

II. Principaux essais appliqués sur les composites

II.1. Introduction

Les essais utilisés pour caractériser les plastiques homogènes peuvent être appliqués en grande partie aux plastiques renforcés, moyennant cependant un soin particulier à apporter à la préparation des échantillons, aux conditions expérimentales et au dépouillement des résultats, dans la mesure où, compte tenu du caractère hétérogène et souvent très fortement anisotrope des matériaux composites, des petits défauts de fabrication, de découpe et d'angle de chargement peuvent engendrer, outre une dispersion des résultats, des variations importantes d'états de contrainte allant jusqu'à modifier les mécanismes de ruine [17], [18], [39].

Néanmoins, pour tenir compte de la particularité des matériaux composites (hétérogénéité, anisotropie...) ont été mis au point des essais spécifiques, notamment pour en analyser la composition (teneur en renfort et taux de vide, qualité de la liaison renfort/matrice), mesurer leurs caractéristiques spécifiques (résistance au délaminage), contrôler la sensibilité à l'endommagement (mécanique de la rupture) et étudier le comportement des demi-produits (tubes et raccords) et des pièces industrielles (citernes et réservoirs). En outre, les essais plus traditionnels (traction, flexion, compression...) ont été adaptés à ces matériaux (modification des géométries des éprouvettes et conditions d'essais, essais dans les directions principales du composite par exemple).

Dans les paragraphes qui suivent sont présentées les principales techniques spécifiques utilisables dans l'industrie, faisant l'objet de normes ou de développements très avancés dans les laboratoires de recherche. On se limite ici aux **essais de caractérisation des composites à l'état solide**.

II.2. Analyse physique de la structure du composite

La caractérisation de la structure physique du matériau composite fabriqué, sur la base d'une détermination des taux de renfort, de charges et de porosité permet de suivre la constance d'une fabrication et, en outre, de mesurer les paramètres nécessaires au calcul des matériaux multicouches.

II.2.1. Taux de fibres et de matrice

Dans le cas de composites à fibres de verre, un essai de **calcination** (essai dit de perte au feu) à 625 °C avec pesées d'échantillons avant et après passage au four (**NF T 57-102** et **ISO 1172**) permet de mesurer le taux massique de charges non volatiles à la température d'essai,

donc le taux de verre massique « φ_p » s'il n'y a pas d'autre charge, minérale et pulvérulente, par exemple :

- 1) d'identifier chaque couche (tissus, mats, stratifils unidirectionnels), d'en mesurer la masse au mètre carré [grammage : **NF ISO 10352** (T 57-111), **ISO 3374**] et l'orientation ;
- 2) de séparer les charges pulvérulentes minérales ;
- 3) de définir le degré d'homogénéité du composite en utilisant des échantillons de volumes différents, prélevés en plusieurs points.

La méthode est également étendue aux différents renforts de fibre de verre : préimprégnés, tissus, fils... (**T 57-518**, **T 57-557**, **NF T 57-571**). Dans le cas de composites dont les fibres ne supportent pas la calcination, l'utilisation d'une méthode d'**extraction par dissolution et décantation** (**T 57-608**, **future ISO 11667-3**) permet d'accéder aux mêmes résultats, tout en étant cependant plus délicate à mettre en œuvre.

En outre, la connaissance des masses volumiques de la matrice (ρ_m) et du renfort (ρ_r) permet de calculer le **taux de renfort volumique** (φ_v) qui intervient dans les calculs des caractéristiques des composites :

$$\frac{1}{\varphi_v} = \frac{\rho_r}{\rho_m} \left(\frac{1}{\varphi_p} - 1 \right) + 1$$

Ainsi que la masse volumique théorique (ρ_t) : $\rho_t = \varphi_v \rho_r + (1 - \varphi_v) \rho_m$

II.2.2. Taux de porosité

Le taux de porosité (ou **taux de vide**) et sa distribution dans le composite dépendent de nombreux facteurs tels que :

- 1) Le type de résine (nature, accélérateur, catalyseur, caractéristiques rhéologiques, composants volatils) ;
- 2) L'orientation, le taux et la structure du renfort (armure, ensimage, séquence d'empilement) ;
- 3) les paramètres technologiques liés aux procédés de fabrication (températures, temps, pressions et dépressions, degré hygrométrique).

En pratique, le taux de porosité des pièces industrielles se situe entre 1 et 10 %, selon le procédé de mise en œuvre choisi. Un taux de porosité élevé se traduit essentiellement par des chutes de propriétés mécaniques importantes (jusqu'à 50 % pour un taux volumique de vide de 5 %), surtout à la rupture en cisaillement et dans la direction perpendiculaire aux fibres [19].

L'influence sur le comportement mécanique à long terme, notamment en milieu humide, est en revanche encore mal connue.

Les méthodes de mesure du taux de porosité, disponibles actuellement, se divisent en **méthodes non destructives** non normalisées (ultrasonores, radiographique, micro-ondes...) et **méthodes destructives normalisées** (mesures de densités, désintégration mécanique, comptage statistique).

II.3. Analyse de l'interface fibre/matrice

S'il est d'usage courant d'analyser le comportement des composites en fonction de leurs deux composantes de base, matrice et renfort, en revanche la littérature scientifique et technique est beaucoup plus discrète sur l'influence de l'interface (parfois nommée interphase). La difficulté du problème réside en effet dans le fait que la notion d'interface reste relativement floue, que la zone interfaciale n'existe pas en soi, qu'elle ne se crée que lors de la mise en œuvre du composite et qu'il est difficile de lui attribuer un ensemble de propriétés mécaniques.

Pourtant, l'interface assurant la continuité entre deux matériaux différents, fibres et résine, un **défaut d'adhérence** engendre des problèmes de comportement mécanique dans la mesure où l'interface remplit une double fonction de protection des fibres contre les agressions extérieures, hygrothermiques notamment, d'une part, et de transmission d'efforts interfibres d'autre part.

Des études ont montré d'ailleurs le rôle important de l'interface sur le comportement mécanique des composites à court terme [20], notamment en terme d'amorçage et de propagation de fissures, en traction transverse et cisaillement, mais aussi sur le comportement à long terme en fatigue dynamique sous contraintes biaxiales [21], mettant ainsi en évidence l'intérêt du développement d'ensimages spécifiques.

Il n'existe actuellement **pas de méthodes normalisées** de quantification de la qualité de l'interface fibre/matrice. En revanche, différentes méthodes, présentées ci-dessous, ont été développées dans des laboratoires de recherche et sont déjà largement utilisées.

II.3.1. Analyse microscopique

Les premières tentatives de contrôle de la qualité de l'interface ont consisté à essayer de visualiser la zone interfaciale [22]. Néanmoins, compte tenu de l'échelle d'observation, les méthodes classiques de microscopie ne fournissent en général que peu d'informations.

Ainsi, en microscopie optique, la zone entre fibres et matrice n'est visible que lorsqu'elle est très développée, ce qui est le cas uniquement pour certains couples fibre/matrice (fibre de carbone et matrice thermoplastique semi-cristalline par exemple).

Des techniques plus puissantes, telles que la microscopie électronique par transmission à haute résolution, ont permis d'observer le contact entre phases à l'échelle atomique [23].

Enfin, si l'analyse au microscope électronique à balayage des faciès de rupture de matériaux composites (fractographie) apporte des renseignements sur les modes de fracture, ses conclusions en matière d'interface sont souvent lapidaires : « des résidus de résine apparaissent sur les fibres », « les fibres sont lisses et déchaussées »..., sont autant de constats qui permettent tout au plus de juger qualitativement, mais non quantitativement, l'adhésion fibre/matrice.

Les efforts déployés récemment pour rationaliser la description des faciès de rupture des composites permettent néanmoins de penser qu'à terme la fractographie pourra servir de base à l'explication du rôle de l'interface dans les mécanismes d'endommagement. Les tentatives de réalisation d'**atlas de fractographie** des composites à matrice polymère, à l'image de ce qui existe pour les métaux, sont à ce titre encourageantes [24].

II.3.2. Analyses physico-chimiques :

Plus récemment, certaines techniques dérivées de l'étude des surfaces ont été mises en œuvre :

- Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ;
- Spectrométrie Raman ;
- Spectroscopie d'électrons Auger (AES) ;
- Spectroscopie électronique pour l'analyse chimique (XPS ou ESCA) ;
- Spectrométrie de masse à émission secondaire (SIMS).

D'une manière générale, ces méthodes permettent de réaliser une analyse chimique de couches superficielles de quelques nanomètres d'épaisseur.

Elles sont applicables à l'analyse d'ensimages sur fibres nues, éventuellement sur fibres déchaussées, mais trouvent néanmoins leurs limites pour l'analyse « in situ » de composites réels.

En somme, dans la mesure où, d'une manière générale, il n'est pas possible de « visualiser » aisément l'interface – qui reste non apparente au niveau de fibres de 10 à 20 mm de diamètre, on préfère y accéder de manière indirecte par l'étude des comportements que la zone interfaciale engendre, par les propriétés qu'elle confère au composite, qu'il soit modèle (monofilamentaire) ou réel (stratifié industriel).

II.4. Essais sur éprouvettes planes et barreaux

II.4.1. Fabrication des éprouvettes

Les éprouvettes sont soit moulées directement, soit découpées dans des plaques échantillons, soit découpées dans des structures.

Pour les matières thermodurcies, le découpage est effectué, suivant les cas, par fraisage ou sciage avec un disque diamanté. Les plaques échantillons sont réalisées, suivant les normes :

- 1) **T 57-151** (plaques à renfort unidirectionnel pour éprouvettes avec talons moulés) ;
- 2) **NF ISO 9291** (plaques planes bobinées à renfort unidirectionnel) ;
- 3) **NF T 57-153** (plaques à renforts de tissus et/ou de mats) ;
- 4) **T 57-300** (plaques à renfort carbone tissu et nappes préimprégnées, moulées à la presse, au sac, ou à l'autoclave) ;
- 5) **NF ISO 9353** (T 57-154) (plaques d'essai à renfort unidirectionnel par moulage au sac) ;
- 6) **ISO 9291** (plaques d'essai à renfort unidirectionnel par enroulement).

II.4.2. Détermination du comportement mécanique instantané

II.4.2.1. Essais de traction

Essais de base comme pour les plastiques homogènes, ils permettent de déterminer la loi de comportement contrainte-déformation dans une direction donnée [37], [38]. Les caractéristiques habituelles que l'on en déduit sont le **module d'Young**, le **coefficient de Poisson**, ainsi que la contrainte et l'allongement relatifs aux points singuliers de la loi de comportement (**limite de linéarité, coude, charge maximale, rupture**, etc.).

Les différents documents normatifs relatifs aux essais de traction spécifiques aux composites (ASTM D 5083, ASTM D 3039) renforcés de fibres de verre (NF T 57-101, NF T 57-151) ou de carbone (T 57-301) ou intégrant plastiques et composites (NF T 51-034, ASTM D 638, NF EN ISO 527) préconisent différentes géométries d'éprouvettes selon le type de composite testé (tableau. 2.1).

Tableau.2.1. Dimensions (en mm) des éprouvettes de traction, selon ISO 527-4 et -5.

Dimensions en (mm)	TYPE IB	TYPE II	TYPE III	TYPE IIIA	TYPE IIIB
L₃ : longueur minimale	150	250	250	250	250
La : distance initiale entre mors	115 ± 1	150 ± 1	136	136	136
L₀ : longueur de référence (extensomètre)	50 ± 0,5	50 ± 1	50 ± 1	50 ± 1	50 ± 1
L₁ : longueur de partie calibrée	60 ± 0,5	/	/	/	/
L₂ : distance entre talons	/	/	150 ± 1	150 ± 1	150 ± 1
b₂ : largeur aux extrémités	20 ± 0,2	/	/	/	/
b₁ : largeur de la partie calibrée	10 ± 0,2	25 ou 50 ± 0,5	25 ou 50 ± 0,5	15 ± 0,5	25 ± 0,5
h : épaisseur	2 à 10	2 à 10	2 à 10	1 ± 0,2	2 ± 0,2
L_T : longueur minimale des talons	/	/	50	50	50
h_T : épaisseur des talons	/	/	1 à 3	0,5 à 2	0,5 à 2
D : diamètre des trous de centrage	/	3 ± 0,25	3 ± 0,25	/	/
R : rayon minimal	60	/	/	/	/

Le choix du type d'éprouvette (figures 2.1) dépend du type de renfort (unidirectionnel, tissu, mat) et de son orientation, voire du procédé de mise en œuvre retenu.

Ces facteurs influent en effet directement sur les résistances en traction et en cisaillement des composites obtenus, grandeurs dont le rapport gouverne les phénomènes de rupture dans les mors par cisaillement que l'on essaie d'éviter en utilisant des éprouvettes à talons ou sous forme d'haltères.

Le but d'un usinage des éprouvettes en haltères est d'augmenter la section des têtes donc de réduire les contraintes à l'intérieur de celles-ci, et cela par rapport à celles régnant dans la partie calibrée, afin de compenser ainsi les concentrations de contraintes locales dues aux efforts de serrage des mors. La rupture peut ainsi être confinée dans la partie calibrée de l'éprouvette.

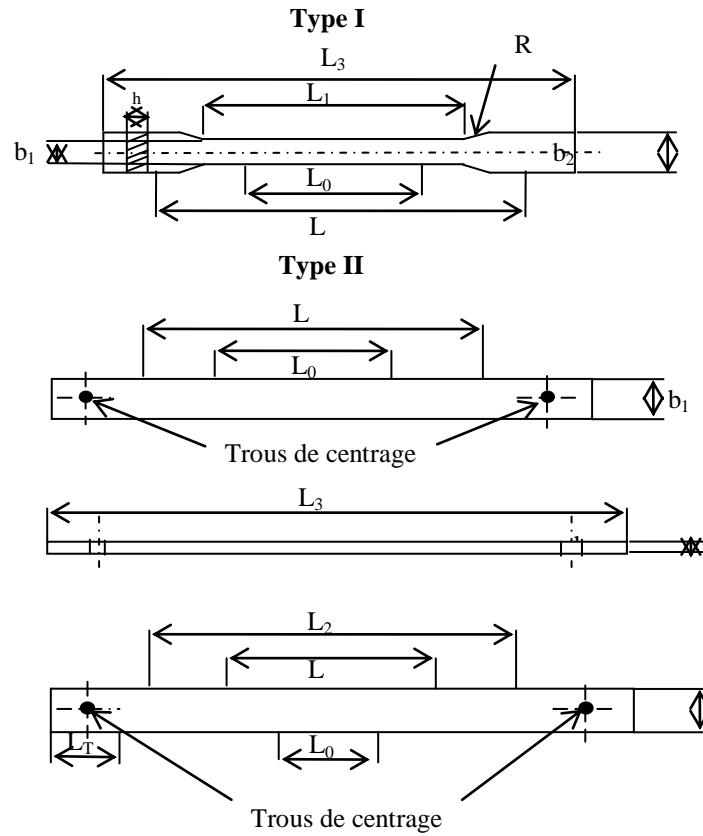


Fig.2.1. Géométrie des éprouvettes de traction de type I et II, selon ISO 527-4 et -5.

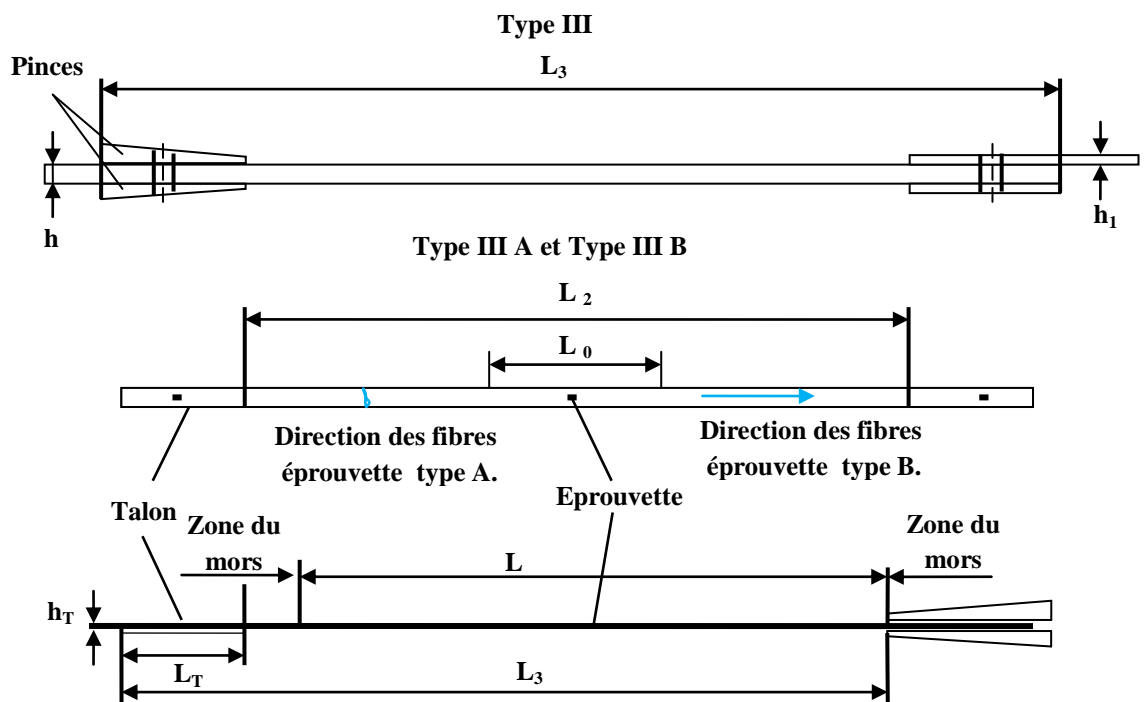


Fig.2.2. Géométrie des éprouvettes de traction de type III, selon ISO 527-4 et -5.

Enfin dans le cas particulier des talons biseautés intégrés, les surépaisseurs dans les têtes sont brutes de moulage et obtenues en intercalant des couches de tissus entre deux nappes unidirectionnelles successives (Norme de fabrication NF T 57-151). Cette technique permet d'obtenir une continuité des fibres, même dans les épaulements des éprouvettes, ce qui évite les ruptures par cisaillement dans les têtes.

En conséquence, il est possible de retenir des éprouvettes :

- 1) de type I, en forme d'haltère, pour les matières thermoplastiques renforcées de fibres coupées et certains composites à base de mats ou de tissus très peu résistants ;
- 2) de type II, rectangulaire pour les matières thermodurcies armées avec des mats ou des tissus à faible résistance ;
- 3) de type III, rectangulaire, avec talons rectangulaires pour les matières thermodurcies armées avec des tissus résistants, ou avec des fibres unidirectionnelles continues ;
- 4) de type IV, rectangulaire, avec talons biseautés pour les renforcements à fibres continues unidirectionnelles.

Les vitesses de déplacement sont faibles, de 1 à 10 mm/min suivant les cas. On utilise le plus souvent des **extensomètres à couteau** du type inductif, ou des **jauges de déformation** à 90° pour les mesures de déformation. Les mors utilisés pour le serrage des éprouvettes sont, soit de type hydraulique, soit de type mécanique (autoserrant).

Les mors auto-serrant mécaniques ont l'avantage d'appliquer des efforts de serrage directement proportionnels à l'amplitude de la force de traction : leur fonctionnement est indépendant de l'opérateur. La force de serrage dépend de l'angle des coins de serrage (10° environ).

Il convient enfin de signaler certains essais de traction spécifiques réalisés sur éprouvettes dotées d'un trou. Leur raison d'être est que certaines structures en composites sont assemblées par boulonnage ou rivetage, ce qui engendre des modes de ruine particuliers.

Ainsi la norme **ASTM D 5766** et le projet **Pr EN 6035** précisent-ils les modalités de détermination de la **résistance en traction « trouée »**.

II.4.2.2. Essais de flexion

Les essais de flexion sur composites font l'objet des normes **T 57- 105**, **T 57-302**, **ASTM D 790**, **JIS K 7074** ou future norme **EN ISO 14125**. Ces essais sont largement utilisés dans les milieux industriels en raison de leur simplicité. Cependant, la flexion n'engendre pas un état de contrainte simple (ou pur) au sein des matériaux testés : les contraintes de traction sont maximales dans la partie convexe, les contraintes de compression sont maximales dans la partie concave et les contraintes de cisaillement sont maximales sur l'axe neutre de l'éprouvette. De ce fait, en fonction de l'élancement de l'éprouvette (rapport de l'épaisseur sur la distance entre appuis), qui gouverne le rapport contraintes normales (traction/compression) / contraintes de cisaillement, et en fonction des résistances en traction, compression et cisaillement du matériau, l'un ou l'autre des trois modes de rupture peut être obtenu. Deux configurations peuvent être retenues pour les essais : la flexion trois pannes et la flexion quatre pannes.

- 1) Les essais de **flexion trois pannes** sont menés dans des conditions précisées figure II.2 et sur des barreaux rectangulaires dont les dimensions préconisées sont données dans le tableau II.2.

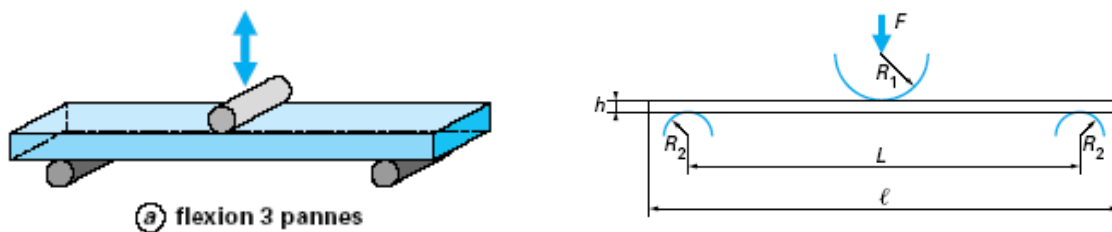


Fig.2.3.Essai de flexion trois pannes, selon EN ISO 14125.

Ou : h : épaisseur de l'éprouvette.

$$R_1 = 5 \pm 0,2 \text{ mm}$$

$$R_2 = 2 \pm 0,2 \text{ mm, pour } h \leq 3\text{mm}$$

$$R_2 = 5 \pm 0,2 \text{ mm, pour } h > 3\text{mm}$$

Dans ces conditions, la **théorie des poutres** permet d'exprimer :

- la contrainte normale en flexion : $\sigma_F = \frac{3FL}{2bh^2}$
- la contrainte de cisaillement interlaminaire maximale : $\tau_{13} = \frac{3F}{4bh}$
- le module de flexion : $E_F = \frac{L^3}{4bh^3} \frac{F}{W}$

- la déformation en surface $\varepsilon = 6 \frac{Wh}{L^2}$:

Avec : F : charge (en newtons) ;
 L : distance entre appuis ;
 h : épaisseur ;
 b : largeur ;
 W : flèche de l'axe neutre.

Tableau.2.2.Dimensions (en mm) des éprouvettes de flexion trois pannes, selon EN ISO 14125.

Matériau	Longueur (l)	Distance entre appuis (L)	Largeur (b)	Epaisseur (h)
I. Thermoplastiques renforcés de fibres coupés	80 ± 1	64 ± 1	10 ± 0.5	4 ± 0.2
II. Composites à base de DMC, BMC, SMC, et TRE renforcé de mats, tissus et mixtes.	80 ± 1	64 ± 1	15 ± 0.5	4 ± 0.2
III. Composites UD (90°), Composites UD (0°) et multidirectionnels avec $5 < E_f/G_{13} \leq 15$	60 ± 1	40 ± 1	15 ± 0.5	2 ± 0.2
IV. Composites UD (0°) et multidirectionnels avec $15 < E_f/G_{13} \leq 50$	100 ± 1	80 ± 1	15 ± 0.5	2 ± 0.2
<p>E_f : module de flexion dans le sens des fibres. G_{13} : module de cisaillement interlaminaire.</p>				

2) Pour éviter l'influence des contraintes de cisaillement (sur la déformée et le mécanisme de rupture) qui se superposent aux contraintes normales de flexion, on utilise quelquefois la méthode de **flexion quatre pannes** pour laquelle l'effort tranchant est nul dans la zone des contraintes maximales.

La figure ci-après présente le montage d'essai utilisé, sachant que les diamètres des appuis sont les mêmes que ceux retenus en flexion trois pannes et que la géométrie préconisée par les éprouvettes est précisée sur le tableau. II.3.

3) Comme précédemment pour la flexion trois pannes, la contrainte, le module et la déformation s'expriment par :

$$\sigma_F = \frac{FL}{bh^2} \quad ; \quad E_F = \frac{0,21L^3}{bh^3} \frac{F}{W} \quad ; \quad \varepsilon = 4,7 \frac{Wh}{L^2}$$

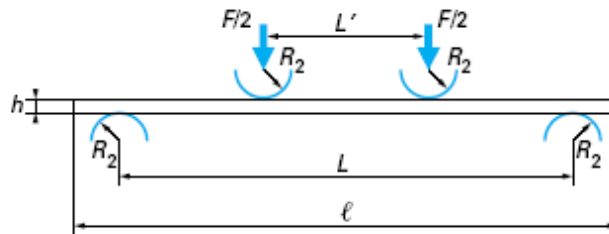


Fig.2.4. Essai de flexion quatre pannes, selon EN ISO 14125.

Avec les mêmes notations que précédemment. Bien que cet essai semble séduisant a priori, d'autant plus que la charge est répartie en deux points au lieu d'un seul, ce qui réduit les risques de poinçonnage, il présente certains inconvénients :

- il nécessite d'utiliser un capteur de déplacement pour mesurer la flèche (la mesure du déplacement du plateau mobile de la machine ne convient pas) ;
- les flèches à la rupture sont très importantes (1 à 2 cm), ce qui nécessite une correction pour le calcul des contraintes ;
- la rupture intervient apparemment dans la zone centrale par délaminage, ce qui semble contradictoire puisqu'il n'y a pas d'effort tranchant ; en fait, ce type de rupture, qui apparaît surtout pour les renforts unidirectionnels, est dû à un flambement des fibres dans la partie comprimée.

Que ce soit en flexion trois pannes ou quatre pannes, lorsqu'il n'est pas possible de prélever des éprouvettes aux dimensions préconisées tableau.2.3, on cherchera à respecter pour le moins les contraintes précisées dans le tableau II.4.

Tableau.2.3. Éprouvettes de flexion « hors normes » selon EN ISO 14125 :
distance entre appuis et longueur en fonction de la classe des matériaux.

Classe du matériau	Flexion trois pannes		Flexion quatre pannes	
	L / h	ℓ / h	L / h	ℓ / h
I	16	20	16,5	20
II	16	20	16,5	20
III	20	30	22,5	30
IV	40	50	40,5	50

Tableau.2.4. Éprouvettes de flexion « hors normes » selon EN ISO 14125 :
largeur b (en mm) en fonction de l'épaisseur (en mm)

Épaisseur nominale	Classe I	Classe II à IV
$1 < h \leq 3$	25	15
$3 < h \leq 5$	10	15
$5 < h \leq 10$	15	15
$10 < h \leq 20$	20	30
$20 < h \leq 35$	35	50
$35 < h \leq 50$	50	80

II.4.2.3. Essais de cisaillement plan et interlaminaire :

Ils sont très importants pour ces matériaux sensibles aux contraintes de cisaillement, mais sont malheureusement souvent difficiles à mettre en oeuvre et à exploiter. Il y a lieu de distinguer le **cisaillement perpendiculaire au plan des couches** (interlaminaire) et le **cisaillement dans le plan des couches** (intralaminaire).

- **Délaminage en flexion trois pannes :**

Les plastiques armés, le plus souvent obtenus par empilement de couches, sont sujets au délaminage qui se traduit par une **décohésion des couches**. La résistance au délaminage est de l'ordre de 20 à 60 MPa ; elle dépend de la nature de la résine, de la liaison renfort-matrice, du type et du pourcentage de renfort.

On rappelle que c'est une caractéristique technologique fondamentale dont on doit toujours tenir compte dans les calculs de structures soumises à des efforts tranchants ; c'est souvent un point faible de ces matériaux.

Pour apprécier quantitativement la résistance au délaminage, on peut appliquer des contraintes de cisaillement dans un plan perpendiculaire au plan des couches, par flexion trois pannes entre des appuis rapprochés : il s'agit de l'essai de cisaillement sur poutre courte SBS (Short Beam Shear) ou essai de résistance au cisaillement interlaminaire ILSS : Interlaminar Shear Strength).

Une diminution de la distance entre appuis conserve, en effet, l'effort tranchant, donc les contraintes de cisaillement, alors qu'elle réduit proportionnellement les contraintes normales. Comme il ne s'agit pas de cisaillement pur, la rupture peut intervenir selon différents modes (figure II.4) :

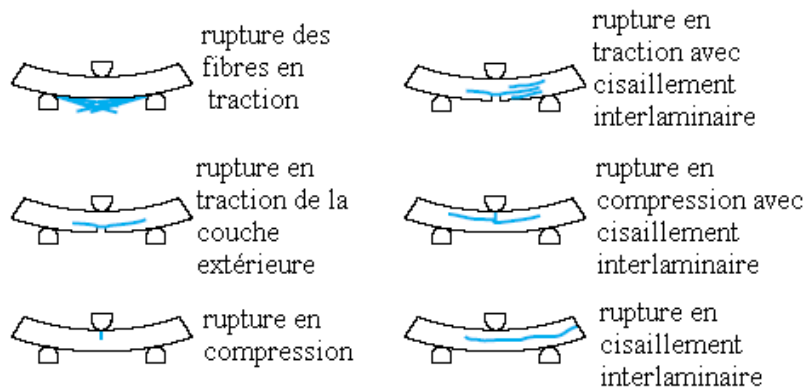


Fig.2.5. Essai de flexion quatre pannes, selon EN ISO 14125.

- a) soit par délaminage, auquel cas la **résistance au délaminage** est donnée par la relation ; où :
 F : est la force de rupture et b et h respectivement la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette ;
- b) soit sous l'action des contraintes normales de flexion (seules ou couplées avec du cisaillement), auquel cas la résistance au délaminage sera considérée comme supérieure à $3 F / (4 bh)$.

Les normes qui définissent cet essai sont référencées **NF ISO 4585** (T 57-104) ou future norme **EN ISO 14130** pour les échantillons plans, **ASTM D 2344** pour les échantillons présentant une certaine courbure. Le montage utilisé est celui de flexion trois pannes. La vitesse de sollicitation est de 1 mm/min.

La distance entre appuis est fixée à 5 fois l'épaisseur ($5 h$). Les dimensions des éprouvettes sont $10 h$ pour la longueur et $5 h$ pour la largeur (une épaisseur de 2 mm est préconisée).

Deux principales critiques peuvent être opposées à cet essai :

1. la contrainte de cisaillement n'est pas uniforme au sein de l'éprouvette (variation parabolique) ;
2. les contraintes normales de flexion sont toujours présentes (quoique réduites par les appuis rapprochés), ce qui signifie que si la résistance en traction ou compression du matériau n'est pas suffisante, la rupture en cisaillement ne pourra pas être atteinte.

Enfin, dans la mesure où la distance entre appuis est très faible, il est très difficile en pratique de mesurer la flèche de l'éprouvette : en conséquence, module de cisaillement et déformation de cisaillement à rupture ne peuvent être déterminés.

II.4.2.4. Essais de compression :

Les essais de compression ont fait l'objet de nombreux documents normatifs faisant apparaître de nombreuses variantes en termes de méthodes [chargement en bout, par cisaillement, mixtes (figure II.5) ou en flexion], de montages [Celanese, IITRI (Illinois Institute of Technology Research Institute), Boeing, de dimensions d'éprouvettes.

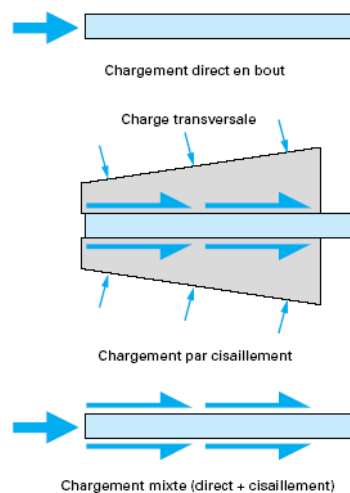


Fig.2.6.Principes des différents modes de chargement en compression.

La future norme **EN ISO 14126** cherche à rationaliser la situation en proposant, pour déterminer les propriétés en compression dans des directions parallèles au plan de stratification, deux types d'éprouvettes (A et B) et deux méthodes de chargement (par cisaillement et en bout), laissant toute liberté pour le choix des combinaisons éprouvettes/méthode et du type de montage (Celanese, IITRI, **ASTM D 695** et bloc d'encastrement).

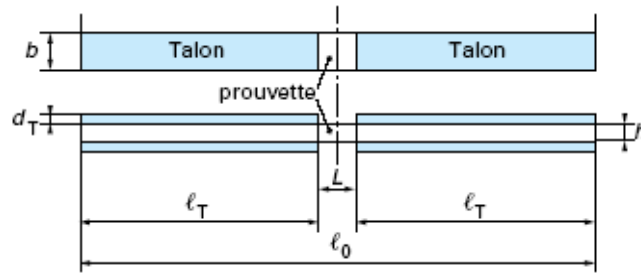


Fig.2.7. Schéma d'éprouvette de compression, selon EN ISO 14126.

Tableau.2.5. Dimensions des éprouvettes de compression, selon EN ISO 14126.

Dimensions (mm)	Type A	Type B1	Type B2
Longueur totale minimale l_0	110 ± 1	110 ± 1	125 ± 1
Épaisseur h	$2 \pm 0,2$	$(2 \text{ à } 10) \pm 0,2$	> 4
Largeur b	$10 \pm 0,5$	$10 \pm 0,5$	$25 \pm 0,5$
Distance entre talons L	10	10	25
Longueur minimale des talons l_T	50	50	50
Épaisseur des talons d_T	1	0,5 à 2	0,5 à 2

La vitesse retenue pour les essais est de 1 mm/min. La mesure des déformations se fait soit au moyen d'extensomètres appropriés soit au moyen de jauges de déformation (longueur maximale de 3 mm). Deux jauges (une sur chaque face de l'éprouvette) sont nécessaires pour détecter une éventuelle flexion des éprouvettes. Un **flambement** est mis en évidence si la déformation sur une face s'inverse (décroît) lorsque la déformation sur la face opposée s'accroît rapidement.

La qualité des résultats obtenus dépend en partie du soin apporté dans la fabrication, la découpe et l'usinage des éprouvettes :

- A. les talons sont fixés sur l'éprouvette à $\pm 45^\circ$, toutefois si une rupture des talons se produit à fortes charges aux extrémités, un collage des talons à $0/90^\circ$ est autorisé ;

- B. les éprouvettes sont usinées aux extrémités de manière à garantir un bon parallélisme des faces entre elles, une bonne symétrie par rapport aux axes de symétrie de l'éprouvette et une bonne perpendicularité par rapport à l'axe longitudinal de l'éprouvette ;
- C. la qualité de découpe des éprouvettes doit être vérifiée visuellement (pas d'amorces, d'entailles, de marque...) et au moyen de micromètres et d'équerres (pas de torsion, paires de côtés parallèles et perpendiculaires).

L'enregistrement des lois de comportement permet de calculer la **contrainte de compression**

$\sigma_{C_{\max}}$ et le module de compression E_c :

$$\sigma_{C_{\max}} = \frac{F_{\max}}{bh} \text{ et } E_c = \frac{\sigma'' - \sigma'}{\varepsilon'' - \varepsilon'}$$

Avec : F_{\max} : charge maximale,

b : Largeur ; h : Epaisseur ;

ρ' : Contrainte de compression pour un allongement de : $\varepsilon' = 0.0025$

ρ'' : Contrainte de compression pour un allongement de : $\varepsilon'' = 0.0005$

Une légère flexion de l'éprouvette est admissible dans la mesure où, tout au long de l'essai, les déformations longitudinales sur les faces a et b de l'éprouvette respectent l'inéquation suivante :

$$\left| \frac{\varepsilon_{11\beta} - \varepsilon_{11\alpha}}{\varepsilon_{11\beta} + \varepsilon_{11\alpha}} \right| \geq 0$$

ε_{11a} et ε_{11b} étant les déformations longitudinales sur les faces opposées de l'éprouvette.

Il est à noter que **différents modes de rupture** peuvent survenir qu'il convient d'identifier.

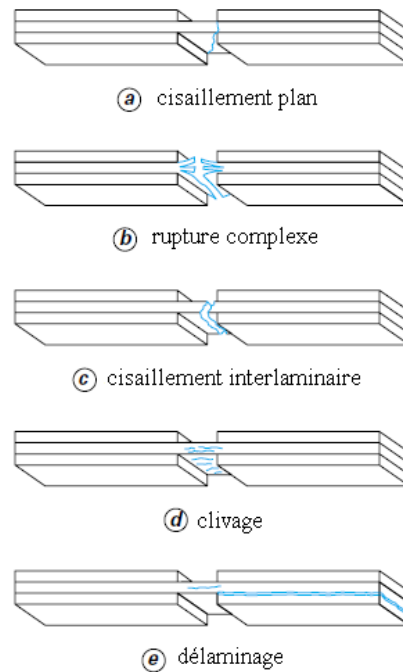


Fig.2.8.Essais de compression : modes de rupture, selon EN ISO 14126.

II.4.2.4.1. Chargement par cisaillement

La charge est appliquée à l'éprouvette par cisaillement au travers des faces des talons rapportés aux extrémités.

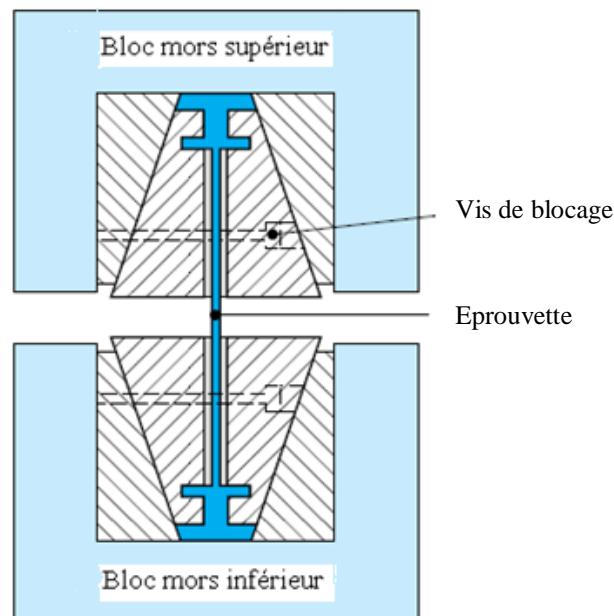


Fig.2.9.Représentation schématique des éprouvettes et montage de compression dans le cas d'un chargement par cisaillement (selon EN ISO 14126, méthode 1).

En pratique, sont utilisables les montages de type Celanese ou IITRI préconisés par la norme **ASTM D 3410** et représentés dans la figures II.9 et la figure II.10.

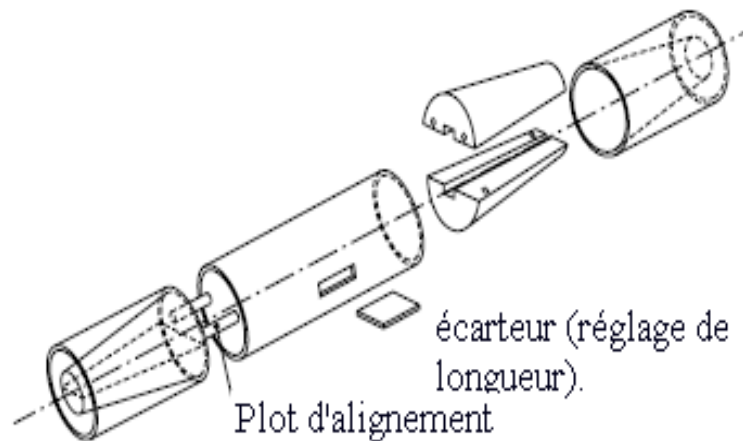


Fig.2.10. Montage type Celanese ASTM D 3410/A
(selon EN ISO 14126, méthode 1)

Le montage de **compression Celanese** a souvent été critiqué en raison de son instabilité potentielle. Les mors comprennent deux cônes de glissement dans lesquels sont emprisonnées les extrémités de l'éprouvette dotées de talons. Cet assemblage est ensuite inséré et maintenu dans les chambres coniques internes des mors.

Lorsque l'effort de compression axial est appliqué, un autoserrage des extrémités de l'éprouvette intervient. Afin d'assurer un ajustement parfait des cônes mâles et femelles et donc une surface de contact la plus grande possible entre éprouvette et mors, l'épaisseur des extrémités d'éprouvettes doit correspondre très exactement aux dimensions du montage.

En pratique cependant, il est impossible de garantir une coïncidence totale, dans la mesure où le matériau testé subit une compression dans les mors et où interviennent des tolérances inhérentes aux usinages des pièces des mors et des éprouvettes. Dans ce cas, un jeu trop important peut contribuer à favoriser le flambement macroscopique de l'éprouvette et donc invalider l'essai.

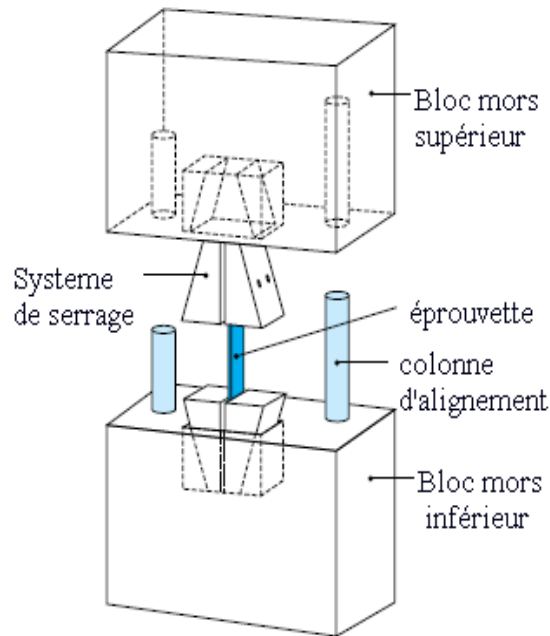


Fig.2.11. Représentation schématique du montage de compression dans le cas d'un chargement en bout (selon EN ISO 14126, méthode 2).

Afin de pallier le problème d'instabilité du montage Celanese, a été développé le montage de **compression IITRI**. Il comporte des mors à coins plats, autorisant une surface de contact optimale et indépendante de l'épaisseur de l'échantillon. Cependant, dans la mesure où il n'existe plus ici de symétrie axiale, les mors se doivent d'être beaucoup plus massifs que précédemment, et ce, afin d'accommoder le transfert de charge beaucoup moins efficace dans les mors.

L'avantage est néanmoins la capacité de tester des éprouvettes plus larges et plus épaisses qu'avec le montage Celanese. En conséquence, les efforts applicables au moyen d'un montage IITRI sont 20 fois supérieurs à ceux applicables au moyen d'un montage Celanese.

En revanche, le poids de mors IITRI est 10 fois plus important que celui des mors Celanese, ce qui engendre des coûts plus importants et une difficulté de manipulation non négligeable pour un opérateur unique.

II.4.2.5. Comportement au choc

II.4.2.5.1. Introduction

Les ruptures en service sont extrêmement coûteuses : lorsqu'elles surviennent, si par bonheur elles n'entraînent pas de pertes de vie humaine, en plus du remplacement des équipements détériorés, il convient de compter les heures et les productions perdues, l'image de marque abîmée, les marchés disparus... À titre d'exemples, la rupture de boulons du système de commande du gouvernail de l'Amoco Cadiz a provoqué son naufrage le 16 mars 1978 et la marée noire dont on se souvient ; la rupture de la cloison étanche de la queue du Boeing 747 du vol 123 de Japan Airlines a entraîné le 12 août 1985 la perte du contrôle de l'appareil et la mort de 120 personnes.

Ces ruptures surviennent sous l'effet des sollicitations que supportent les pièces excédant la résistance à la rupture des matériaux dont elles sont constituées. Il importe évidemment de connaître le mieux possible cette dernière propriété, qui dépend de divers facteurs : température, vitesse de déformation, environnement [31].

Aussi de nombreux essais ont-ils été imaginés pour évaluer la résistance à la rupture des matériaux et certains d'entre eux sont depuis longtemps couramment pratiqués dans l'industrie. Pour en bien apprécier la portée et les limites, il est nécessaire de comprendre les mécanismes de rupture qui interviennent. Cela permet d'apprécier l'intérêt des **essais de choc sur éprouvettes entaillées** mis au point notamment par Georges Charpy il y a une centaine d'années [19].

Ces essais procurent des données précieuses pour évaluer la résistance à la rupture des matériaux sous forme de la **résilience**, énergie absorbée lors du choc. Ils permettent, tout particulièrement, de déterminer le risque de rupture fragile des aciers.

Le choc résulte de l'application d'une sollicitation mécanique à grande vitesse (plusieurs mètres par seconde) et à énergie élevée, engendrant la rupture d'une éprouvette en une fraction de seconde. Il permet de juger, dans des conditions expérimentales données, de la **fragilité** d'un ensemble matériau-éprouvette, la fragilité étant davantage synonyme de faible allongement que de faible énergie de rupture.

Il permet au-delà de définir et de qualifier la **zone de transition ductilité-fragilité** (brusque ou progressive), lorsque varient les conditions d'utilisation par exemple.

Ce type de comportement peut être analysé dans la continuité des essais de traction ou de flexion, sous réserve de disposer de machines spéciales qui, compte-tenu de leurs coûts d'achat et de fonctionnement sont encore peu répandues. Ce mode d'analyse est certainement le plus précis, car il permet d'étudier l'évolution des lois de comportement contraintes-déformations en fonction de la vitesse.

II.4.2.5.2. Les différents types d'essais de choc

Les deux principaux types d'essais pratiqués en milieu industriel et différant par l'appareillage et le mode de sollicitation sont développés ci-après [32], [35] :

- Les méthodes **pendulaires** pour sollicitations **uniaxiales** ;
- Les méthodes par **chutes de masses** pour sollicitations **multiaxiales**.

a) Les méthodes pendulaires :

La **résistance au choc** caractérise l'énergie absorbée au cours de la rupture d'un barreau lisse ou entaillé, sous l'action d'un percuteur doté d'une énergie cinétique suffisante. L'impact est généré par une masse à mouvement pendulaire. L'angle de remontée du pendule après le choc permet de calculer l'énergie de rupture.

L'appareil utilisé porte le nom de **mouton-pendule**, il est constitué d'un bâti rigide et massif, d'un support d'éprouvette, d'une masse oscillante comportant un percuteur et d'un dispositif de repérage de l'énergie absorbée.

Chaque appareil est généralement équipé de plusieurs pendules interchangeables, correspondant à divers niveaux d'énergie. Une gamme de 0,5 à 50 J s'applique à l'ensemble des plastiques.

Afin de limiter l'influence de la vitesse du percuteur au moment de l'impact, il est recommandé de travailler à **hauteur de chute constante**. La vitesse au point d'impact est de 3 à 4 m/s. La géométrie du percuteur dépend du mode de sollicitation, sachant que l'on distingue trois grandes méthodes : Charpy, Izod ou Dynstat et choc-traction.

Les caractéristiques des appareils de choc pendulaires doivent être vérifiées conformément aux normes NF A 03-508 ou ISO 13802.

D'une manière générale les différentes normes d'essai signalent également la nécessité d'effectuer certaines corrections, de frottement par exemple, notamment lorsque les énergies mesurées sont faibles.

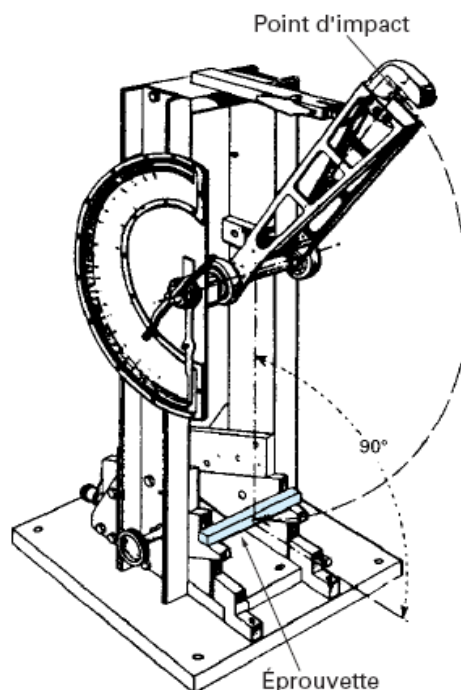


Fig.2.12. Machine d'essai de choc pendulaire (d'après norme ASTM D 256).

1) Méthode par flexion trois points (Charpy)

Le principe du choc Charpy est celui de la flexion d'une éprouvette (avec ou sans entaille) reposant sur deux appuis simples avec charge centrale. Cet essai fait l'objet des normes NF EN ISO 179, ISO 179-1 et -2, ASTM D 5942 et D 6110 ou, dans le cas de tubes thermoplastiques, ISO 9854.

Dans le cas des plastiques ne présentant pas de rupture en cisaillement interlaminaire (c'est-à-dire essentiellement les polymères non renforcés), la norme internationale (ISO 179-1) spécifie un type d'éprouvette (type 1) de dimensions ($L = 80$ mm, $b = 10$ mm, $h = 4$ mm) avec trois types d'entailles en « V » possibles A, B ou C différant par leur rayon en fond d'entaille (respectivement 0,25 mm, 1 mm ou 0,1 mm). Les entailles sont en général usinées mais des éprouvettes comportant des entailles moulées peuvent également être utilisées lorsque les normes spécifiques aux matériaux testés le prescrivent.

Les détails géométriques du montage d'essai sont reproduits sur la **figure. 2.12**. Deux sens de percussion sont possibles. La configuration généralement utilisée est de type « debout », c'est-à-dire avec une direction de percussion parallèle à la largeur b et un impact sur la surface longitudinale étroite ($L \times h$) de l'éprouvette (**figure. 2.14a**).

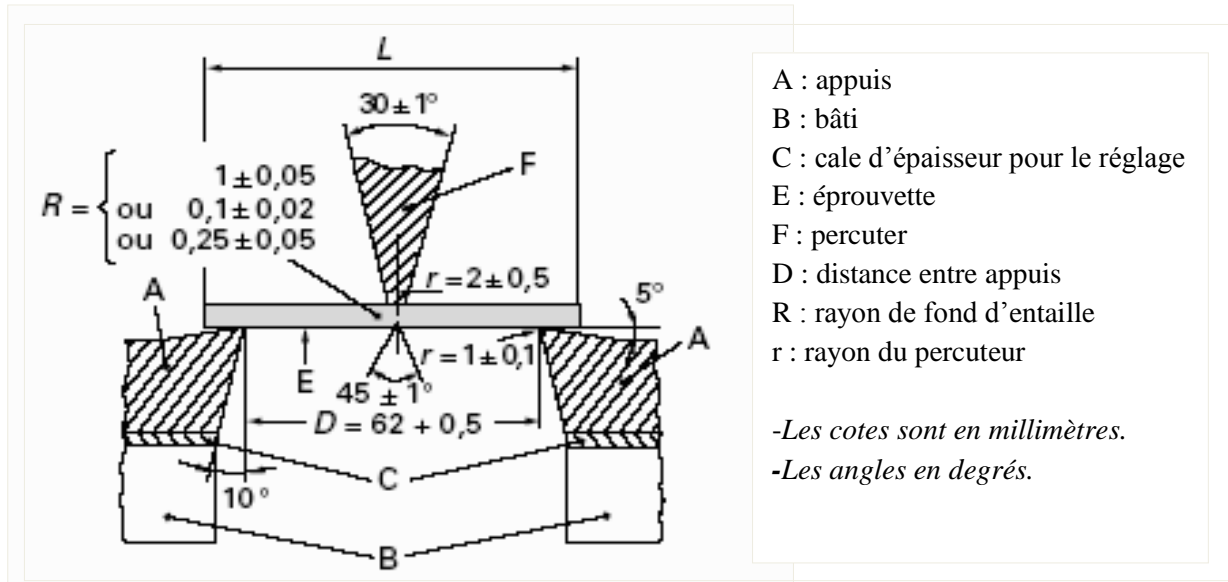


Fig.2.13. Dispositif d'essai de choc Charpy (d'après norme ISO 179)

Une configuration « à plat » est également recommandée (**figure II.14b**) mais elle est surtout utilisée sur éprouvettes sans entailles ou avec double entaille pour étudier les effets de surface. On notera que l'essai de choc Charpy est également pratiqué sur matériaux composites. Dans ce cas, la direction de percussion (normale ou parallèle) par rapport au plan de renforcement des stratifiés est également précisée.

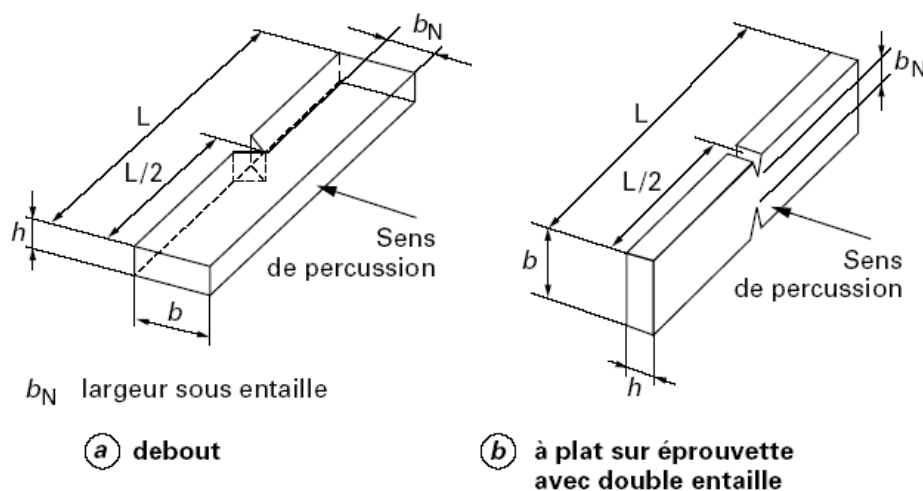


Fig.2.14. Principe du choc Charpy (d'après norme ISO 179)

Différents types de rupture sont distingués pour les plastiques : rupture totale, charnière, partielle ou pas de rupture. La résistance au choc Charpy est exprimée sous forme de **résilience**,

énergie absorbée rapportée à la section, sous entaille si elle existe (résilience transversale en J/m^2), ou parfois rapportée à un volume contraint (résilience volumique en J/m^3).

L'insuffisance physique d'une telle caractéristique rend la notion de résilience largement dépendante de la géométrie, en particulier du rapport d'effilement D/h où D est la distance entre appuis et h l'épaisseur ; la résilience augmente avec D/h .

Plus récemment a été développée (ISO 179-2) la méthode de **choc Charpy instrumenté**, qui permet de déterminer le comportement au choc des plastiques à partir de diagrammes force-flèche. Le principe de l'essai, la géométrie des éprouvettes et des entailles, le sens de percussion sont les mêmes que dans le cas du choc Charpy non instrumenté. En revanche, la loi de comportement force-flèche est enregistrée pendant toute la durée de l'essai. Le percuteur est pour ce faire équipé de jauges de déformation ou d'un transducteur de charge piézoélectrique permettant de mesurer les efforts résultant du choc.

2) Méthode par flexion à simple encastrement

Dans cet essai, l'éprouvette (entaillée ou lisse), encastrée verticalement en porte-à-faux, est rompue en flexion par une oscillation du mouton-pendule. La méthode la plus courante est connue sous la référence Izod (NF EN ISO 180, ASTM D 256 et D 5941). Elle est très utilisée aux États-Unis mais limitée en France à la caractérisation des polystyréniques.

Les détails géométriques du montage d'essai sont reproduits sur la figure 4. La géométrie et les dimensions des éprouvettes et de l'entaille en V sont analogues à celles des éprouvettes Charpy, avec cependant seulement deux rayons de fond d'entaille possibles (0,25 et 1 mm). La configuration d'essai usuelle dans le cas du choc Izod est du type « debout » avec percussion de la face entaillée de l'éprouvette pour les plastiques non renforcés et de type « debout parallèle » pour les composites (Les positions « à plat » et « normale » ne sont pas pratiquées). Dans certains cas (ASTM D 256) une variante avec entaille inversée est utilisée (percussion sur la face opposée à l'entaille). La résilience, ou **résistance au choc Izod**, est exprimée en énergie par unité de surface (J/m^2) de la même manière que pour le choc Charpy et avec la même typologie de rupture.

Une méthode similaire, mais avec des éprouvettes plus petites, est utilisée en France pour la caractérisation des matières thermodurcies chargées à usages électriques (T 51-017). Aux États-Unis, des variantes de la méthode Izod existent également qui font appel à des éprouvettes non entailées (ASTM D 4812) dont certaines de petite taille (ASTM D 4508).

Il n'existe pas de version instrumentée de cet essai qui soit actuellement normalisée.

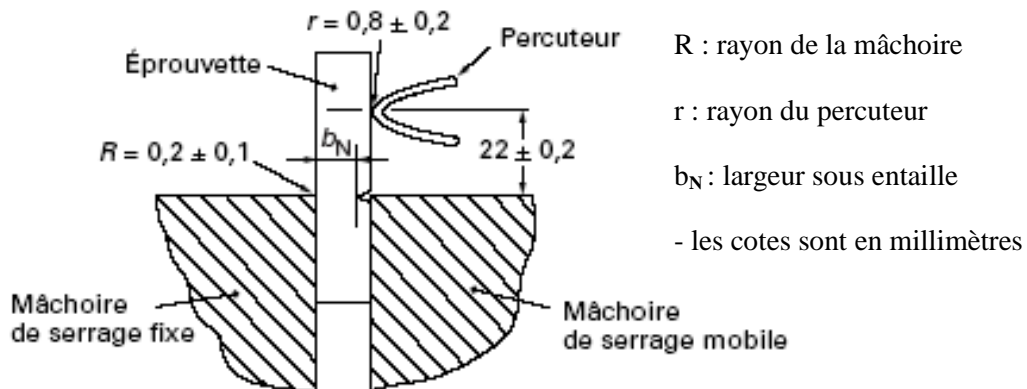


Fig.2.15.Dispositif d'essai de choc Izod (d'après norme ISO 180).

3) Méthode par choc-traction

La méthode a été utilisée bien après la méthode Charpy (NF EN ISO 8256 et ASTM D 1822) pour l'analyse de certains défauts de transformation ou du vieillissement de polymères rigides.

Le classement obtenu avec cette méthode ne concorde pas nécessairement avec celui établi en choc-flexion. Les taux de déformation impliqués dans l'essai de choc-traction sont en effet intermédiaires entre ceux, élevés, du choc-flexion et ceux, faibles, de la traction standard. Cet essai nécessite l'utilisation d'un mouton-pendule équipé d'un percuteur en fer à cheval venant frapper symétriquement le mors mobile de traction d'une éprouvette (**figure 2.16**).

Les géométries recommandées par la norme NF EN ISO 8256 sont de type éprouvettes à double épaulement, haltères (3 variantes) ou rectangulaires à double entaille.

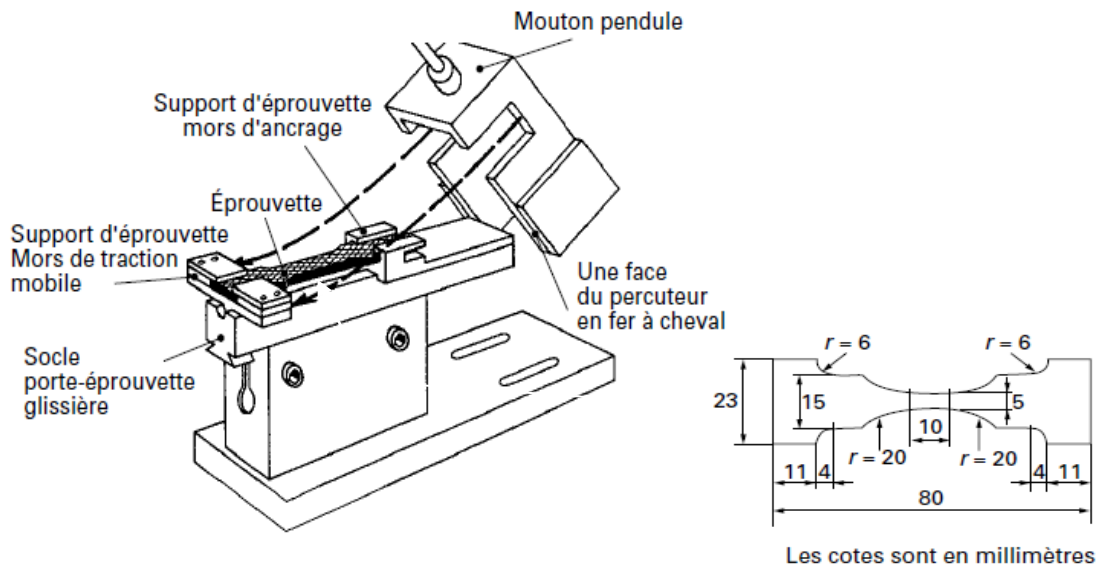


Fig.2.16.Dispositif d'essai de choc-traction et éprouvette à double épaulement (d'après norme NF EN ISO 8256).

La norme ASTM D 1822 autorise quant à elle deux tailles d'éprouvettes. Le type « long » (partie calibrée augmentée de 10 mm) génère des allongements élevés, tandis que le type « court » induit comparativement des allongements plutôt faibles, des ruptures plutôt fragiles et des résultats plus reproductibles avec en contrepartie une moins bonne aptitude à différencier les matériaux entre eux.

Pour tenir compte de l'entraînement du mors mobile, une correction d'énergie cinétique est à faire en plus de la correction de frottement.

b) Méthodes de choc multiaxial par chute de masses

Le succès de la méthode est dû au fait que les résultats obtenus présentent une bonne concordance avec la réalité, à la différence des chocs Charpy et Izod [36]. Le principe général de cet essai, encore appelé parfois choc biaxial ou essai de perforation, est de laisser tomber une masse d'une hauteur donnée perpendiculairement à un film, une plaque ou un objet et à caractériser le type de défaillance ou de comportement obtenu pour une énergie cinétique appliquée donnée (**figure 2.17**).

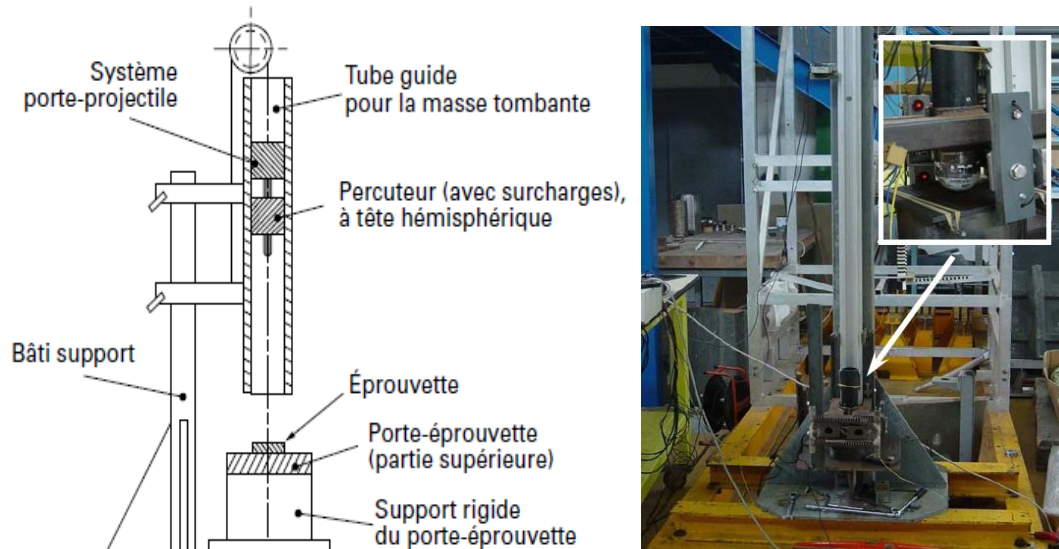


Fig.2.17. Dispositif d'essai de choc multiaxial par chute de masse (d'après norme ISO 6603).

Le choc par chute de masse ou de projectile est pratiqué en version non instrumentée ou instrumentée.

1) **Le choc multiaxial non instrumenté** est largement pratiqué et a été appliqué à l'étude de la fragilité :

- des tubes (T 54-093, ASTM D 2444, ISO 11173) ;
- des drains annelés en PVC (NF U 51-154) ;
- des profilés et produits de construction en PVC (ASTM D 4226 et D 4495) ;
- des films et feuilles (T 54-109 et T 54-116, ISO 7765-1 et -2, ASTM D 1709, D3420, D 4272 et D 5420) ;
- des plaques en plastiques rigides (NF EN ISO 6603-1 et -2, ASTM D 5628).
- On parle de choc non instrumenté lorsque le comportement à l'impact des matières plastiques n'est caractérisé qu'en termes d'énergie de défaillance, cette dernière pouvant être de type craquelure, rupture, pénétration, éclatement ou indentation.

L'énergie d'impact peut être modulée soit à hauteur de chute variable et masse constante, soit à masse variable et hauteur de chute constante, ces dernières conditions étant préférables dans la mesure où la vitesse de percussion, facteur d'influence important, est maintenue constante.

Des niveaux d'énergie croissants (méthode **statistique**) ou fonction de la défaillance ou non-défaillance (méthode **en escalier**) sont appliqués pour calculer l'énergie moyenne provoquant la défaillance de 50 % des éprouvettes. Ce mode de calcul résulte du fait que l'état de contrainte multiaxial induit par le choc est relativement complexe.

Cet essai nécessite une grande quantité d'éprouvettes pour obtenir des résultats statistiques cohérents qui intègrent l'influence des multiples paramètres liés au matériau, à la préparation des éprouvettes, à la géométrie, à la température, à la vitesse, etc.

2) **Le choc multiaxial instrumenté** a été quant à lui développé plus récemment et fait l'objet des normes ISO 6603-2 et ASTM D 3763. Dans ce cas la caractérisation du comportement à l'impact repose sur les relations force-déformation ou force-temps à vitesse nominale de percuteur constante au cours du choc.

Il est ainsi possible de caractériser le mode d'endommagement du matériau de manière plus fine qu'une simple énergie de rupture, la finalité étant de proposer une interprétation des mécanismes qui se produisent en chaque point des lois de comportement.

Les conditions générales d'essai (éprouvettes, percuteur) restent analogues à celles précédemment exposées.

La source d'énergie peut être de type hydraulique (machine d'essai à haute vitesse) ou de type masse d'inertie (machines à masse tombante ou pendulaire) mise en mouvement avec l'assistance d'un ressort, d'un organe pneumatique ou sous l'effet de la pesanteur. L'enregistrement des lois de comportement nécessite en outre, à l'image du choc Charpy instrumenté, la mise en place de jauges de déformation ou d'un transducteur de charge piézoélectrique au voisinage de la pointe du percuteur et la mesure directe (via un transducteur électronique) ou le calcul de la flèche à partir des courbes force-temps.

II.5. Conclusion

Les matériaux composites comme l'indique leur nom ce sont des matériaux composés de divers éléments, dans ce chapitre nous avons fait une étude sur les essais de caractérisation appliquées sur le matériau composite lorsqu'il est solidifié. Mais pour bien connaître le comportement mécanique de ce type de matériaux, il faut d'abord connaître le comportement de chacun de ces constituants pour avoir une idée sur le comportement globale du matériau. D'ailleurs le chapitre suivant sera consacré à l'étude du comportement mécanique des matériaux composites.