3.4). On observe tout d'abord dans la représentation linéaire que la distribution est globalement décalée vers les faibles résistances mécaniques, ce qui montre que toutes les fibres ont rompu à cause d'un défaut à leur surface. Par ailleurs, la représentation de [Weibull] exhibe la même bimodalité que dans le cas de l'environnement inerte (malgré une distorsion aux fortes déformations expliquée en annexe A1), ce qui confirme que les deux populations de défauts sont surfaciques. On retrouve enfin sur la

première partie de la distribution le module apparent obtenu en atmosphère inerte, ce qui signifie que la composition des deux populations de défauts est dans une certaine mesure insensible à l'effet de l'environnement.

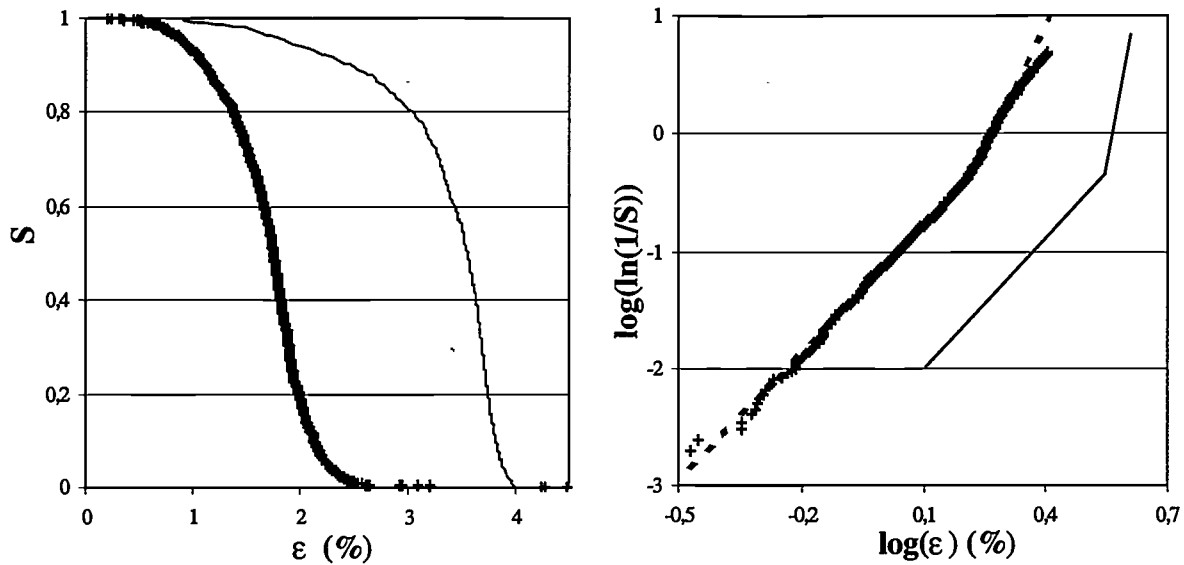


Figure 3.4 : distribution des résistances mécaniques lors d'un essai monotone sur écheveau (en milieu ambiant à 8.10^{-5} s^{-1}) en points ; rappel de la figure 3.1 en trait fin et approximation linéaire en pointillés.

3.2 Courbes $v(K)$

3.2.1 Etat de l'art

En première intention, le plus simple pour tracer une courbe de propagation est de mesurer au cours du temps la longueur d'une fissure se propageant sous l'effet d'un chargement connu [Murakoa]. Toutefois ceci ne peut être réalisé qu'à l'échelle de défauts artificiels, suffisamment grands pour être observés optiquement. Ceux-ci sont généralement obtenus par indentation ; mais alors l'évidence d'une plasticité localisée, réputée ne pas avoir lieu pour les défauts naturels, disqualifierait l'emploi des résultats à des fins prédictives [Sidorin].

Une solution alternative est de considérer que la durée de vie d'une éprouvette *contient* la loi de propagation sous une forme intégrale $t_f = \int dt = \int da / v$.

Historiquement ceci a été mis à profit en fixant a priori la forme de la loi de propagation : en

posant $v = AK^n$ la durée de vie sous contrainte constante vaut $t_f = \frac{2K_{IC}^{2-n} \sigma_i^{n-2}}{\sigma_{app}^n AY^2(n-2)}$

(cf. §1.3.3), on pourra donc extraire les paramètres A et n d'essais statiques à rupture. Toutefois, ces présupposés contraignants limitent le champ d'investigation au seul stade I, dont on ne sait pas a priori quel intervalle de facteur d'intensité de contrainte il occupe.

[Fett&Munz] ont montré que l'on pouvait partiellement s'en affranchir. En termes de facteur d'intensité de contrainte, le temps à rupture sous contrainte constante peut être réécrit

$$t_f = \int_0^{t_f} dt = \frac{2}{\sigma_{app}^2 Y^2} \int_{K_{I0}}^{K_{IF}} \frac{K_I dK_I}{v(K_I)}, \quad (3.3)$$

avec $K_{I0} = \sigma(a_0)^{1/2} Y$ le facteur d'intensité de contrainte initial et K_{IF} le facteur d'intensité de contrainte au moment de la rupture (nota : bien que les auteurs aient noté $K_{IF} = K_{IC}$, cette confusion ne nuit pas au reste du calcul qui concerne seulement K_{I0}).

Sans hypothèse sur $v(K)$, on peut dériver cette intégrale par rapport à K_{I0} :

$$\frac{dt_f}{dK_{I0}} = \frac{-2K_{I0}}{\sigma_{app}^2 Y^2 v(K_{I0})}. \quad (3.4)$$

Donc par différenciation logarithmique $\frac{d(\ln t_f)}{d(\ln K_{I0})} = \frac{-2K_{I0}^2}{\sigma_{app}^2 Y^2 t_f v(K_{I0})}, \quad (3.5)$

et $v(K_{I0}) = \frac{-2K_{I0}^2}{\sigma_{app}^2 Y^2 t_f} \frac{d(\ln K_{I0})}{d(\ln t_f)}. \quad (3.6)$

Or $K_{I0} = \sigma_{app} a_0^{0.5} Y$ et $K_{IC} = \sigma_i a_0^{0.5} Y$ avec σ_i la résistance mécanique de l'éprouvette telle qu'elle aurait été mesurée en milieu inerte avant l'essai statique,

donc $K_{I0} / K_{IC} = \sigma_{app} / \sigma_i = \varepsilon_{app} / \varepsilon_i, \quad (3.7)$

et $\boxed{v(K_{I0} / K_{IC}) = \frac{-2K_{IC}^2}{\varepsilon_i^2 E^2 Y^2 t_f} \frac{d(\ln \sigma / \sigma_i)}{d(\ln t_f)}}. \quad (3.8)$

La première étape du calcul d'un point sur la courbe de propagation est donc l'estimation de la résistance initiale σ_i de l'éprouvette ayant rompu au bout d'un temps t_f . A défaut de pouvoir réaliser à la fois un essai monotone et un essai statique sur le même échantillon, on peut s'appuyer sur des considérations statistiques.

Soient deux lots de N éprouvettes de mêmes nature, forme et dimensions. Si N est suffisant, ils seront identiques en terme de distribution des défauts de surface. Considérant que le temps à rupture en atmosphère humide et la résistance en milieu inerte sont deux fonctions bijectives de la taille de défaut initiale, la distribution des résistances mécaniques obtenue sur un lot correspondra terme à terme à la distribution des temps à rupture obtenue sur l'autre. Donc en classant les ensembles de données par ordre croissant ou décroissant, on pourra associer la i ème valeur de temps à la i ème valeur de résistance mécanique. Avec ces couples (t_f, ϵ_i) on tracera enfin la courbe $\ln(\epsilon_{app} / \epsilon_i) = f(\ln(t_f))$, dont la dérivation génère des triplets $(t_f, \epsilon_i, d\ln(\epsilon_{app} / \epsilon_i) / d\ln(t_f))$ et permet d'appliquer l'équation 3.8.

Au sein de chaque distribution de données expérimentales, les fluctuations statistiques diminuent avec la taille de l'échantillonnage. La précision de l'appariement (t_f, ϵ_i) croît donc avec N . Toutefois l'écart entre deux points consécutifs est aléatoire même dans une population représentative. Donc, au sein du double échantillonnage (t_f, ϵ_i) , l'écart entre deux temps consécutifs n'est pas déterminé par l'écart entre les deux résistances leur correspondant. Deux cas extrêmes peuvent se rencontrer : les deux temps, ou les deux résistances, peuvent être très rapprochés voire égaux. Il en résulte une extrême variabilité de la dérivée locale de $\ln(\epsilon_{app} / \epsilon_i) = f(\ln(t_f))$ (fig. 3.5).

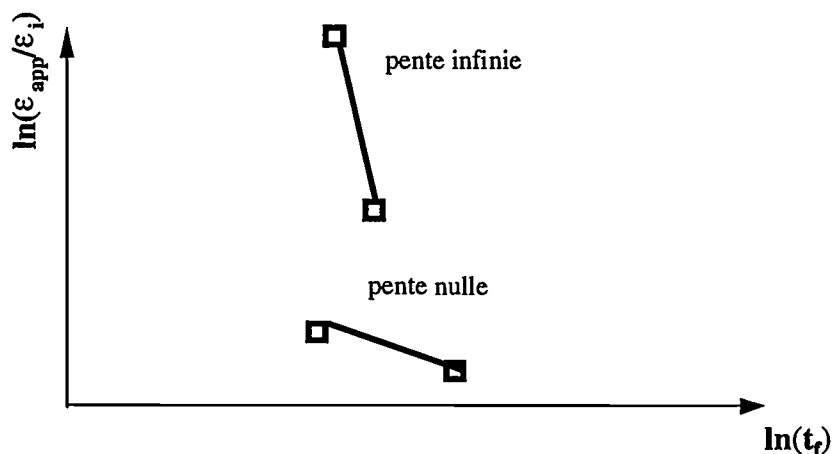


Figure 3.5 : variabilité de la dérivée sur un double échantillonnage expérimental.

Jusqu'ici ce problème a été contourné en considérant que la courbe $\ln(\epsilon_{app} / \epsilon_i) = f(\ln(t_f))$ est linéaire par parties. Cette hypothèse s'appuie implicitement sur la forme de la relation $t_f = f(\epsilon_{app})$ calculée à partir d'une loi de propagation puissance ou exponentielle. Nous proposons co-dessous une méthode permettant de s'affranchir de ce présupposé sur la courbe $v(K)$.

3.2.2 Méthode proposée

Afin d'utiliser les équations établies par [Fett&Munz], tout en nous affranchissant des hypothèses préalables sur la dépendance $v(K)$, nous allons mettre à profit la richesse des données recueillies lors d'un essai sur mèche :

- un essai monotone en milieu inerte fournit au moins 2000 résistances mécaniques,
- un essai statique en atmosphère humide fournit au moins 2000 temps à rupture.

Compte tenu du nombre de points qu'elles contiennent, ces distributions sont statistiquement représentatives de la même population de défauts (cf. §2.2.1). L'hypothèse d'équivalence, présidant à leur appariement, est donc vérifiée. Des considérations mathématiques et statistiques nous permettront d'obtenir une dérivée locale continue pour toute courbe issue de ce double échantillonnage. Il ne sera donc plus nécessaire de procéder à la différenciation logarithmique (éq. 3.5), qui ne sert qu'à linéariser globalement la relation entre temps à rupture et résistance mécanique. De l'équations 3.4 on tire directement

$$v(K_{I0}) = \frac{-2K_{I0}}{\sigma_{app}^2 Y^2} \frac{dK_{I0}}{dt_f} \quad (3.9)$$

$$\text{Or } K_{I0} / K_{IC} = \sigma_{app} / \sigma_i, \text{ donc } dK_{I0} = \frac{-K_{IC} \sigma_{app}}{\sigma_i^2} d\sigma_i, \quad (3.10)$$

$$\text{et } \boxed{v(K_{I0}) = \frac{2K_{IC}^2}{\varepsilon_i^3 E^2 Y^2} \frac{d\varepsilon_i}{dt_f}} \quad (3.11)$$

Pour tracer une courbe $v(K)$, il suffit donc de générer des couples (t_f, ε_i) et de dériver la courbe $\varepsilon_i = f(t_f)$. Toutefois, la variabilité du taux de détection acoustique et du nombre de fibres sollicitées dans un écheveau ne permet pas de collecter des ensembles de données exactement de même taille. Nous ne pouvons donc appairer directement les résultats de deux essais monotone et statique.

Soient N_1 et N_2 les quantités totales de ruptures détectées dans chacun des cas et x un entier diviseur commun. On peut discrétiser les deux ensembles de données en x parties, auxquelles on associe une valeur moyenne (t_{moy} ou ε_{moy}), figure 3.6.

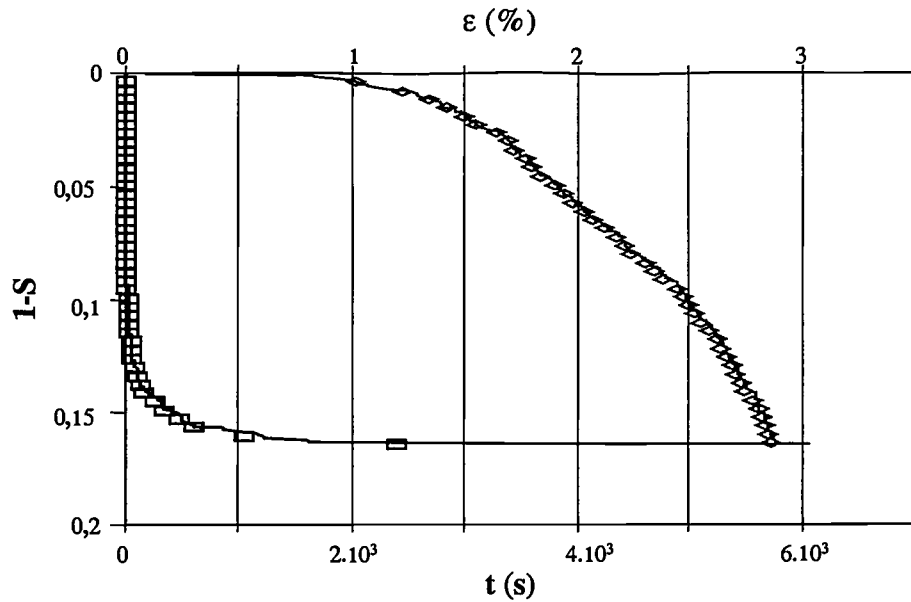


Figure 3.6 : discrétisation par moyennage sur 8 valeurs consécutives des distributions de résistances mécaniques (\diamond huile silicone $1,7 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) et des temps à rupture (\square 50 % H.R. $\epsilon_{app} = 1,2 \%$).

On génère ensuite des couples $(t_{moy}, \epsilon_{moy})$ et on dérive la courbe $\epsilon_{moy} = f(t_{moy})$. Si N_1/x et N_2/x sont suffisamment grands pour absorber les fluctuations statistiques locales, la représentativité de l'intervalle occupé par chacune des x groupes de données sera élevée. Cela se traduira par une grande stabilité des moyennes d'une part, des écarts entre deux moyennes consécutives d'autre part. Par appariement des nièmes valeurs moyennes de temps et de résistance on obtiendra donc une courbe $\epsilon_{moy} = f(t_{moy})$ dont la pente locale évoluera continûment figure 3.7. On pourra alors dériver cette courbe puis appliquer l'équation 3.11.

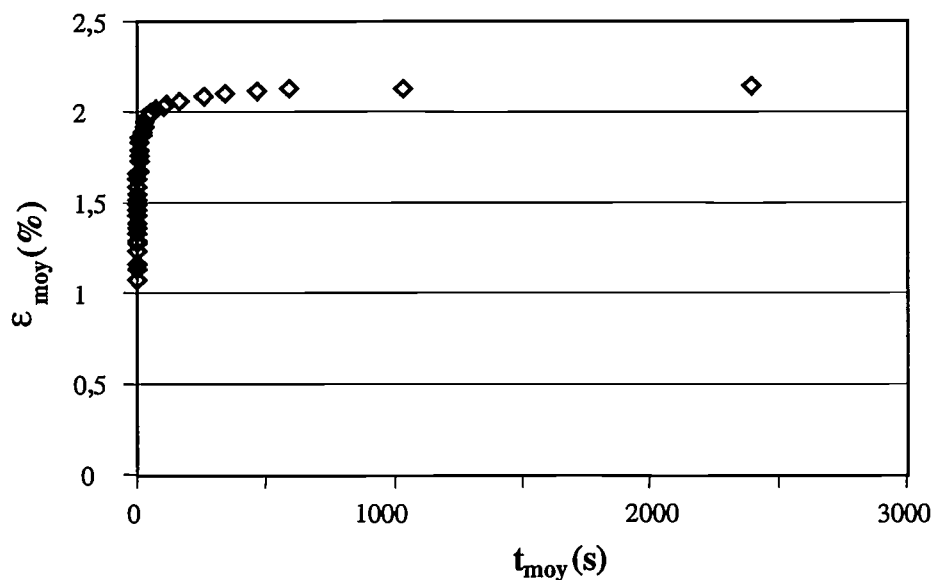


Figure 3.7 : courbe $\epsilon_{moy} = f(t_{moy})$, mêmes conditions que fig. 3.6.

Toutefois, l'appariement des $n^{\text{ièmes}}$ valeurs moyennes de temps et de résistance n'est pas mathématiquement rigoureux : pour une fonction quelconque l'image de la moyenne de l'intervalle objet n'est pas forcément la moyenne de l'intervalle image. L'erreur qui en découle est fonction croissante du nombre de résultats moyennés par intervalle.

En d'autres termes x devra être :

- suffisamment petit pour que la dérivée $\delta \epsilon_{\text{moy}} / \delta t_{\text{moy}}$ ne soit pas trop bruitée,
- suffisamment grand pour que l'appariement $(\epsilon_{\text{moy}}, t_{\text{moy}})$ soit précis.

A défaut de pouvoir quantifier ces deux critères contradictoires, nous pouvons appliquer itérativement cette méthode avec un intervalle de discrétisation de plus en plus grossier afin d'identifier un compromis. La figure 3.8 présente les courbes $v(K)$ obtenues pour un même essai statique ($\epsilon = 1,2\%$) en atmosphère ambiante, avec $x = 144, 43$ et 15 soit 2, 8 et 23 données par point. Seule la discrétisation sur 144 intervalles occasionne une dispersion rédhibitoire. Celles sur 8 ou 23 intervalles semblant indifférentes, nous considérerons qu'elles nous permettent de nous affranchir de la distorsion due au moyennage. Entre ces deux définitions, nous utiliserons la plus fine.

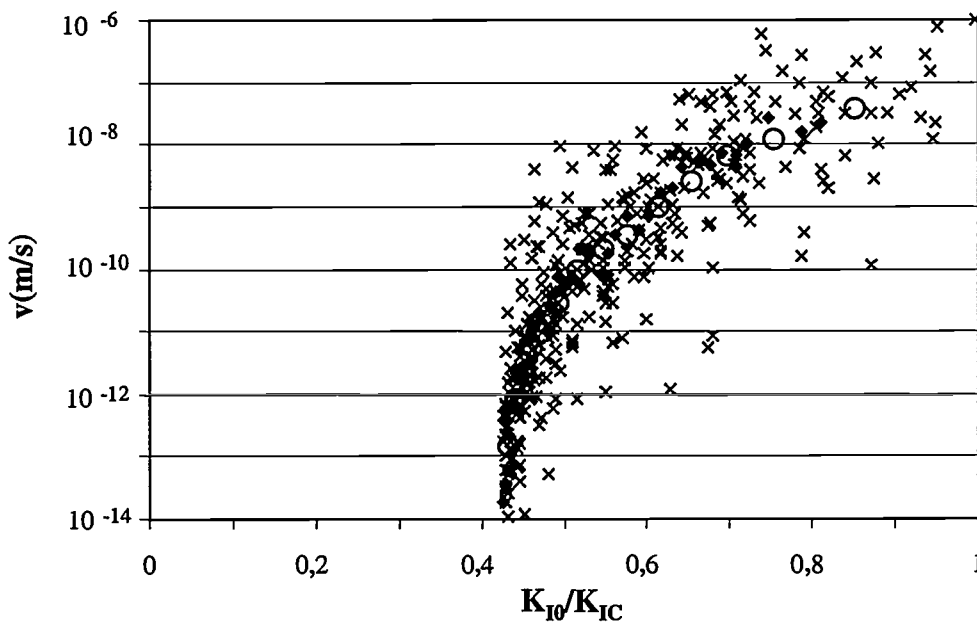


Figure 3.8 : évolution de la courbe $v(K)$ en fonction de la discrétisation en 144 (○), 43 (◆) et 15 (×) intervalles, mêmes conditions que fig3.6.

Nous avons enfin comparé les courbes obtenues à partir des mêmes données mais avec les équations 3.8 et 3.11 (avec ou sans étape de différenciation logarithmique). La figure 3.9

montre un très faible écart. Nous préférons utiliser l'équation 3.11 car elle nécessite moins de paramètres et d'opérations et contient donc moins de sources d'erreur.

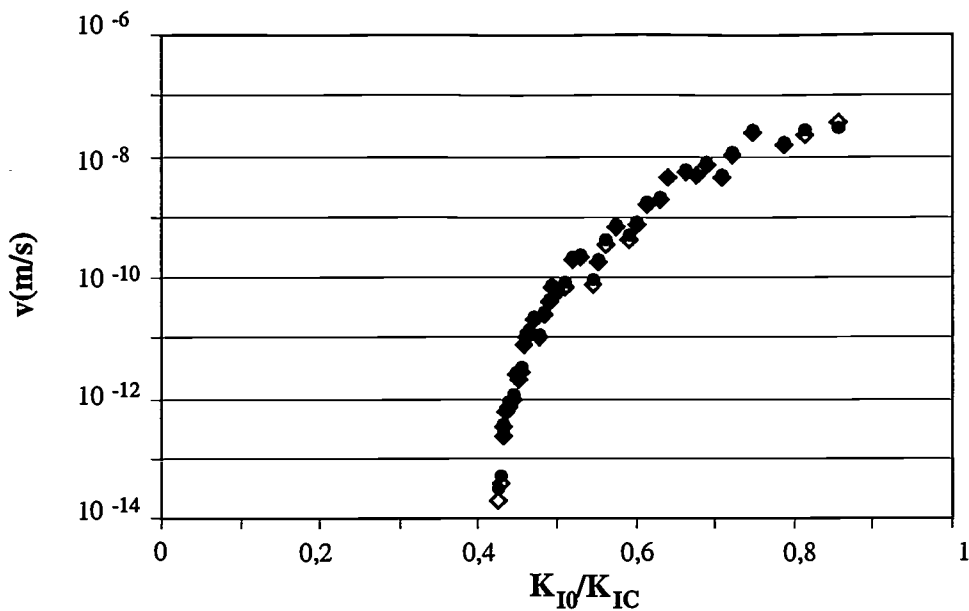


Figure 3.9 : courbes $v(K)$ obtenues avec (\diamond) ou sans (\bullet) étape de différenciation logarithmique, mêmes conditions que fig. 3.6.

3.2.3 Résultats

La figure 3.10 présente deux courbes obtenues à température ambiante pour dix et cinquante pour cent d'humidité relative. Elles exhibent des stades I parallèles au dessus de seuils très apparents, dont la valeur diminue pour les essais considérés de 0,426 à 0,502 avec l'augmentation du degré d'hygrométrie. Aux forts facteurs d'intensité de contrainte elles se rejoignent, ce qui permet de positionner le stade III. Entre les deux le stade II est plus difficile à situer visuellement : très court à 50 %H.R. il est quasi inexistant à 10% H.R.. On peut noter aussi que à 50 % H.R. la vitesse en stade II de l'ordre 10^{-8} m / s, c'est à dire inférieure de trois à quatre ordres de grandeur aux valeurs courantes pour le verre [Wiederhorn]. Ceci peut être significatif du fait que le verre ne voit réellement que les quantité d'eau diffusant à travers le produit d'ensimage.

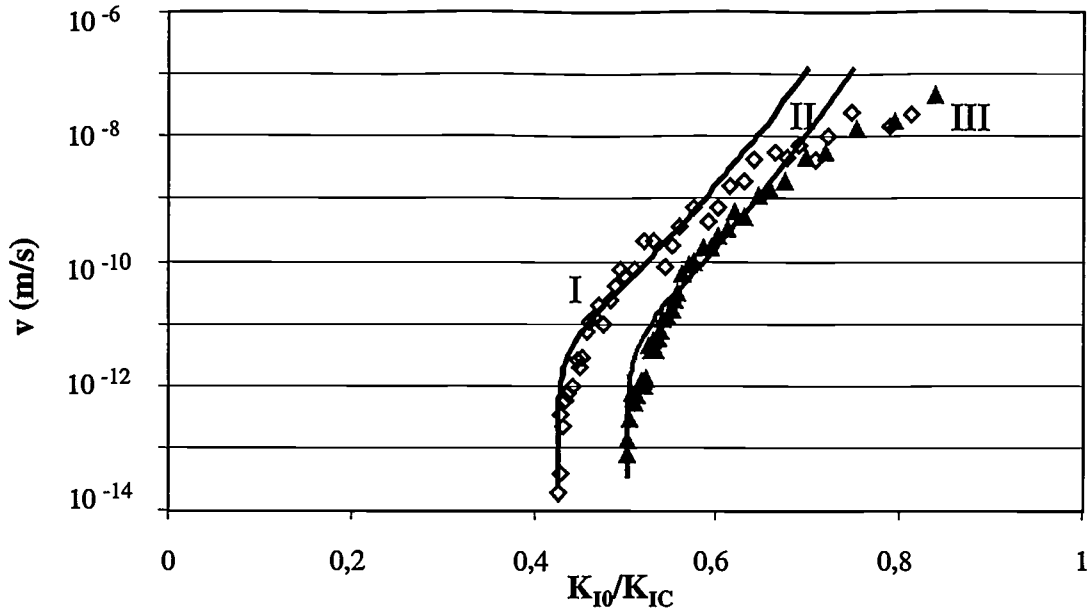


Figure 3.10 : courbes $v(K)$ sur mèches de fibres à 10 % H.R. (\blacktriangle) et 50 % H.R. (\diamond), simulations du stade I et du seuil en trait plein.

En procédant dans les mêmes conditions hygrothermiques à trois essais statiques à différentes déformations imposées, on obtient des courbes de propagation identiques figure 3.11. Or sur les trois essais un même facteur d'intensité de contrainte correspond à trois tailles de défaut différentes. Cela signifie l'absence de phénomènes de renforcement dans le verre E_{CR} : le taux de dissipation d'énergie ne dépend pas de la longueur de la fissure.

On remarquera par ailleurs que, si il y avait en surface des contraintes thermiques résiduelles importantes (σ_{th}), un même facteur d'intensité de contrainte apparent $K_{I0} / K_{IC} = \sigma_{app1} / \sigma_{i1} = \sigma_{app2} / \sigma_{i2} = \sigma_{app3} / \sigma_{i3}$ correspondrait à trois facteurs d'intensité de contrainte réels $\frac{\sigma_{app1} + \sigma_{th}}{\sigma_{i1} + \sigma_{th}} \neq \frac{\sigma_{app2} + \sigma_{th}}{\sigma_{i2} + \sigma_{th}} \neq \frac{\sigma_{app3} + \sigma_{th}}{\sigma_{i3} + \sigma_{th}}$, donc à trois vitesses.

En d'autres termes, la relation $v(K)$ obtenue est bijective. La force motrice $G^* = G - R$ ne dépend donc que de K_I :

$$G^* = \frac{K_I^2}{E} - (2\gamma_E + R_D(K)). \quad (3.12)$$

Au seuil $G^* = 0$ donc

$$\frac{K_{IS}^2}{E} = (2\gamma_E + R_D(K_{IS})). \quad (3.13)$$

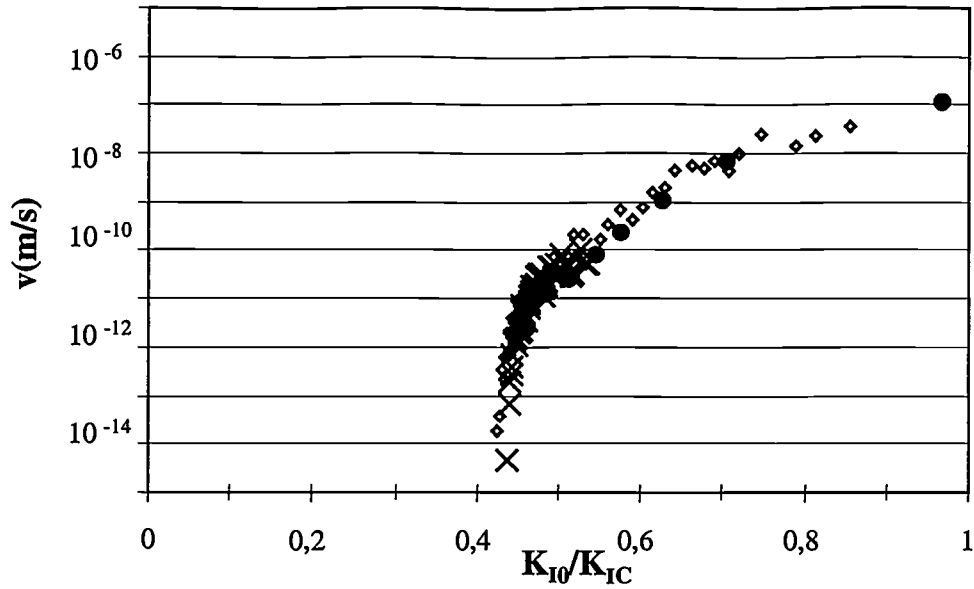


Figure 3.11 : superposition de trois courbes $v(K)$ obtenues avec trois essais statiques,

$\varepsilon_{app} = 1$ (●), 1,2 (◇) et 1,7 % (×) 25 °C 50 % H.R..

Concernant le stade I, on peut réécrire l'équation 1.27 ($v_I = dv_0 \exp(\frac{-E_0}{kT}) \exp[\frac{\alpha G^*}{kT}]$)

$$v_I = \beta \exp\left[-\frac{\alpha \left(\frac{K_I^2}{E} - (2\gamma_E + R_D(K_I)) \right)}{kT}\right], \quad (3.14)$$

$$\text{donc } v_I = \beta \exp\left[-\frac{\alpha \left(\frac{K_I^2}{E} - \frac{K_{IS}^2}{E} + (R_D(K_I) - R_D(K_{IS})) \right)}{kT}\right] \quad (3.15)$$

En traçant $\ln(v) = f(K_I^2 - K_{IS}^2)$ sur le stade I, on obtient une droite unique pour les deux conditions d'humidité figure 3.12. Cela signifie tout d'abord que α et β sont insensibles à la concentration en eau. On peut par ailleurs en déduire la forme de la composante dissipative :

$$R_D = \chi + \psi K_I^2, \quad (3.16)$$

avec ψ et $\chi \geq 0$.

$$\text{L'équation 3.15 devient donc } v_I = \beta \exp\left[\frac{\alpha(1 + E\psi)}{EkT} (K_I^2 - K_{IS}^2)\right]. \quad (3.17)$$

On peut donc réécrire l'équation 1.26, modélisant conjointement le stade I et le point d'inflexion au dessus du seuil :

$$v_{S/I} = 2\beta \sinh \left[\alpha' \left(\frac{K_I^2 - K_{IS}^2}{K_{IC}^2} \right) \right], \quad (3.18)$$

où $\alpha' = 33,15 \text{ MPa}^{-2} \cdot \text{m}^{-1}$, $\beta = 4,6 \cdot 10^{-12} \text{ m/s}$ et $K_{IS}/K_{IC} = 0,426$ ou $0,502$ à 50% ou 10% H.R. respectivement.

On vérifie sur la figure 3.10 que cette loi permet de décrire correctement les courbes $v(K)$ expérimentales (hors stades II et III). Ce résultat permet de vérifier que le seuil et le stade I dépendent de la cinétique intrinsèque d'hydrolyse des ponts siloxanes en front de fissure. Toute hypothèse est donc levée quant à l'existence et la nature du seuil de non propagation. La prévision de la cinétique de rupture des fibres sous sollicitation prolongée devra donc impérativement le prendre en compte. A cette fin, il serait tentant de réaliser l'intégration de $dt = \frac{da}{v}$ avec la loi de propagation en sinus hyperbolique (éq. 3.18), car elle décrit conjointement le seuil et le stade I. Toutefois, l'expression analytique des temps à rupture comporte alors un terme additif sur le facteur d'intensité de contrainte ($K_I^2 - K_{IS}^2$), ce qui ne permet plus d'utiliser simplement les propriétés graphiques des lois de [Weibull].

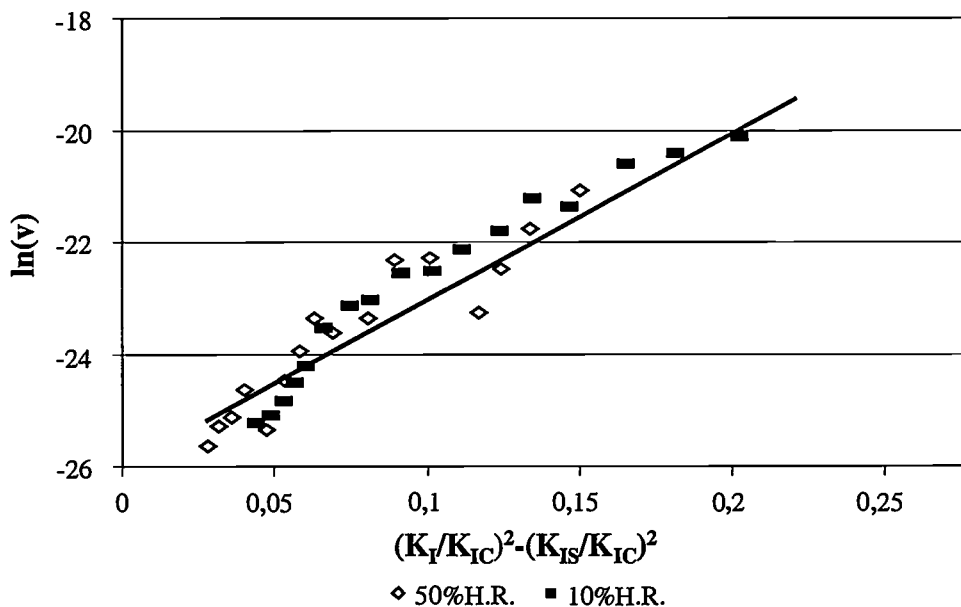


Figure 3.12 : détermination graphique des paramètres de la loi sinus hyperbolique, $\ln(v) = f(K_I^2 - K_{IS}^2)$.

Alternativement, on peut modéliser la loi de propagation par parties :

- si $K_I \leq K_{IS}$ alors $v = 0$;
- si $K_I > K_{IS}^+$ alors $v = AK^n$, loi puissance dont les paramètres seront estimés par l'ordonnée à l'origine ($\log A$) et la pente (n) de la courbe $\log v = f(\log K)$ figure 3.11.

Le paramètre A diminue d'un facteur cent lorsque l'humidité relative diminue de 50% à 10%. Inversement le coefficient de fatigue statique $n=20$ s'avère indépendant du degré hygrométrique, conformément aux références bibliographiques [Wiederhorn, 1]. Sa valeur est proche de celle estimée (~ 15) sur le verre E en immersion dans l'eau [Cowking et al, 1].

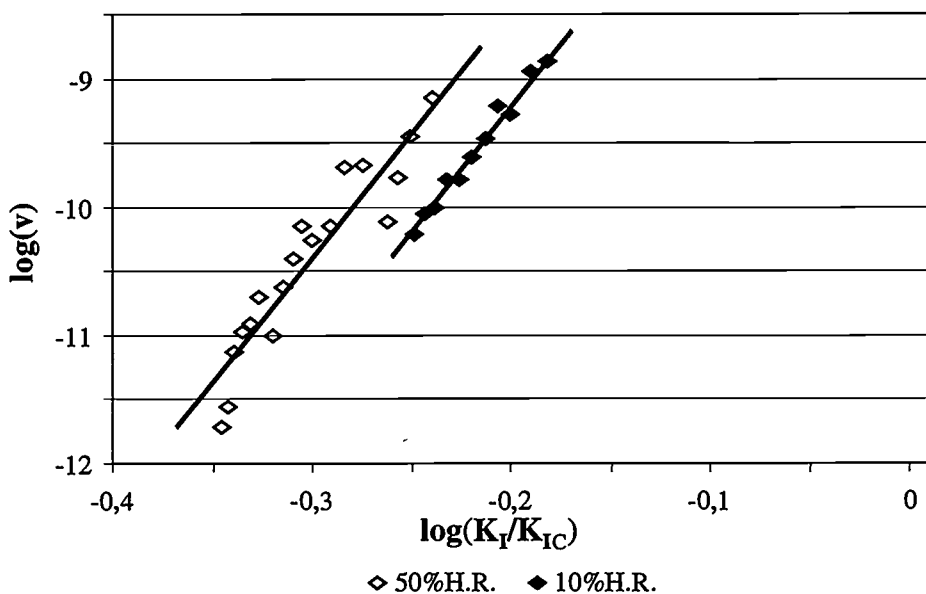


Figure 3.13 : détermination graphique des paramètres de la loi puissance,

$$\log(v) = f(\log K_I).$$

3.3 Distribution des durées de vie sous sollicitation statique

Pour une déformation appliquée donnée, la distribution des résistances mécaniques des fibres entraîne la distribution des facteurs d'intensité de contrainte : $K_I = \frac{\epsilon_{app} K_{IS}}{\epsilon_i}$.

Au sein de l'écheveau certaines des fibres rompent ($\epsilon_i < \frac{\epsilon_{app} K_{IS}}{K_I}$), d'autres jamais

$$(\epsilon_i \geq \frac{\epsilon_{app} K_{IS}}{K_I}).$$

Ceci nous indique tout d'abord que la probabilité de rupture tendra aux temps longs vers une limite asymptotique, dont la valeur est donnée par l'injection de la déformation à rupture de la dernière fibre déchue dans l'expression décrivant la distribution des résistances mécaniques :

$$S_{\infty} = \exp \left[- \left(\frac{\varepsilon_{app} K_{IC}}{\varepsilon_{1,2} K_{IS}} \right)^{m_{1,2}} \right] \quad (3.19)$$

Dans le cadre de la bimodalité mise en évidence au paragraphe 3.1.1, le choix de $m_{1,2}$ et $\varepsilon_{1,2}$ sera dicté par la position de S_{∞} par rapport au point de transition entre les deux distributions : 1 si $S_{\infty} > S^{\wedge}$ et 2 si $S_{\infty} < S^{\wedge}$.

Par ailleurs, il existera une sous-population de fibres dont le défaut légal se propagera initialement en mode I. Sur un intervalle de temps au moins, la distribution des durée de vie devrait pouvoir être modélisée par parties par deux statistiques de [Weibull], dont nous pouvons calculer les paramètres (éq. 1.48) :

$$S(t) = \exp \left[- \left(\frac{t}{t_{1,2}} \right)^{M_{1,2}} \right] \quad (3.20)$$

avec $t_{1,2} = \frac{E^2 \varepsilon_{app}^n (n-2) A Y^2}{2 K_{IC}^{2-n} \varepsilon_{1,2}^{n-2}}$ et $M_{1,2} = \frac{m_{1,2}}{n-2}$ selon que S est supérieure ou inférieure à S^{\wedge} .

Nous examinerons les capacités prédictives de ce modèle pour les essais statiques sous 1, 1,2 et 1,7 % de déformation à 50 % H.R.. Le tableau 3.1 récapitule les données nécessaires aux calculs. Les paramètres de la loi de propagation (n, A, K_{IS}) ont été identifiés sur la courbe $v(K)$ obtenue avec les seuls résultats de l'essai à 1,2 % de déformation imposée. Pour les deux sollicitations les plus faibles, la valeur limite prévue S_{∞} est supérieure à S^{\wedge} ; les distributions de temps à rupture correspondantes doivent donc exhiber un comportement unimodal. A l'inverse, pour la sollicitation la plus forte; la distribution doit être bimodale.

Grandeurs mécaniques	Distributions des résistances	Loi de propagation
$E = 72,5 \text{ GPa}$	$m_1 = 3,7 \quad \varepsilon_1 = 4,4 \text{ \%}$ pour	$n = 20$
$K_{IC} = 0,7 \text{ MPa.m}^{0.5}$	$S > 0,66$	$A_{50\%} = 8,3 * 10^{-122}$
$Y \cong \pi^{0.5}$	$m_1 = 17,5 \quad \varepsilon_1 = 3,6 \text{ \%}$ pour	$K_{IS} / K_{IC} = 0,426$
$\varepsilon_{app} = 1, 1,2 \text{ ou } 1,7\%$	$S < 0,66$	

Tableau 3.1 : récapitulatif des données nécessaires à la prévision des cinétiques de rupture sous sollicitation statique.

Les figures 3.14 et 3.15 confrontent prévision et expérience dans une représentation semi-log et un plan de [Weibull]. Compte tenu des incertitudes sur les données d'entrée (notamment sur les grandeurs mécaniques), les courbes calculées peuvent être considérées comme proches des courbes expérimentales. Nous détaillerons notre analyse dans la seule représentation de [Weibull], qui met mieux en évidence la forme de la dépendance entre temps et probabilité de survie.

Pour deux essais au moins les courbes expérimentales présentent aux temps courts (inférieurs à 10 s) une pente significativement supérieure à celle prévue. Par corrélation avec les courbes $v(K)$ obtenues sur les mêmes résultats, on peut déterminer que ces points correspondent aux fibres initialement en stades II et III (absents du modèle).

Comme prévu, on observe ensuite dans tous les cas des portions de droite de pente $0,19 \pm 0,03$ (valeur théorique $m_1/n-2 \approx 0,21$), puis pour $\varepsilon = 1,7 \%$ seulement, une portion de pente $0,94$ (valeur théorique $m_2/n-2 \approx 0,97$). L'estimation indirecte de n via ces coefficients directs conduit à des valeurs variant de 19 à 25. L'ordonnée à l'origine de ces zones linéaires est par ailleurs systématiquement inférieure à celle calculée.

Aux temps longs (supérieurs à 200 s) les trois courbes s'infléchissent pour tendre vers une asymptote horizontale. A $1,7 \%$ on observe un décalage significatif entre la valeur prévue et la valeur expérimentale : il reste $3,5 \%$ de fibres non rompues alors qu'on n'en prévoyait que $0,5 \%$. Il faut remarquer que, pour les fortes sollicitations (i.e. au dessus du point d'inflexion de la distribution), le calcul de S_∞ est très sensible à l'estimation de la déformation appliquée : il suffit ainsi de diminuer ε_{app} de $1,7$ à $1,67 \%$ pour voir augmenter S_∞ de $0,005$ à $0,035$.

D'un point de vue pratique, on s'intéresse généralement à des déformations faibles et des temps longs, ce qui permet de s'abstraire à la fois des écarts à la linéarité dus aux stades II/III et de la trop grande variabilité de l'estimation de S_∞ aux fortes déformations. Seul le décalage vertical entre les courbes expérimentales et calculées semble donc pénalisant. On peut espérer le réduire en écrivant que $S(t) = \exp\left[-t^{m_1/2/n-2} \varepsilon_{app}^{nm_1/2/n-2} k_{1,2}\right]$ (éq.1.48) et en ajustant le facteur C (qui contient les constantes sources d'incertitudes) sur une des courbes pour prévoir les autres. Ce calage devra être fait sur chaque intervalle de modélisation. Les figures 3.16 et 3.17

présentent la prévision avec C_1 estimé pour l'essai $\epsilon_{app} = 1,2 \%$. L'écart entre modélisation et expérience s'avère sensiblement réduit.

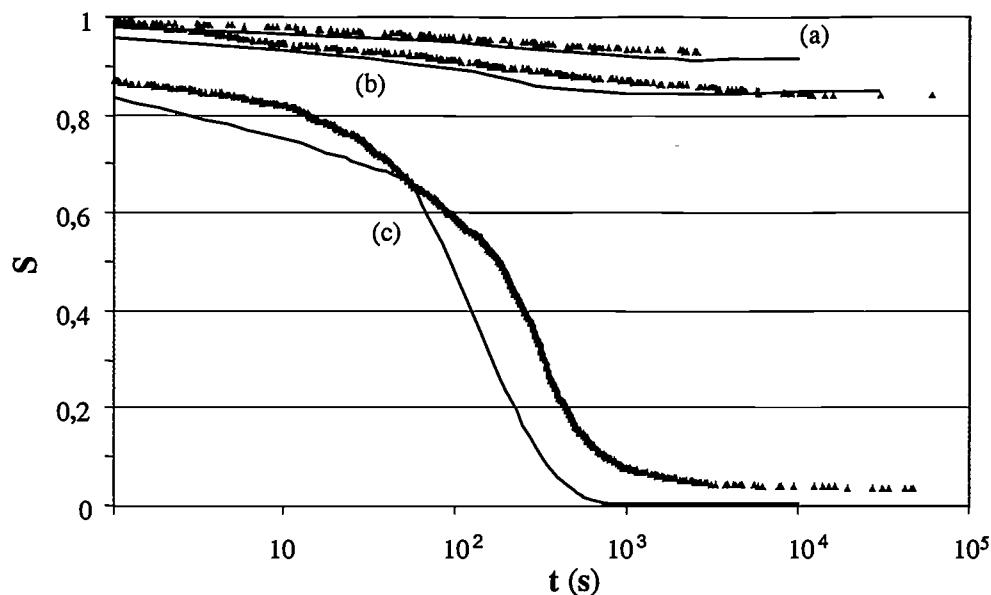


Figure 3.14 : représentation semi-log des cinétiques de ruptures expérimentales (points gris) et calculées à partir de la courbe $v(K)$ (trait plein) ; déformation constante $\epsilon=1$ (a), 1,2 (b) et 1,7 % (c) à 25 °C et 50 % H.R..

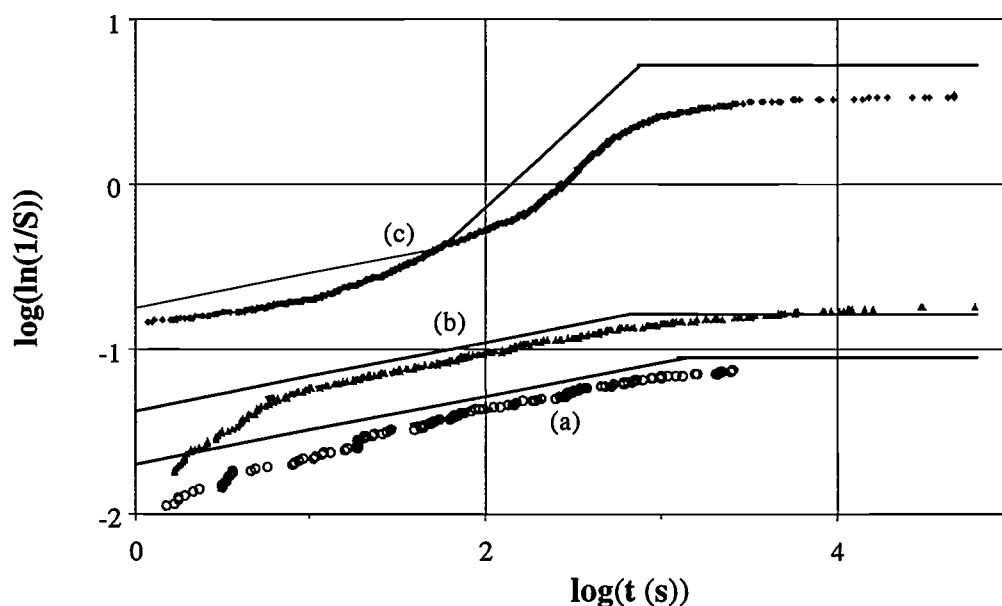


Figure 3.15 : représentation de [Weibull] des cinétiques de rupture expérimentales et calculées présentées en figure 3.14 ; en pointillés les approximations linéaires.

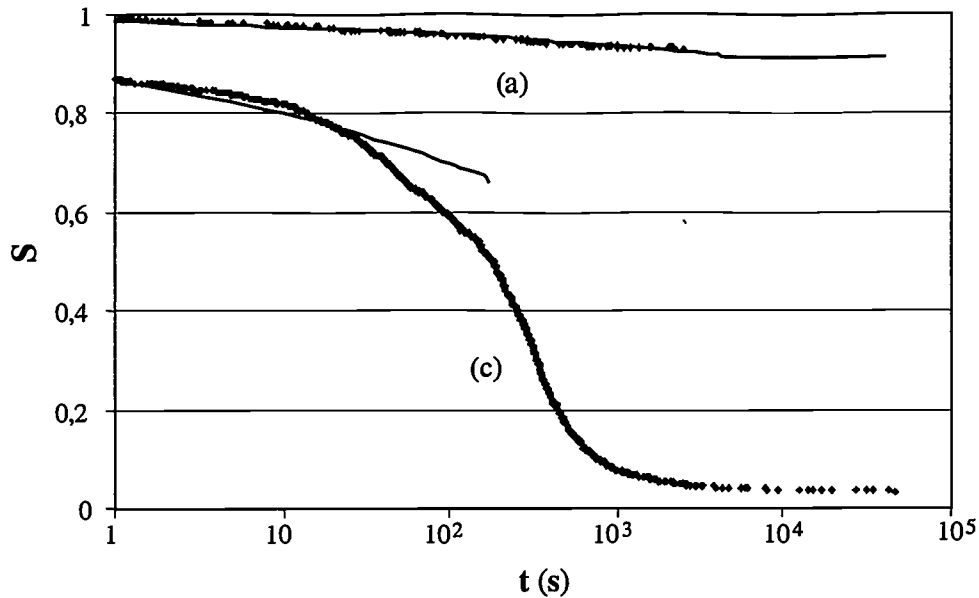


Figure 3.16 : représentation semi-log des cinétiques de rupture expérimentales et calculées à partir de la courbe $v(K)$ et de l'essai $\varepsilon = 1,2\%$, mêmes conditions et légende que fig. 3.14.

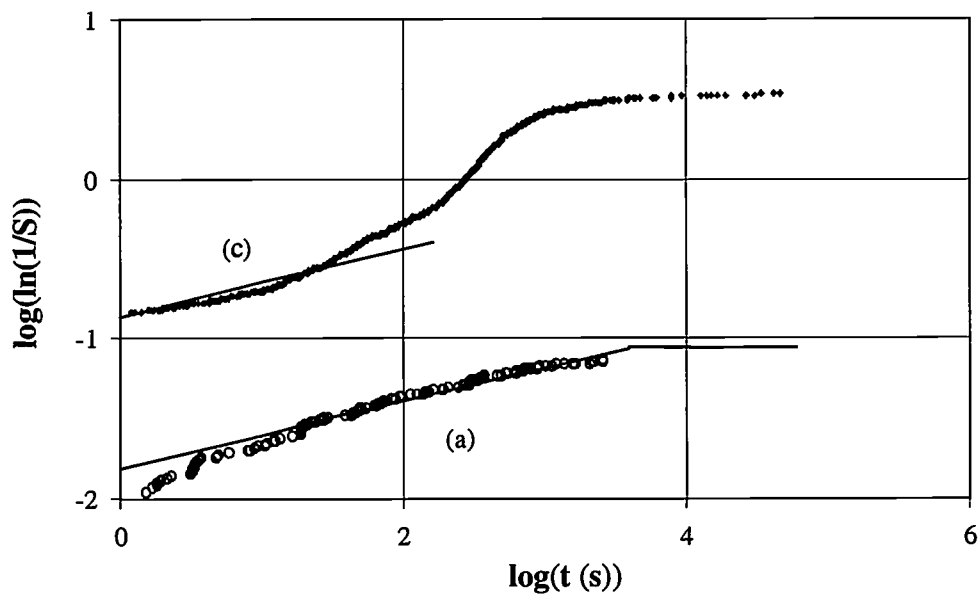


Figure 3.17 : représentation semi-log des cinétiques de ruptures expérimentales et calculées à partir de la courbe $v(K)$ et de l'essai $\varepsilon = 1,2\%$; même conditions et légende que fig.3.14.

3.4 Conclusion

Nous avons donc montré que la courbe $v(K)$ relative aux fibres non imprégnées peut être tracée par appariement des distributions de résistances mécaniques et de temps à rupture obtenues lors d'un essai monotone et d'un essai statique sur mèche.

La loi de propagation correspondante peut être modélisée par parties par un seuil et une loi puissance :

- $v = 0, \forall K_I < K_{IS},$
- $v = AK_I^n, \forall K_I > K_{IS}.$

L'analyse directe des deux mêmes distributions expérimentales permet de prévoir la cinétique de rupture des fibres sous une sollicitation statique quelconque :

- $S(t) = \exp\left[-t^{m/n-2} \varepsilon_{app}^{nm/n-2} k\right],$
- puis $S_{\infty} = \exp\left[-\left(\frac{\varepsilon_{app} K_{IC}}{\varepsilon K_{IS}}\right)^m\right],$

où m, n et C sont estimés respectivement à partir de l'essai monotone, de la courbe $v(K)$ et de l'essai statique.

Nous examinerons au chapitre suivant comment une approche analogue pourra être menée pour analyser la cinétique de rupture des fibres pendant la période de premier endommagement au sein d'une éprouvette de flexion.

4 ANALYSE MICROMECHANIQUE IN SITU DU PREMIER ENDOMMAGEMENT D'UN COMPOSITE

4.1 DISTRIBUTION EXPERIMENTALE DES RESISTANCES MECANQUES

4.2 VALIDATION DE L'HYPOTHESE DU QUASI-ECHEVEAU

4.3 VALIDATION DU PROTOCOLE DE PRE-CONDITIONNEMENT

4.4 COURBE $V(K)$ DANS UN COMPOSITE VIEILLI

4.5 DISTRIBUTION DES TEMPS A RUPTURE DANS UN COMPOSITE VIELLI SOUS SOLLICITATION STATIQUE

4.6 APPARITION D'UN ENDOMMAGEMENT MACROSCOPIQUE

4.7 CONCLUSION

4 Analyse microscopique in situ du premier endommagement d'un composite

L'application aux composites du formalisme établi pour l'écheveau se heurte aux effets du couplage mécanique entre fibres et matrice. Ainsi, une fibre rompue ne cesse pas complètement d'être sollicitée : la contrainte de traction qu'elle supporte est nulle à l'endroit de la rupture puis augmente à mesure que l'on s'en éloigne par transfert de charge avec la matrice (cf. annexe A3). De ce fait, une même fibre pourra rompre à plusieurs endroits. D'autre part, les fibres voisines d'une première rupture supporteront localement un surcroît de charge pouvant engendrer des ruptures induites. Nous montrerons dans un premier temps que ces deux phénomènes sont peu sensibles à l'échelle du V.E.R. et dans les conditions d'observation définis au chapitre 2. Sur cette base nous appliquerons la démarche prédictive mise au point au chapitre 3.

4.1 Distribution expérimentale des résistances mécaniques

La figure 4.1 présente dans une échelle linéaire l'évolution, sous sollicitation monotone, du nombre de fibres rompues dans le champ d'observation (N_f). Les éprouvettes avaient été maintenues en atmosphère ambiante plusieurs semaines avant l'essai. La prise d'eau correspondante est de l'ordre de $M_t = 0,05 \pm 0,01 \%$. On observe une moins bonne reproductibilité que pour une sollicitation statique (cf. §2.2.2). Ceci peut être dû au manque de répétabilité de la durée des paliers d'acquisition donc de la vitesse de sollicitation moyenne : à chaque incrément de déformation la mise au point de l'image doit être refaite, ce qui prend plus ou moins de temps d'une éprouvette à l'autre.

La figure 4.2 présente les mêmes résultats en termes de probabilité de rupture ($1-S = 1-N_f/N_T$) avec différentes hypothèses quant au nombre de fibres contenues dans l'épaisseur observée :

$N_t = \frac{4hbv_f}{\pi\phi^2}$, avec b et h les largeur et profondeur du VER, v_f la fraction volumique de fibres

et ϕ leur diamètre. Ce nombre est limité par deux valeurs extrêmes correspondant respectivement à l'observation :

- d'une monocouche de fibres ($h \sim 15 \mu\text{m}$ dans un arrangement hexagonal de compacité égale à la fraction volumique de fibres) soit $N_t = 460$,
- de tout le volume défini par la profondeur de champ ($h \sim 140 \mu\text{m}$) soit $N_t = 4340$.

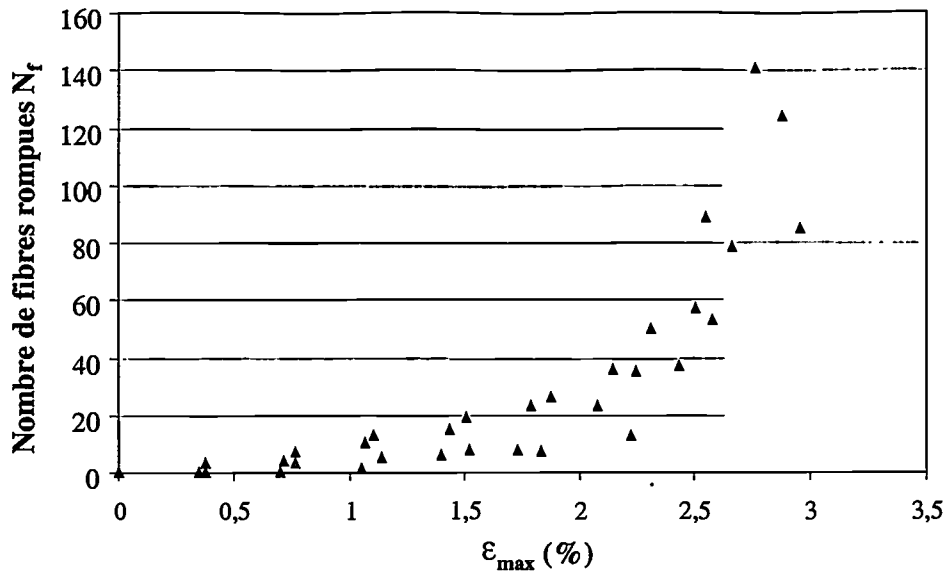
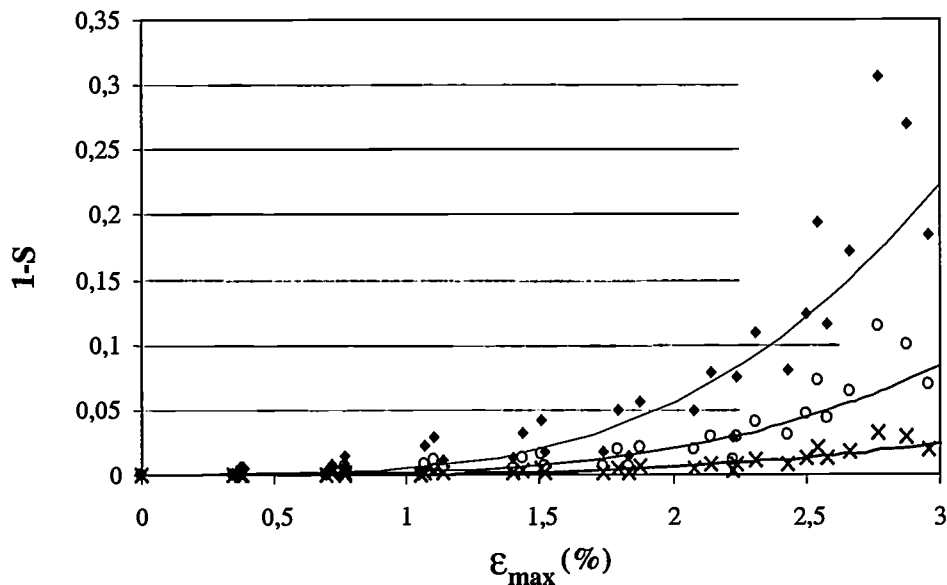


Figure 4.1: évolution du nombre de fibres rompues en fonction de la déformation au centre de l'éprouvette, essais monotones sur composite maintenu à l'ambiante ($M_t = 0,05 \%$).



hypothèse quant au nombre de fibres observées N_t ♦ 460 ○ 1240 × 4340

Figure 4.2 : évolution de la probabilité de rupture lors d'un essai monotone, expérience en points et modélisation par une loi de [Weibull] en trait plein.

Lors de ces essais, nous n'avons quasiment jamais observé de fibres multifragmentées. Par contre, quelques ruptures immédiatement voisines les unes des autres ont pu être identifiées. Leur quantification a été menée en définissant l'appartenance à un doublet à partir de distances d'interaction caractéristiques :

- $\delta y < d$, la distance interfibre moyenne ($\sim 17 \mu\text{m}$ dans un arrangement hexagonal) ;

- $\delta x < L_I$, la longueur ineffective, ou distance entre l'extrémité rompue d'une fibre et le point où sa déformation atteint la déformation nominale (nous avons considéré que L_I est de l'ordre de $75 \mu\text{m}$ cf. A3).

La figure 4.3 présente pour un essai monotone l'évolution du nombre de fibres rompues et du nombre de doublets (N_d). Excepté aux déformations ultimes ($> 2,5 \%$), le nombre de ruptures potentiellement dues aux concentrations de contraintes ($N_d / 2$) est très faible.

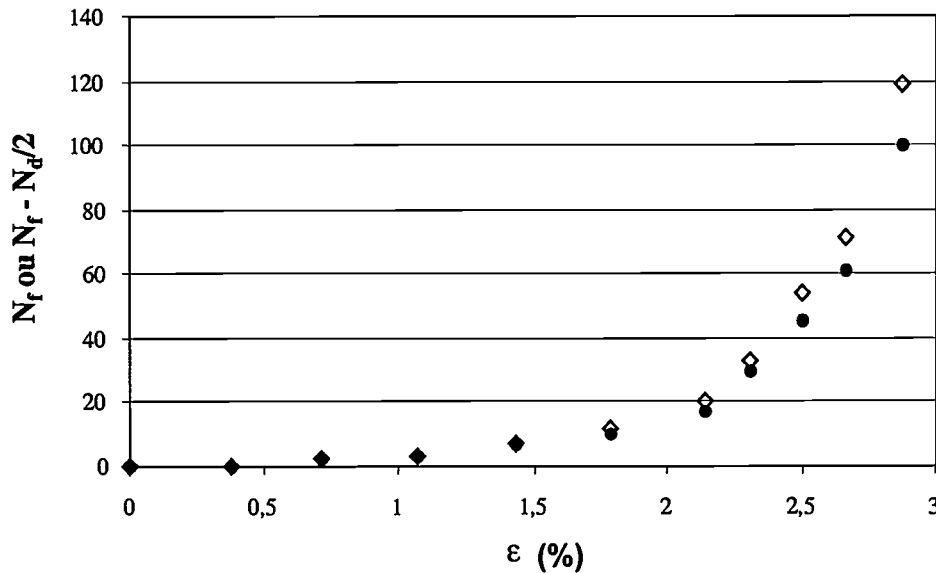


Figure 4.3 : quantification du nombre de doublets lors d'un essai monotone, ($\diamond N_f$) nombre de ruptures total et ($\bullet N_f - N_d/2$) nombre de doublets.

En première approximation, on peut donc considérer que la population de fibres observée se comporte comme un quasi-écheveau. Par ailleurs, compte tenu de l'extrême lenteur du chargement ($\sim 10^{-5} \text{ s}^{-1}$), l'eau absorbée dans la matrice époxy réduit la résistance mécanique des fibres sans en altérer la distribution statistique (cf. A1).

Conséquemment, si les variations de sollicitation à l'intérieur du V.E.R. sont suffisamment faibles, on devrait identifier une distribution des résistances mécaniques ayant, aux facteurs d'échelle, près les mêmes caractéristiques que celle obtenue sur mèche en milieu inerte. La proportion de fibres rompues pendant le premier endommagement étant en toute hypothèse inférieure à trente cinq pour cent (cf. figure 4.2), on peut en outre s'attendre à ce que seul soit apparent le premier intervalle de la loi de [Weibull] bimodale ($m_1 = 3,7$). On obtient effectivement dans une représentation de [Weibull] une droite de pente $m = 3,65 \pm 0,05$, quelle que soit l'hypothèse retenue quant au nombre de fibres observées (fig. 4.4).

A l'échelle de notre V.E.R. on peut donc écrire

$$S = \exp\left(-\left(\frac{\varepsilon_{\max}}{\varepsilon_0}\right)^m\right), \quad (4.1)$$

avec ε_{\max} la déformation au centre de l'éprouvette, $m = 3,65$ et ε_0 un facteur d'échelle dont l'estimation dépendra de l'hypothèse sur N_t .

Ce modèle est confronté à l'expérience en figure 4.2. Aux faibles déformations on observe une bonne concordance. Aux fortes déformations, on remarque une déviation positive de la cinétique expérimentale. La zone de divergence des deux courbes correspondant au domaine de formation des doublets (cf. fig. 4.3), on peut a priori attribuer cet écart aux concentrations de contraintes. Corollairement, on peut considérer que la loi de [Weibull] mise en évidence est représentative du comportement statistique des fibres à l'exclusion de tout effet localisant de l'endommagement.

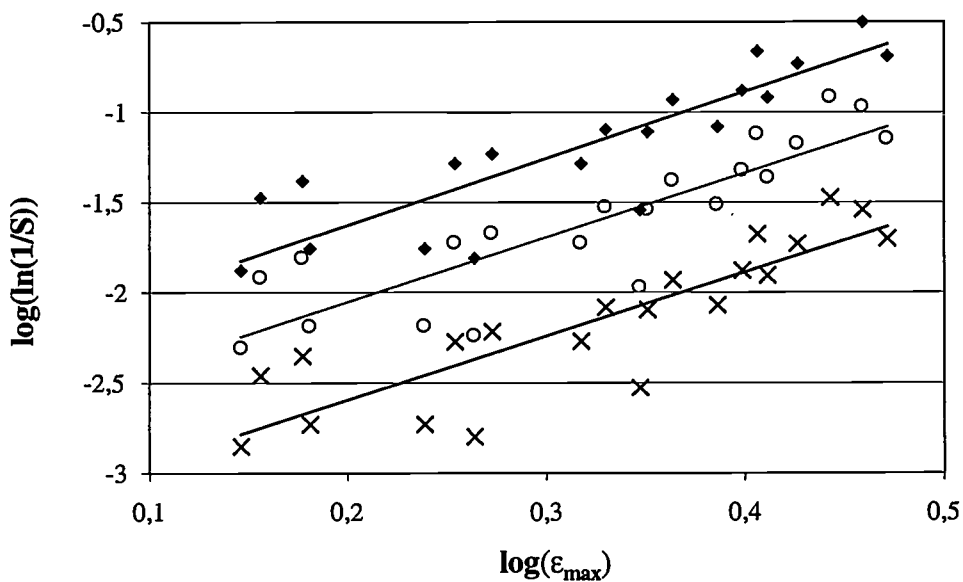


Figure 4.4 : représentation de [Weibull] de la distribution des résistances mécaniques dans le V.E.R., mêmes hypothèses et légende que fig. 4.2.

4.2 Validation de l'hypothèse du quasi-écheveau

Nous avons construit à des échelles plus fines que le V.E.R. plusieurs modèles permettant de calculer le nombre de ruptures observées sous sollicitation monotone en introduisant successivement :

- les gradients de déformation dans le V.E.R. analysé,
- les possibilités de multifragmentation par rechargement des fibres rompues,
- les ruptures induites par les concentrations de contraintes autour des ruptures initiales.

Nous examinerons l'incidence de ces divers raffinements sur la cinétique de rupture calculée, afin de valider a posteriori les hypothèses émises pour analyser le comportement des fibres au sein du V.E.R. comme celui d'un écheveau de fibres soumis à une sollicitation uniforme.

4.2.1 Effet des gradients de déformation

- Description du modèle

Le volume d'observation a été discrétisé en couches parallèles à la surface de l'éprouvette figure 4.5. Nous avons fixé l'épaisseur de celles-ci à $20\ \mu\text{m}$, soit environ l'épaisseur d'une monocouche de fibres dans un arrangement hexagonal de compacité égale à la fraction volumique de fibres. Le V.E.R. est donc constitué de 1 à 7 parallélépipèdes contenant 620 fibres chacun.

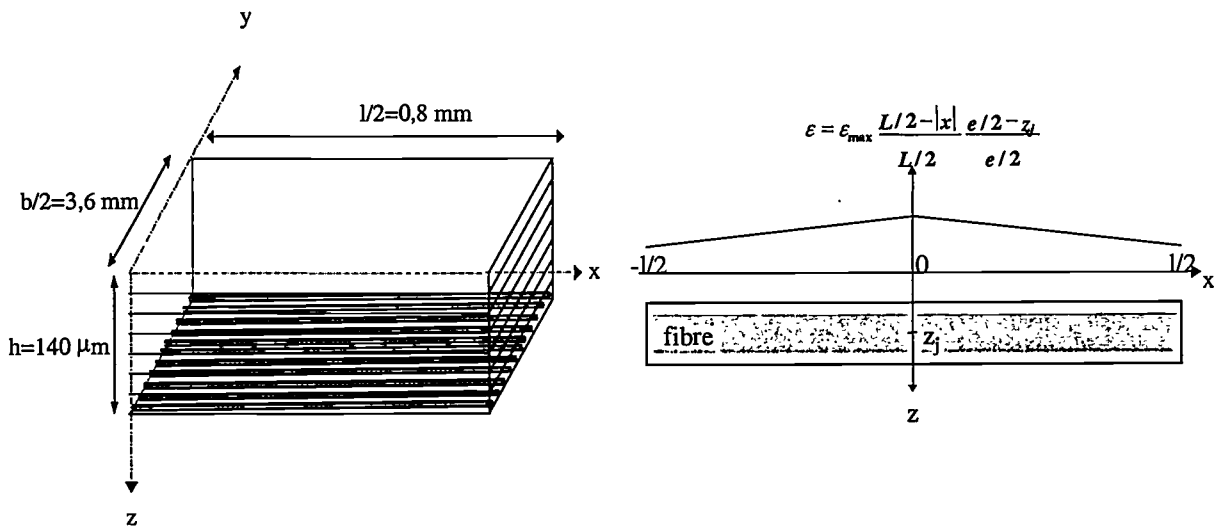


Figure 4.5 : discrétisation du V.E.R. (hyp. $N_f=4340$) en couches élémentaires ; les axes en pointillés représentent les axes de symétrie de la poutre de flexion.

Nous considèrerons ici que chaque couche se comporte comme un écheveau subissant une déformation variable selon la seule direction des fibres (figure 4.5) :

$$\varepsilon(x) = \varepsilon_{\max} \frac{(e/2 - z_j)(L/2 - |x|)}{e/2 \cdot L/2}, \quad (4.2)$$

avec ε_{\max} la déformation sur la face tendue, e et L l'épaisseur et la longueur de l'éprouvette, z_j la profondeur à laquelle se situe le milieu de la couche considérée et x l'abscisse parallèlement aux fibres.

Comme exposé au chapitre 1, la probabilité de survie des fibres vaut dans le cas général :

$$s = \exp\left(-\int_0^l \left(\frac{\varepsilon(x)}{\varepsilon_M}\right)^m dx\right), \quad (4.3)$$

avec l la longueur de fibre observée, ε_M et m les paramètres de [Weibull] (indépendants de l).

En couplant les équations 4.2 et 4.3 on obtient pour chaque couche :

$$s_j = \exp\left(-2\left(\frac{\varepsilon_{\max}}{\varepsilon_M} \frac{e/2 - z_j}{L/2}\right)^m \left[\frac{1}{m+1} (L/2 - x)^{m+1}\right]_0^{l/2}\right). \quad (4.4)$$

Par moyennation sur toutes les couches observées, on obtient la probabilité de survie totale

$$\text{sur le V.E.R. : } S = \frac{1}{\kappa} \sum_{j=1}^{\kappa} s_j, \quad (4.5)$$

κ variant de 1 à 7 selon l'hypothèse sur N_t .

Les paramètres nécessaires aux calculs sont m et ε_M . m est le module de [Weibull] identifié

$$\text{sur mèche. } \varepsilon_M \text{ peut être calculé par (cf. A2) : } \varepsilon_M = \frac{\varepsilon_{Mi} K_{IS50\%}}{K_{IC}}, \quad (4.6)$$

avec ε_{Mi} la valeur obtenue sur mèche en milieu inerte et $K_{IS50\%}$ le seuil de non propagation a priori inconnu dans le composite à l'équilibre avec l'atmosphère.

Compte tenu de cette indétermination, l'utilisation des équations 4.4 et 4.5 n'a pu être que paramétrique : pour chaque hypothèse sur N_t nous avons fait varier le rapport $K_{IS50\%}/K_{IC}$ jusqu'à minimiser la somme des écarts quadratiques entre cette modélisation et la loi de [Weibull] à l'échelle du V.E.R.. Le tableau 4.1 récapitule les couples ($N_t, K_{IS50\%}/K_{IC}$) identifiés pendant la procédure d'optimisation. Pour $N_t = 1240$, la valeur estimée du seuil ($K_{IS50\%}/K_{IC} = 0,42$) est proche de celle identifiée sur mèche de fibres dans un environnement analogue (0,426 à 50 % H.R.). Inversement, pour $N_t = 620$ ou 4340, l'estimation du seuil est très inférieure ou très supérieure à celle identifiée sur mèche.

Or, pour les deux types d'expérience, les éprouvettes avaient été préalablement conservées à l'ambiante. Les molécules d'eau présentes à la surface du verre devraient donc avoir eu approximativement la même activité, qu'elles aient été au sein du produit d'ensimage pur ou de son mélange avec la matrice époxy. Par ailleurs, l'effet physicochimique de la matrice sur la propagation ne peut être que de nature catalytique et ne doit pas a priori affecter le point d'équilibre de la réaction d'hydrolyse des ponts siloxanes. La valeur du seuil étant assez peu sensible à l'hygrométrie (sur mèche K_{IS}/K_{IC} varie de 0,426 à 0,502 pour une humidité relative de 50 à 10 %), on peut donc estimer le nombre de fibres observées à 1200 environ.

N_t	620	1240	5340
$K_{IS50\%}/K_{IC}$	0,35	0,42	0,56

Tableau 4.1 : valeur du seuil dans un composite non vieilli en fonction de l'hypothèse sur N_t .

- Résultats

Dans tous les cas la simulation permet de reproduire fidèlement la loi de [Weibull] mise en évidence au paragraphe précédent : en tout point l'écart est inférieur à 0,005 quelle que soit l'épaisseur du V.E.R. (exemple en figure 4.6). On peut en conclure que les gradients de déformation n'affectent pas sensiblement le comportement statistique des fibres et que l'hypothèse d'une déformation uniforme au sein du V.E.R. est acceptable.

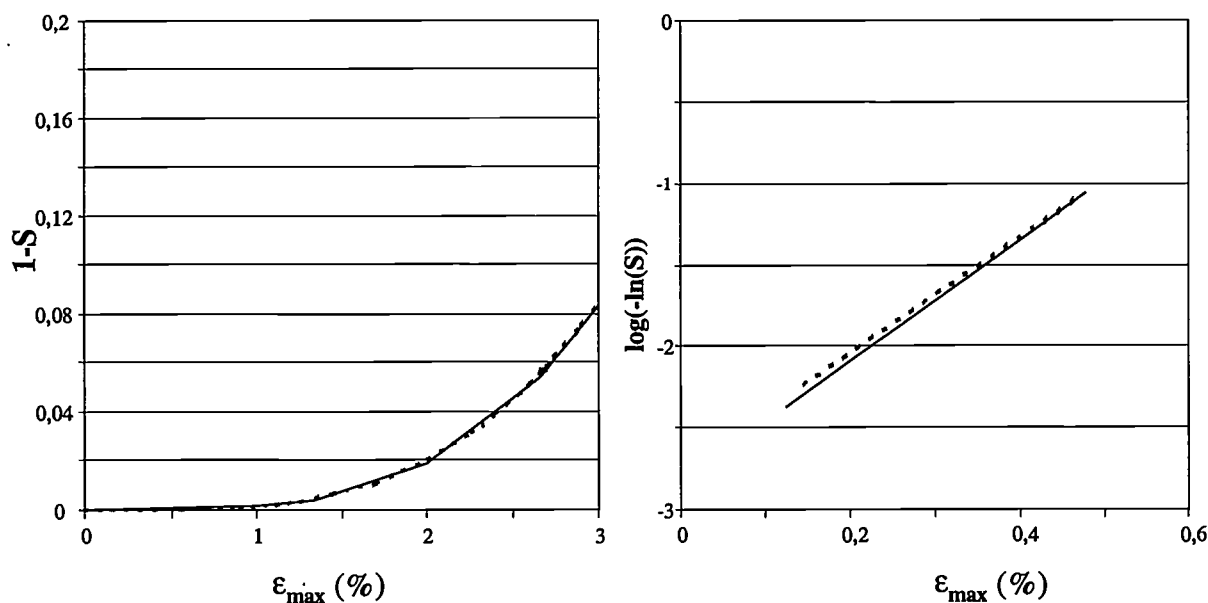


Figure 4.6 : simulation de la distribution des résistances mécaniques avec un gradient de déformation (trait plein, $N_t = 1240$) ; loi de [Weibull] en pointillés.

4.2.2 Effet de la multifragmentation

- Description du modèle

Pour prendre en compte la possibilité de multifragmentation d'une fibre du fait du rechargement par transfert de charge avec la matrice, nous avons construit un modèle analogue à celui développé par [Rosen] pour analyser la rupture des composites unidirectionnels : nous avons divisé chacune des couches définies précédemment en cellules dont la longueur (parallèlement aux fibres) vaut deux fois la longueur ineffective L_I figure 4.7.

En première approximation, la déformation d'une fibre sera considérée comme nulle dans la cellule où elle a rompu, comme constante ailleurs. Une même fibre pourra donc rompre plusieurs fois sur la longueur observée, mais une seule fois dans chaque cellule.

En outre les cellules ont été considérées comme indépendantes les unes des autres, de même que les fibres à l'intérieur d'une même cellule. Chaque cellule est donc représentée par un écheveau de fibres soumis à une déformation uniforme égale à celle calculée en son centre (éq. 4.2).

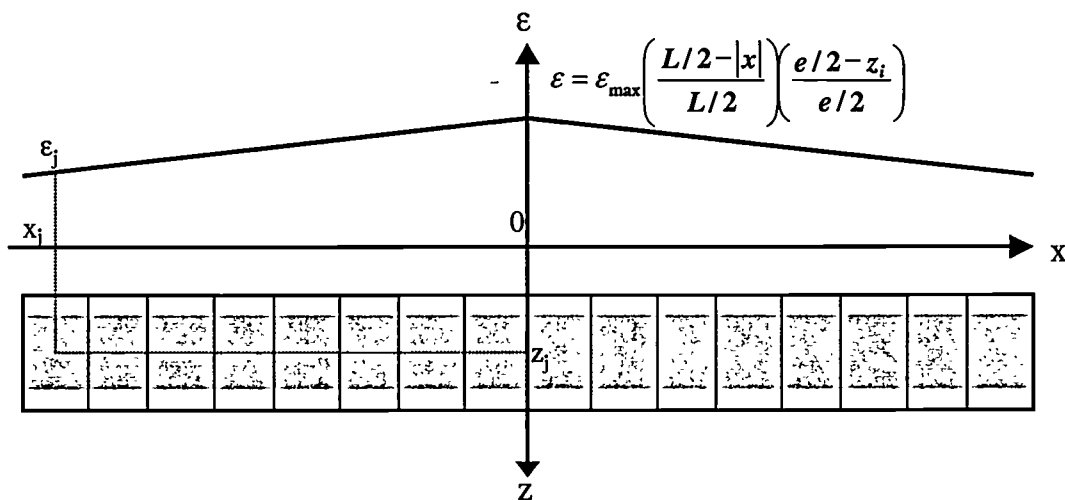


Figure 4.7 : discrétisation de chaque couche en cellules (de longueur $2L_I$).

D'après l'équation 1.42, la probabilité de survie des fibres dans chaque cellule est donnée par l'équation

$$s = \exp\left(-\left(\frac{\epsilon_j}{\epsilon_{Mi}} \frac{K_{IC}}{(2L_I)^{-1/m} K_{IS50\%}}\right)^m\right), \quad (4.7)$$

dont les paramètres sont les mêmes que lors de la précédente étape de modélisation.

On somme ensuite le nombre de fibres rompues dans chaque couche, puis dans le V.E.R. :

$$n_f = \frac{N_t}{k} * \sum_j (1 - s(\varepsilon_j)), \quad (4.8)$$

$$\text{puis } N_r = \sum_1^{\kappa} n_f, \quad (4.9)$$

κ variant de 1 à 7 selon la valeur de N_t .

On calcule enfin la probabilité de survie à l'échelle du V.E.R. ($S=1-N_r/N_t$).

- Résultats

Quelle que soit l'hypothèse retenue sur la profondeur analysée, cette simulation à l'échelle de la cellule donne exactement le même résultat que celle réalisée dans l'hypothèse d'un écheveau non lié figure 4.8. Comme supposé, l'effet de la multifragmentation sur le comportement statistique des fibres dans le V.E.R. est donc négligeable. En d'autres termes, la longueur observée est suffisamment faible pour que la probabilité qu'il y ait deux défauts de criticité voisine sur une même fibre soit très faible.

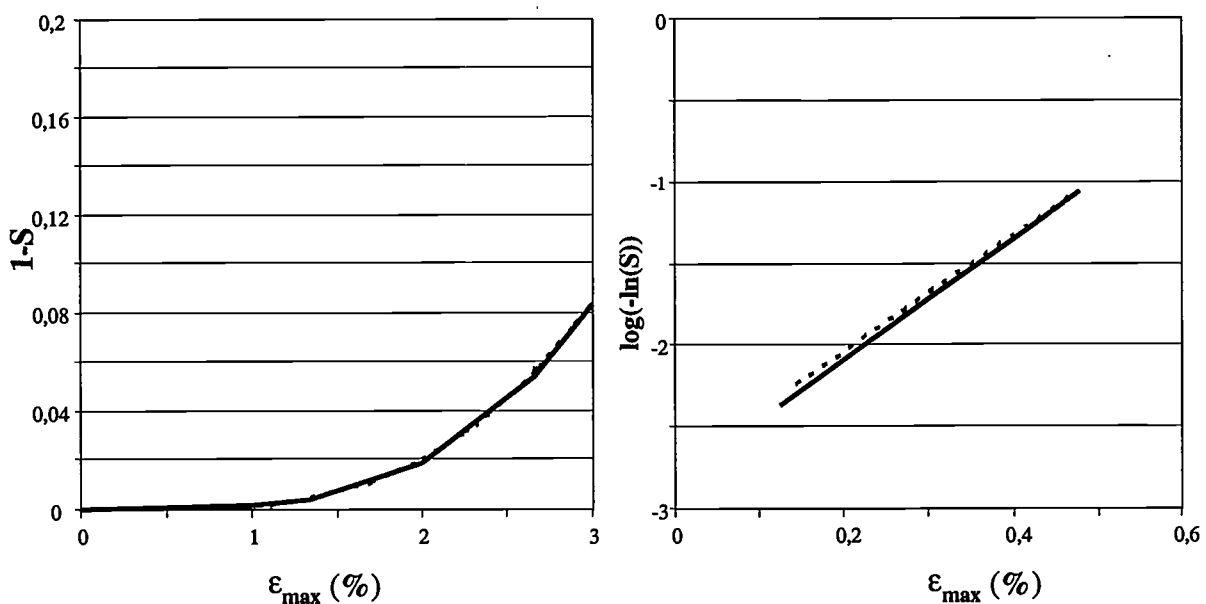


Figure 4.8 : simulation de la distribution des résistances mécaniques avec multifragmentation (trait plein, $N_t = 1240$) ; loi de [Weibull] en pointillés.

4.2.3 Ruptures de fibres induites par les concentrations de contrainte

- Description du modèle

L'identité entre la loi de [Weibull] à l'échelle du V.E.R. et le résultat du précédent modèle permet de considérer que le formalisme et les paramètres définis à l'échelle de la cellule sont représentatifs du comportement statistique d'une portion de fibre de longueur $2L_1$ à l'exclusion de tout effet de concentration de contraintes. Ce formalisme et ces paramètres seront réputés permettre le calcul de la probabilité de survie d'une portion de fibre de longueur $2L_1$ voisine d'une rupture donc soumise à une surcharge. L'évaluation de cette dernière constituera la base de la modélisation de la cinétique de rupture dans un champ de déformation perturbé par l'endommagement initial.

Nous avons donc repris la discrétisation présentée au paragraphe précédent et l'hypothèse micromécanique corollaire : chaque couche est divisée en cellules de longueur $2L_1$, à l'intérieur desquelles une fibre rompue ne supporte plus aucune charge. Conséquemment nous avons considéré que le transfert de charge autour d'une rupture affecte les fibres voisines sur une longueur $2L_1$. Compte tenu des limites fixées à l'acquisition des images (cf. §2.2.2) et des difficultés de calcul [Hedgepeth] des champs de contrainte autour d'un multiplet de ruptures, nous n'avons examiné que le cas d'une rupture isolée.

Conformément aux études expérimentales et théoriques des composites modèles [Zhou & Wagner], nous avons considéré que les fibres immédiatement voisines d'une rupture font écran et sont seules affectées par une surcharge. Dans l'hypothèse d'un arrangement idéal, les voisines d'une rupture sont à équidistance de celle-ci et supportent donc un même surcroît de charge ($d\varepsilon$). En négligeant la contribution de la matrice au efforts de traction, l'équilibre du volume comportant une fibre rompue et ces voisines indique alors que :

$$d\varepsilon = \frac{\varepsilon_j}{N_k}, \quad (4.10)$$

avec ε_j la sollicitation nominale de la fibre rompue et N_k le nombre de ses voisines immédiates (dépendant de l'appartenance à la couche k). Cette dernière approximation semble largement vérifiée quand la distance entre fibres est du même ordre de grandeur que leur diamètre [Zhou & Wagner].

En considérant que la charge nominale est approximativement la même pour des fibres contiguës, la charge supportée par chaque voisine d'une rupture est :

$$\varepsilon = \varepsilon_j \left(1 + \frac{1}{N_k}\right). \quad (4.11)$$

Pour calculer le nombre de ruptures induites dans le V.E.R. il faut distinguer deux populations de fibres :

- celles subissant la charge nominale,
- celles voisines d'une rupture.

L'importance relative de ces deux groupes dépendant du niveau de sollicitation, leur analyse séparée pose problème. La solution réside dans l'équivalence de toutes les ruptures quel que soit le moment où elles ont eu lieu : le nombre des voisines et leur surcharge ne dépendent en effet que de la géométrie de l'arrangement des fibres et de la sollicitation à l'instant considéré. Pour chaque niveau de sollicitation, on calculera dans un premier temps le nombre de fibres dont la déformation à rupture est inférieure à déformation appliquée ou nombre de ruptures premières. On estimera ensuite le nombre de fibres voisines d'une rupture et la proportion d'entre elles qui rompent.

Le calcul du nombre de ruptures premières dans une cellule est le même que lors de la précédente étape de modélisation :

$$\partial n_{f1} = \frac{N_t}{k} * [1 - s(\varepsilon_j)], \quad (4.12)$$

avec ε_j la déformation au centre de la cellule, s la fonction définie en équation 4.7 et N_t/k le nombre de fibres dans chaque couche (~620).

Le nombre de fibres rompant du fait des ruptures premières situées dans une cellule sera estimé par :

$$\partial n_{f2} = \partial n_{f1} N_k \left[1 - s\left(\varepsilon_j + \frac{\varepsilon_j}{N_k}\right)\right], \quad (4.13)$$

avec la fonction s définie en équation 4.7. Cette expression conduit à compter deux fois les N_k voisines (dans le calcul de δn_{f1} et dans celui de δn_{f2}), mais l'erreur qui en découle est faible car à tout niveau de déformation $s\left(\varepsilon_j + \frac{\varepsilon_j}{N_k}\right) \ll s(\varepsilon_j)$.

La sommation des quantités δn_{f1} et δn_{f2} sur toutes les cellules du V.E.R. ne permet pas d'estimer directement le nombre de ruptures observées (N_f). En effet, toutes les N_k voisines d'une rupture première ayant eu lieu dans le V.E.R. ne se situent pas dans celui-ci. Inversement, le nombre de ruptures observées peut être influencé par les ruptures premières au sein d'une couche sous-jacente au V.E.R., figure 4.9. Le calcul a pris en compte ces diverses situations pour chaque hypothèse sur la profondeur analysée.

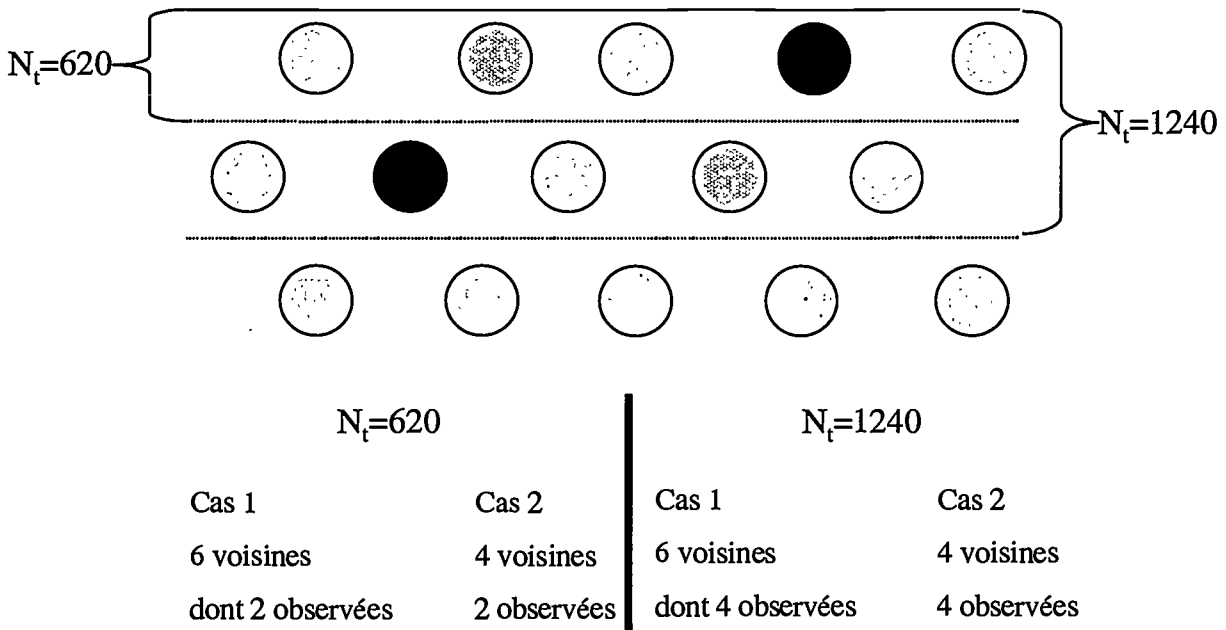
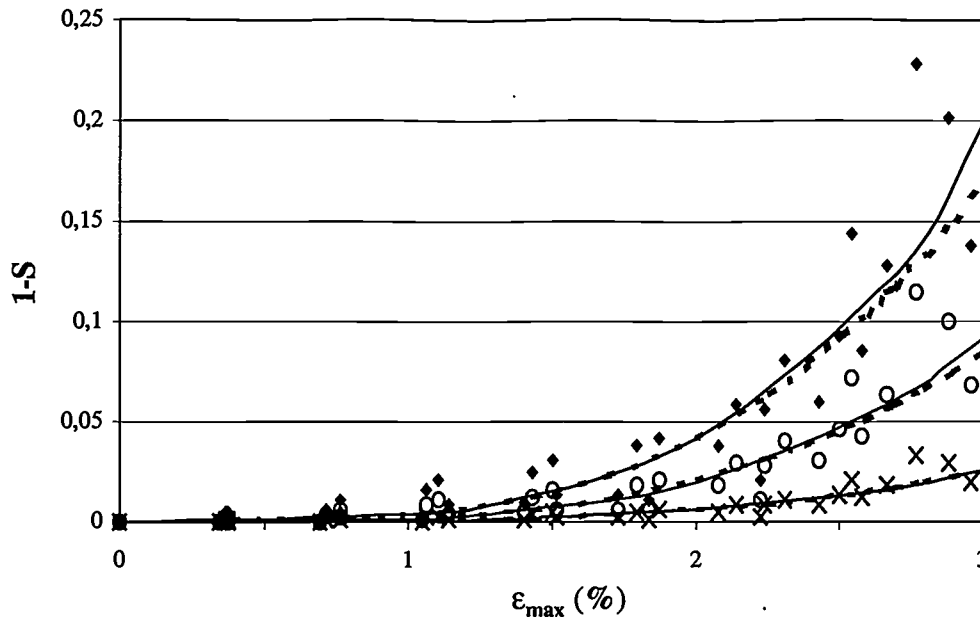


Figure 4.9 : illustration de l'influence de la position d'une rupture sur le nombre de voisines surchargées et le nombre de voisines observées.

- Résultats

Le résultat de ce modèle simplifié dépend fortement de l'hypothèse sur la profondeur analysée. Pour $N_t > 1240$, on reproduit encore une fois fidèlement la loi de [Weibull]. Pour $N_t = 1240$ ou 620 , la modélisation se rapproche des points expérimentaux aux fortes déformations figure 4.10. On peut donc d'une part attribuer définitivement au transfert de charge l'accélération de la cinétique de rupture aux fortes déformations, d'autre part supposer que le nombre de couches de fibres réellement observées est de l'ordre de un ou deux ($h = 20$ à $40 \mu\text{m}$).



hypothèse quant au nombre de fibres observées N_t ♦ 620 ○ 1240 × 4340

Figure 4.10 : simulation de la distribution des résistances mécaniques - effet des concentrations de contrainte ; loi de [Weibull] en pointillés et modélisation en trait plein.

4.2.4 Synthèse

Au cours des différentes étapes de cette analyse nous avons vu que la population de fibres contenue dans le volume d'observation se comporte comme un quasi-écheveau soumis à une déformation uniforme. Le seul écart observé concerne les déformations ultimes (i.e. juste avant la rupture) et a pu être attribué à l'effet des concentrations de contraintes au droit des premières ruptures.

Par ailleurs, l'incertitude sur le nombre de fibres observées ne se répercute que sur les facteurs d'échelle et n'affecte pas la nature statistique de la distribution des résistances mécaniques : une loi de [Weibull] relie déformation maximale et nombre de ruptures dans le V.E.R. La démarche mise au point lors de l'étude de la mèche de fibres pourra donc a priori être appliquée au composite quelle que soit l'hypothèse retenue.

Enfin, l'estimation convergente de l'épaisseur analysée (20 à 40 μm) par deux considérations semi-quantitatives, nous permettra de limiter notre propos à ces deux cas de figure. La faiblesse de cette épaisseur par rapport à la profondeur de champ de l'objectif peut être

expliquée par la nécessité de réaliser rapidement les six acquisitions du champ d'observation pour garantir l'homogénéité des données constitutives d'un point de mesure : la mise au point est en effet réalisée sur la surface de l'éprouvette sans faire de balayage en profondeur.

4.3 Validation du protocole de pré-conditionnement

Notre approche générale impose de s'assurer préalablement que dans les conditions de vieillissement préalable définies au chapitre 2 (10 jours d'immersion à 25°C) :

- la distribution initiale des défauts sur les fibres n'est pas altérée ;
- le vieillissement des couches superficielles est uniforme.

Le premier point a été contrôlé en procédant à un essai monotone sur une éprouvette sévèrement vieillie (douze jours en immersion à 60 °C), puis séchée et enfin conservée deux semaines à l'ambiante. Le résultat présenté en figure 4.11 ne diffère pas significativement de ceux obtenus sur composites non vieillis.

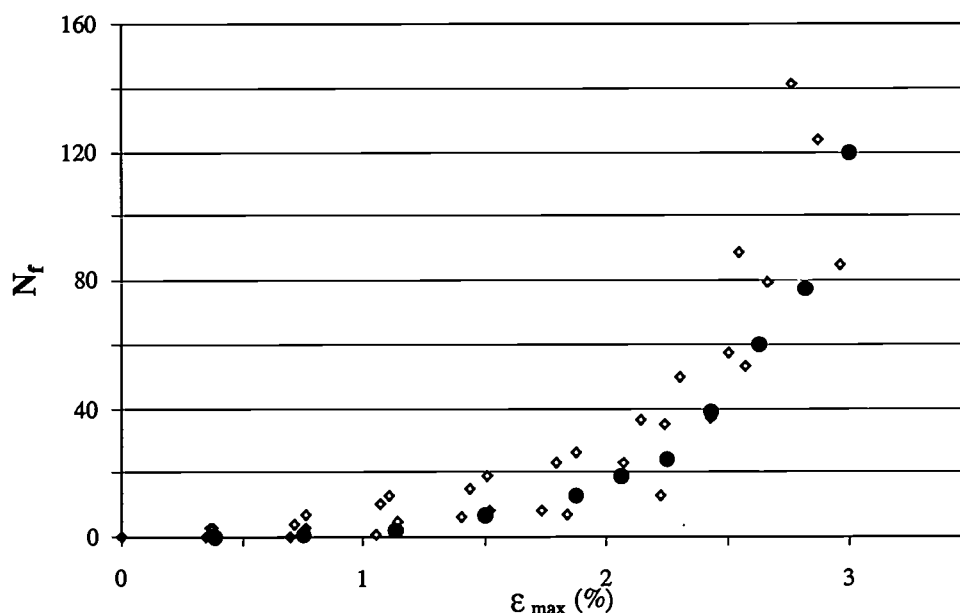


Figure 4.11 : évolution du nombre de fibres rompues lors d'un essai monotone sur composite vieilli 12 jours à 60 °C puis reconditionné à l'ambiante (●) ; composite non vieilli (◇).

Le deuxième point a été contrôlé en comparant deux essais statiques réalisés après dix et vingt trois jours de vieillissement figure 4.12. Le chevauchement des deux courbes suggère que, vis à vis de la sensibilité du verre, la concentration en eau et l'état physicochimique de la matrice

sont constants. En d'autres termes nous pourrions considérer que dans ces conditions l'hydrolyse est négligeable et la saturation est atteinte. Le calcul des transitoires de diffusion dans une monocouche ou une bicouche nous indique par ailleurs que la concentration en eau y vaut $C/C_\infty = 0,98 \pm 0,02$ ou $0,97 \pm 0,03$ après dix jours de conditionnement. Nous considérerons que ceci est suffisant pour garantir l'uniformité du vieillissement.

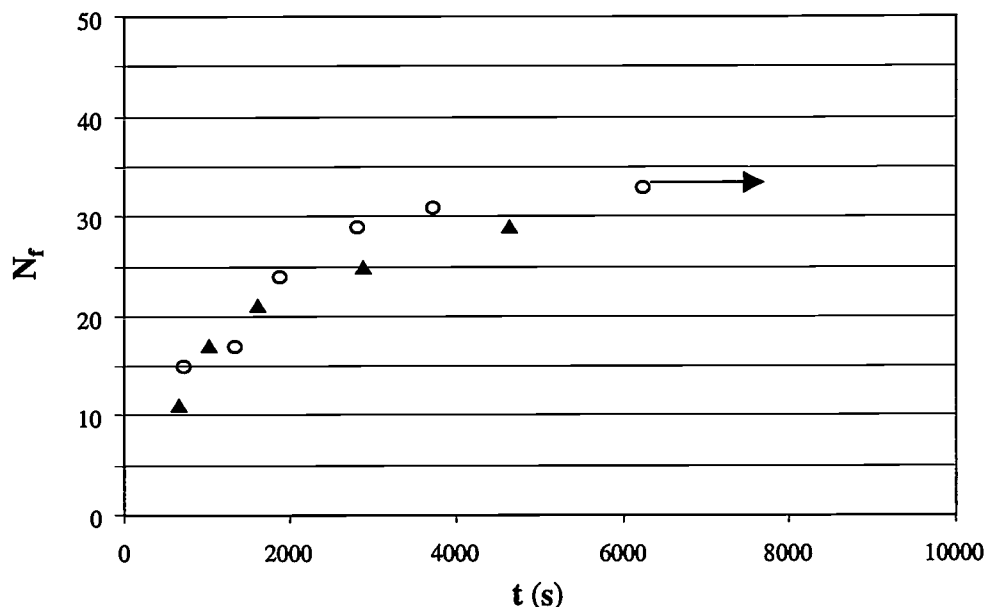


Figure 4.12 : effet de la durée de pré-conditionnement à 25 °C sur la cinétique de rupture des fibres lors d'un essai statique ($\epsilon_{app} = 1,7 \%$) ; (○) 23 et (▲) 10 jours de vieillissement.

Nous avons par ailleurs vérifié qu'un vieillissement à 60 °C conduit à une dérive non contrôlée de la physico-chimie du système. En effet, alors que la saturation est atteinte très rapidement (en trois jours pour le critère retenu) et que la surface du verre ne connaît pas de dégradation chimique, la cinétique de rupture des fibres sous sollicitation statique est fortement accélérée par l'augmentation de la durée de pré-conditionnement figure 4.13.

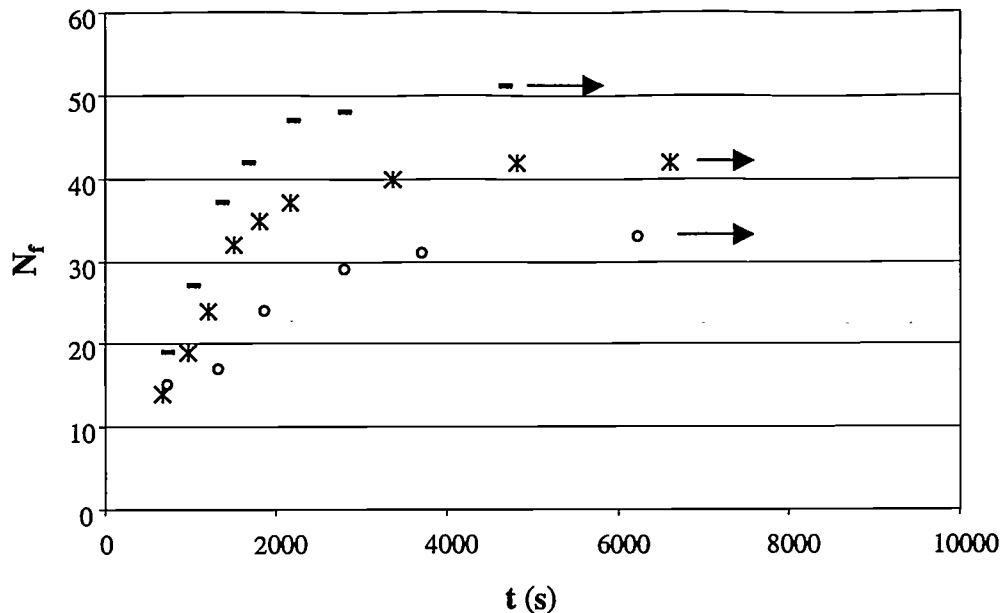


Figure 4.13 : effet de la durée d'un pré-conditionnement à 60 °C sur la cinétique de rupture des fibres lors d'un essai statique ($\epsilon_{app} = 1,7\%$) ; (*) 5 et (-) 18 jours à 60 °C, 10 jours à 25°C.

4.4 Courbe $v(K)$ dans un composite vieilli

Le principe d'équivalence entre résistance mécanique et durée de vie est a priori encore valable pour le quasi-écheveau de fibres observé au sein de notre V.E.R.. L'analyse d'images nous permettant d'accéder à des distributions de temps ou de déformations à rupture représentatives de populations de défauts équivalentes, il est a priori possible de tracer la courbe $v(K)$ relative aux fibres dans le composite par la même méthode que précédemment (cf. §3.2.2). Toutefois, compte tenu de leur caractère très discret, l'appariement de ces distributions pose problème.

D'une part, le trop faible nombre de points rend matériellement impossible notre méthode de moyennage. D'autre part, les $n^{ièmes}$ valeurs de temps et de résistances correspondent généralement à des nombres de rupture différents, ce qui disqualifie la méthode d'appariement direct de [Fett & Munz].

Nous avons procédé en nous appuyant sur les acquis de la modélisation des résistances mécaniques (cf. §4.2). Pour chaque point expérimental (t , N_f), nous avons considéré que le temps à rupture $t_f = t$ correspond à une déformation à rupture en milieu inerte (ϵ_i) calculée à partir de la loi [Weibull] (éq. 4.1) :

$$\varepsilon_i = -\frac{K_{IS50\%}}{K_{IC}} \varepsilon_0 \left[\ln \left(1 - \frac{N_f}{N_T} \right) \right]^{1/m}, \quad (4.14)$$

avec ε_0 le facteur d'échelle de la loi de [Weibull] et $K_{IS50\%}$ la valeur du seuil identifiée lors de la première étape de modélisation de la distribution des résistances mécaniques.

On peut alors générer une courbe $\varepsilon_i = f(t_f)$, dont la pente locale évolue continûment. On utilise enfin l'équation 3.11 pour calculer la courbe $v(K)$. La figure 4.14 montre les résultats obtenus à partir de l'essai statique présenté en figure 4.12 ($\varepsilon_{app} = 1,7\%$). Deux hypothèses ont été retenues quant à N_t : 620 ou 1240. Les deux courbes sont identiques à un facteur de translation près (ΔK). Elles comportent un seuil de non propagation et un stade I. L'absence des stades II et III est due au fait que l'acquisition des images débute quelques minutes après la mise en charge.

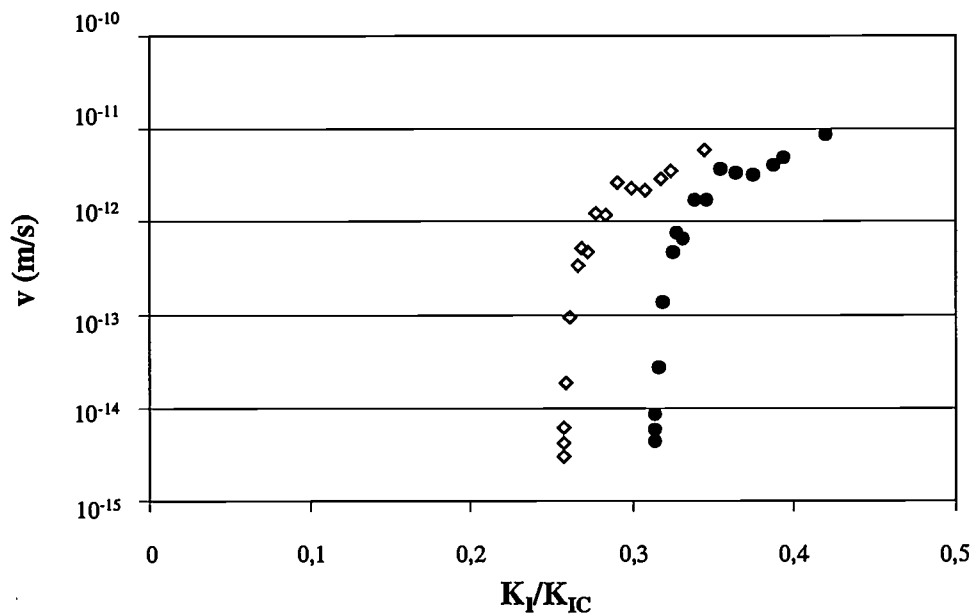


Figure 4.14 : courbes $v(K)$ in situ ($\varepsilon_{app} = 1,7\%$), hypothèse sur N_t : (●)1240 et (◇) 620.

Comme précédemment la loi de propagation peut être modélisée par parties :

- $v = 0, \forall K_I < K_{ISV}$ (seuil de non propagation dans un composite vieilli),
- $v = AK_I^n, \forall K_I > K_{ISV}$.

Les paramètres de la loi puissance sont estimés graphiquement sur la figure 4.15. Le coefficient de fatigue statique n vaut 11.

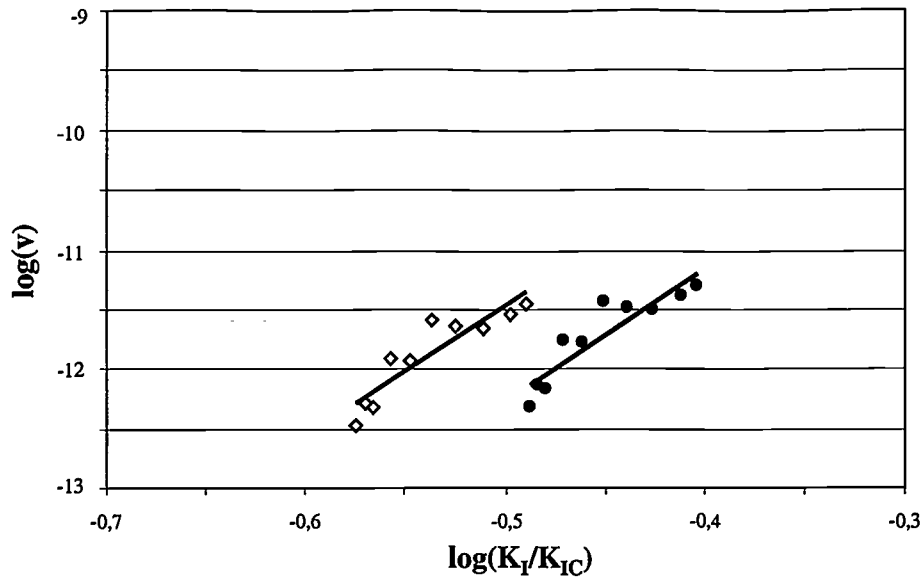


Figure 4.15 : détermination graphique des paramètres de la loi puissance in situ, hypothèse sur N_t : (●)1240 et (◇) 620.

Il est intéressant de noter que la propagation des défauts de surface des fibres suit à l'échelle moléculaire une cinétique de même nature avec ou sans matrice organique. La position relative des courbes obtenues sur composite vieilli et sur mèche est significative du changement des conditions hygrométriques et de l'absence d'effet protecteur de la matrice : l'immersion décale la courbe $v(K)$ vers les faibles facteurs d'intensité de contrainte par rapport à l'humidité relative. L'influence de la matrice est principalement sensible sur la valeur du paramètre de fatigue statique n , qui diminue de 20 à 11 (figure 4.16). Cette diminution avait été indirectement mise en évidence par [Ritter] dans le cas de revêtements organiques de faible épaisseur, sans qu'il ait été possible d'en préciser la cause.

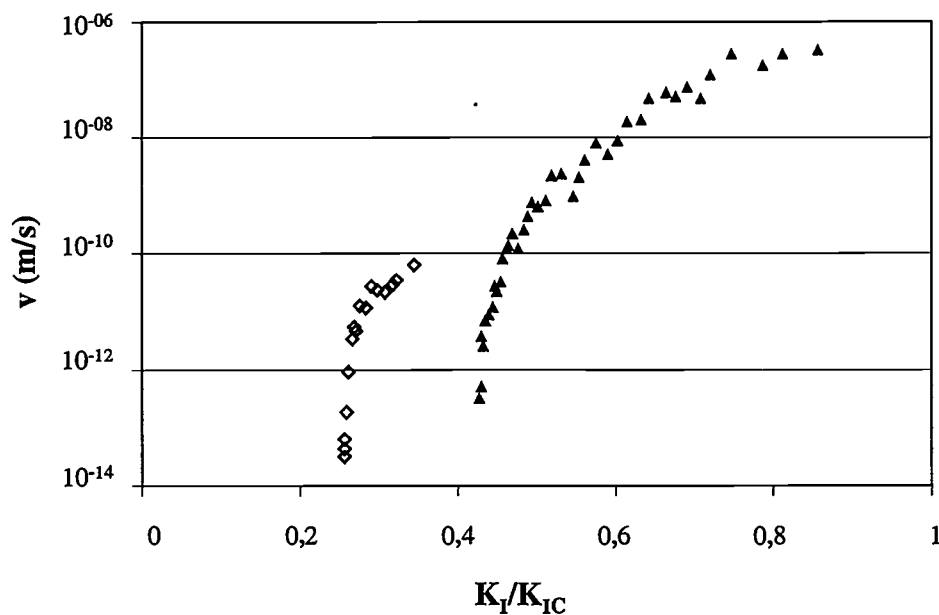


Figure 4.16 : courbes $v(K)$ dans une mèche (▲) et un composite vieilli (◇, $N_t = 620$).

4.5 Distribution des temps à rupture dans un composite vieilli sous sollicitation statique

Conformément à l'approche développée au chapitre 3, la prévision de la cinétique de rupture en milieu humide sous une sollicitation de relaxation quelconque s'appuiera sur :

- la distribution des résistances mécaniques, qui fournit ϵ_0 et m ;
- la courbe $v(K)$, qui fournit n ;
- une distribution de temps à rupture dans les mêmes conditions hygrothermiques et sous une déformation connue, qui permet d'identifier la facteur de calage C .

Il ne nous reste donc plus qu'à analyser la cinétique de rupture sous le niveau de déformation ($\epsilon_m=1,7\%$) utilisé pour le tracé de la courbe $v(K)$. Quelle que soit l'hypothèse sur la profondeur observée, la représentation de [Weibull] de la probabilité de survie exhibe comme pour l'écheveau une zone linéaire puis une limite horizontale, figure 4.17. L'ordonnée à l'origine de la courbe nous fournit une estimation du facteur d'échelle C , dépendant de N_t .

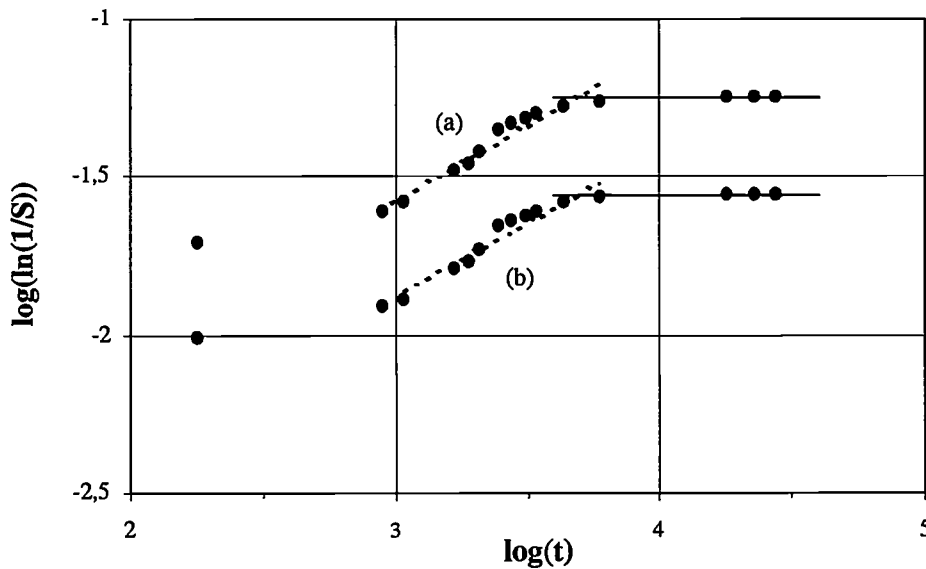


Figure 4.17 : représentation de [Weibull] de la probabilité de survie lors d'un essai statique à 1,7 % de déformation, hypothèse sur N_t (a) 620 (b) 1240 ;

en points l'expérience, en pointillés la zone linéaire et en trait plein la limite asymptotique.

On pourra donc décrire par partie la probabilité de survie au sein du V.E.R. avec :

$$\text{une loi de [Weibull] sur le temps } S(t) = \exp \left[-t^{\frac{m}{n-2}} \epsilon_{app}^{\frac{nm}{n-2}} C \right],$$

puis une limite asymptotique $S_{\infty} = \exp \left[- \left(\frac{\epsilon_{app} K_{IS50\%}}{\epsilon_0 K_{ISV}} \right)^m \right]$, avec $K_{IS50\%}$ le seuil de non propagation dans un composite conservé à 50% H.R. et K_{ISV} le seuil dans un composite vieilli.

Le tableau 4.2 regroupe les différents paramètres nécessaires. Les effets de N_t sur les facteurs d'échelle et le seuil de non propagation se compensent, de sorte que le résultat final ($N_f = f(t)$) est indifférent à l'hypothèse sur la profondeur analysée.

N_t	m	ϵ_0	C	n	$K_{ISV} / K_{IS50\%}$
620	3,65	4,7	$5,5 \cdot 10^{-5}$	11	0,745
1240	3,65	6	$1,2 \cdot 10^{-4}$	11	0,747

Tableau 4.2 : paramètres nécessaires à la prévision de la cinétique de rupture des fibres sous une sollicitation statique quelconque.

Les figures 4.18 et 4.19 confrontent la prévision à l'expérience pour quatre déformations imposées différentes du niveau utilisé pour l'identification des paramètres du modèle (1 ; 1,5 ; 1,8 et 1,9%). A 1,9 % de déformation imposée, la cinétique de rupture est plus rapide que prévue. Cela s'accompagne de la formation de nombreux doublets puis de zones critiques (cf. fig. 2.12). Nous attribuerons donc cette déviation positive aux concentrations de contraintes. Dans les autres cas on observe très peu d'écart, tant dans la première partie décrite par une loi de [Weibull] qu'aux temps longs décrits par une limite horizontale. L'hypothèse du quasi-écheveau de fibres et le formalisme développé au chapitre 3 se trouvent donc confortés jusqu'à 1,8 % de déformation et des temps de l'ordre de $2,5 \cdot 10^4$ s.

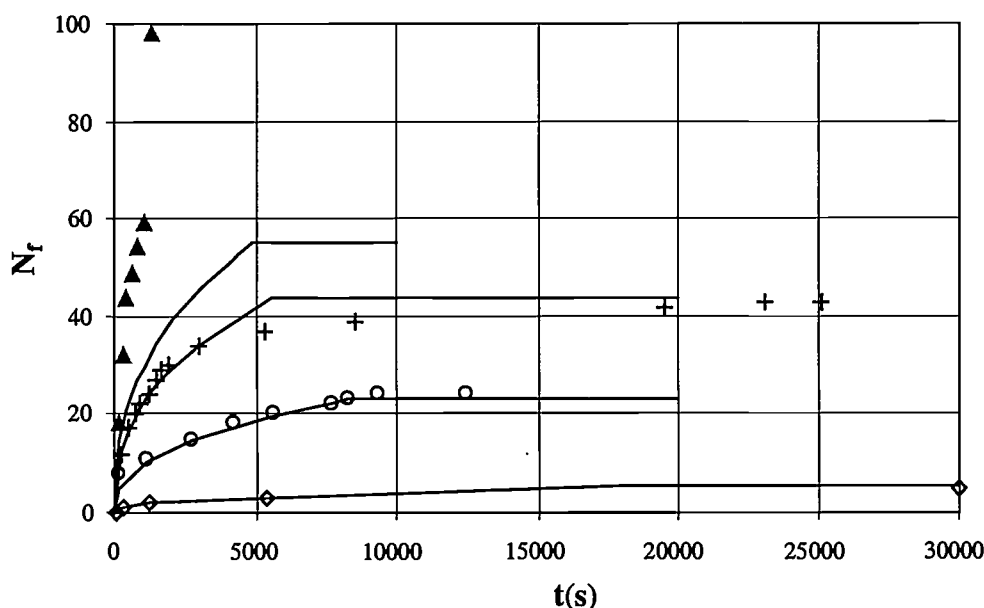


Figure 4.18 : cinétique de rupture expérimentale (points) et calculée (trait plein) sous sollicitation statique ; 1 (◇), 1,5 (○), 1,8 (+) et 1,9 (▲) % de déformation imposée.

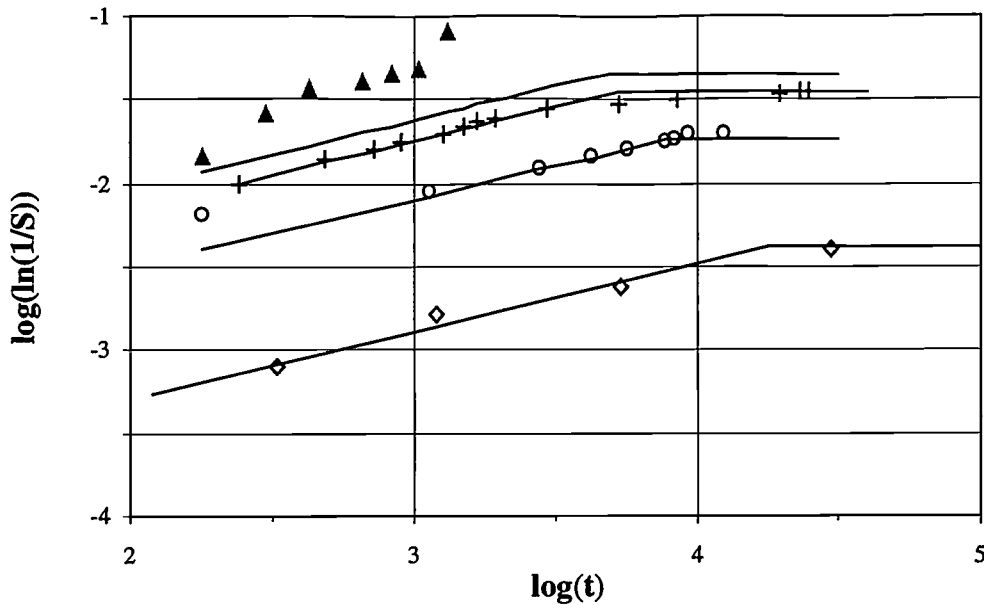


Figure 4.19 : représentation de [Weibull] de la probabilité de survie ($N_t = 1240$) expérimentale et calculée sous sollicitation statique ; même légende que fig. 4.18.

4.6 Apparition d'un endommagement macroscopique

L'analyse quantitative des conditions de formation des n-plets puis d'un endommagement macroscopique requiert des modèles micromécaniques et statistiques trop complexes pour être développés dans le cadre de cette étude. Toutefois, quelques observations qualitatives permettent d'en préciser les caractéristiques générales.

Sous sollicitation monotone, la limite d'apparition des n-plets est à peu près constante d'un essai à l'autre (figure 4.1) et entraîne assez rapidement la rupture du pli superficiel par jonction de sites endommagés. Ceci est assez conforme aux modèles généraux décrivant l'endommagement des unidirectionnels : la densité en fibres rompues augmente globalement jusqu'à ce qu'une section du matériau soit suffisamment affaiblie pour rompre brutalement [Rosen], [Talreja 1].

Sous sollicitation statique (figure 4.19), nous pouvons distinguer deux cas de figure :

- pour les déformations inférieures ou égales à 1,8 % l'endommagement macroscopique est absent ou au moins différé ($> 2 \cdot 10^4$ s) ;
- pour les déformations supérieures ou égales à 1,9 % il intervient très rapidement ($< 10^3$ s).

Dans ce dernier cas, le nombre de fibres rompues est important et des n-plets apparaissent en plusieurs endroits du champ d'observation. La rupture du pli superficiel intervient finalement par jonction de différentes zones critiques qui se propagent concomitamment. Comme dans le cas d'une sollicitation monotone, elle concerne donc un volume de matière important.

Pour les sollicitations les plus faibles, nos résultats sont en opposition avec ceux de [Aveston et al], qui situent la limite de fatigue statique vers 0,5 %. Les temps à rupture correspondants sont toutefois largement supérieurs aux durées d'essai permises par notre dispositif. Afin d'explorer un intervalle de temps plus important, nous avons mis à profit la possibilité de bloquer l'appui central par un système vis / écrou et de désolidariser le support de mise en charge du bâti d'observation. Nous avons donc immergé des éprouvettes sollicitées et réalisé des acquisitions périodiques. Un contrôle insuffisant de la flèche imposée nous interdit cependant de comparer quantitativement les résultats à ceux obtenus sans déplacer le dispositif, notre analyse ne sera donc que qualitative. Aux temps courts ($< 10^5$ s), les courbes $N_f = f(t)$ ont la même forme que précédemment : augmentation rapide puis asymptote horizontale. Aux temps longs, soit le nombre de fibres rompues reste constant pendant les quelques jours de l'essai (plutôt aux faibles déformations $< 1,5$ %), soit il recommence à augmenter légèrement (plutôt aux fortes déformations $> 1,5$ %, figure 4.20).

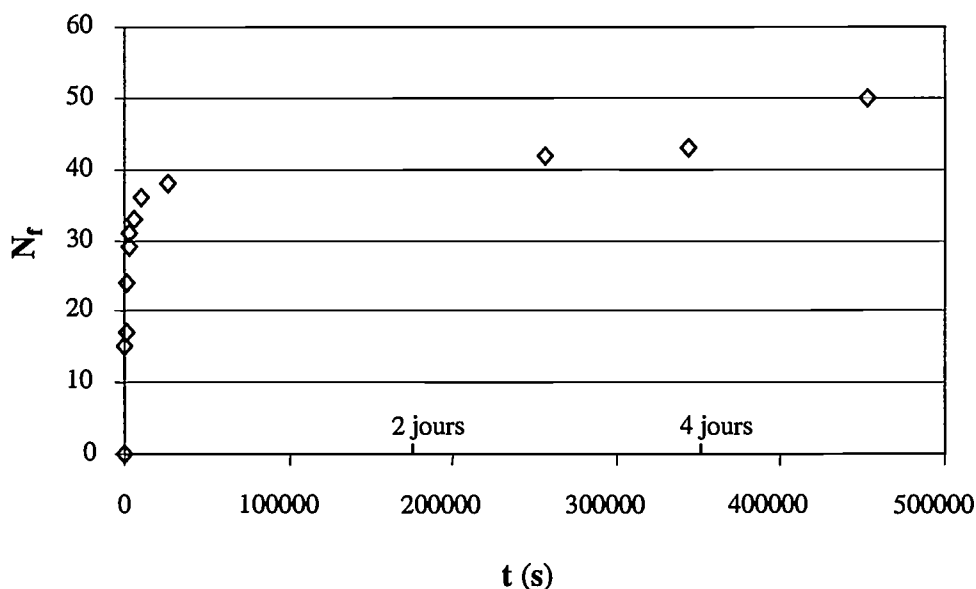


Figure 4.20 : cinétique de rupture des fibres lors d'un essai statique en immersion, ($\epsilon_{app} \approx 1,7$ %).

Cette deuxième augmentation est assez aléatoire mais systématiquement associée à la formation de doublets. Elle est donc a priori gouvernée par les concentrations de contrainte au droit des premières ruptures. Le temps de latence peut être compris si l'on prend en compte le caractère différé et distribué de la déchéance des fibres surchargées par des ruptures premières, elles mêmes déjà distribuées. Enfin, alors que la densité globale en fibres rompues reste faible, on observe la rupture de l'éprouvette par propagation d'une zone critique. Le mode de déchéance est donc extrêmement local, ce qui peut expliquer la grande dispersion des durées de vie sous sollicitation statique et la planéité des surfaces de rupture [Jones].

De manière conservative, la limite de fatigue statique peut être assimilée à la déformation pour laquelle on voit apparaître un nombre significatif de doublets dans un composite vieilli sous sollicitation statique (ϵ_{IV}). Elle pourra être estimée par rapport à la déformation pour laquelle les premiers doublets apparaissent dans composite non vieilli sous sollicitation monotone ($\epsilon_{150\%}$). En effet, en considérant qu'en tout point du V.E.R. la probabilité de survie parmi les voisines d'une rupture est la même à $\epsilon_{app} = \epsilon_{IV}$ dans un composite vieilli sous sollicitation statique ou à $\epsilon_{app} = \epsilon_{150\%}$ dans un composite non vieilli sous sollicitation

monotone on obtient
$$\exp\left(-\left(\frac{\epsilon_{IV}(1 + 1/N_k) K_{IC}}{\epsilon_0 K_{ISV}}\right)^m\right) = \exp\left(-\left(\frac{\epsilon_{150\%}(1 + 1/N_k) K_{IC}}{\epsilon_0 K_{IS50\%}}\right)^m\right),$$

soit $\frac{\epsilon_{IV}}{\epsilon_{150\%}} = \frac{K_{ISV}}{K_{IS50\%}}$. Numériquement $\epsilon_{IV} \approx 1\%$, ce qui est deux fois supérieur à l'estimation de [Aveston et al]. Cet écart peut être dû à la qualité particulière de notre matériau.

4.7 Conclusion

Au vu des résultats expérimentaux et de la modélisation, il apparaît que l'effet du transfert de charge entre fibres et matrice n'est influent que pour des sollicitations élevées ou des temps longs.

A l'intérieur de ces limites, nous avons considéré que les fibres contenues dans le volume d'observation se comportent comme un écheveau quel que soit le type de sollicitation. Ceci nous a autorisé à reproduire la démarche prédictive mise au point pour les mèches de fibres. L'analyse combinée de la distribution des résistances mécaniques sous sollicitation monotone et de la distribution des durées de vie sous une sollicitation statique donnée a ainsi permis de

tracer une courbe $v(K)$ in situ, montrant que l'effet protecteur de la matrice par rapport à l'environnement est faible. Il a enfin été possible de prévoir la distribution des durées de vie pour toute sollicitation statique inférieure à 1,8 %.

Une approche analogue sera appliquée à l'analyse de la perte de raideur de la poutre de flexion sous sollicitation statique puis cyclique.

5 ANALYSE DE LA PERTE DE RAIDEUR EN TERMES DE STRESS CORROSION CRACKING

5.1 RELATION RAIDEUR MACROSCOPIQUE/ENDOMMAGEMENT MICROSCOPIQUE

5.2 PERTE DE RAIDEUR D'UNE POUTRE COURBE SOUS SOLLICITATION MONOTONE

5.3 PERTE DE RAIDEUR D'UNE POUTRE COURBE SOUS SOLLICITATION STATIQUE

5.4 PERTE DE RAIDEUR D'UNE POUTRE COURBE SOUS SOLLICITATION DE FATIGUE

5.5 CONCLUSION

5 Analyse de la perte de raideur en termes de Stress Corrosion Cracking

Afin d'étendre notre étude au composite industriel et de lui donner une application pratique quant à l'analyse des essais de fatigue, il était nécessaire de pouvoir traiter les propriétés mécaniques résiduelles de la poutre de flexion comme un indicateur quantitatif du développement de l'endommagement microscopique.

Dans le cas des éprouvettes planes, ce point a pu être validé grâce à l'observation en analyse d'images d'une relation empirique simple entre leur raideur et le nombre de fibres rompues à leur surface.

Dans le cas de la portion de structure, il ne nous était pas possible de vérifier directement qu'une telle relation existait. Nous en avons toutefois observé les conséquences sur la cinétique de perte de raideur sous sollicitation monotone ou statique. Ceci nous a finalement permis de caractériser l'influence des paramètres de sollicitation (fréquence, rapport r , niveau de sollicitation maximum) sur l'évolution des propriétés de la poutre courbe en fatigue.

5.1 Relation raideur macroscopique / endommagement microscopique

5.1.1 Corrélation empirique entre perte de raideur et densité de fibres rompues

Grâce à l'enregistrement des efforts et déplacements lors des observations microscopiques, nous avons pu tracer parallèlement la raideur de l'éprouvette et le nombre de fibres rompues en fonction de la déformation ou du temps. La synthèse de ces résultats fait apparaître une courbe unique reliant raideur relative et nombre de ruptures dans le V.E.R., figure 5.1. On peut observer une dépendance globalement linéaire :

$$\frac{R}{R_0} = 1 - \alpha N_f, \quad (5.1)$$

avec $\frac{R}{R_0}$ la raideur relative, N_f le nombre de ruptures et $\alpha = 1,5 \cdot 10^{-3}$ une constante empirique.

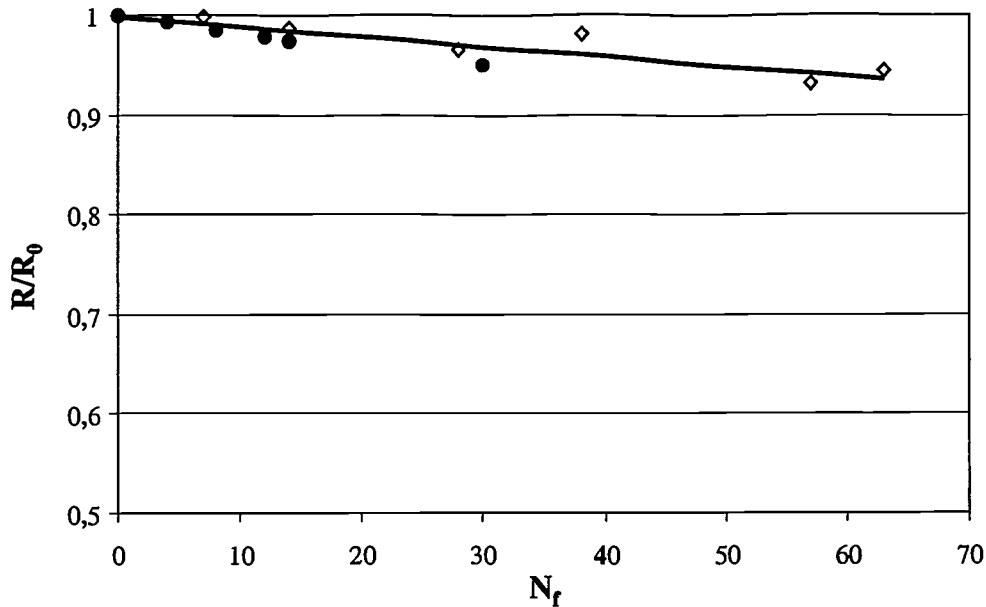


Figure 5.1 : relation expérimentale entre la raideur relative d'une poutre plane de flexion et le nombre de ruptures observées dans le V.E.R.; (\diamond) essais monotones et (\bullet) essais statiques.

Qualitativement, la très grande sensibilité de la raideur de l'éprouvette à l'endommagement du V.E.R. est due au fait que celui-ci est centré sur la zone la plus sollicitée, donc à la fois la plus endommagée et la plus importante en termes de rigidité. On remarquera aussi que l'équation 5.1 implique l'indifférence de la perte de raideur aux mécanismes de relaxation de la matrice époxy, puisque ceux-ci dépendent a priori du type de sollicitation. Ceci n'a rien d'étonnant, si l'on considère que la matrice ne contribue au module de flexion du composite qu'à hauteur de 2 %.

Le développement d'un modèle micro-mécanique détaillé permettant de justifier l'équation 5.1 dépasse le cadre de ce travail. Cependant, nous avons construit par éléments finis un modèle bidimensionnel de la poutre de flexion trois points afin de valider l'ordre de grandeur de la perte de raideur mesurée ainsi que le caractère linéaire la corrélation raideur/densité de fibres rompues, dans le cas où la rupture des fibres obéit à une statistique de [Weibull].

5.1.2 Modélisation par éléments finis

Le principe de cette simulation est de calculer pour une sollicitation monotone l'effort (P) résultant de l'application d'une flèche (f), en affectant à chaque maille un module d'Young (E) représentatif de l'état de dégradation du volume de matière environnant c'est à

dire de la proportion locale de fibres rompues. Celle-ci sera estimée en chaque point du champ de déformation hétérogène de l'éprouvette de flexion à partir de la statistique de rupture des fibres. L'évaluation de la raideur de l'éprouvette est effectuée à chaque niveau de déformation à partir du rapport P/f . La loi de [Weibull] appliquée à l'échelle du V.E.R. fournissant le nombre de ruptures observées pour chaque valeur de f , on peut donc simuler la courbe $R / R_0 = f(N_f)$.

Les hypothèses générales du calcul (code SYSTUS+) sont l'élasticité linéaire et les déformations planes. Notre modèle n'est donc pas à proprement parler un modèle d'endommagement : l'état de dégradation est déterminé à partir d'une loi de [Weibull] locale, en supposant que les champs de déformation sont peu perturbés par rapport à une poutre non endommagée.

Afin d'optimiser la prise en compte de la concentration de l'endommagement au centre de la face en tension de la poutre, nous avons choisi un maillage variable de la surface latérale, figure 5.2.

- En périphérie de la zone d'efforts de traction maximaux (3/4 de l'éprouvette), le maillage est assez lâche et le module affecté à chaque nœud est constant ($E_0 = 43$ GPa).
- Dans le quart central, le maillage est rectangulaire et reprend les dimensions de la cellule définie lors de la modélisation micromécanique (cf. §3.2.2) : $20 \mu\text{m}$ d'épaisseur et $150 \mu\text{m}$ de long. Conformément à l'hypothèse qu'une fibre rompue ne travaille plus sur une longueur $2L_f$, nous avons écrit que le module d'une maille vaut :

$$E = E_0 s(\varepsilon_j), \quad (5.2)$$

avec E_0 le module non endommagé, ε_j et s la déformation et la probabilité de survie dans la cellule correspondante.

La figure 5.2 montre le gradient de module obtenu dans le cas le plus défavorable (N_f le plus faible, $\varepsilon_m=4\%$). On peut observer que la zone centrale choisie est suffisante pour que l'intégralité de l'endommagement soit prise en compte.

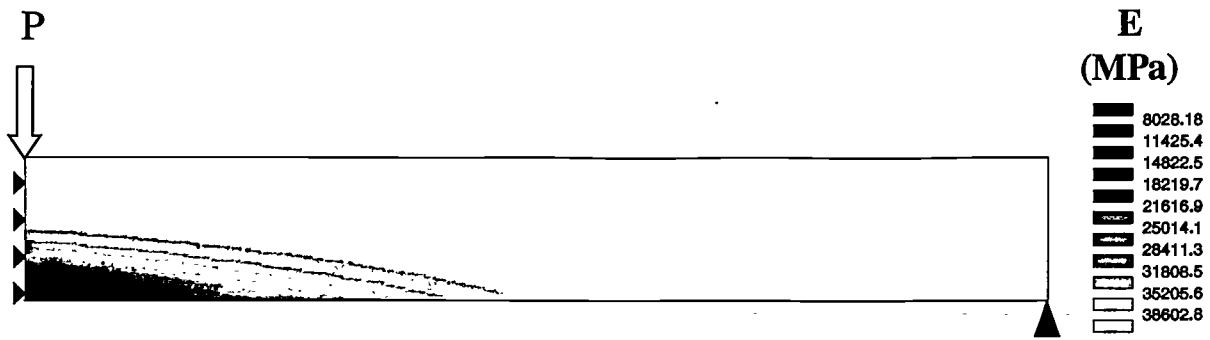


Figure 5.2 : simulation du gradient de module dans la poutre de flexion trois points à partir d'une loi de [Weibull] ; $N_t=620$, $\epsilon_m=4\%$.

Les paramètres à injecter dans les calculs de probabilité de survie dépendent pour partie (ϵ_0) de l'hypothèse sur la profondeur du V.E.R.. La figure 5.3 présente les résultats dans les trois cas déjà décrits au chapitre 4. La relation simulée entre raideur et nombre de ruptures observées est toujours linéaire, mais sa pente augmente fortement avec la diminution de la profondeur analysée :

- $2 \cdot 10^{-4}$ pour $h = 140 \mu\text{m}$ soit $N_t = 4340$,
- $3 \cdot 10^{-4}$ pour $h = 40 \mu\text{m}$ soit $N_t = 1240$,
- $9 \cdot 10^{-4}$ pour $h = 20 \mu\text{m}$ soit $N_t = 620$.

Le résultat le plus proche de l'expérience correspond à l'épaisseur la plus faible, ce qui est cohérent avec les autres estimations de la profondeur observée par analyse d'images ($h = 20$ ou $40 \mu\text{m}$).

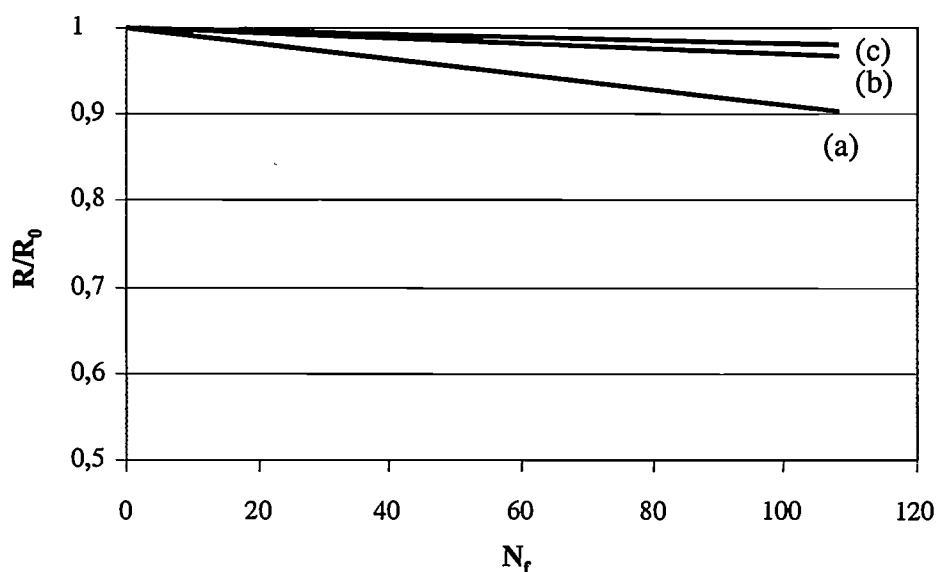


Figure 5.3 : relation raideur / endommagement calculée par éléments finis en fonction de la profondeur supposée du V.E.R. (a : $20 \mu\text{m}$, b : $40 \mu\text{m}$, c : $140 \mu\text{m}$).

5.1.3 Utilisation de la perte de raideur comme traceur de l'endommagement

Compte tenu de la relation 5.1, on peut considérer que la courbe effort / déplacement d'une éprouvette de flexion trois points (de même géométrie que celles utilisées en analyse d'image) permet d'accéder indirectement au nombre de fibres rompues dans un volume équivalent au V.E.R. défini précédemment :

$$N_f = \frac{1}{\alpha} \left(1 - \frac{R}{R_0} \right). \quad (5.3)$$

Pour le vérifier nous avons procédé au dépouillement d'essais monotones sur composite maintenu à l'ambiante. La vitesse de chargement retenue est équivalente à la vitesse moyenne lors d'un essai par paliers, soit environ 10^{-5} s^{-1} . Les courbes effort / déplacement correspondantes sont reproductibles jusqu'au maximum d'effort, c'est à dire jusqu'à la rupture d'un pli superficiel figure 5.4. Ceci constituera a priori une limite maximum à l'application de l'équation 5.3.

La figure 5.5 présente ces résultats en termes d'évolution de la raideur relative et du nombre de fibres rompues calculé. Par rapport aux données recueillies par analyse d'images aucun écart significatif n'est apparent, ce qui valide a posteriori l'équations 5.3. En outre, le maximum d'effort correspond à la limite d'apparition des n-plets. L'endommagement macroscopique intervient donc de manière assez brutale après la formation de zones critiques, ce qui confirme le caractère statistique de la rupture sous sollicitation monotone (cf. §4.6).

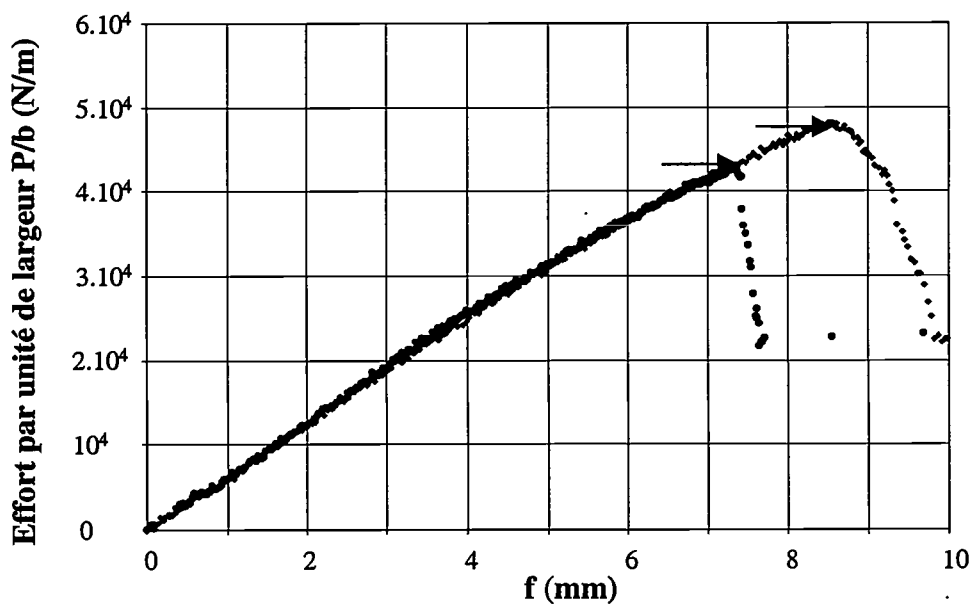


Figure 5.4 : courbes effort / déplacement lors d'essais monotones (0,5 mm / min) sur composite maintenu à l'ambiante.

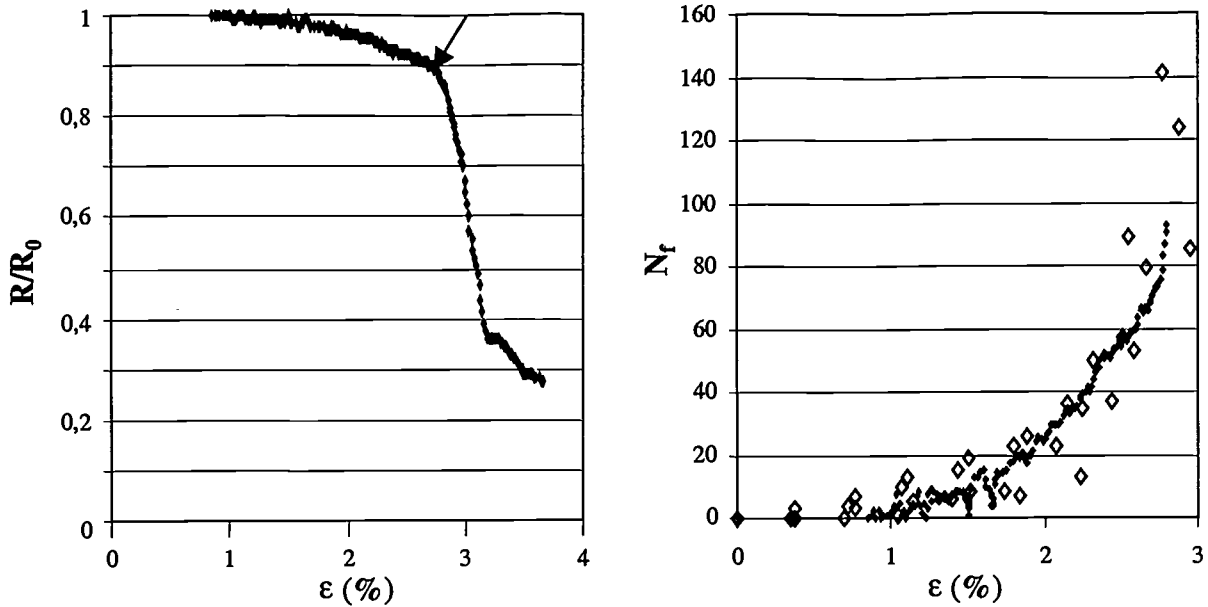


Figure 5.5 : calcul du nombre de ruptures dans le V.E.R. à partir de la raideur macroscopique lors d'un essai monotone(●) ; (◇) rappel des données recueillies par analyse d'images.

5.1.4 Approximation analytique de la courbe effort / déplacement en flexion

L'analyse directe de la perte de raideur suppose que l'on ait déterminé préalablement le paramètre α . Or ceci n'est possible que pour des composites très transparents, ce qui exclue les matériaux industriels. Pour s'en affranchir, on utilisera les propriétés remarquables de l'expression de la raideur relative obtenue en explicitant dans l'équation 5.3 la probabilité de survie des fibres :

$$\frac{R}{R_0} = 1 - \alpha(1 - S)N_t, \quad (5.4)$$

$$\text{donc } \frac{R}{R_0} = (1 - \alpha N_t) + \alpha S N_t. \quad (5.5)$$

Sous sollicitation monotone

$$\frac{R}{R_0}(\varepsilon) = (1 - \alpha N_t) + \alpha \exp\left[-\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}\right)^m\right] N_t. \quad (5.6)$$

Sous sollicitation statique

$$\frac{R}{R_0}(t) = (1 - \alpha N_t) + \alpha \exp\left[-t^{\frac{m}{n-2}} \varepsilon_{app}^{\frac{nm}{n-2}} C\right] N_t, \quad (5.7)$$

$$\text{puis } \frac{R_\infty}{R_0} = (1 - \alpha N_t) + \alpha \exp\left[-\left(\frac{\varepsilon_{app} K_{IC}}{\varepsilon_0 K_{ISV}}\right)^m\right] N_t. \quad (5.8)$$

Dans une représentation de [Weibull] les équations 5.6, 5.7 et 5.8 conduisent à des droites de pentes m , $m/n-2$ et à une limite asymptotique.

Sous sollicitation monotone on devrait donc pouvoir écrire

$$\frac{R}{R_0}(\varepsilon) \approx \exp\left[-\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0^*}\right)^m\right], \quad (5.9)$$

où ε_0^* dépend du facteur d'échelle ε_0 déterminé dans le V.E.R. et du paramètre α .

Sous sollicitation statique

$$\frac{R}{R_0}(t) \approx \exp\left[-t^{\frac{m}{n-2}} \varepsilon_{app}^{\frac{nm}{n-2}} C^*\right], \quad (5.10)$$

$$\text{puis } \frac{R_\infty}{R_0} \approx \exp\left[-\left(\frac{\varepsilon_{app}}{\varepsilon^*}\right)^m\right], \quad (5.11)$$

où C^* et ε^* dépendent des facteurs d'échelle déterminés dans le V.E.R. et du paramètre α (a priori $\varepsilon^* = \varepsilon_0^* \frac{K_{ISV}}{K_{IS50\%}}$).

La forme de ces dépendances peut être vérifiée sur la figure 5.6, où sont reportés dans une représentation de [Weibull] les courbes de perte de raideur lors d'un essai statique à 1,3 % de déformation imposée et d'un essai monotone. Sous sollicitation monotone, on observe une droite de pente 3,7 ($m = 3,65$). Sous sollicitation statique, on observe une droite de pente 0,43 ($m/n-2 = 0,41$), puis un infléchissement de la courbe sans véritable asymptote horizontale. Etant donné le niveau de déformation, ce dernier point peut être significatif du développement d'un endommagement local.

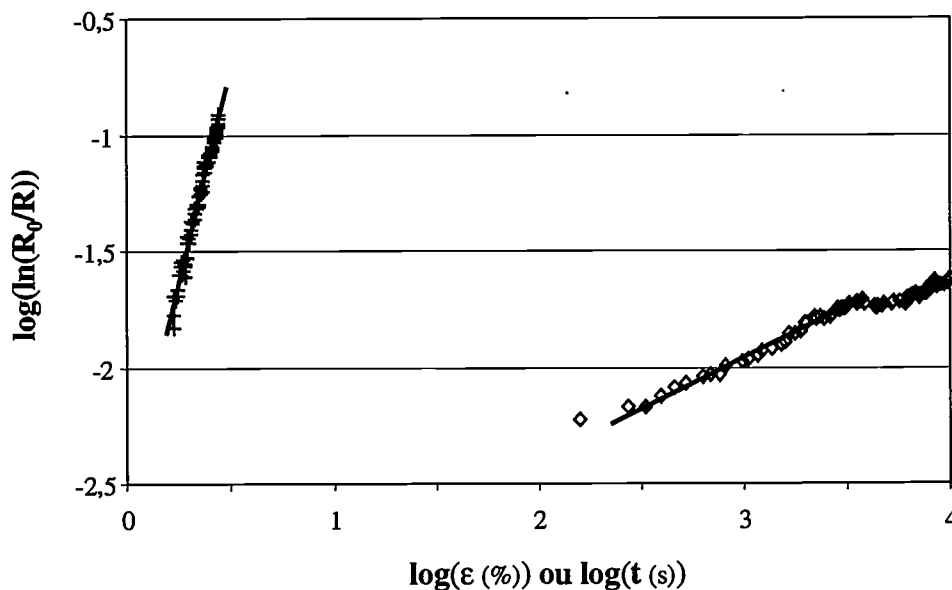


Figure 5.6 : représentation de [Weibull] de la raideur relative d'éprouvettes planes sous sollicitation monotone (+) ou statique (◇, $\varepsilon_{app} = 1,3 \%$)

Comme pour l'analyse de la probabilité de survie, la prévision de la cinétique de perte de raideur sous sollicitation statique devrait pouvoir s'appuyer sur l'analyse combinée de deux essais statique et monotone.

Ainsi, m pourra être déterminé à partir de la pente de l'essai monotone. On pourra identifier les facteurs d'échelle (ϵ_0^* et C^*) à partir de l'ordonnée à l'origine des portions linéaires des deux représentation de [Weibull]. De même (ϵ^*) pourra être déterminé sur la zone d'infléchissement de l'essai statique. Enfin, bien qu'une estimation graphique de n soit réputée incertaine, la pente de l'essai statique nous fournit une valeur ($n=10,6$) très proche de celle identifiée sur la courbe $v(K)$ in situ ($n=11$).

Toutefois, cette concordance pouvant être fortuite, il convient comme précédemment de tracer une courbe $v(K)$. Pour cela nous avons appareillé les deux essais statique et monotone présentés en figure 5.6 : en effet, compte tenu de la bijectivité de l'équation 5.1, deux points expérimentaux correspondant à la même raideur relative correspondent aussi au même nombre de ruptures dans le V.E.R.. Comme précédemment, le problème est donc de générer suffisamment de couples (t_f, ϵ_i) pour que la courbe de propagation soit précise. Or les données expérimentales directes ne nous le permettent pas. La solution retenue est analogue à celle utilisée au paragraphe 4.4 pour le tracé des courbes $v(K)$ associée au V.E.R. : pour chaque point expérimental ($t, R/R_0$), nous avons considéré que le temps (t_f) correspond à une déformation à rupture (ϵ_i) calculée à partir de l'équation 5.9 :

$$\epsilon_i = - \frac{K_{ISV}}{K_{IS50\%}} \epsilon_0^* \left[\ln \left(\frac{R}{R_0} \right) \right]^{1/m} . \quad (5.12)$$

L'équation 3.8 permet alors de tracer la courbe $v(K_I / K_{IS50\%})$. En faisant une hypothèse sur la profondeur du V.E.R., donc sur la valeur du seuil dans le composite maintenu à l'ambiante, cette courbe est proche de celle obtenue à partir des données microscopiques (figure 5.7). Le stade I est bien visible mais la zone de seuil est assez déformée. Quelle que soit la cause de cette déformation (endommagement local ou légère dérive des capteurs), le seuil de non propagation réel doit être situé à peu près au niveau du premier infléchissement de la courbe ($K_{ISV} / K_{IS50\%} \sim 0,7$).

La détermination graphique de n est indifférente à la valeur du seuil dans le composite maintenu à l'ambiante et donne le même résultat que précédemment ($n=11$).

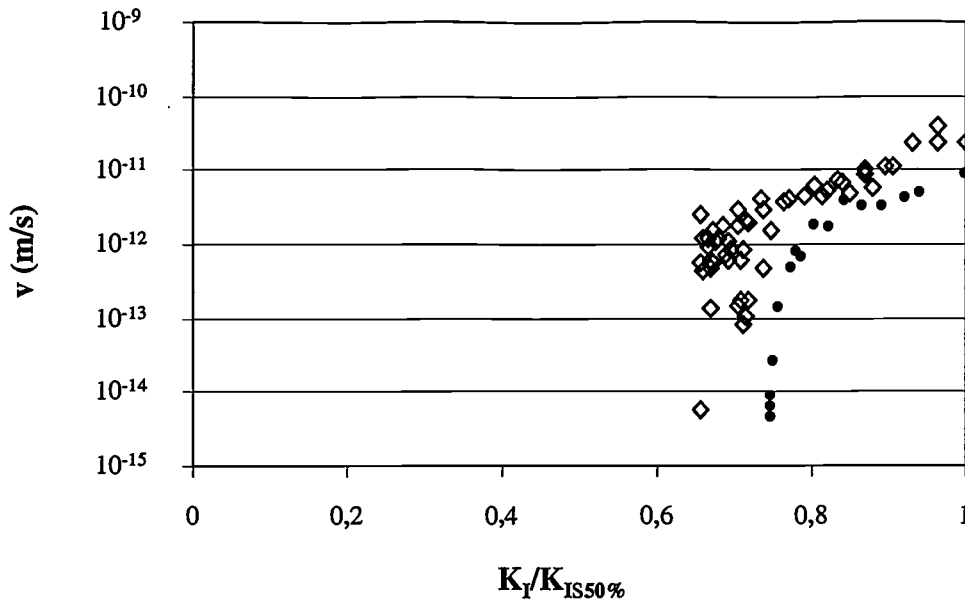


Figure 5.7 : courbe $v(K)$ obtenue par analyse des essais mécaniques sur poutre plane (\diamond);
 (\bullet) rappel de la courbe $v(K)$ au sein du V.E.R. ($N_t = 1240$ soit $K_{IS50\%}/K_{IC} = 0,42$).

L'ensemble de cette méthode d'analyse va être appliquée à la cinétique de perte de raideur des poutres courbes sous sollicitation statique puis cyclique en immersion.

5.2 Perte de raideur d'une poutre courbe sous sollicitation monotone

Des essais monotones ont été réalisés sur des éprouvettes courbes préalablement séchées sous vide dans un dessiccateur contenant un gel de silice. Ceci nous a permis (cf. A1) d'utiliser une vitesse de chargement un peu supérieure à celle retenue pour les essais sur composite de laboratoire, mais plus courante en termes de caractérisation mécanique : 5 mm / min soit $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. La figure 5.8 présente un des résultats en termes de courbe effort / déplacement et de perte de raideur. Jusqu'au maximum d'effort, une loi de [Weibull] permet de décrire le comportement de la poutre. Le module de [Weibull] correspondant à cette nuance de fibres ($E_{cr} 2400 \text{ Tex}$) est de $4,3 \pm 0,15$, ce qui est légèrement supérieur à celui des fibres utilisées pour les essais sur écheveau et la fabrication du composite de laboratoire (Advantex 1200 Tex). Compte tenu de la reproductibilité des courbes et notamment de la déformation à rupture, on peut en déduire que l'apparition de l'endommagement macroscopique est due au phénomène de saturation statistique décrit au chapitre 4.

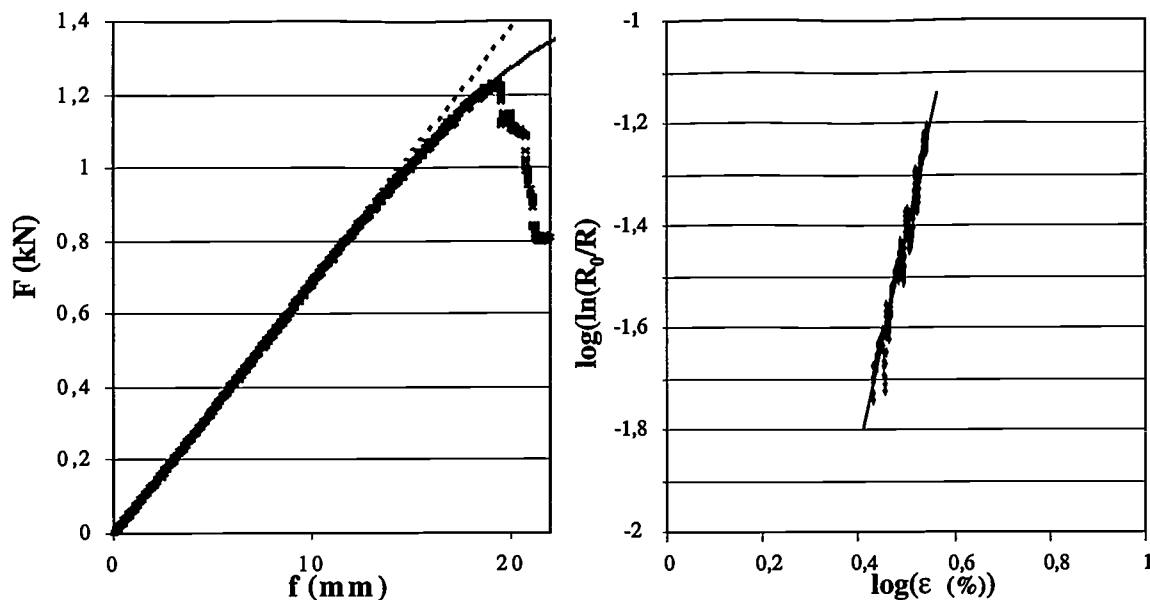


Figure 5.8 : analyse de la courbe effort / déplacement d'une éprouvette courbe sous sollicitation monotone ; en points l'expérience, en trait plein la loi de [Weibull].

5.3 Perte de raideur d'une poutre courbe sous sollicitation statique

Comme pour les poutres planes, les éprouvettes avaient été préalablement conditionnées en immersion à 25 °C. La prise d'eau à saturation étant indifférente à la température, la validation du modèle pour différents niveaux de charge a été conduite à 40 °C afin de s'abstraire des fluctuations de la température ambiante dans le hall d'essais. Dans un deuxième temps, des essais ont été effectués à différentes températures pour mettre en évidence l'activation thermique de la propagation des fissures dans le verre.

5.3.1 Courbe $v(K)$ à 40 °C

Afin d'éviter les problèmes liés à l'apparition d'un endommagement macroscopique local, nous avons choisi de tracer la courbe $v(K)$ à partir de la cinétique de perte de raideur sous une déformation modérée. La plus faible valeur pour qu'une diminution appréciable de l'effort soit mesurée en une semaine est de 1,2 %. Dans ces conditions, aucune des quatre éprouvettes testées en parallèle ne connaît d'endommagement macroscopique et les cinétiques de perte de raideur sont superposées. Toutefois, la faiblesse du signal nous impose de traiter la cinétique moyenne afin de s'abstraire du bruit sur la chaîne d'acquisition..

La figure 5.9 présente la courbe $v(K)$ ainsi obtenue. Le seuil et le stade I sont affectés par une dispersion importante. Toutefois, contrairement au cas de l'éprouvette plane sous une sollicitation de 1,3 %, la zone de seuil est bruitée mais peu déformée. Visuellement nous avons estimé le seuil ($K_{ISV} / K_{ISséch }$)   $\sim 0,37$. Le coefficient de fatigue (n) est proche de 14.

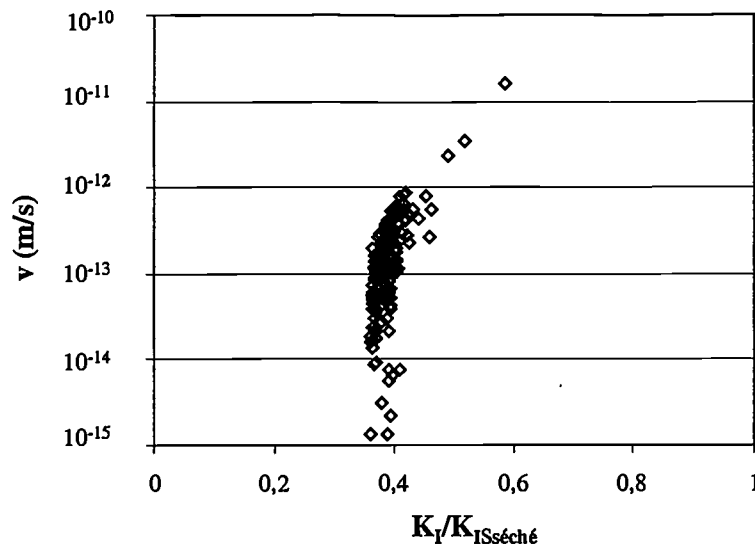


Figure 5.9 : courbe $v(K)$ obtenue par analyse des essais m caniques sur poutre courbe.

Ces observations sont qualitativement et quantitativement v rifi es par l'analyse directe de la cin tique de perte de raideur correspondante, figure 5.10. La repr sentation de [Weibull] exhibe effectivement une portion lin aire, puis un infl chissement. La pente de la portion de droite (0,365) nous indique que le coefficient de fatigue statique vaut bien 14. En outre, la valeur de S_∞ correspond   celle calcul e   partir de l' quation 5.11.

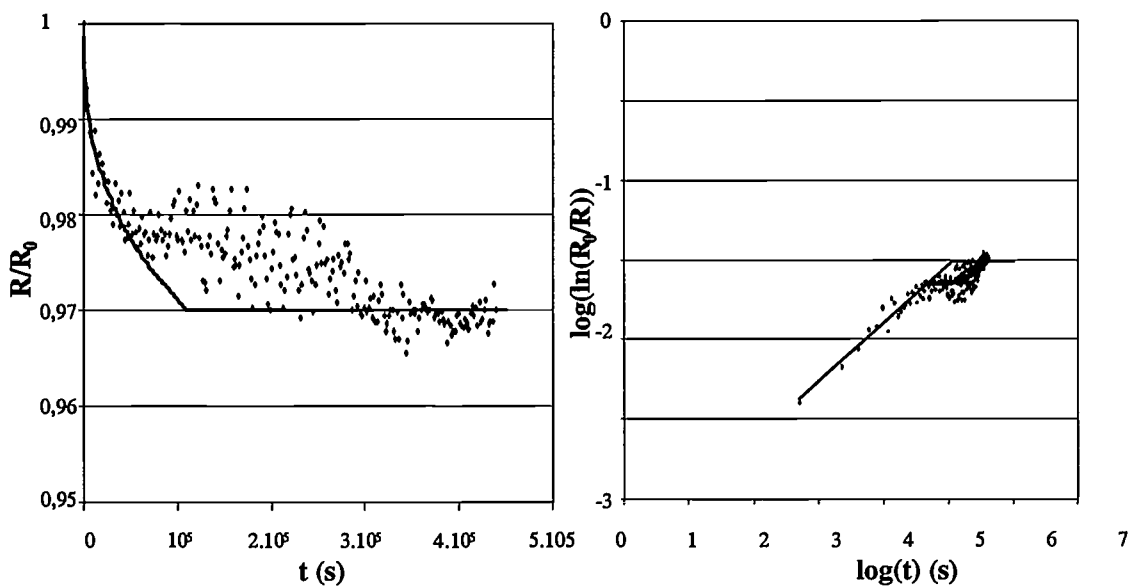


Figure 5.10 : analyse de la perte de raideur d'une poutre courbe sous sollicitation statique ($\epsilon_{app} = 1,2 \%$) en immersion   40  C

Le tableau 5.1 réunit tous les paramètres identifiés sur l'essai monotone, l'essai statique et la courbe $v(K)$.

monotone (sec)		statique (vieilli)		
m	ε_0^*	n	C^*	ε^*
4,3	6,7	14	$1,7 \cdot 10^{-4}$	2,48

Tableau 5.1 : paramètres des lois de comportement de la poutre courbe (éq. 5.7, 5.9 et 5.11).

5.3.2 Effet du niveau de charge à 40 °C

Pour 1,4 % de déformation imposée, aucune éprouvette ne connaît la rupture pendant la durée de l'essai et les courbes individuelles sont peu dispersées. Comme précédemment, nous traiterons la cinétique moyenne afin de nous abstraire du bruit.

Pour des sollicitations supérieures, certaines éprouvettes voient leur pli superficiel rompre pendant l'essai :

- 2 / 4 à 1,6 %,
- 4 / 4 à 1,9 %.

Cette rupture intervient systématiquement à une perte de raideur de l'ordre de 10 %. Pour la sollicitation la plus forte (1,9 %), les courbes individuelles sont continues et peu dispersées jusqu'à un décrochement brutal, ce qui est a priori significatif du développement généralisé de zones critiques (cf. §4.6). La cinétique moyenne obtenue sur quatre éprouvettes est donc représentative d'un comportement statistique jusqu'à 10 % de perte de raideur, même si elle est affectée par les concentrations de contraintes. Pour la sollicitation de 1,6 %, la rupture d'une éprouvette intervient après que la courbe correspondante se soit écartée des autres, figure 5.11, ce qui est a priori significatif du développement local d'une zone critique (cf. §4.6). La moyenne n'est donc représentative d'un comportement statistique que jusqu'à la divergence d'une courbe. Dans le premier cas nous traiterons la cinétique de perte de raideur jusqu'à 10%, dans le deuxième nous nous limiterons à la période où toutes les courbes sont peu dispersées.

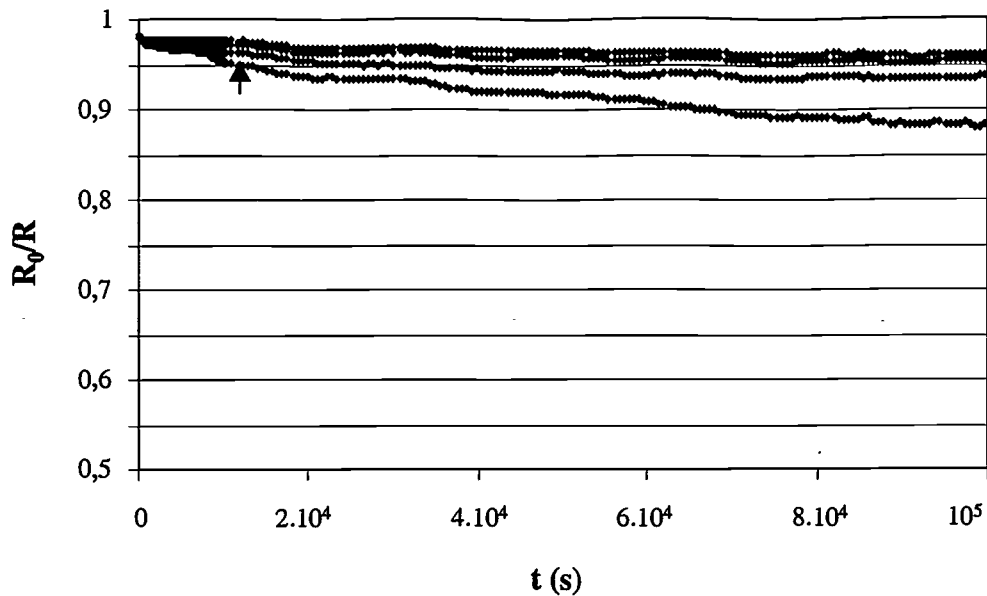


Figure 5.11 : pertes de raideurs individuelles des quatre éprouvettes testées en immersion à 40 °C et 1,6 % de déformation ; la flèche signale la rupture superficielle d’une éprouvette.

Les figures 5.12 et 5.13 confrontent les cinétiques expérimentales à celles prévues à partir des données recueillies sur la courbe $v(K)$ et l’essai à 1,2 % de déformation.

D’un point de vue quantitatif, on observe dans la représentation linéaire que la prévision est globalement proche de l’expérience. L’écart étant soit positif soit négatif, on peut penser qu’il est dû moins à une mauvaise estimation des paramètres du modèle, qu’à une incertitude sur la déformation imposée (ce que confirme le calcul la barrette d’erreur avec une incertitude absolue sur ϵ_{app} de 0,05 %).

D’un point de vue qualitatif, on observe systématiquement dans la représentation de [Weibull] une zone approximativement linéaire de pente $0,33 \pm 0,05$. Pour les plus deux faibles sollicitations (1,4 et 1,6 %), la cinétique de perte de raideur se ralentit puis redémarre dans un troisième temps. Compte tenu de la rupture de deux éprouvettes à 1,6 % de déformation, ceci peut être significatif du développement différé d’un endommagement local (cf. §4.6). Pour la sollicitation la plus forte (1,9 %), la rupture d’une éprouvette intervient avant même le ralentissement.

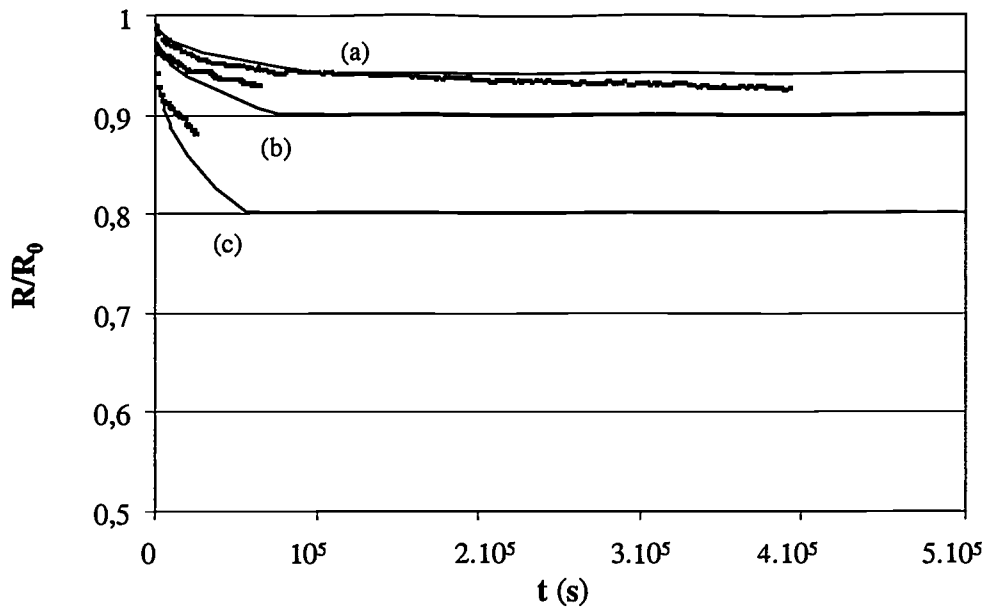


Figure 5.12 : cinétique de perte de raideur expérimentale (en points) et calculée (en trait) sous sollicitation statique en immersion à 40 °C ; (a) 1,4, (b) 1,6 et (c) 1,9 % de déformation.

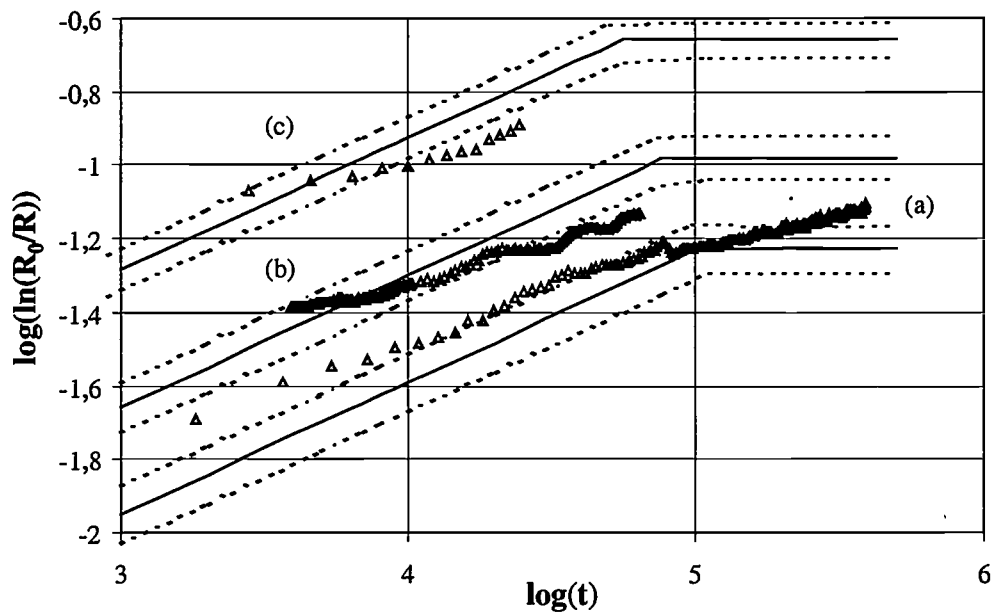


Figure 5.13 : représentation de [Weibull] de la cinétique de perte de raideur expérimentale (en points) et calculée (en trait) sous sollicitation statique ; même légende que fig. 5.12.

5.3.3 Effet de la température

D'après la théorie générale des processus, la propagation des fissures dans le verre est thermiquement activée (éq.1.27).

Expérimentalement, il a été largement vérifié que le coefficient A de la loi puissance peut être écrit comme le produit d'un terme activation thermique et d'un terme dépendant des conditions hygrométriques [Wiederhorn, 2], [Metcalf & Schmitz]:

$$A = A_{[H_2O]} \exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right). \quad (5.13)$$

Pour le verre de silice dans l'eau, l'énergie d'activation E_a est de l'ordre de 130 kJ/mol [Wiederhorn, 2]. Pour le verre E dans l'eau, elle varie de 60 à 100 kJ/mol selon la teneur en ions alcalins [Metcalf & Schmitz].

Ceci conduit à une expression modifiée du temps à rupture d'une fibre et de la probabilité de survie au sein d'un écheveau sous sollicitation statique :

$$t_f = \frac{2K_{ic}^{2-n} \sigma_i^{n-2}}{\sigma_{app}^n A_{[H_2O]} \exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right) Y^2 (n-2)}, \quad (5.14)$$

$$S(t) = \exp\left[-t^{\frac{m}{n-2}} \varepsilon_{app}^{\frac{mn}{n-2}} \exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right)^{\frac{m}{n-2}} k\right]. \quad (5.15)$$

Dans des conditions hygrométriques et physicochimiques données, l'ordonnée à l'origine de la portion linéaire d'une représentation de [Weibull] peut donc être décomposée en :

$$Y_0 = \frac{mn}{n-2} \log(\varepsilon_{app}) + 0,434 \frac{m}{n-2} \left(\frac{-E_a}{kT}\right) + \log(k). \quad (5.16)$$

Nous avons procédé à des essais de relaxation sous 1,2 % de déformation imposée à différentes températures : 25, 40 et 60 °C (figure 5.14). La durée correspondant à la portion linéaire du tracé de [Weibull] est dans tous les cas inférieure à 8 heures, ce qui permet de négliger les effets de l'hydrolyse. Compte tenu de l'invariance de la prise d'eau à saturation dans la plage de température étudiée (cf. §2.3), nous avons considéré les conditions d'essai comme constantes à l'exception de la température. La figure 5.15 présente l'évolution de Y_0 en fonction du terme $-1/T$, avec T la température absolue. Etant donné le nombre réduit de points dont nous disposons, la linéarité que nous observons ne permet pas de conclure définitivement au caractère arrhénien de l'activation thermique. Cependant, la pente de cette courbe nous fournit une estimation de l'énergie d'activation conforme aux références bibliographiques : $E_a = 54$ kJ/mol.

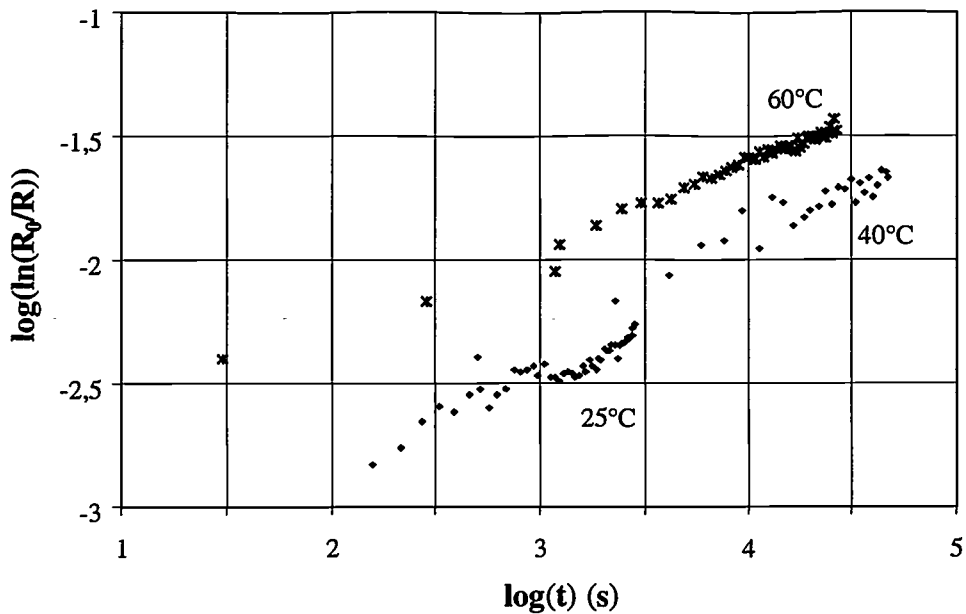


Figure 5.14 : représentation de [Weibull] de la cinétique de perte de raideur 1,2 % de déformation - effet de la température.

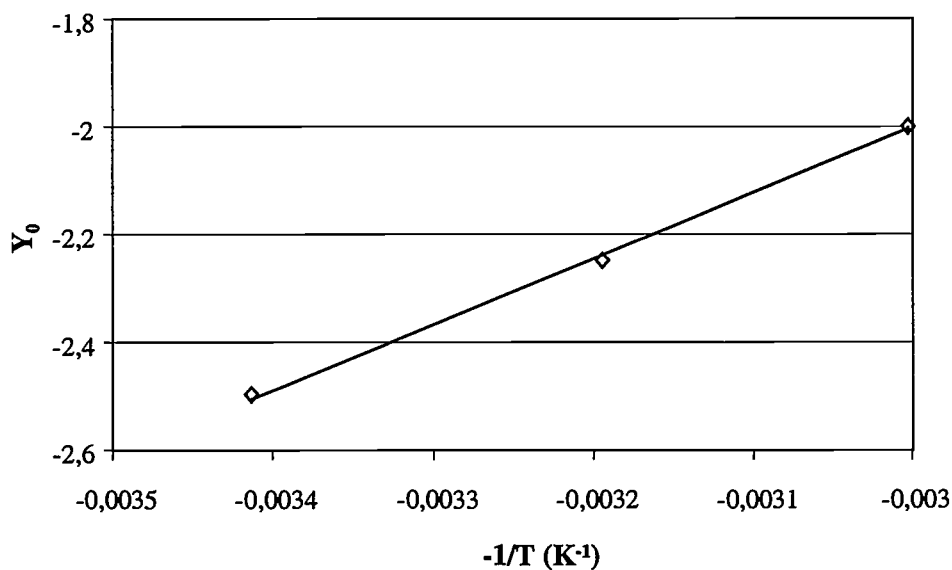


Figure 5.15 : effet de la température sur l'ordonnée à l'origine de la courbe $\log(\ln(1/S)) = f(\log(t))$, mêmes conditions que figure 5.14.

5.4 Perte de raideur d'une poutre courbe sous sollicitation de fatigue

Comme exposé au chapitre 1, un même formalisme est réputé décrire la probabilité de survie au sein d'une population d'éprouvettes sous sollicitation statique ou périodique (éq.1.48) :

$$S(t) = \exp\left[-t^{\frac{m}{n-2}} \lambda^{\frac{m}{n-2}} \varepsilon_{\max}^{\frac{mn}{n-2}} C\right],$$

$$\text{avec } \lambda = \frac{1}{t} \int_0^t \left(\frac{\varepsilon(t)}{\varepsilon_{\max}} \right)^n dt.$$

La cinétique de rupture est donc indépendante de la fréquence et retardée par un débattement important (rapport de sollicitation r faible). Par ailleurs, les fibres ne connaissant jamais la

rupture sont définies par $\varepsilon_{\max}/\varepsilon_i = K_{IS}/K_{IC}$ quel que soit le type de sollicitation. D'après notre

modèle par parties, la probabilité de survie limite en fatigue doit donc

$$\text{être } S_{\infty} = \exp \left[- \left(\frac{\varepsilon_{\max} K_{IC}}{\varepsilon_0 K_{IS}} \right)^m \right].$$

Ce résultat n'a pas pu être vérifié sur écheveau du fait du frottement entre fibres. Dans un composite, on peut s'attendre à rencontrer d'autres phénomènes parasites : la matrice et l'interface sont sujettes à une dégradation par cyclage qui conduit à la perturbation des champs de contraintes internes et de la cinétique de rupture des fibres. Les mécanismes mis en jeu sont a priori accélérés par un rapport r faible et largement dépendants du nombre de cycles. La cinétique de perte de raideur du composite est donc la résultante de deux mécanismes dépendants l'un du temps et l'autre du nombre de cycles. Conséquemment, plus la fréquence sera élevée et le rapport r faible, plus l'endommagement sera dépendant du nombre de cycles. Inversement, plus la fréquence sera faible et le rapport r élevé, plus l'endommagement sera dépendant du temps. A l'extrême, si le cyclage est très peu sévère, la cinétique de perte de raideur pourra être décrite à partir du formalisme de propagation sous-critique. Nous allons examiner chacun de ces points dans le cas d'une sollicitation sinusoïdale avant de traiter le cas d'un spectre de chargement complexe mais périodique. A cette fin, nous allons analyser les positions relatives d'essais statiques ($r = 1$) et cycliques ($r < 1$) tels que $\varepsilon_{\max} = \varepsilon_{\text{app}}$. La connaissance du spectre de chargement $\varepsilon(t)$ permet alors de calculer numériquement le facteur de retard λ à partir de la seule estimation de n .

5.4.1 Sollicitation sinusoïdale à 40 °C

Le premier cas que nous illustrerons est celui d'un cyclage à $r = 0,7$ et $\varepsilon_{\max} = 1,4 \%$. La figure 5.16 présente dans une échelle semi-logarithmique la perte de raideur en fonction du nombre de cycles pour deux fréquences : 0,5 et 5 Hz. On peut observer que la plus faible fréquence semble la plus sévère et que l'écart entre les deux courbes est largement supérieur aux incertitudes expérimentales (quart de décade). La figure 5.17 présente dans une échelle semi-logarithmique les deux mêmes essais en fonction du temps. Il n'y a cette fois aucun

écart appréciable, excepté au delà de ($t = 2.10^5$ s ; $R/R_0 = 0,94$) où la plus forte fréquence semble la plus sévère. Par rapport à l'essai de relaxation à $\epsilon_{app} = 1,4$ %, on observe un retard significatif. Il est de l'ordre d'une décade tant que la probabilité de survie est supérieure à la valeur limite sous sollicitation statique ($S_\infty = 0,94$) et diminue ensuite car les essais cycliques ne connaissent apparemment pas de ralentissement.

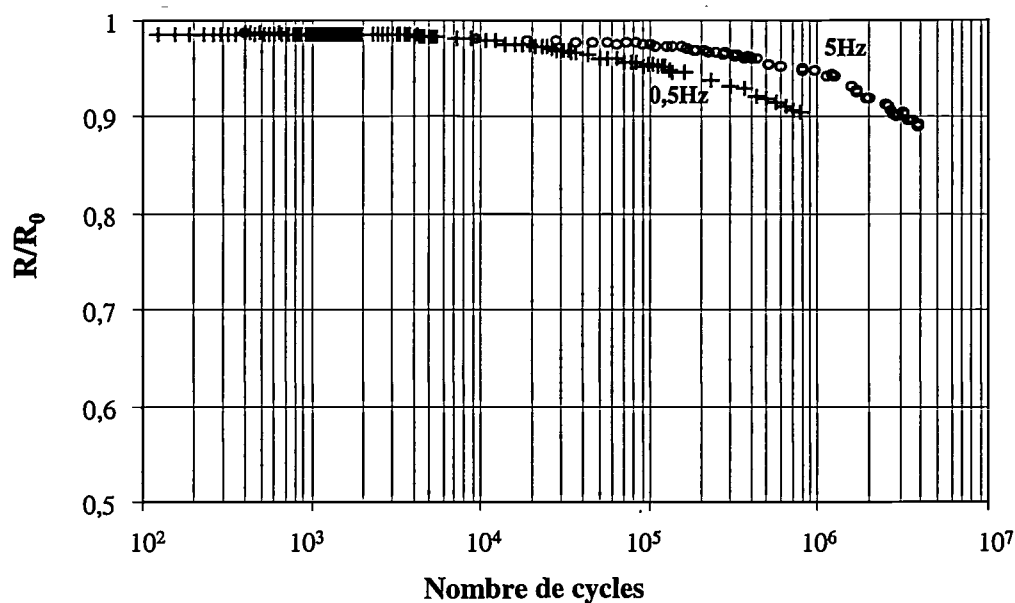


Figure 5.16 : cinétique de perte de raideur en fonction du nombre de cycles - $r = 0,7$,
 $\epsilon_{max} = 1,4$ %, 40 °C.

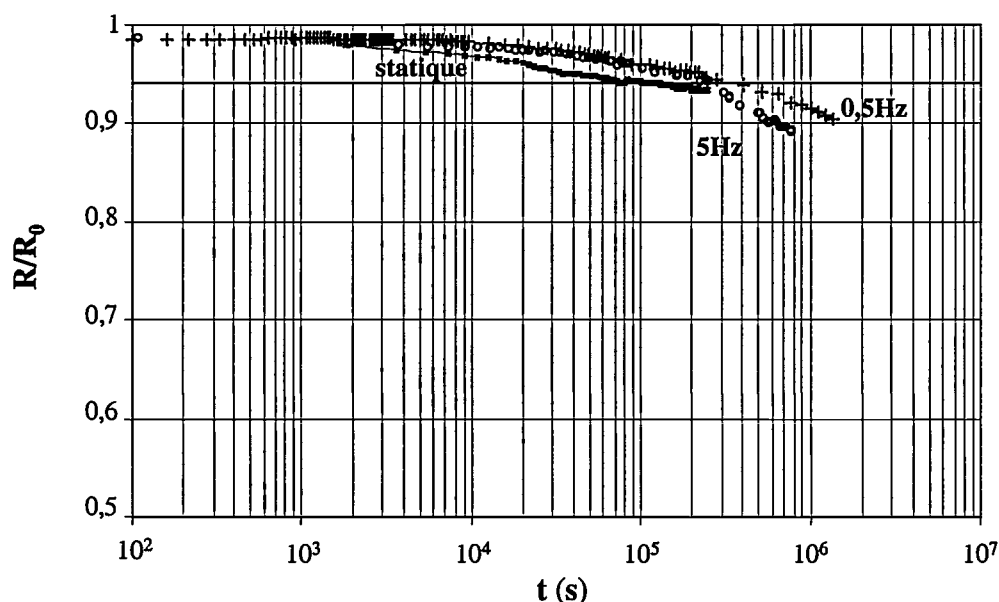


Figure 5.17 : cinétique de perte de raideur en fonction du temps - $r = 0,7$, $\epsilon_{max} = 1,4$ %, 40 °C.

Ceci permet de distinguer deux phases dans le mode d'endommagement : aux temps courts la propagation sous-critique est prédominante, aux temps longs la dégradation par cyclage devient le moteur de l'endommagement. Afin de valider le premier point, nous avons

confronté en figure 5.18 la représentation de [Weibull] du début ($t < 2.10^5$ s) de ces mêmes essais de relaxation et de fatigue. Les portions de droite correspondantes sont parallèles et leur écart vertical est conforme au modèle : $\Delta y_0 = -0,208$ et $\frac{m}{n-2} \log \lambda = -0,209$.

Dans de telles conditions, un essai statique (ϵ_{app}) permet donc de prévoir le début de la cinétique de perte de raideur lors d'un essai de fatigue tel que $\epsilon_{app} = \epsilon_{max}$:

$$S(t) = \exp \left[-t^{\frac{m}{n-2}} \lambda^{\frac{m}{n-2}} 10^{Y_{app}} \right], \quad (5.17)$$

avec Y_{app} l'ordonnée à l'origine de la représentation de [Weibull] de l'essai statique.

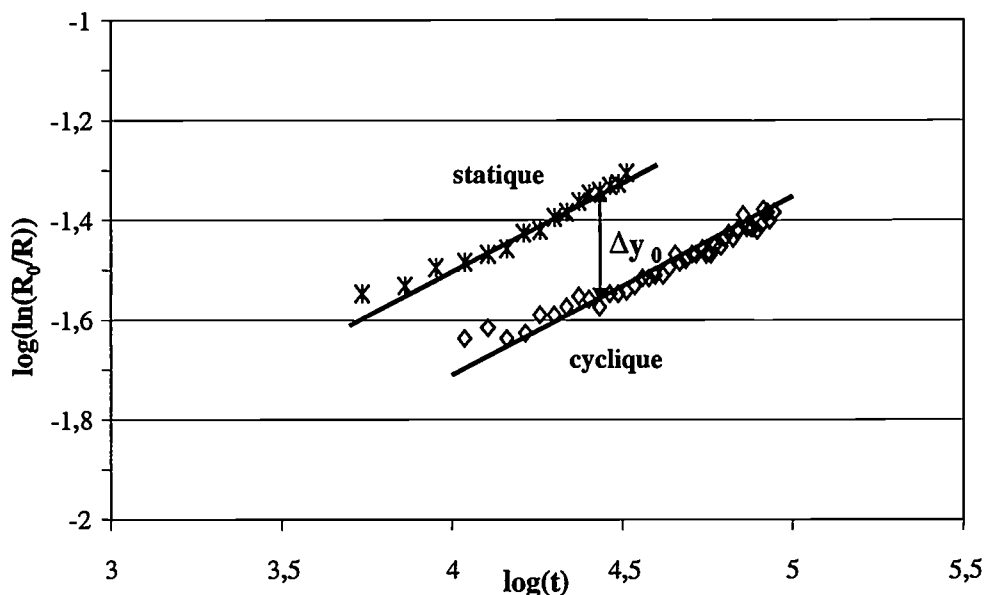


Figure 5.18 : détermination graphique du facteur de retard sur la cinétique de perte de raideur - $r = 0,7$, $\epsilon_{max} = 1,4$ %, 40 °C.

Le deuxième cas que nous illustrerons est celui d'un cyclage à $r = 0,3$ et $\epsilon_{max} = 1,4$ %. Les figures 5.19 et 5.20 présentent dans une échelle semi-logarithmique les cinétiques de perte de raideur pour deux fréquences : 1 et 9 Hz. L'écart entre les deux courbes est cette fois moins important que dans la représentation en fonction du nombre de cycles ou que dans celle en fonction du temps. Comme précédemment, il n'apparaît pas de ralentissement de la cinétique de perte de raideur aux temps longs. Par rapport à la cinétique de perte de raideur en relaxation, l'essai à 9 Hz montre une légère avance alors que l'essai à 1 Hz présente un retard assez proche de celui prévu par le modèle de propagation sous-critique. On peut déduire des ces observations que la dégradation par cyclage est significative dès le début de l'essai pour la fréquence la plus forte et qu'elle prend le relais de la fatigue statique aux temps longs pour la plus faible.

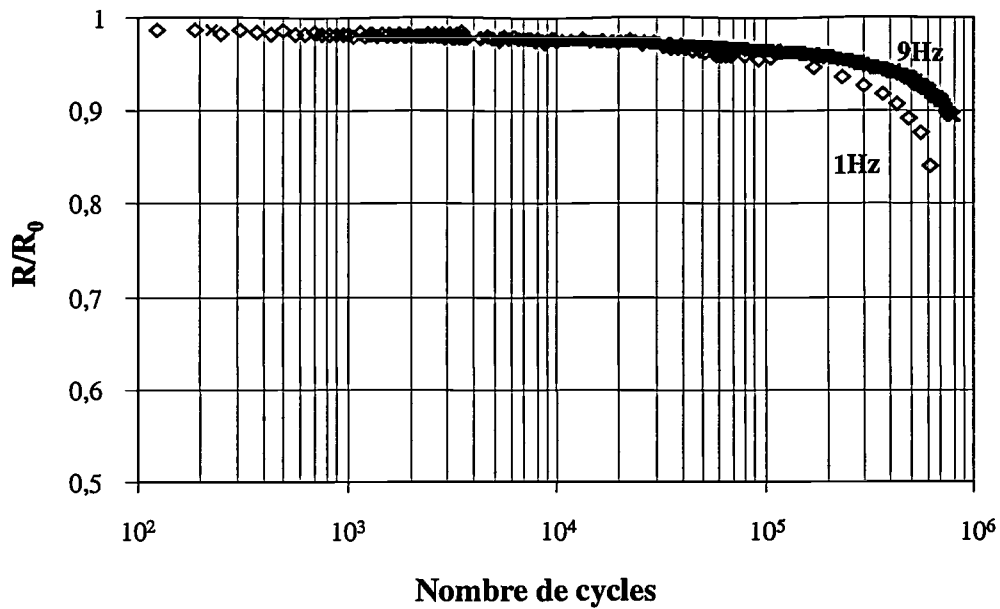


Figure 5.19 : cinétique de perte de raideur en fonction du nombre de cycles - $r = 0,3$, $\epsilon_{\max} = 1,4 \%$, $40 \text{ }^\circ\text{C}$.

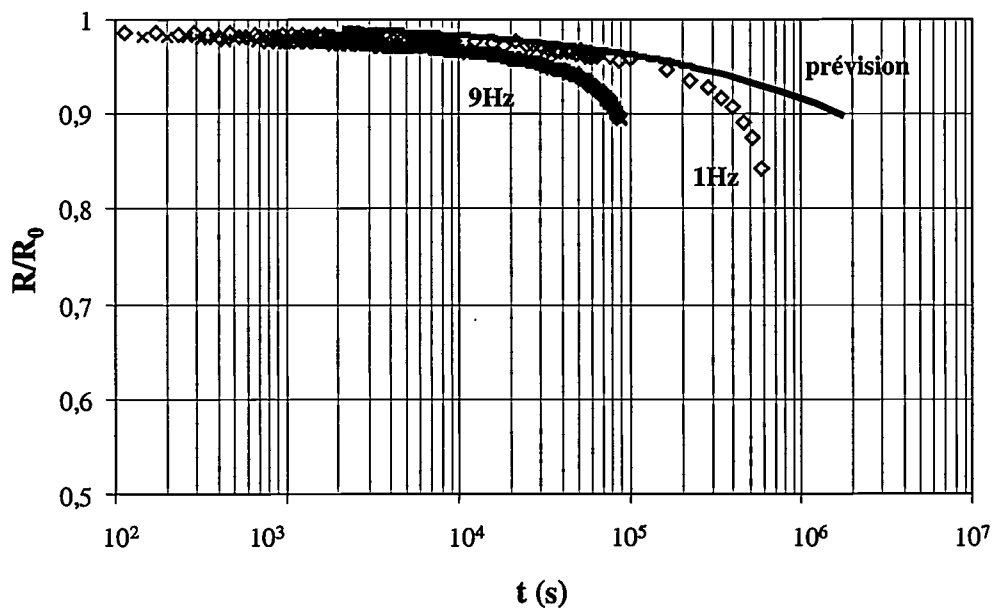


Figure 5.20 : cinétique de perte de raideur en fonction du temps - $r = 0,3$, $\epsilon_{\max} = 1,4 \%$, $40 \text{ }^\circ\text{C}$.

Sans avoir les moyens de réaliser un vrai plan d'expériences, nous avons exploré l'influence des différents paramètres de sollicitation sur la nature de la cinétique de perte de raideur. Ces résultats qualitatifs sont regroupés dans les tableaux 5.2, 5.3 et 5.4, où la mention temps indique qu'une loi de [Weibull] sur le temps a été observée et la mention cycles indique une dépendance par rapport au nombre de cycles.

Nous n'avons jamais observé de limite asymptotique, telle qu'elle peut apparaître lors d'un essai statique à faible déformation. Nous n'avons pas non plus observé de limite d'endurance : nous avons ainsi observé la rupture des quatre éprouvettes sollicitées à $r = 0,3$ et $f = 5$ Hz pour une déformation maximale $\epsilon_{\max} = 0,6$ %, inférieure à la limite de détection d'une perte de raideur sous sollicitation statique ($\epsilon_{\max} = 1,2$ %) et à la limite de fatigue statique définie précédemment ($\epsilon_{IV} = 1$ % cf. §4.6). Comme prévu, une fréquence élevée (resp. faible) et un rapport de sollicitation faible (resp. élevé) favorisent la dépendance vis à vis du nombre de cycles (resp. du temps). De façon plus inattendue, la diminution du niveau de déformation maximum favorise la dépendance en fonction du temps : en d'autres termes le ralentissement de la dégradation par cyclage est plus important que celui de la rupture des fibres par propagation sous critique.

$\epsilon_{\max} = 1,9$ %, rapport $r = 0,3$	fréquence (Hz)		
	2 cycles	5 cycles	9 cycles

Tableau 5.2 : effet de la fréquence sur la nature du paramètre contrôlant la perte de raideur en fatigue cyclique à 1,9% de déformation maximale et 0,3 de rapport de sollicitation.

$\epsilon_{\max} = 1,4$ %	rapport r	fréquence (Hz)				
		0,5	1	2	5	9
		0,7	0,5	0,3	0,7	0,3
		temps	temps (limite)		temps	temps (limite)
		temps (limite)				cycles

Tableau 5.3 : effet de la fréquence et du rapport de sollicitation sur la nature du paramètre contrôlant la perte de raideur en fatigue à 1,4 % de déformation maximale.

rapport r	$\epsilon_{\max} = 1,2$ %, $f = 5$ Hz	
	0,7	temps
	0,5	temps
	0,3	temps

Tableau 5.4 : effet du rapport de sollicitation sur la nature du paramètre contrôlant la perte de raideur en fatigue à 1,2 % de déformation maximale et 5 Hz de fréquence.

5.4.2 Fatigue par blocs à 40 °C (spectre de chargement périodique)

Afin de valider le calcul du facteur de retard λ pour un chargement complexe mais périodique, nous avons programmé l'asservissement du déplacement pour répéter trois séquences sinusoïdales définies de sorte que l'effet du cyclage soit différé. Cependant, des problèmes de synchronisation des acquisitions d'effort sur les quatre voies de mesures ne permettent pas alors de calculer à tout instant la moyenne des raideurs relatives des quatre éprouvettes. Nous présenterons donc des résultats individuels.

Pour les deux essais réalisés, la prévision est très proche de l'expérience. La figure 5.21 en donne l'illustration dans les conditions suivantes :

- séquence 1 (40 secondes) : $\epsilon_{\max} = 1,4 \%$, $r = 0,7$ et $f = 1 \text{ Hz}$;
- séquence 2 (40 secondes) : $\epsilon_{\max} = 1,2 \%$, $r = 0,9$ et $f = 3 \text{ Hz}$;
- séquence 3 (20 secondes) : $\epsilon_{\max} = 1,9 \%$, $r = 0,8$ et $f = 5 \text{ Hz}$.

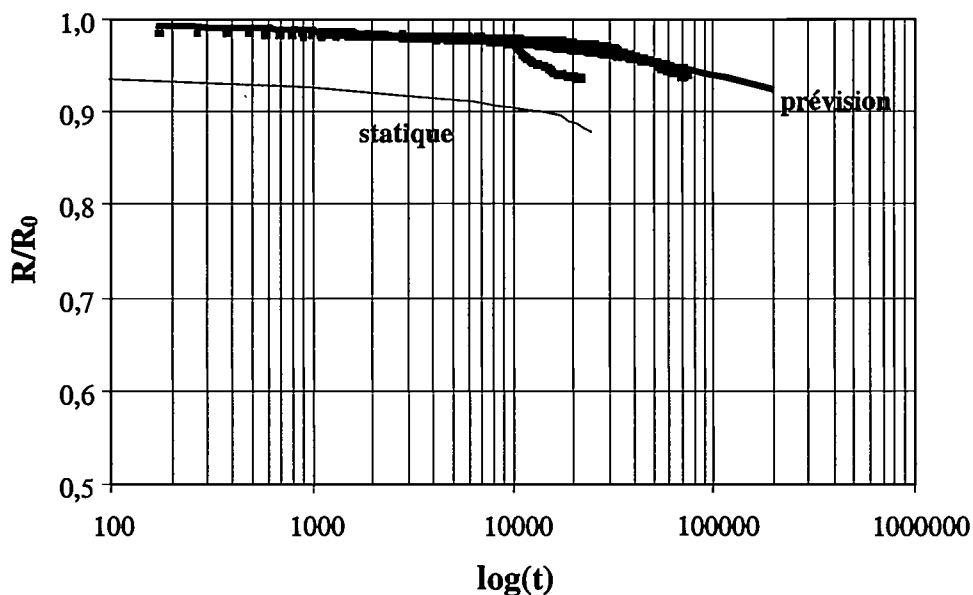


Figure 5.21 : validation de la prévision de la cinétique de perte de raideur sous sollicitation complexe ;

en points les résultats expérimentaux sur les quatre éprouvettes, en trait fin la cinétique de perte de raideur sous sollicitation statique telle que $\epsilon_{\text{app}} = \epsilon_{\max}$ et en trait épais la prévision.

5.5 Conclusion

Nous avons montré que la rigidité de la poutre de flexion trois points est un indicateur quantitatif du nombre de fibres rompues au centre de sa face en tension. Une relation linéaire entre ces deux grandeurs a été observée et validée par le calcul. Ceci nous a conduit à formuler, puis vérifier une approximation analytique de la cinétique de perte de raideur par une loi de [Weibull] identique, aux facteurs d'échelle près, à celle décrivant la probabilité de survie des fibres. Nous avons donc conduit la même analyse prédictive que précédemment, en combinant un essai monotone et un essai statique. Nous l'avons ensuite étendue au cas de la fatigue cyclique, moyennant certaines limitations. Dans tous les cas, les temps longs correspondant à la zone de seuil voient la cinétique de perte de raideur principalement contrôlée par le cyclage. Aux temps courts deux situations ont été rencontrées : lors d'un cyclage peu sévère la cinétique expérimentale suit celle prévue, lors d'un cyclage plus sévère elle est accélérée.

En termes de prévision de la perte de propriétés en conditions de services, il pourra être nécessaire de prendre en compte l'interaction entre propagation sous critique et dégradation par cyclage de la matrice et l'interface. Ceci ne nous semble possible que par le biais d'une modélisation mécanique explicite des processus mis en jeu. Dans le cas des structures off-shore le rapport de sollicitation et la fréquence sont toutefois peu sévères, car liés à l'effet d'une vague de houle toutes les 8 secondes. En première intention, on pourra donc envisager d'utiliser tel quel le modèle de Stress Corrosion Cracking.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Au cours de cette étude nous avons analysé la cinétique de rupture des fibres de verre E au sein d'un composite préalablement vieilli. Quel qu'ait été le type de chargement (relaxation ou fatigue), il est apparu que pendant la période de premier endommagement et dans un Volume Élémentaire Représentatif homogène cette cinétique est de même nature que celle observée au sein d'un écheveau sous sollicitation statique : elle procède de la combinaison de la distribution des défauts à la surface des fibres et de la loi de propagation de ces défauts.

Les courbes $v(K)$ caractérisant cette dernière ont toutes les caractéristiques (seuil de non propagation et stade I en sinus hyperbolique) du modèle atomistique de chimie-sorption dissociative, ce qui permet de conclure que ce mécanisme gouverne la corrosion sous contrainte dans les composites. Il semble par ailleurs que la matrice ait un rôle protecteur très limité par rapport à l'effet de l'eau sur le verre.

Le formalisme du calcul des temps à rupture dans un écheveau a pu être validé, concernant les fibres initialement chargées en stade I, et complété, concernant les fibres chargées en dessous du seuil. Une nouvelle méthode d'identification des paramètres de la loi de [Weibull] sur le temps a permis d'utiliser ce formalisme à des fins prédictives, à partir d'un essai statique et d'un essai monotone.

Enfin, l'observation phénoménologique d'une relation linéaire entre endommagement microscopique et raideur a permis d'établir une approximation analytique de la perte de raideur de la poutre de flexion par une loi de [Weibull] sur la déformation ou le temps selon le type de sollicitation. Dans une certaine mesure, nous avons alors pu vérifier sur la cinétique de perte de raideur l'effet des différents paramètres de sollicitation (fréquence, niveau de charge, rapport de sollicitation), tel que prévu par le formalisme de propagation sous critique.

L'utilisation de ce dernier à des fins de dimensionnement est susceptible de se heurter aux limites suivantes :

- l'hydrolyse de la matrice accélère fortement la cinétique de rupture,
- le transfert de charge entraîne une localisation de l'endommagement,
- la fatigue aux interfaces et dans la matrice peut accélérer la cinétique de rupture.

D'un point de vue pratique, ces différents mécanismes seront plus ou moins pénalisants. Les formulations modernes des poly-époxydes devraient ainsi permettre d'utiliser des matrices aisées à mettre en œuvre et très résistantes chimiquement. On devrait par ailleurs pouvoir s'abstraire des concentrations de contraintes, en calculant les structures de manière à ce que les sollicitations maximales rencontrées en conditions de service soient inférieures à 1 %. On veillera aussi à procéder au dimensionnement à partir d'un critère de déchéance plus conservatif que les traditionnels 10 % de perte de raideur, car ceux-ci correspondent à un endommagement macroscopique dont le caractère largement aléatoire est dangereux. Concernant la fatigue, il semble nécessaire d'étudier la dégradation à l'interface et dans la matrice d'un point de vue à micromécanique, puis d'explicitier son influence sur les cinétiques de rupture des fibres et de perte de propriétés macroscopiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

(au nombre de 64)

ABRY J.C.

« Suivi in situ de l'endommagement dans des composites carbone / époxy par mesure des variations des propriétés électriques »

Thèse de l'Université de Provence, 1998.

AVESTON J. SILLWOOD J.M.

« Long term strength of glass reinforced plastics in wet environment »

Journal of Materials Science

Vol .17, p.556-568, 1982.

BUBEL G.M. & MATTHEWSON M.J.

« Optical fiber reliability implications of uncertainty in the fatigue crack growth model »

Optical Engineering

Vol.30, N°6, p.737-745, 1991.

CADOCK B.D., EVANS K.E. & HULL D.

« The role of diffusion in the micromechanims of stress corrosion cracking of E-glass/polyester composites »

Int. Mech. Eng.

Vol.C25/86, p.55-61, 1986

CHARLES R.J. & HILLIG W.B.

« The kinetics of glass failure by stress corrosion »

in Proc. *Symp. Mechanical strength of glass and ways of improving it*, USCv Charleroi
Belgium

p. 511-527, 1962.

CHATEAUMINOIS A.

« Comportement viscoélastique et tenue en fatigue statique de composites verre-epoxy : influence du vieillissement hygrothermique »

Thèse de Doctorat, Université C. Bernard, 1991

CHEVALLIER J., GREMILLARD L., R. ZENATI R., JORAND Y., OLAGNON C. & FANTOZZI G.

« Slow crack growth in zirconia ceramics with different microstructures »

to be published in *Fracture Mechanics in Ceramics* Vol.13

ed. Bradt, Hasselman, Munz, Sakai & Chevchenko

COX H.L.

« The elasticity and strength of paper and other fibrous materials »

British Journal of Applied Physics

Vol. 3, p.72-79, 1952.

COWKING A., ATTOU A., SIDDIQUI A.M. & SWEET M.A.S. (1)

« An acoustic emission study of failure by stress corrosion in bundles of E-glass fibres »

Journal of Materials Science

Vol. 26, p.301-306, 1991.

COWKING A., ATTOU A., SIDDIQUI A.M., SWEET M.A.S. & HILL R. (2)

« Testing E-glass fibre bundles using Acoustic Emission »

Journal of Materials Science

Vol.26, p.1301-1310, 1991.

CRANCK J.

« The mathematics of diffusion »

Second Edition, 1975, ed. Clarendon Press, Oxford

DEWIMILLE B.

« Vieillissement hygrothermique d'un matériau composite fibre de verre-résine époxyde »

Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1981.

FETT T.& MUNZ D.

« Determination of v - K_I curves by a modified evaluation of lifetime measurements in static bending tests »

Journal of the American Ceramic Society

Vol.68, N°8, p.C213-C215, 1985.

FOURNIER P.

« Comportement sous sollicitation cyclique des composites unidirectionnels verre/époxy : cas des résines à ténacité améliorée »

Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 1992.

GRIFFITH A.A.

« The theory of rupture »

in Proc. *First Internat. Congr. Appl. Mech.* (Delft), ed. by C.B. Biezeno & J.M. Burgers

p. 55-63, 1924

HEDGEPEETH J.M., VAN DYKE P.

« Local stress concentrations in imperfect filamentary composite materials »

Journal of Composite Materials

Vol.1, p.294-309, 1967

HOGG D. & HULL P.J.

« Role of matrix properties on the stress corrosion of G.F.R.P. »

in Proc. 13th Reinf. Plast. Congr., Brighton, 1982, p.115-120

HÖHNE L. & ULLNER C.

« Modelling of time strength behaviour of soda-lime silica glass in moist environment »

Glastech. B. Glass Sci. Technol.

Vol.67, N°8, p.220-226, 1994.

HUGUET S., GODIN N., GAERTNER R., L. SALMON & D. VILLARD

« Utilisation de l'émission acoustique et application d'une carte de Kohonen pour l'identification des mécanismes d'endommagement au sein d'un composite »

Actes des 12^{èmes} Journées Nationales des Composites, Cachan 2000,

Vol.1, p.521-530.

ISHAI O.

« Environmental Effects on deformation strength and degradation of unidirectional glass-fiber reinforced plastics I & II »

Polymer Engineering and Science

Vol. 15, N°7, p.486-499, 1975.

IRWIN G.R.

« Fracture »

in Handbuch der Physik, Springer-Verlag, Berlin,

Vol. 6, p.551, 1958.

JAKUS K., COYNE D.C. & RITTER J.E.

« Analysis of fatigue data for lifetime predictions for ceramic materials »

Journal of Materials Science

Vol.13, p.2071-2080, 1978

JONES F.R.

« The role of moisture diffusion and matrix plasticisation on the environmental stress corrosion of GRP »

Journal of strain analysis

Vol.24, N°4, p.223-233, 1989.

JONES F.R., ROCK J.W. & BAILEY J.E.

« The environmental stress corrosion cracking of glass fibre-reinforced laminates and single E-glass filaments »

Journal of Materials Science

Vol.18, p.1059-1071, 1983.

JONES C.J., DICKSON R.F., ADAM T. REITER H. & HARRIS B.

« Environmental fatigue of reinforced plastics »

Composites

Vol.14, N°3, p.288-293, 1983.

KELLY A.& TYSON W.R.

« Fiber strengthened materials »

in *High Strength Materials*, ed. V.F. Zackay, London,

p. 578-602, 1964

KIM Y. LIM J.

« A study on properties of corrosion fracture surfaces of GFRP in synthetic sea water »

KSME International Journal

Vol. 11, N°3, p.249-254, 1997

LAWN B.R.

« Fracture of brittle solids-Second edition »

Solid State Science Series, ed. by E.A. Davis & I.M. Ward,

Cambridge University Press,1993.

LESKO J.

to be published in *International Journal of Fatigue* 2001

LÜ B.T.

« Fatigue strength prediction of soda-lime glass »

Theoretical and Applied Fracture Mechanics

Vol.27, p.107-114, 1997

METCALFE A.G. & SCHMITZ G.K.

« Mechanism of stress corrosion in E-glass filaments »

Glass Technology

Vol.13, N°1, p.5-16, 1972.

MICHALSKE T. & A. BUNKER B.C.

« A chemical kinetic model for glass fracture »

Journal of American Ceramic Society

Vol.76, N°10, p.2613-2618, 1993.

MURAKOA M. & ABE H.

« Subcritical crack growth in silica optical fibers in a wide range of crack velocities »

J. Am. Ceram. Soc.

Vol.79, N°1, p.51-57, 1996.

OBREIMOFF I.B.

« The splitting of mica »

Proc. Roy. Soc. A

Vol. 127, p.290-297, 1930.

OCF

E-cr glas*, Technical status,

1991.

ONODERA K., MIZUNO M. & KAWADA H.

« Crack propagation properties of GFRP laminates under acid stress environment »

in Proc. 12th Int. Conf. on Composite Materials, Paris 1999, paper 366.

OROWAN E.

« Energy criteria for fracture »

Weld. Res. Supp.

Vol. 34, p.157, 1955.

POIRETTE Y.

« Contribution à l'étude de la durabilité d'une structure épaisse travaillant dans le domaine ferroviaire »

Thèse de l'Université de Clermont Ferrand, 2000.

PRICE J.N. & HULL D.

« Effect of toughness on crack propagation during stress corrosion cracking of glass reinforced composites »

Composites Science and Technology

Vol. 28, p. 193-210, 1987.

REIFSNIDER K.L.

« Modelling of the interphase in polymer-matrix composite material systems »

Composites

Vol. 25, No 7, p 461-469, 1994.

REIFSNIDER K.L. CASE S. & XU Y.L.

« A micro-kinetic approach to durability analysis : the critical element method »

In Proc. Duracosys 95, Bruxelles, ed. by A.H. Cardon, H. Fukuda & K.L. Reifsnider

Balkema publishers, p.3-11, 1996.

RICE J.R., THOMSON R.M.

« Ductile vs brittle behaviour of crystals »

Phil. Mag.

Vol. 31, 1974

RITTER J.E. & LIN M.R.

« Effect of polymer coatings on the strength and fatigue behaviour of indented soda-lime glass »

Glass Technology

Vol.32, N°2, p. 51-54, 1991.

ROSEN B.W.

« Tensile Failure of Fibrous Composites »

AIAA Journal

Vol.2, N°11, p.1985-1991, 1964.

SALMON L.

« Etude du vieillissement hygrothermique de l'interface fibre/matrice dans les composites fibre de verre/époxydes. »

Thèse de Doctorat, ENSAM, 98.

SANTINI P.

« Estimation of Weibull parameters from loose bundle test »

Composites Sciences and Technology

N°56, p.831-834, 1996.

SCHUTTE C.L.

« Environmental durability of glass-fiber composites »

Materials Science and Engineering

N°R13, p.265-324, 1994.

SHEARD P.A. & JONES F.R.

« The effect of Environment Stress Corrosion of single E-glass filaments and the nucleation of damage in GFRP »

I. Mech. Eng.

Vol. C38/86, p.63-68, 1986.

SHEN C.H.& SPRINGER G.S.

« Moisture absorption and desorption of composite materials »

in « Environmental effects on Composites Materials », ed. by G.S. Springer

Technomic Publication, p.15-33, 1981

SIDORIN Y., SEMJONOV S.L. & BUBNOV M.M.

« Strength and fatigue measurements using the fibers with laser induced glass defects »

Optical Materials

Vol.10, p.79-83, 1998.

SURI C.

« Etude du couplage des phénomènes d'adsorption et d'endommagement dans un composite verre/époxyde »

Thèse de doctorat Université de Franche Comté 1995.

TALREJA R. (1)

« Fatigue of Composite Materials »

Technomic Publ. Co. Inc., Lancaster-Basel, 1987

TALREJA R. (2)

to be published in International Journal of fatigue 2001.

TOMOZAWA M.

« Fracture of glasses »

Annu. Rev. Mater. Sci.

Vol.26, p.43-74, 1996.

VAUTHIER E.

« Durabilité et vieillissement hygrothermique de composites verre/epoxy soumis à des sollicitations de fatigue »

Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 1996.

VAUTHIER E., CHATEAUMINOIS A., BAILLIEZ. T.

« Fatigue Damage Nucleation and Growth in a Unidirectional Glass-Epoxy Composite Subjected to Hygrothermal Aging »

Polymer & Polymer Composites

Vol. 4, N°5, p.343-351, 1996.

WANG T.T., NAZIRANI H.N., SCHONHORN & H. ZUPKO H.M.

« Effects of water and moisture on strength of optical glass(silica) fibers coated with a UV cured epoxy acrylate »

J. App. Poly. Sci.

Vol. 23, p.887-892, 1979.

WEIBULL W.

« A statistical theory distribution function of wide applicability »

Journal of Applied Mechanics

Vol.18, p.293-296, 1951.

WIEDERHORN S.M. (1)

« Subcritical Crack Growth in Ceramics »

in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Plenum Press, ed. by R.C. Bradt

Vol.2, p.613-646, 1978.

WIEDERHORN S.M. (2)

« Mechanisms of Subcritical Crack Growth in Glass »

in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Plenum Press, ed. by R.C. Bradt

Vol.4, p.549-580, 1978.

WIEDERHORN S.M. & FULLER E.R.

« Structural reliability of ceramic materials »

Material Science Engineering

Vol.71, p.169-186, 1985.

ZARZYCKI J.

« Les verres et l'état vitreux »

ed. Masson, Paris, 1982.

ZHOU X.F. & WAGNER H.D.

« Stress concentrations caused by fiber failure in two-dimensional composites »

Composites Science and Technology

Vol.59, p.1063-1071, 1999.

ZINCK P., M.F. PAYS, REZAKHANLOU R. GERARD J.F.,

« Mechanical characterization of glass fibres as an indirect analysis of surface treatments »

Journal of Materials Science

Vol.34, N°9, p.2121-2133.

ANNEXE 1 : RESISTANCE MECANIQUE DU VERRE

Annexe 1 : résistance mécanique du verre

Le formalisme présenté au chapitre bibliographique (cf. §1.3) requiert d'accéder à la taille du défaut létal sur chaque éprouvette ou fibre via sa résistance mécanique en milieu inerte. On considère généralement que la ténacité est caractéristique de la rupture explosive et on écrit $K_{IC} = \sigma_i(a_0)^{1/2}Y$, avec σ_i la résistance mécanique en milieu inerte et a_0 la taille initiale du défaut létal (équation 1.26). Ce faisant, on ignore que la ténacité est une caractéristique d'équilibre et qu'elle est dépassée depuis un temps et donc un incrément de contrainte non forcément négligeable lorsque le défaut a fini de traverser l'éprouvette.

L'influence de cette propagation concomitante à la sollicitation est connue pour les essais réalisés en atmosphère active : plus la vitesse de chargement est forte (i.e. moins on laisse de temps au défaut pour grandir et s'accélérer indépendamment de l'augmentation de la charge), plus la résistance mesurée est élevée. Toutefois, l'interprétation de ce phénomène est souvent biaisée. En effet, la résistance en milieu inerte étant généralement supérieure à celle en milieu actif, on recommande dans la littérature de réaliser les essais en milieu actif à vitesse élevée : cela permettrait de *s'abstraire de la propagation sous critique et de tendre vers la rupture explosive*, considérée comme intrinsèque au matériau.

Afin de définir nos conditions d'essais en connaissance de cause, nous nous appuyerons sur le formalisme général décrivant la rupture du verre. Nous mettrons l'accent sur le rôle trop négligé du seuil de non propagation K_{IS} ($K_{IS} = K_{IC}$ en milieu inerte). Puis, nous en illustrerons les conséquences en commentant l'effet des conditions d'essai (vitesse de chargement et environnement) sur les distributions expérimentales des résistances mécaniques au sein d'une mèche de fibres.

A1.1 Calcul de la résistance mécanique

Comme lors d'un essai statique, la durée de vie de l'éprouvette t_f est le temps nécessaire au défaut le plus critique pour se propager de a_0 sa taille initiale à ϕ le diamètre de la section à traverser. Elle sera obtenue par intégration de l'égalité $v = \frac{da}{dt}$ de $t = 0$ à t_f et de $a = a_0$ à ϕ .

$$\text{Considérons un essai monotone à vitesse constante } \sigma(t) = \dot{\sigma} t . \quad (\text{A1.1})$$

$$\text{La résistance mécanique vaut alors } \sigma_R = \dot{\sigma} t_f . \quad (\text{A1.2})$$

La vitesse de propagation étant nulle jusqu'au seuil, l'intervalle d'intégration sera donc restreint à $[t_s, t_f]$ avec t_s tel que $K_I(t_s) = K_{IS}$ soit

$$K_{IS} = t_s \dot{\sigma} Y \sqrt{a_0} . \quad (\text{A1.3})$$

Avec au dessus du seuil une loi de propagation de type puissance ($V = AK^n$) on obtient

$$\dot{\sigma}^n \int_{t_s}^{t_f} dt = \frac{1}{AY^n} \frac{2}{2-n} \left[a^{\frac{2-n}{2}} \right]_{a_0}^{\phi} \quad (\text{A1.4})$$

Compte tenu de n et des ordres de grandeur relatifs de a_0 et ϕ , on négligera le premier terme

$$\text{de l'intégrale soit } \frac{\dot{\sigma}^n}{n+1} (t_f^{n+1} - t_s^{n+1}) = \frac{2}{AY^n (n-2)} a_0^{\frac{2-n}{2}} . \quad (\text{A1.5})$$

$$\text{Donc } \frac{\sigma_R^{n+1}}{\dot{\sigma} (n+1)} - \frac{K_{IS}^{n+1}}{\dot{\sigma} (n+1) Y^{n+1} a_0^{\frac{n+1}{2}}} = \frac{2}{AY^n (n-2)} a_0^{\frac{2-n}{2}} , \quad (\text{A1.6})$$

$$\text{et } \sigma_R^{n+1} = \underbrace{\frac{K_{IS}^{n+1}}{Y^{n+1} a_0^{\frac{n+1}{2}}}}_{\text{terme d'équilibre}} + \underbrace{\frac{2\dot{\sigma} (n+1)}{AY^n (n-2)} a_0^{\frac{2-n}{2}}}_{\text{terme de propagation}} . \quad (\text{A1.7})$$

A.1.2 Distribution des résistances mécaniques

On distinguera trois cas selon la vitesse de chargement.

1) Chargement infiniment lent

Si la vitesse de chargement tend vers 0, le terme de propagation tendra aussi vers 0 et la résistance mécanique sera significative de l'équilibre de [Griffith].

$$\text{En milieu inerte } K_{IS} = K_{IC} \text{ donc } \sigma_i(0) = \frac{K_{IC}}{Ya_0^{\frac{1}{2}}}. \quad (\text{A1.8})$$

$$\text{En milieu humide } K_{IS} = K_{ISE} \text{ donc } \sigma_E(0) = \frac{K_{ISE}}{Ya_0^{\frac{1}{2}}}. \quad (\text{A1.9})$$

$$\text{Donc } \frac{\sigma_E(0)}{\sigma_i(0)} = \frac{K_{ISE}}{K_{IC}} \quad (\text{A1.10})$$

A vitesse de chargement très faible, si la distribution des résistances mécaniques en milieu inerte est décrite par une statistique de [Weibull], alors la distribution des résistances mécaniques en milieu humide sera de même nature et de même module :

- en milieu inerte $S_0(\sigma) = \exp\left(-\left[\frac{\sigma}{\sigma_0}\right]^m\right)$, (A1.11)

- en milieu humide $S_0(\sigma) = \exp\left(-\left[\frac{K_{IC}}{K_{IS}} \frac{\sigma}{\sigma_0}\right]^m\right)$. (A1.12)

2) Chargement modéré

En couplant les équations A.7 et A.8 ou A.9 on obtient :

$$\sigma_R(\dot{\sigma}) = \sigma_{R(0)} \left(1 + \frac{2\dot{\sigma}(n+1)}{AY^2(n-2)K_{IS}^{n-2}} \sigma_{R(0)}^{-3}\right)^{\frac{1}{n+1}}. \quad (\text{A1.13})$$

L'importance du terme propagatif relativement au terme de seuil dépend donc de :

- l'environnement (en milieu inerte K_{IC} et n sont élevés donc le terme de seuil domine, en milieu humide K_{IS} et n sont plus faibles donc le terme de propagation n'est généralement pas négligeable) ;
- la vitesse de chargement ;
- la criticité du défaut propageant (via a_0).

Son effet sur une distribution de résistances mécaniques ne sera donc pas uniforme. Ainsi, en couplant les équations A1.13 et A1.11 on obtient pour un chargement réel une expression de la probabilité de survie des fibres qui ne répond plus à une loi de [Weibull] :

$$S_{\sigma}(\sigma) = \exp\left(-\left[\frac{K_{IC}}{K_{IS}} \frac{\sigma \left(1 + \frac{2\dot{\sigma}(n+1)}{AY^2(n-2)K_{IS}^{n-2}} \sigma^{-3}\right)^{\frac{1}{n+1}}}{\sigma_0}\right]^m\right) \quad (A1.14)$$

3) Chargement à vitesse élevée

Lorsque la vitesse de chargement est très élevée (ou le seuil très faible et n élevé), on pourra négliger le terme de seuil. On obtient

$$\sigma_R^{n+1}(\dot{\sigma}) = \frac{2\dot{\sigma}(n+1)K_{IC}^{2-n}}{AY^2(n-2)} \sigma_i^{n-2} \quad (A1.15)$$

On retrouve alors l'expression largement publiée qui est obtenue en ignorant le seuil et en posant que le défaut se propage à tout instant selon une loi puissance. Elle conduit à une statistique de [Weibull] dont le module vaut $\frac{m(n-2)}{n+1}$:

$$S_{\sigma}(\sigma) = \exp\left(-\left[\frac{K_{IC} \left(\frac{2\dot{\sigma}(n+1)K_{IS}^{2-n}}{AY^2(n-2)}\right)^{\frac{1}{n+1}} \sigma^{\frac{n-2}{n+1}}}{K_{IS} \sigma_0}\right]^m\right) \quad (A1.16)$$

Ce résultat a largement été vérifiée pour les éprouvettes massives [Jakus].

4) Etude expérimentale

Nous avons étudié l'influence de la vitesse de chargement et de l'environnement par des essais monotones sur écheveau (figure A1.1). Notre dispositif expérimental ne nous a toutefois permis d'explorer que des vitesses lentes (0,1 % / min) à modérées (0,5 % / min).

Par rapport au milieu inerte, on observe en atmosphère ambiante (50 % H.R) une diminution importante des résistance mécaniques et une distorsion de la distribution. L'une décroissant et l'autre croissant avec la vitesse de chargement.

Par ailleurs, l'équation A.12 nous permet de calculer la distribution théorique des résistances mécaniques à vitesse infiniment lente en atmosphère ambiante : (σ_0, m) et K_{IS}/K_{IC} sont déterminés respectivement sur la distribution des résistances mécaniques en milieu inerte et

sur la courbe $v(K)$ à 50 % H.R.. La simulation coïncide avec le début de la courbe expérimentale obtenue à 0,5 mm / min ($[1 + \frac{2\dot{\sigma}(n+1)}{AY^2(n-2)K_{IC}^{n-2}}\sigma^3]^{\frac{1}{n+1}} \approx 1$ dans l'équation A1.13), puis la minore significativement ($[1 + \frac{2\dot{\sigma}(n+1)}{AY^2(n-2)K_{IC}^{n-2}}\sigma^3]^{\frac{1}{n+1}} > 1$).

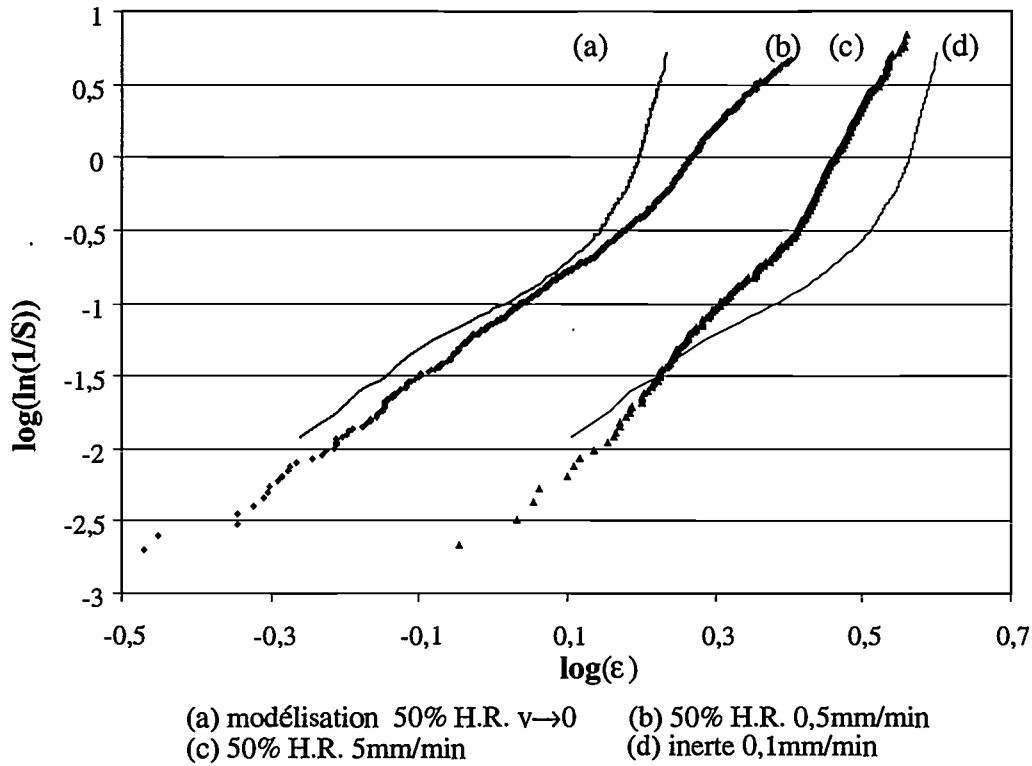


Figure A1.1 : effet de la vitesse de chargement et de l'environnement sur la distribution des résistances mécaniques lors d'essais de traction sur mèche.

ANNEXE 2 : MECANIQUE DES POUTRES

Annexe 2 : mécanique des poutres

A2.1 Poutre droite

Considérons une poutre parallélépipédique ($L*b*e$) chargée en son centre, figure A2.1.

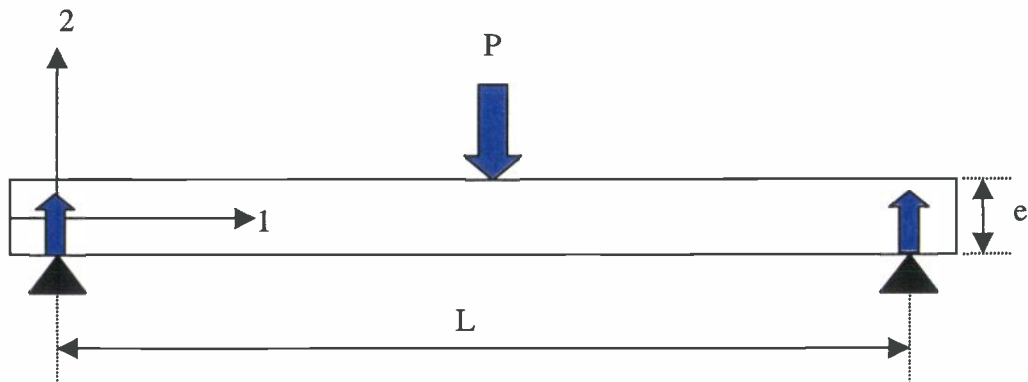


Figure A2. 1 : poutre droite en flexion trois points.

L'équilibre d'une surface élémentaire coplanaire à la section de l'éprouvette conduit à écrire :

$$\sigma_{11} = \frac{M}{J_2} x_2 - \frac{N}{S}, \quad (\text{A2.1})$$

avec M le moment fléchissant, N l'effort tranchant, J le moment d'inertie de la section et S sa surface.

- $L/e = 30$ donc N est négligeable.
- Par ailleurs $J_2 = \frac{be^3}{96}$. (A2.2)
- La réaction aux appuis est $-P/2$ donc

$$M(x_1, x_2, x_3) = \frac{-P}{2}(L - x_1) \quad \forall x_1 \in \left[\frac{L}{2}, L \right], \quad (\text{A2.3})$$

$$M(x_1, x_2, x_3) = \frac{-P}{2} x_1 \quad \forall x_1 \in \left[0, \frac{L}{2} \right]. \quad (\text{A2.4})$$

Compte tenu de la symétrie du chargement, on considèrera par la suite $x_1 \in \left[0, \frac{L}{2} \right]$.

Des quatre équations précédentes on tire $\sigma_{11} = \frac{-48P}{be^3} x_1 x_2$. (A2.5)

En élasticité linéaire $\varepsilon_{11} = \frac{\sigma_{11}}{E}$ donc $\varepsilon_{11} = \frac{-48P}{Ebe^3} x_1 x_2$ (A2.6)

Au centre de l'éprouvette ($L/2, e/2$), on obtient la déformation maximale :

$\varepsilon_{11m} = \frac{-12PL}{Ebe^2}$ (A2.7)

On calcule par ailleurs la flèche par la méthode énergétique en remarquant qu'elle est égale au déplacement au point d'application de l'effort : $f = v(L/2)$.

$v(L/2) = \frac{-\partial W}{\partial P} = \frac{-\partial}{\partial P} \int_0^L \frac{M^2}{2EJ} dx$ (A2.8)

avec W le travail de l'effort P.

En couplant les équations A2.2, A2.4 et A2.8 on obtient

$f = \frac{-2PL^3}{Ebe^3}$ (A2.9)

Cette relation linéaire est vérifiée sur la courbe effort / déplacement expérimentale figure A2.2. Elle permet l'estimation du module non endommagé : $E = \frac{PL^3}{4be^3 f}$. (A2.10)

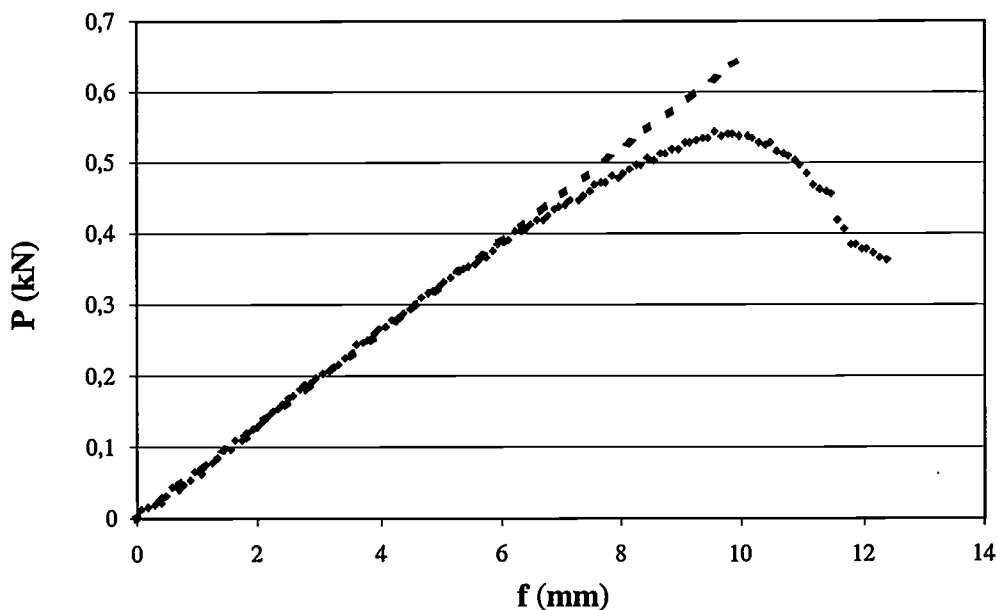


Figure A2. 2 : courbe effort / déplacement d'une poutre droite ($L = 60\text{mm}$, $b = 10\text{ mm}$ $e = 2\text{ mm}$) en flexion trois points à 5 mm / min .

En couplant les équations A2.7 et A2.9 on retrouve enfin la relation bien connue entre flèche et déformation maximale :

$$\boxed{\varepsilon_{11m} = \frac{6fh}{L^2}} \quad (\text{A2.11})$$

A2.2 Poutre courbe

Pour une poutre courbe de section droite (rayon de courbure R , épaisseur e , largeur b , longueur entre appuis L , figure A2.3), la résolution est analogue à celle présentée ci-dessus.

$$\sigma_{11} = \frac{M}{J_2} x_2 - \frac{N}{S} \quad (\text{A2.12})$$

- $L/e = 26$ donc N est négligeable.
- Par ailleurs $J_2 = \frac{be^3}{96}$. (A2.13)
- La réaction aux appuis est $-P/2$ donc

$$M(\Theta) = \frac{-PR}{2} (\sin\Theta_0 - \sin|\Theta|) \quad \Theta \in [-\Theta_0, \Theta_0], \quad (\text{A2.14})$$

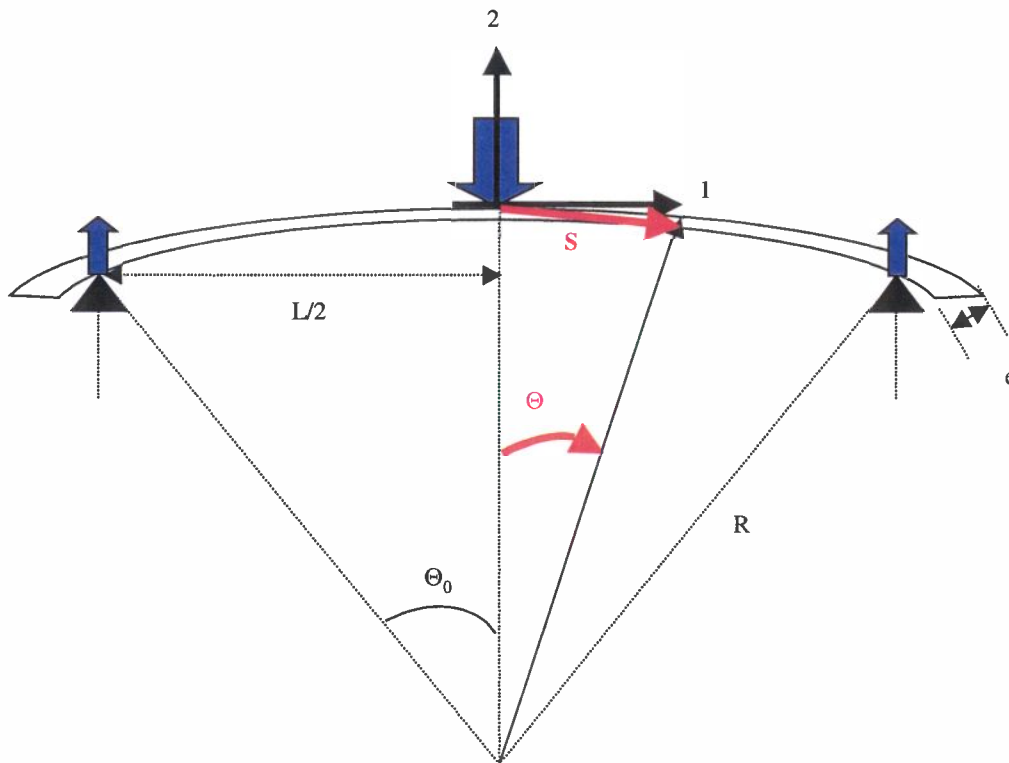


Figure A2. 3 : poutre courbe en flexion trois points.

A la verticale du point d'appui $x_1 = 0$ et $\Theta = 0$, donc

$$\sigma_{11}(0, x_2) = \frac{-48 PR \sin \Theta_0}{be^3} x_2 = \frac{-24 PL}{be^3} x_2. \quad (\text{A2.15})$$

En surface $x_2 = e/2$ donc

$$\sigma_{11 \text{ max}} = \frac{-12 PL}{be^2}, \quad (\text{A2.16}) = (\text{A2.5})$$

$$\text{et } \varepsilon_{11 \text{ m}} = \frac{-12 PL}{be^2 E}. \quad (\text{A2.17}) = (\text{A2.6})$$

$$\text{Par ailleurs } \nu(L/2) = \frac{-\partial}{\partial P} \int_{-\Theta_0}^{\Theta_0} \frac{\hat{M}^2}{2EJ} R d\Theta, \quad (\text{A2.18})$$

$$\text{donc } \nu(L/2) = \frac{-\partial}{\partial P} \int_0^{\Theta_0} \frac{\hat{M}^2}{EJ} R d\Theta, \quad (\text{A2.19})$$

$$\text{et } \nu(L/2) = \frac{-\partial}{\partial P} \int_0^{\Theta_0} \frac{P^2 R^3}{4EJ} (\sin \Theta_0 - \sin \Theta)^2 d\Theta. \quad (\text{A2.20})$$

$$\text{Finalement } \nu(L/2) = \frac{-PR^3}{2EJ} (\Theta_0 \sin^2 \Theta_0 + \frac{3}{2} \sin \Theta_0 \cos \Theta_0 + \frac{\Theta_0}{2} - 2 \sin \Theta_0), \quad (\text{A2.21})$$

$$\text{soit } f = \frac{-2PL^3}{Ebe^3} \frac{3}{\sin^3 \Theta_0} (\Theta_0 \sin^2 \Theta_0 + \frac{3}{2} \sin \Theta_0 \cos \Theta_0 + \frac{\Theta_0}{2} - 2 \sin \Theta_0). \quad (\text{A2.22})$$

La linéarité de la courbe effort / déplacement est donc conservée (figure A2.4). L'estimation du module doit par contre prendre en compte un facteur correctif :

$$E = \frac{\lambda PL^3}{4be^3 f}, \quad (\text{A2.23})$$

$$\text{avec } \lambda = \frac{3}{\sin^3 \Theta_0} (\Theta_0 \sin^2 \Theta_0 + \frac{3}{2} \sin \Theta_0 \cos \Theta_0 + \frac{\Theta_0}{2} - 2 \sin \Theta_0). \quad (\text{A2.24})$$

Dans notre cas $\lambda = 1,03$.

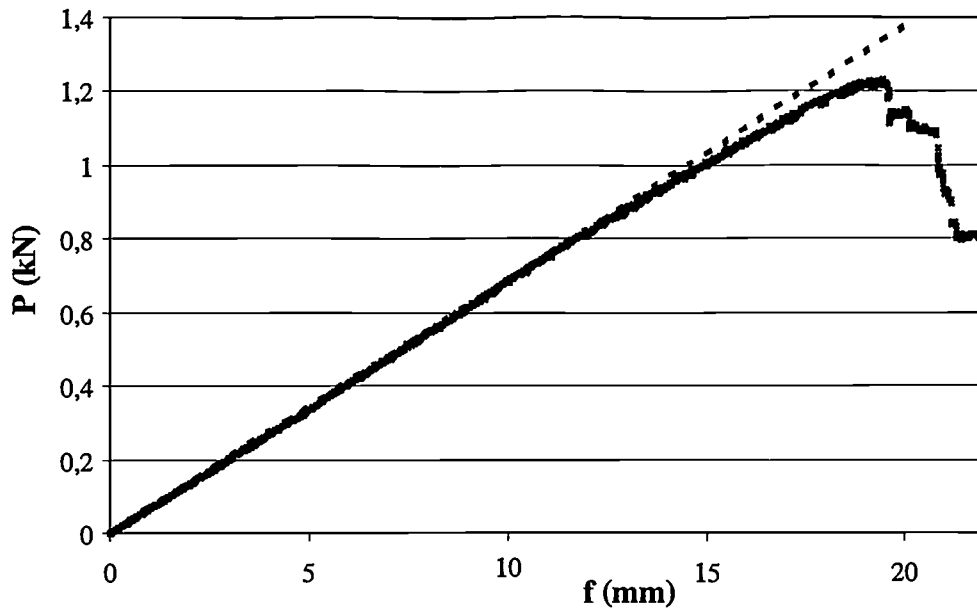


Figure A2. 4 : courbe effort / déplacement d'une poutre courbe en flexion trois points à 5 mm / min.

On retrouve enfin la relation A2.11 avec une petite correction

$$\boxed{\varepsilon_{11m} = \frac{6fh}{\lambda * L^2}} \quad (A2.25)$$

**ANNEXE 3 : PHENOMENE DE TRANSFERT DE CHARGE DANS LES
COMPOSITES**

Annexe 3 : phénomènes de transfert de charge dans les composites

Un composite ne peut remplir pleinement sa fonction mécanique que si les charges appliquées au matériau peuvent être transmises de la matrice aux fibres. Ce transfert de charge peut être décrit par des modèles micromécaniques simplifiés, considérant un volume constitué d'une fibre noyée dans un cylindre de matrice sur lequel est appliquée une contrainte de traction. L'écriture des équations d'équilibre élastique permet théoriquement de déterminer le profil de la contrainte de traction dans la fibre et celui du cisaillement à l'interface. En fonction de la réponse supposée de l'interface, différents comportements peuvent être simulés. Deux modèles pionniers dans ce domaine sont ceux de [Cox] et de [Kelly & Tyson].

Dans le modèle de [Cox], la liaison entre fibres et matrice est supposée parfaite et le comportement mécanique des constituants idéalement élastique. Le transfert de charge conduit alors au développement de contraintes interfaciales de cisaillement dont l'amplitude est maximale aux extrémités de la fibre.

Dans la réalité, ces concentrations de contraintes sont limitées par le seuil de plasticité de la matrice ou de mise en glissement de l'interface. Ce phénomène, initialement en évidence dans des composites à matrice cuivre (plasticité), se rencontre aussi dans les composites à matrice organique (glissement). Pour en rendre compte, [Kelly & Tyson] ont considéré que la contrainte interfaciale était constante aux extrémités de la fibre. L'écriture de l'équilibre élastique dans cette portion de fibre donne :

$$\sigma_f = \frac{4\tau_i}{\phi}(L-x), \quad (\text{A3.1})$$

avec σ_f la contrainte de traction dans la fibre, τ_i la contrainte de cisaillement à l'interface, ϕ et L le diamètre et la demi-longueur de la fibre, x la distance entre le point considéré et l'extrémité de la fibre.

La contrainte σ_f augmente donc linéairement à partir de l'extrémité de la fibre. Si la fibre est suffisamment longue, sa déformation atteindra la déformation du composite ε , figure A3.1. Cette dernière condition correspond au critère suivant :

$$L \geq \frac{\phi E_f \varepsilon}{4\tau_i}, \quad (\text{A3.2})$$

avec E_f le module des fibres et ε la déformation moyenne du composite.

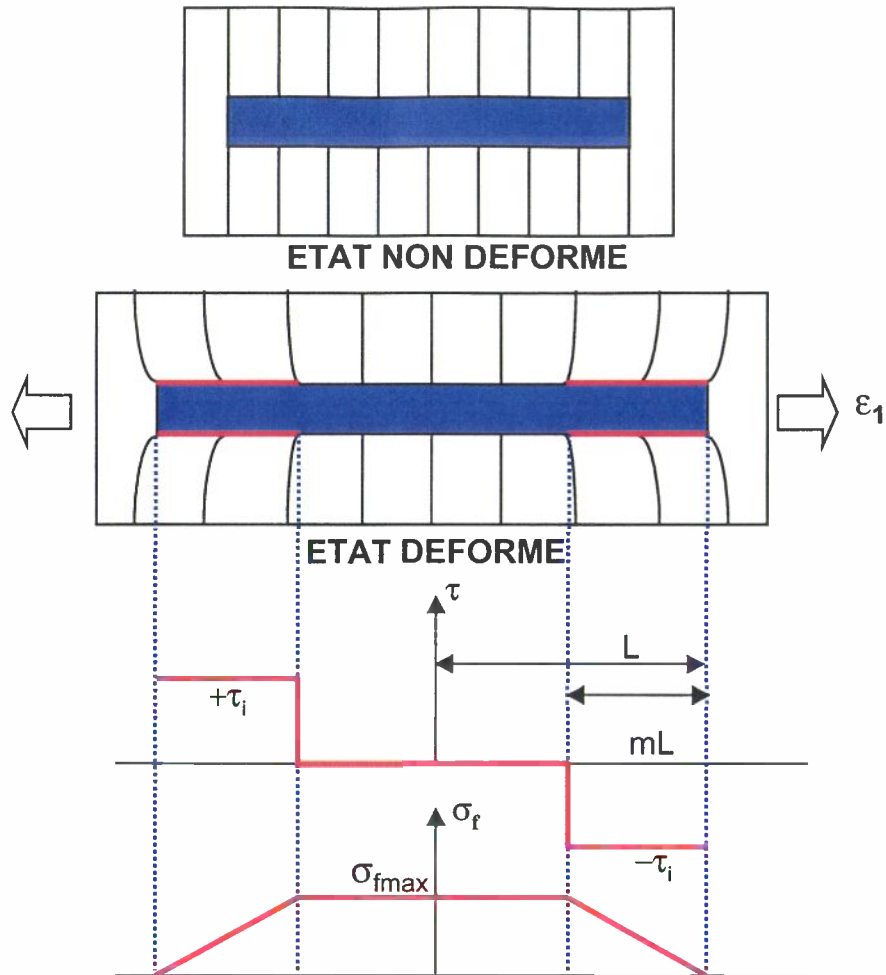


Figure A3. 1 : modèle de Kelly & Tyson.

Ce modèle peut être appliqué en considérant l'endroit où une fibre rompt comme une nouvelle extrémité. On peut alors définir simplement une longueur ineffective L_i , correspondant à la portion de fibre autour d'une rupture dans laquelle la sollicitation n'a pas atteint sa valeur nominale :

$$L_i \equiv \frac{\phi E_f \varepsilon}{4\tau_i}. \quad (A3.3)$$

Afin de simplifier les calculs, nous avons considéré que la longueur ineffective est constante. La valeur choisie ($75 \mu\text{m}$) correspond à une déformation de 2 % avec une contrainte de décohésion interfaciale de l'ordre de 70Mpa (mesurée par micro-indentation sur des matériaux analogues, pour plus de détails consulter la page [http// :www.umar7615.espci.fr/~chateau/index.html](http://www.umar7615.espci.fr/~chateau/index.html)).

Table des illustrations

Figure 1.1 : densité de fibres rompues sur la face en traction d'éprouvettes de flexion vieilles sous sollicitation monotone [Vauthier].....	10
Figure 1.2 : courbes de Wölher en flexion d'un UD 0° verre / époxy non vieilli testé dans différentes conditions hygrothermiques [Vauthier].....	12
Figure 1.1 : dispositif de clivage du mica d'[Obreimoff].	16
Figure 1.2 : énergie d'une fissure de clivage en fonction de sa longueur d'après [Lawn].	17
Figure 1.3 : fissure sollicitée en mode I,	18
Figure 1.4 : allure de la fonction théorique $v(G^*)$ d'après [Lawn].....	21
Figure 1.5 : courbes $v(K)$ d'une zircone en milieu humide ou inerte d'après [Chevalier et al].....	22
Figure 1.6 : courbe $v(G^*)$ d'une zircone en atmosphère ambiante, données d'après [Chevalier et al].	23
Figure 1.7 : énergie d'une fissure dans un corps élastique sous sollicitation statique en mode I.	24
Figure 1.8 : principe et conséquences de l'extraction ionique, [OCF].	26
Figure 1.9 : courbe $v(K)$ du verre E massif dans l'eau d'après [Aveston et al].	27
Figure 1.10 : courbe de fatigue statique de fibres optiques, d'après [Wang et al].	30
Figure 1.11 : distribution des résistances mécaniques (représentation de [Weibull]) de monofilaments	32
Figure 1.12 : distribution des durées de vie (représentation de [Weibull]) d'éprouvettes d'alumine sous sollicitation statique en humidité relative d'après [Wiederhorn & Fuller].	33
Figure 1.13 : $\log(-\ln(S)) = f[\log(\sigma_{equ} = \lambda^{1/n} \sigma_{max})]$, éprouvettes de verre sous sollicitation statique (trait plein) ou cyclique (symboles) en humidité relative, d'après [Lü].	34
Figure 1.14 : distribution des résistances mécaniques ou des temps à rupture dans un écheveau de fibres de verre E sous déplacement imposé monotone en air ambiant(a) ou statique en immersion (b).....	35
Figure 2.1 : dispositif d'enroulement filamentaire.	41
Figure 2.2 : micrographie d'une coupe transversale du matériau modèle.	42
Figure 2.3 : dispositif de traction sur écheveau instrumentée en Emission Acoustique.	44
Figure 2.4 : fenêtre d'acquisition d'une salve acoustique.	45
Figure 2.5 : données brutes d'un essai monotone sur écheveau ;	47
Figure 2.6 : probabilité de survie au sein d'un écheveau en fonction de la déformation ;.....	48
Figure 2.7 : reproductibilité des courbes probabilité de survie-déformation,	48
Figure 2.8 : schéma de principe du banc de flexion instrumenté en analyse d'images.	49
Figure 2.9 : observation micrographique de la profondeur analysée sur une coupe transversale.....	52
Figure 2.10 : protocole d'acquisition des images lors d'un essai statique (a) ou d'un essai monotone (b).....	53
Figure 2.11 : propagation d'une fissure transverse conduisant à la rupture du pli superficiel.	53
Figure 2.12 : développement de l'endommagement pendant un essai conduisant à la rupture,.....	55
Figure 2.13 : reproductibilité de la cinétique de rupture des fibres sous sollicitation statique,.....	56
Figure 2.14 : répartition des ruptures dans les directions parallèle et perpendiculaire aux fibres pour huit essais statiques ou monotones.	56
Figure 2.15 : dispositif de fatigue en immersion.....	57
Figure 2.16 : rupture de mèches sur la face en tension d'une éprouvette ayant perdu 10% de sa raideur.	58
Figure 2.17 : courbes gravimétriques du matériau de laboratoire en immersion à différentes températures, données expérimentales en points et simulation en trait continu.	61

Figure 2.18 : concentration théorique en eau dans l'épaisseur d'une éprouvette après 5 (c), 10 (b) et 23 jours (a) d'immersion à 25 °C	62
Figure 2.19 : courbes gravimétriques du matériau industriel en immersion à différentes températures, données expérimentales en points et simulation en trait continu.	63
Figure 3.1 : distribution des résistances mécaniques lors d'un essai monotone sur écheveau en milieu inerte à $1,7 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$; $S = f(\epsilon)$ et $\log[\ln(1/S)] = f(\log[\epsilon])$	65
Figure 3.2 : densité de probabilité de rupture en fonction de la déformation, mêmes conditions que fig.3.1.	66
Figure 3.3 : modélisation par parties de la distribution des résistances mécaniques ;	67
Figure 3.4 : distribution des résistances mécaniques lors d'un essai monotone sur écheveau (en milieu ambiant à $8 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) en points ; rappel de la figure 3.1 en trait fin et approximation linéaire en pointillés.	68
Figure 3.5 : variabilité de la dérivée sur un double échantillonnage expérimental.	70
Figure 3.6 : discrétisation par moyennage sur 8 valeurs consécutives des distributions de résistances mécaniques (\diamond huile silicone $1,7 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) et des temps à rupture (\square 50 % H.R. $\epsilon_{app} = 1,2 \%$).	72
Figure 3.7 : courbe $\epsilon_{moy} = f(t_{moy})$, mêmes conditions que fig. 3.6.	72
Figure 3.8 : évolution de la courbe $v(K)$ en fonction de la discrétisation en 144 (O), 43 (\blacklozenge) et 15 (X) intervalles, mêmes conditions que fig3.6.	73
Figure 3.9 : courbes $v(K)$ obtenues avec (\blacklozenge) ou sans (\bullet) étape de différenciation logarithmique, mêmes conditions que fig. 3.6.	74
Figure 3.10 : courbes $v(K)$ sur mèches de fibres à 10 % H.R. (\blacktriangle) et 50 % H.R. (\blacklozenge), simulations du stade I et du seuil en trait plein.....	75
Figure 3.11 : superposition de trois courbes $v(K)$ obtenues avec trois essais statiques,	76
Figure 3.12 : détermination graphique des paramètres de la loi sinus hyperbolique, $\ln(v) = f(K_f^2 - K_{IS}^2)$	77
Figure 3.13 : détermination graphique des paramètres de la loi puissance,	78
Figure 3.14 : représentation semi-log des cinétiques de ruptures expérimentales (points gris) et calculées à partir de la courbe $v(K)$ (trait plein) ; déformation constante $\epsilon=1$ (a), 1,2 (b) et 1,7 % (c) à 25 °C et 50 % H.R.	81
Figure 3.15 : représentation de [Weibull] des cinétiques de rupture expérimentales et calculées présentées en figure 3.14 ; en pointillés les approximations linéaires.	81
Figure 3.16 : représentation semi-log des cinétiques de rupture expérimentales et calculées à partir de la courbe $v(K)$ et de l'essai $\epsilon = 1,2\%$, mêmes conditions et légende que fig. 3.14.	82
Figure 3.17 : représentation semi-log des cinétiques de ruptures expérimentales et calculées à partir de la courbe $v(K)$ et de l'essai $\epsilon = 1,2 \%$; même conditions et légende que fig.3.14.....	82
Figure 4.1 : évolution du nombre de fibres rompues en fonction de la déformation au centre de l'éprouvette, essais monotones sur composite maintenu à l'ambiante ($M_f = 0,05 \%$).	85
Figure 4.2 : évolution de la probabilité de rupture lors d'un essai monotone, expérience en points et modélisation par une loi de [Weibull] en trait plein.	85
Figure 4.3 : quantification du nombre de doublets lors d'un essai monotone, ($\blacklozenge N_f$) nombre de ruptures total et ($\bullet N_f - N_d / 2$) nombre de doublets.	86
Figure 4.4 : représentation de [Weibull] de la distribution des résistances mécaniques dans le V.E.R., mêmes hypothèses et légende que fig. 4.2.	87

Figure 4.5 : discrétisation du V.E.R. (hyp. $N_i=4340$) en couches élémentaires ; les axes en pointillés représentent les axes de symétrie de la poutre de flexion.	88
Figure 4.6 : simulation de la distribution des résistances mécaniques avec un gradient de déformation (trait plein, $N_i = 1240$) ; loi de [Weibull] en pointillés.....	90
Figure 4.7 : discrétisation de chaque couche en cellules (de longueur $2L_i$).....	91
Figure 4.8 : simulation de la distribution des résistances mécaniques avec multifragmentation (trait plein, $N_i = 1240$) ; loi de [Weibull] en pointillés.	92
Figure 4.9 : illustration de l'influence de la position d'une rupture sur le nombre de voisines surchargées et le nombre de voisines observées.	95
Figure 4.10 : simulation de la distribution des résistances mécaniques - effet des concentrations de contrainte ; loi de [Weibull] en pointillés et modélisation en trait plein.....	96
Figure 4.11 : évolution du nombre de fibres rompues lors d'un essai monotone sur composite vieilli 12 jours à 60 °C puis reconditionné à l'ambiante (●) ; composite non vieilli (◇).....	97
Figure 4.12 : effet de la durée de pré-conditionnement à 25 °C sur la cinétique de rupture des fibres lors d'un essai statique ($\epsilon_{app} = 1,7 \%$) ; (○) 23 et (▲) 10 jours de vieillissement.	98
Figure 4.13 : effet de la durée d'un pré-conditionnement à 60 °C sur la cinétique de rupture des fibres lors d'un essai statique ($\epsilon_{app} = 1,7 \%$) ; (✕) 5 et (-) 18 jours à 60 °C, 10 jours à 25°C.....	99
Figure 4.14 : courbes $v(K)$ in situ ($\epsilon_{app} = 1,7 \%$), hypothèse sur N_i : (●)1240 et (◇) 620.	100
Figure 4.15 : détermination graphique des paramètres de la loi puissance in situ, hypothèse sur N_i : (●)1240 et (◇) 620.....	101
Figure 4.16 : courbes $v(K)$ dans une mèche (▲) et un composite vieilli (◇, $N_i = 620$).....	101
Figure 4.17 : représentation de [Weibull] de la probabilité de survie lors de l'essai statique à 1,7 % de déformation, hypothèse sur N_i (a) 620 (b) 1240 ;	102
Figure 4.18 : cinétique de rupture expérimentale (points) et calculée (trait plein) sous sollicitation statique ; 1 (◇), 1,5 (○), 1,8 (+) et 1,9 (▲) % de déformation imposée.....	103
Figure 4.19 : représentation de [Weibull] de la probabilité de survie ($N_i = 1240$) expérimentale et calculée sous sollicitation statique ; même légende que fig. 3.36.	104
Figure 4.20 : cinétique de rupture des fibres lors d'un essai statique en immersion, ($\epsilon_{app} \approx 1,7 \%$).	105
Figure 5.1 : relation expérimentale entre la raideur relative de la poutre de flexion et le nombre de ruptures observées ; (◇) essais monotones et (●) essais statiques.	109
Figure 5.2 : gradient de module dans la poutre de flexion trois points.	111
Figure 5.3 : relation raideur / endommagement calculée par éléments finis en fonction de la profondeur supposée du V.E.R. (a : 20 μm , b : 40 μm , c : 140 μm).	111
Figure 5.4 : courbes effort / déplacement lors d'essais monotones (0,5 mm / min) sur composite maintenu à l'ambiante.	112
Figure 5.5 : calcul du nombre de ruptures dans le V.E.R. à partir de la raideur macroscopique lors d'un essai monotone(●) ; (◇) rappel des données recueillies par analyse d'images.	113
Figure 5.6 : représentation de [Weibull] de la raideur relative d'éprouvettes planes sous sollicitation monotone (+) ou statique (◇, $\epsilon_{app} = 1,3 \%$).....	114

Figure 5.7 : courbe $v(K)$ obtenue par analyse des essais mécaniques sur poutre plane (\diamond); (\bullet) rappel de la courbe $v(K)$ in situ (hyp. $N_i = 1240$ donc $K_{ISS0\%}/K_{IC} = 0,42$).....	116
Figure 5.8 : analyse de la courbe effort / déplacement d'une éprouvette courbe sous sollicitation monotone ; en points l'expérience, en trait plein la loi de [Weibull].	117
Figure 5.9 : courbe $v(K)$ obtenue par analyse des essais mécaniques sur poutre courbe.	118
Figure 5.10 : analyse de la perte de raideur d'une poutre courbe sous sollicitation statique ($\epsilon_{app} = 1,2\%$) en immersion à 40 °C.....	118
Figure 5.11 : pertes de raideurs individuelles des quatre éprouvettes testées en immersion à 40 °C et 1,6 % de déformation ; la flèche signale la rupture superficielle d'une éprouvette.	120
Figure 5.12 : cinétique de perte de raideur expérimentale (en points) et calculée (en trait) sous sollicitation statique en immersion à 40 °C ; (a) 1,4, (b) 1,6 et (c) 1,9 % de déformation.	121
Figure 5.13 : représentation de [Weibull] de la cinétique de perte de raideur expérimentale (en points) et calculée (en trait) sous sollicitation statique ; même légende que fig. 5.12.....	121
Figure 5.14 : représentation de [Weibull] de la cinétique de perte de raideur 1,2 % de déformation - effet de la température.	123
Figure 5.15 : effet de la température sur l'ordonnée à l'origine de la courbe $\log(\ln(1/S)) = f(\log(t))$, mêmes conditions que figure 5.14.....	123
Figure 5.16 : cinétique de perte de raideur en fonction du nombre de cycles - $r = 0,7$, $\epsilon_{max} = 1,4\%$, 40 °C.....	125
Figure 5.17 : cinétique de perte de raideur en fonction du temps - $r = 0,7$, $\epsilon_{max} = 1,4\%$, 40 °C.....	125
Figure 5.18 : détermination graphique du facteur de retard sur la cinétique de perte de raideur - $r = 0,7$, $\epsilon_{max} = 1,4\%$, 40 °C.	126
Figure 5.19 : cinétique de perte de raideur en fonction du nombre de cycles - $r = 0,3$, $\epsilon_{max} = 1,4\%$, 40 °C.....	127
Figure 5.20 : cinétique de perte de raideur en fonction du temps - $r = 0,3$, $\epsilon_{max} = 1,4\%$, 40 °C.....	127
Figure 5.21 : validation de la prévision de la cinétique de perte de raideur sous sollicitation complexe.....	129
Tableau 2.1 : composition des verre E et E_{CR} d'après [OCF].	39
Tableau 2.2 : récapitulatif des caractéristiques des composites de laboratoire et industriel en flexion trois points.....	43
Tableau 2.3 : coefficient de diffusion et prise de poids à saturation du matériau de laboratoire.....	62
Tableau 2.4 : coefficient de diffusion et prise de poids à saturation du matériau industriel.	64
Tableau 3.1 : récapitulatif des données nécessaires à la prévision des cinétiques de rupture sous sollicitation statique.	79
Tableau 4.1 : valeur du seuil dans un composite non vieilli en fonction de l'hypothèse sur N_r	90
Tableau 4.2 : paramètres nécessaires à la prévision de la cinétique de rupture des fibres sous une sollicitation statique quelconque.....	103
Tableau 5.1 : paramètres des lois de comportement de la poutre courbe (éq. 5.7, 5.9 et 5.11).	119
Tableau 5.2 : effet de la fréquence sur la nature du paramètre contrôlant la perte de raideur en fatigue cyclique à 1,9% de déformation maximale et 0,3 de rapport de sollicitation.	128
Tableau 5.3 : effet de la fréquence et du rapport de sollicitation sur la nature du paramètre contrôlant la perte de raideur en fatigue à 1,4 % de déformation maximale.	128

Tableau 5.4 : effet du rapport de sollicitation sur la nature du paramètre contrôlant la perte de raideur en fatigue à 1,2 % de déformation maximale et 5 Hz de fréquence. 128

AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 30 Mars 1992,

Vu la demande du Directeur de Thèse

Monsieur A. CHATEAUMINOIS

et les rapports de

Monsieur J. LAMON

Directeur de Recherches - Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) UMR 5801 -
Université de Bordeaux - Domaine Universitaire - 3, allée de la Boétie - 33600 PESSAC

et de

Monsieur D. PERREUX

Professeur - Laboratoire de Mécanique Appliquée R. Chaléat (LMARC) UMR 6604 - Université de
Franche-Comté - 24, rue de l'Épitaphe - 25030 BESANCON Cedex

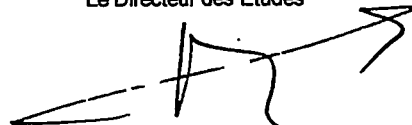
Monsieur PAUCHARD Vincent

est autorisé à soutenir une thèse pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

Ecole doctorale MATERIAUX

Fait à Ecully, le 4 juillet 2001

P/Le Directeur de l'E.C.L.
Le Directeur des Etudes



F. LEBOEUF

Study of fibre failure mechanisms within unidirectional glass/epoxy composites subjected to longitudinal fatigue in wet environments: application of a Stress Corrosion Cracking model.

Vincent PAUCHARD

Abstract

The fatigue behaviour of unidirectional glass/epoxy composites under longitudinal bending or tensile loading is known to be largely dominated by the delayed fracture of the fibre reinforcement. Often referred as stress corrosion cracking (SCC), these processes are controlled by the sub-critical growth of glass surface defects under the combined action of stress and moisture. On this basis we have conducted a multi-scale analysis on the early stages of damage development:

(i) a statistical model of Stress Corrosion Cracking have been validated during tensile tests on dry fibres bundles by means of Acoustic Emission;

(ii) the same model have been applied to an elementary volume within a flexural beam by means of in situ optical observations;

(iii) an empirical relationship between the number of fibre breaks on the tensile side in front of the loading nose and the relative stiffness of the specimen allowed us to propose an analytical approximation of the stiffness loss of flexural beams under static or quasi-static loading;

(iv) potential and limitations of this approach for dynamic fatigue were investigated in immersion in hot water.

It appeared that our model allowed to take into account of thermal activation, strain level, solicitation ratio and frequency.

Key words

Unidirectional composites, E glass, longitudinal fatigue, Stress Corrosion Cracking, hygrothermal ageing.