UCL Université catholique de Louvain

École polytechnique de Louvain (EPL)

epl

Analyse des propriétés mécaniques de l'interface fibre-matrice dans les matériaux composites par nanoindentation.

Mémoire présenté par
Sophie NEVEN

en vue de l'obtention du grade de master en
Ingénieur civil en chimie et science des matériaux

Promoteur
Pr. Thomas PARDOEN

Lecteurs
Ezio GANDIN, Ir. Yann-Alex JANSSENS DE BISTHOVEN , Pr. Bernard NYSTEN

Année académique 2015-2016

Abstract

L'étude des propriétés mécaniques de l'interface fibre-matrice d'un composite à matrice époxy renforcé en fibres longues de carbone, est au cœur du présent mémoire qui comporte à la fois un aspect méthodologique et d'analyse de résultats. Sur le plan méthodologique, le push-out par nanoindentation est considéré comme un essai utile à la caractérisation des propriétés mécaniques. En fonction de l'indenteur choisi, apparaissent toutefois des difficultés variables de mise en oeuvre. Les essais expérimentaux et les analyses numériques montrent une certaine convergence de résultats, en particulier, en ce qui concerne l'influence sur le comportement de l'interface de certains paramètres tels que la densité locale des fibres.

Remerciements

Avant toute chose, je voudrais remercier mon promoteur qui malgré un emploi du temps chargé, a trouvé le temps de me recevoir et me remotiver en période de doute.

Dans un second temps, j'aimerais remercier Yann-Alex qui m'a suivi au jour le jour dans la réalisation du présent mémoire. Merci à lui pour ses conseils et ses encouragement.Je voudrais également remercier toute l'équipe du REAUMUR avec une attention particulière pour Jérémy et Laurence qui ont été présents pour m'épauler.

Dans le cadre de mon mémoire, j'ai eu l'occasion de me rendre chez Solvay. Merci à monsieur Gandin pour son accueil chaleureux et à Yoann avec qui j'ai eu l'occasion de travailler sur le nanoindenteur.

Finalement dans un cadre plus personnel, je voudrais remercier mes compagnons du REAUMUR ainsi que mes parents et ma soeur qui m'ont soutenue et encouragée tout au long de mon parcours scolaire.

Table des matières

Liste des symboles **v**

Liste des tableaux **vi**

Table des figures **x**

1 Introduction **1**

Introduction **1**
1.1 Contexte général 1
1.2 Objectifs de ce mémoire 2

2 État de l'art **5**
2.1 Les matériaux composites 5
2.1.1 La matrice et les renforts 6
2.1.2 La caractérisation de l'interface 8
2.2 La nanoindentation, les essais de push-out et de push-in 12
2.2.1 Interprétation de la courbe force-déplacement pour un essai de push-out 12
2.2.2 Interprétation de la courbe force-déplacement pour un essai de push-in 15
2.2.3 La résistance au cisaillement de l'interface 15
2.2.4 Les composants du déplacement de l'indenteur 17
2.3 Les simulations par éléments finis 18

3 Matériaux et Méthodes **23**
3.1 Les matériaux 23
3.2 Les méthodes expérimentales 25
3.2.1 Préparation des échantillons 25
3.2.2 Mise en place du dispositif 29
3.2.3 Le Nanoindenteur 32
3.2.4 Les pointes d'indentation 36
3.2.5 Le microscope électronique à balayage 40
3.3 Les méthodes numériques 41
3.3.1 Présentation du modèle élastique 42
3.3.2 Présentation du modèle plastique 43
3.3.3 Présentation du modèle avec endommagement 44

4 Résultats expérimentaux **47**
4.1 Composite RTM-6 à fibres longues de carbone 47
4.1.1 Les considérations générales 48
4.1.2 Influence des paramètres expérimentaux sur le comportement de l'interface 52
4.2 Composites fluorés à fibres courtes de carbone 58
4.3 Microscope électronique à balayage 60

5 Simulations **67**
5.1 Modèle élastique 67
5.1.1 Influence des paramètres expérimentaux 68
5.1.2 Influence des conditions limites 70
5.1.3 Influence des propriétés matériaux 71
5.2 Modèle plastique 73
5.2.1 Influence de la flexion 73
5.2.2 Décomposition du déplacement de l'indenteur 76
5.2.3 Influence des paramètres expérimentaux sur la plasticité 77
5.3 Modèle avec endommagement 81

6 Synthèse des résultats et discussion **95**
6.1 Interprétation des courbes force-déplacement 95
6.1.1 Présence ou non du push-out 95
6.1.2 Effet de la densité 97
6.2 Comparaison des courbes obtenues expérimentalement, numériquement et présentées dans la littérature 101
6.3 Effet de la vitesse d'indentation 102
6.4 Effet de fluage 104
6.5 Composites fluorés à fibres courtes de carbone 104

7 Conclusions et Perspectives **107**
7.1 Principales conclusions 107
7.2 Perspectives 108

A Nom de l'annexe **109**

Bibliographie **115**

Liste des tableaux

3.1 Caractéristiques matériaux du composites RTM6/HTA et de ses composants [1]. 25
3.2 Caractéristiques des étapes de polissage 26
3.3 Avantages et désavantages des nanoindenteurs *AGILENT G200* et *CPX UNHT* 35

4.1 Présentation des différents échantillons et des différentes pointes 47
4.2 Force à la rupture d'indents présentant ou non une tache noire sur l'image post-indentation 51
4.3 Aires des ellipses et des cercles formés à partir des 6 fibres les plus proches de la fibre indentée. Permet de comparer les densités locales des indents. . 53
4.4 Conditions expérimentales 53
4.5 Conditions expérimentales 53
4.6 Déplacement de l'indenteur causé par du fluage 55
4.7 Déplacement de l'indent causé par le fluage 56
4.8 Conditions expérimentales 57
4.9 Conditions expérimentales 59
4.10 Conditions expérimentales 60
4.11 Conditions expérimentales pour les essais réalisés sur le nanoindenteur *CPX UNHT* 61

5.1 Grandeurs géométriques imposées pour le modèle de références 67
5.2 Variation de la raideur lorsque les rapports $\frac{Dm}{H}$ et $\frac{Ds}{H}$ sont divisés par deux par rapport au modèle de référence. 69
5.3 Variation de la raideur lorsque le rapport $\frac{Ri}{Rf}$ est divisé par deux par rapport au modèle de référence. 70
5.4 Variation de la raideur lorsque le rapport $\frac{Ds}{H}$ est multiplié par deux par rapport au modèle de référence. 71
5.5 Variation de la raideur lorsque le rapport $\frac{Em}{Ef}$ est multiplié par deux par rapport au modèle de référence. 71
5.6 Variation de la raideur lorsque le rapport $\frac{Dm}{H}$ est divisé par deux par rapport au modèle de référence. 72
5.7 Déplacement de l'indenteur pour différentes longueurs d'encastrement . . 76
5.8 Paramètres introduits pour la zone cohésive 82
5.9 Paramètres introduits pour la zone cohésive 82
5.10 Paramètres introduits pour la zone cohésive 82
5.11 Valeurs introduites pour les paramètres de la zone cohésive 83

6.1 Raideur (R), Initiation de la plasticité (F_0 et δ_0), Force maximale (F_e) et Déplacement plastique avant push-out (δ_p) pour 3 indents présentant une densité locale différente. 97
6.2 variation de la raideur en fonction du rapport Dm/H. 99
6.3 Comparaison des raideurs obtenues expérimentalement et par simulation. 100

Table des figures

1.1 Carte reprenant la rigidité en fonction de la densité des matériaux [2]. . . 2

2.1 Différentes géométries et dispositif des fibres au sein de la matrice [3] . . . 7
2.2 Les effets chimiques et mécaniques qui assurent la cohésion entre la fibre et la matrice [4] . . . 9
2.3 Microbond Test [5] . . . 9
2.4 Test de Fragmentation [6] . . . 10
2.5 Les différentes étapes lors d'un essai de Push out [7] . . . 11
2.6 Essai de push-in [8] . . . 11
2.7 Courbe force-déplacement pour un composite à matrice céramique (a) et à matrice polymère (b)[9] . . . 12
2.8 Courbe force-déplacement pour différents modèles [1]. . . . 14
2.9 Contribution de l'énergie élastique, du travail de friction et de l'énergie plastique pour un cycle de charge-décharge [1] . . . 14
2.10 L'énergie plastique totale en fonction du déplacement de l'indent [1] . . . 15
2.11 Courbe force-déplacement d'un essai de push-in [10]. . . . 16
2.12 Représentation de la déformation plastique et élastique de la fibre et de la matrice [1] . . . 18
2.13 Loi traction-séparation sollicitation en traction des éléments cohésifs [8] . . 20

3.1 Formule chimique des trois composants de la résine RTM-6 [11] . . . 24
3.2 Cycle de cuisson pour la résine RTM-6 [12]. . . . 24
3.3 Les grandes étapes pour la préparation des échantillons. Adapté de [1] . . . 26
3.4 État de surface après polissage . . . 27
3.5 État de surface après le polissage. Présence de résidus de silice dus à l'OP-S. L'interface fibre-matrice est affectée par le polissage. . . . 27
3.6 (a) Dispositif permettant de mesurer l'épaisseur de l'échantillon au miscroscope. (b) Mesure de l'épaisseur de l'échantillon à l'aide du microscope . . 28
3.7 Echantillon PVDF 1 après polissage . . . 28
3.8 Les deux faces d'une grille TEM. L'une présente des "barreaux" plans alors que l'autre présente des barreaux arrondis. . . . 29
3.9 (a) Montage avec du papier collant sur deux côtés de l'échantillon. (b) Montage avec du papier collant aux quatre coins . . . 30
3.10 Collage de l'échantillon à l'aide d'un point de colle. . . . 31
3.11 Courbe force-déplacement pour un essai sur un échantillon ayant été collé à l'aide d'un point de colle. . . . 31
3.12 Observation au microscope de la grille TEM afin de s'assurer que la colle ne recouvre pas les trous de la grille . . . 32

3.13 (a)Première pointe flat punch, diamètre de 5 [μm] et longueur de 15 [μm], (b) Deuxièmement pointe flat punch, diamètre de 5.34[μm] et longueur de 17.5 [μm] . . . 37
3.14 Rayon de l'indent en fonction du déplacement de l'indenteur. . . . 37
3.15 Indenteur sphérico-conique . . . 38
3.16 Les deux premières images ont été prises au microscope avant et après l'indentation. Le troisième a été prise au SEM. Ces images mettent en évidence que les fibres indentées ont été cassées lors de l'essai avec une pointe sphérico-conique de 1 [μm]. . . . 39
3.17 Fibre indentée à l'aide d'une pointe sphérico-conique de 5 [μm]. Force maximale de 10 [mN]. . . . 40
3.18 Image au SEM d'une fibre indentée par une pointe flat punch cassée 41
3.19 Modèle axisymétrique de l'essai de push-out . . . 42
3.20 Loi d'écrouissage de la matrice RTM6 [13]. . . . 44

4.1 Images prises au microscope après indentation. Le premier indent semble avoir subi un push-out, le second pas. Signatures des courbes déplacement-temps, force-temps et force-déplacement caractéristiques de ces deux situations d'indentation. . . . 49
4.2 La pente des droites noires permet de déterminer la raideur du système, le cercle vert correspond au début de la plasticité, le cercle rouge a été identifié comme le point correspondant au push-out, le déplacement plastique résiduel est obtenu à partir de l'intersection de la droite de décharge et l'axe des abscisses. . . . 50
4.3 Le déplacement maximal de l'indenteur dépend de la longueur de la pointe utilisée. . . . 51
4.4 Image post-indentation prise au microscope. Une tache noire est présente autour des indents 5 à 8. . . . 52
4.5 Courbe force-déplacement de 4 indents ne présentant pas de taches noires et de 4 indents présentant une tache noire. . . . 52
4.6 La densité des fibres autour de l'indent 1 est élevée, celle autour de l'indent 3 est faible. L'indent 2 présente une densité intermédiaire. . . . 54
4.7 Courbe déplacement-temps, force-temps et force-déplacement de 3 indents présentant une densité de fibre décroissante. . . . 54
4.8 Indents pour lesquels le push-out semble être lié à un phénomène de fluage. 55
4.9 Influence du temps de maintien de la force maximale sur le push-out . . . 55
4.10 Indents réalisés avec une force de 70 mN. Le temps de maintien de la charge maximale est de 500 [s] pour le batch 1 et de 1000 [s] pour le batch 2 . . . 56
4.11 Courbes déplacement-temps, force-temps et force-déplacement pour des indents dans des poches de résine . . . 57
4.12 Comparaison des courbes force-déplacement pour des indents réalisés avec une vitesse de chargement de respectivement 5 et 0.05 [mN/s] . . . 58
4.13 Courbes d'un indent réalisé sur une fibre et d'un indent réalisé dans la matrice. . . . 59
4.14 Images post-indentation de 2 indents qui semblent avoir été réalisés à côté de la fibre . . . 60
4.15 Courbes d'un indent réalisé juste à côté de la fibre et à cheval sur la fibre. . 61

4.16 Indents pour lesquels la force maximale est différente 61
4.17 La présence d'une tache noire autour de la fibre sur l'image post-indentation est la signature d'une fibre cassée. 62
4.18 Image de la face supérieure de l'échantillon. Les fibres semblent avoir été cassées. Image de la face inférieure, les fibres sont intactes. 63
4.19 Image post-indentation. Le diamètre de l'indent est très proche de celui de la fibre. La décohésion s'est bien produite au niveau de l'interface et non au niveau de la matrice. 63
4.20 Face arrière de l'échantillon. Aucun résidu de matrice n'est présent sur la fibre. 64
4.21 Fibre sur laquelle on retrouve des résidus de colle. 64
4.22 Image arrière échantillon 64

5.1 (a)Influence de la raideur par rapport à la densité locale de fibre,(b) Influence de la raideur en fonction de la position par rapport au bord de la grille TEM (b) Influence de la raideur en fonction de la position par rapport au bord de l'échantillon (c) 69
5.2 Influence du rayon de l'indenteur (a) et de la taille de la grille TEM (b) sur la réponse élastique 70
5.3 Influence des rapports modules de Young matrice/fibre, coefficient de poisson matrice/fibre et densité fibre-matrice sur la comportement élastique . . 72
5.4 Mode 1 et 2 de rupture [14] 73
5.5 Signe des contraintes normales induites par la flexion 74
5.6 contraintes S22 au sein de la matrice comprises entre 0 et 100 MPa pour la traction et entre -100 et 0 MPa pour la compression. Ceci est présenté pour différents rapports L/H 75
5.7 Contraintes S12 au sein de la matrice comprise entre 0 et -100 [MPa] pour différents rapports L/H ; 75
5.8 Différentes situations qui permettent de décomposer le déplacement de l'indenteur 77
5.9 Courbes force-déplacement obtenues pour les 4 situations présentées à la figure 5.8 78
5.10 Déformations E11 et E12 au sein du modèle pour différentes longueurs d'encastrement. 79
5.11 Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice 84
5.12 Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle 84
5.13 Différentes situations qui permettent de regarde l'influence de la densité sur l'initiation de la plasticité. La largeur de la matrice vaut respectivement 0.5, 3 et 15 [μm] 85
5.14 Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice 86
5.15 Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle 86
5.16 Différentes situations qui permettent de regarde l'influence de la hauteur sur l'initiation de la plasticité. La hauteur de l'échantillon vaut respectivement 30, 50 et 150 [μm] 87
5.17 Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice 88

5.18 Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle 88
5.19 Différentes situations qui permettent de regarde l'influence du rayon de l'indenteur sur l'initiation de la plasticité. Le rayon de l'indenteur vaut respectivement 2, 2.5 et 3 [μm] 89
5.20 Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice 90
5.21 Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle 90
5.22 Zoom sur les contraintes S12 sur la haut de la matrice 91
5.23 Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice 92
5.24 Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle 92
5.25 Influence de la rigidité de la zone cohésive sur la courbe force-déplacement 93
5.26 Influence de la contrainte d'initiation de l'endommagement de la zone cohésive sur la courbe force-déplacement 93
5.27 Influence de la rigidité de la zone cohésive sur la courbe force-déplacement 94

6.1 Différents outils permettant d'identifier la présence du push-out 96
6.2 La densité de fibres autour de l'indent 1 est élevée, celle autour de l'indent 3 est faible. L'indent 2 présente une densité intermédiaire. 97
6.3 Influence de la densité sur le comportement élastique et le début de la plasticité. 98
6.4 Influence de la densité sur le déplacement plastique avant le push-out . . . 98
6.5 Courbes force-déplacement pour deux indents présentant une densité de fibre différente. 100
6.6 (a) Courbe force-déplacement typiquement présentée dans la littérature pour un composite à matrice polymère [15]. (b) Courbe force-déplacement typiquement obtenue dans le cadre de ce mémoire 101
6.7 Courbe force-déplacement obtenue expérimentalement et par simulation . . 102
6.8 (a) dépendance du module de Young par rapport à la température et à vitesse de déformation. (b) dépendance de la contrainte vraie d'initiation du softening par rapport à la température et à vitesse de déformation [12] . 103
6.9 Influence de la vitesse sur la loi d'écrouissage de la matrice RTM-6 [13] . . 104
6.10 Différentes courbes obtenues lors d'essais de push-in sur un composite à matrice fluorée renforcée en fibres courtes de carbone. Le graphique en haut à gauche présente les courbes force-déplacement d'un essai réalisé dans la matrice et sur une fibre. La graphique en haut à droite présente la courbe force-déplacement d'un indent ayant été réalisé entièrement dans la matrice mais à proximité d'une fibre et d'un indent réalisé à cheval sur une fibre. Le troisième graphique reprend les courbes force-déplacement de 3 indents ayant été réalisés à cheval sur une fibre. 105

1 Introduction

Ce mémoire a été réalisé au sein de l' Institute of Mechanics, Materials, and Civil Engineering (iMMC) de l'UNIVERSITÉ CATHOLIQUE DE LOUVAIN (UCL) de janvier à juin 2016 et porte sur les matériaux composites.

Un matériau composite est une combinaison de deux ou plusieurs matériaux non miscibles mis ensemble dans le but de remplir une fonctionnalité particulière. Ces matériaux sont constitués d'une ou plusieurs phases discontinues appelées "renforts", réparties dans une phase continue appelée "matrice" [16]. Le rôle des renforts est d'assurer la tenue mécanique. La matrice, quant à elle, assure la cohésion entre les renforts de manière à redistribuer les sollicitations. Elle permet également de protéger les fibres de l'environnement extérieur [17].

1.1 Contexte général

On peut difficilement aborder une question touchant aux matériaux composites sans évoquer, à titre illustratif, le domaine aéronautique. D'ailleurs, le composite étudié dans le cadre du présent mémoire est dédié à ce secteur.

Avec plus de 1.5 millard de passager en 2003, 3.4 milliards en 2014, 6.7 milliards en 2032 et peut-être 16 milliards en 2050, l'incroyable croissance du trafic aérien mondial semble infini [18]. Toutefois, cette utilisation massive du transport aéronautique s'accompagne d'importantes émissions de CO_2 . En 2010, l'aviation civile représentait déjà 2.5% des émissions de CO_2 mondiale [19].

Des études ont montré que parmi les différentes étapes du cycle de vie d'un avion [2], c'est l'utilisation de l'appareil qui est la plus énergivore. Plusieurs stratégies peuvent être mises en place afin de réduire cette composante. L'une d'entre elles consiste à jouer sur le choix des matériaux. En réduisant la masse des appareils, la consommation de kérosène et donc les émissions de CO_2 sont réduites.

Il est cependant important que les matériaux, quoique allégés, conservent une bonne rigidité. Cette idée est reprise sur la figure 1.1 où les différents matériaux sont positionnés selon leur rigidité et leur densité. Si le but est de maximiser le rapport E/ρ, l'analyse du diagramme met en évidence que le matériau le plus performant devrait se trouver dans le coin supérieur gauche. Toutefois dans cette zone, la carte est démunie de matériau brut. La solution pour atteindre un rapport qu'aucun matériau brut ne possède est de combiner

deux ou plusieurs matériaux pour ainsi former un matériau composite présentant les propriétés souhaitées. C'est dans ce contexte que les matériaux composites ont été introduits dans le domaine de l'aéronautique.

Depuis un certaine nombre d'années, la proportion de matériaux composites présente dans les avions n'a fait qu'augmenter. Ainsi, par exemple, dans l'airbus A380 dont le premier vol date de 2005, les matériaux composites ne représentaient que 25% du poids total de l'appareil ; dans l'airbus 350 XWB sorti en 2013, les matériaux composites représentent 53% en poids [3].

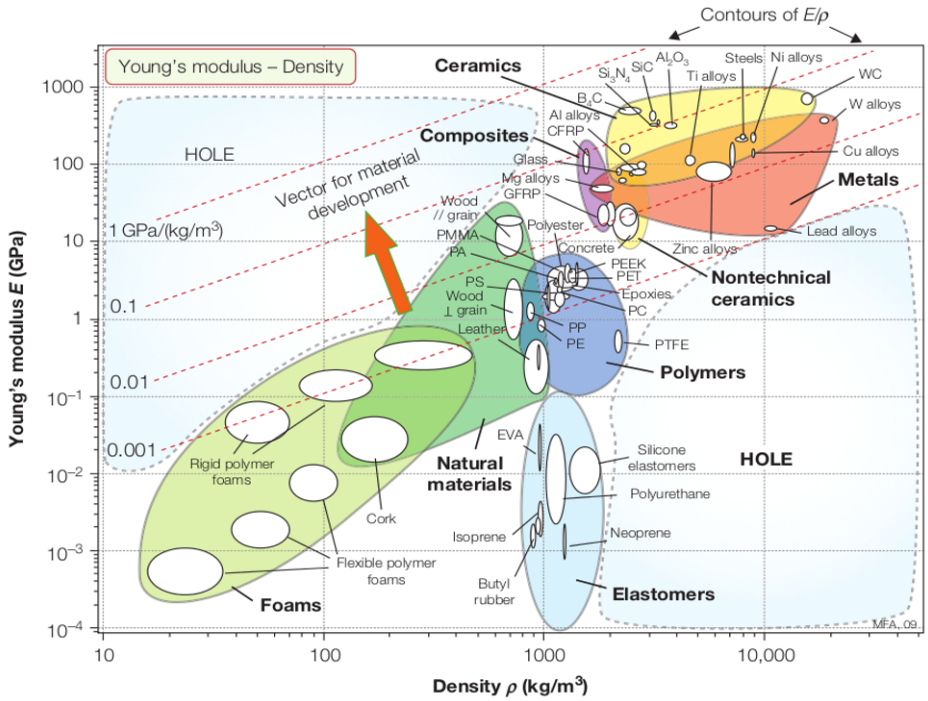


FIGURE 1.1 – Carte reprenant la rigidité en fonction de la densité des matériaux [2].

Les propriétés mécaniques d'un matériau composite dépendent de la rigidité et de la résistance des renforts et de la matrice mais également de la cohésion entre les différentes phases. En effet, l'interface influence non seulement les propriétés de résistance, mais joue également un rôle dans le comportement à la rupture et à la fatigue du composite. Ceci sera expliqué plus en détail au chapitre 2. Dans ce contexte, il est important de pouvoir caractériser l'interface. C'est à cette question qu'est consacré le présent mémoire.

1.2 Objectifs de ce mémoire

Le présent mémoire a pour but d'étudier les propriétés mécaniques de l'interface fibre-matrice d'un composite à matrice époxy renforcé en fibres longues de carbone (CFRP). Pour ce faire, des essais de push-out et de push-in ont été réalisés par nanoindentation. L'objectif de ces essais est de déterminer la résistance au cisaillement de l'interface, paramètre affectant la résistance du composite lors de son utilisation.

Ces essais étant nouvellement développés à l'UCL, certains aspects sont susceptibles d'être affinés. Un des objectifs du présent mémoire est donc de tenter d'améliorer la méthodologie de l'essai de push-out. Cette question sera développée après avoir évoqué, dans le chapitre intitulé "état de l'art", la littérature qui y a déjà été consacrée.

Dans un second temps, les différents matériaux utilisés seront décrits ainsi que les différentes étapes-clefs de la mise en place de l'essai de push-out et accessoirement de push-in. Une attention sera également portée aux caractéristiques des différentes appareils utilisés dans le cadre du présent mémoire.

La caractérisation de l'interface peut se faire via des essais expérimentaux mais également à l'aide d'essais numériques. Les uns et les autres offrent des avantages différents et sont donc complémentaires.

Les essais expérimentaux permettent de tenir compte de tous les effets en présence mais il est plus difficile de tirer des conclusions car l'incidence des différents paramètres sur les résultats est mal connue.

Les modèles numériques par contre permettent un meilleur contrôle des paramètres qui interviennent lors des essais. Pour le modèle numérique, le logiciel d'éléments finis ABAQUS sera utilisé. On peut dés à présent relever que mettre sur pied un modèle numérique permettant de rendre compte de toutes les observations expérimentales, est toutefois une opération délicate.

Les chapitres intitulés "résultats expérimentaux" et "simulations" visent à présenter les résultats des recherches. Il y sera principalement question de l'effet de la densité, de la vitesse de chargement et du fluage sur le comportement de l'interface.

Finalement, un dernier chapitre sera consacré à la confrontation et à la discussion des différents résultats.

2 État de l'art

Le présent chapitre a pour but de présenter l'état des recherches et des connaissances à propos de quelques éléments-clés du présent mémoire. Après avoir évoqué trois éléments essentiels des matériaux composites, à savoir la matrice, les renforts et l'interface, nous évoquerons les essais permettant, de manière générale, de caractériser l'interface avant de décrire de manière plus précise, la nanoindentation, les essais push-out et push-in ainsi que la méthode numérique.

2.1 Les matériaux composites

Nous avons défini un matériau composite comme étant une combinaison de deux ou plusieurs matériaux non miscibles mis ensemble dans le but de remplir une fonctionnalité particulière.

Historiquement, le premier matériau composite, le torchis, est apparu il y a plus de 5000 ans. Par la suite, d'autres composites ont vu le jour comme l'imperméable (association de caoutchouc et de coton) inventé en 1823 par Charles Macintosh ou le béton armé, breveté en 1892 par François Hennebique [20] . A partir de la Première Guerre mondiale, les matériaux composites ont vu leurs développements et leurs utilisations augmenter de manière considérable. En effet, à cette époque, se posait par exemple la question de l'allègement des véhicules militaires car des avions et des hélicoptères plus légers permettaient de transporter davantage [21].

Á partir du $XX^{ème}$ siècle, les matériaux composites apparaissent comme une classe de matériaux à proprement parler. Aujourd'hui, le marché des matériaux composites ne se distingue pas de celui des matériaux métalliques par son chiffre d'affaires, mais plutôt en terme d'innovations technologiques. Dans ce contexte, les matériaux composites à haute performance ont vu leurs applications augmenter non seulement dans le secteur de l'aérospatial, mais également dans des domaines tels que l'aéronautique, la construction navale, l'industrie du sport, le biomédical, l'électronique, le génie civil... [16] .

Les matériaux composites offrent un grand nombre d'avantages [2], [22]. Premièrement, ils permettent d'obtenir un matériau sur mesure grâce à un choix judicieux des constituants, de leur proportion et de l'orientation des renforts comme cela a été signalé dans l'introduction (figure 1.1). Deuxièmement, les matériaux composites possèdent généralement une bonne tenue à la fatigue tout en étant légers. Troisièmement, les matériaux composites, contrairement aux métaux, ne se corrodent pas.

Les matériaux composites n'offrent cependant pas que des avantages [23] ,[24], [25]. Premièrement, la caractérisation de leur comportement est complexe. En effet, les structures composites sont réalisées à l'aide de stratifiés qui sont eux-mêmes obtenus à partir d'un empilement de plis présentant des fibres d'orientations différentes . Deuxièmement, ils possèdent une mauvaise résistance à l'impact et une faible énergie de déformation à la rupture. La mise en œuvre de réparations est également complexe et, comparativement aux matériaux classiques, les matériaux composites présentent un coût beaucoup plus élevé : pour les matériaux composites, il faut compter entre 3 et 38 euros le kilo en fonction des performances requises alors que les matériaux plus traditionnels coûtent généralement entre 1.5 et 5 euros par kilo . Les matériaux composites ne sont donc utilisés que lorsque le gain de masse en vaut la peine commercialement.

2.1.1 La matrice et les renforts

Comme dit précédemment, le comportement des matériaux composites est complexe et avant de pouvoir caractériser le comportement de la structure, il est important de bien comprendre le comportement mécanique des entités de plus petite échelle, à savoir un stratifié et un pli individuel.

Dans la caractérisation du pli, une bonne compréhension du comportement de l'interface est indispensable. Pour ce faire, les choix de la matrice et des renforts sont délicats car ils auront un impact direct sur l'interface. Dans cette section, les caractéristiques de la matrice et des renforts sont discutées.

La matrice

Le rôle de la matrice dans les matériaux composites est de protèger les fibres et d'assurer le transfert de la charge d'une fibre à l'autre [3]. Le choix de la matrice est donc important.

Dans ce choix, les critères qui interviennent sont notamment une viscosité adéquate pour la mise en œuvre, une masse volumique faible, une déformabilité suffisante et une compatibilité satisfaisante vis-à-vis des fibres [16].

Dans un grand nombre d'applications actuelles, l'option retenue est d'utiliser pour des composites à haute performance une matrice polymère thermodurcissable ou thermoplastique.

Une résine thermodurcissable est constituée de chaînes linéaires réticulées entre elles. Les chaînes sont liées dans l'espace par des liaisons fortes de type covalent. Il s'agit donc d'un réseau tridimensionnel insoluble et infusible [26]. Les résines thermodurcissables sont les résines les plus utilisées car elles présentent de faibles prix et une mise en œuvre facile tout en possédant de bonnes propriétés mécaniques. Cependant, une fois mises en forme, elles ne peuvent plus être modifiées, ce qui implique qu'elles ne peuvent donc pas être recyclées [3].

Une résine thermoplastique est constituée de chaînes linéaires ou ramifiées à liaisons covalentes. Ces chaînes sont liées entre elles par des liaisons faibles de type Van der Waals et hydrogène par exemple. Les thermoplastiques peuvent donc être dissous dans certains solvants et se ramollissent à la chaleur [26]. Les résines thermoplastiques présentent comme avantages une meilleure tenue aux chocs et à l'endommagement que les résines thermodurcissables. De plus, un recyclage est possible. Cependant, la viscosité des polymères thermoplastiques est souvent élevée ce qui rend leur mise en œuvre plus difficile.

Dans des situations où le matériau est soumis à de très hautes températures, une matrice métallique, céramique ou en carbone sera privilégiée. En effet, ces matériaux peuvent résister à des températures allant respectivement jusqu'à 800, 1500 et 3315 C°alors que les matrices polymères présentent une température d'utilisation inférieure à 400 C°[3].

Les renforts

Le rôle des renforts est d'assurer la tenue mécanique du matériau. Les renforts sont généralement en carbone, en verre, en bore, en carbure de silicium ou en kevlar [22].

La géométrie des renforts est variée. En effet, ceux-ci peuvent se présenter sous la forme de particules ou de fibres et ces dernières peuvent adopter différents agencements : aléatoire, linéique, surfacique, multidirectionnel...[17]. Ceci est repris à la figure 2.1.

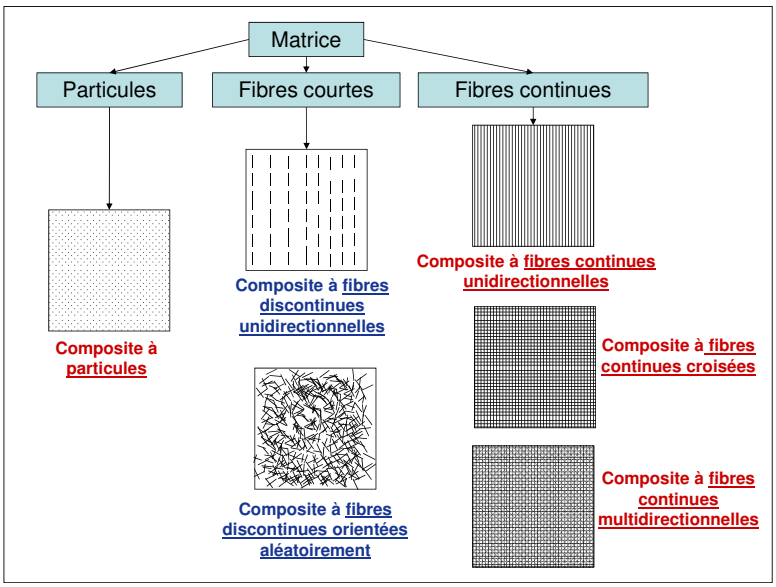


FIGURE 2.1 – Différentes géométries et dispositif des fibres au sein de la matrice [3]

Selon Bathias et al. [16], la forme de fibre a comme avantage qu'elle offre une meilleure résistance à la rupture qu'une autre forme. Ceci s'explique par le fait que la résistance à la rupture n'est pas une propriété intrinsèque du matériau mais dépend des défauts présents à la surface ou dans le volume dans la mesure où ils génèrent des concentrations

de contraintes. Or, lors de l'étirement de la matière pour obtenir des fibres, il se produit un mouvement important de la matière depuis l'intérieur vers la surface, ce qui efface les défauts de surface. De plus à longueurs égales, contrairement à d'autres formes, le volume est nettement réduit, ce qui diminue la probabilité de trouver des défauts au sein de la fibre.

2.1.2 La caractérisation de l'interface

Aujourd'hui, les objets de la vie quotidienne sont rarement constitués d'un matériau homogène à l'échelle macroscopique et microscopique. En effet, afin qu'ils répondent à leur fonctionnalité, il est souvent nécessaire d'utiliser des matériaux composites, des assemblages collés, des revêtements, des multicouches...Il en va de même pour les applications technologiques de pointe. Par exemple, les alliages métalliques à hautes performances sont quasiment tous renforcés par des précipités de tailles diverses. Leur présence fait obstacle aux déplacements des dislocations qui accompagnent la plasticité, mais favorise l'amorçage des fissures. Dans tous les cas, l'une des conditions nécessaires au maintien de la fonction principale du matériau est une résistance suffisante des interfaces [27]. La caractérisation de l'interface est donc une question de recherche récurrente.

Dans les matériaux composites, l'interface fibre/matrice joue un rôle clef pour obtenir de bonnes propriétés mécaniques. Par exemple, le transfert de charges de la matrice ductile vers la fibre rigide se fait via l'interface [1]. Notons également que les fibres et la matrice présentent des coefficients d'expansion thermique différents. Par conséquent, lors de la mise en œuvre, le refroidissement va induire des contraintes radiales à l'interface qui peuvent affecter la résistance à la rupture [28]. L'interface n'influence donc pas uniquement les propriétés de résistance, mais joue également un rôle dans le comportement à la rupture et à la fatigue du composite.

La mesure des propriétés micro-mécaniques de l'interface reste un challenge important. D'une part, il s'agit de travailler à très petite échelle, de l'ordre du micron et d'autre part, la notion d'interface est relativement floue. En effet, la zone "interface" n'existe pas en soi, mais se forme lors de la mise en œuvre du composite. La figure 2.2 met en évidence les différents effets chimiques et mécaniques qui permettent d'assurer une bonne cohésion entre la fibre et la matrice.

La résistance au cisaillement de l'interface (*The interface shear strength (IFSS)*) est reconnue comme étant la meilleure valeur pour caractériser une interface. Cependant, à l'heure actuelle, il n'y a toujours pas de procédure standardisée pour sa mesure [10].

Dans un premier temps, des tests sollicitant l'interface via un chargement en cisaillement ont été menés. Il s'agissait d'essais réalisés sur le composite macroscopique, ce qui est plus facile à mettre en œuvre. Cependant, ceux-ci ne fournissent des renseignements qu'à l'échelle macroscopique [1]. Pour remédier à ce problème, des tests microscopiques ont été mis en œuvre afin de caractériser directement l'interface. Actuellement, un certain nombre d'essais ont vu le jour dont notamment : l'essai de microbond, l'essai de fragmentation, l'essai de push-out et l'essai de push-in.

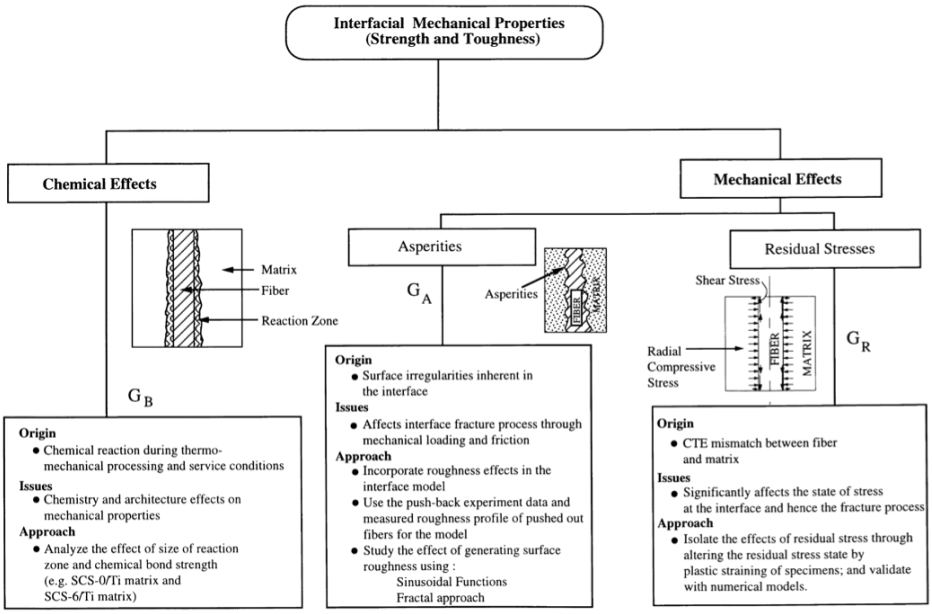


FIGURE 2.2 – Les effets chimiques et mécaniques qui assurent la cohésion entre la fibre et la matrice [4]

L'essai microbond

Le premier essai est l'essai de microbond développé par Miller and al. [29]. Celui-ci consiste à couler une goutte de matrice sur la fibre. Une fois consolidée, la matrice est cisaillée par la fibre et vice-versa, en tirant sur la fibre tout en retenant la gouttelette, comme le montre la figure 2.3.

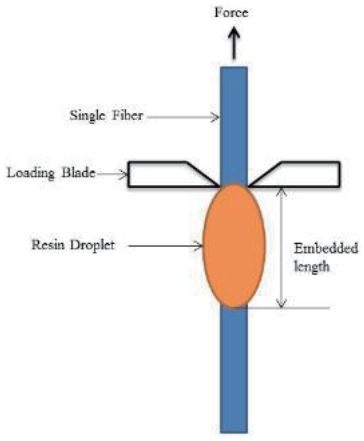


FIGURE 2.3 – Microbond Test [5]

L'essai de fragmentation

Le deuxième essai est un essai de fragmentation développé par Kelly et Tyson [29]. Celui-ci consiste à encapsuler une fibre dans une matrice de polymère présentant une résistance à la traction plus grande que celle de la fibre. L'échantillon est ensuite soumis à un essai de traction. La fibre va alors se rompre là où la contrainte atteint la résistance à la traction. En ces endroits, la contrainte va brutalement chuter à zéro. Cependant, étant donné que le cisaillement de la matrice reste constant, les contraintes au sein des fragments de fibres vont augmenter, ce qui induit une fragmentation de plus en plus petite de la fibre. Ceci se répète jusqu'à ce que les fragments atteignent une longueur qui est telle que le transfert de contraintes à travers l'interface devient trop faible pour que la contrainte à la rupture soit à nouveau atteinte au sein de la fibre. Cet essai est représenté sur la figure 2.4.

La résistance de l'interface au cisaillement est définie par la formule suivante :

$$\tau = \frac{\sigma_{fu} d}{2 * l_c}$$

Où d est le diamètre de la fibre, σ_{fu} est la contrainte à la rupture d'une fibre de longueur égale à la longueur critique l_c. Ohsawa et al. [30] ont démontré que cette longueur critique valait :

$$l_c = \frac{4}{3}\Gamma$$

Où Γ est la longueur moyenne des fragments.

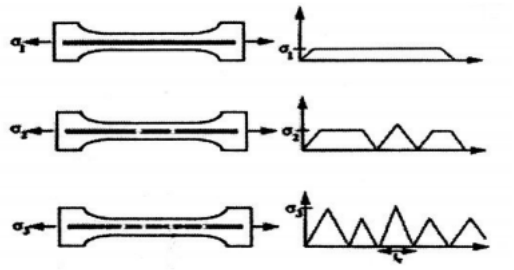


FIGURE 2.4 – Test de Fragmentation [6]

L'essai de push-out

Les essais de push-out et de push-in seront développés plus en détails dans la section suivante, seul un premier aperçu en est donné ici. L'essai de push-out développé par Marshall [29] et présenté sur la figure 2.5, consiste à placer un échantillon de composite de très fine épaisseur (typiquement inférieure à 100 μm) sur un porte-échantillon, avec un trou en dessous de la fibre sollicitée. Cette dernière est ensuite chargée via un indenteur instrumenté. Il en résulte une décohésion de l'interface fibre/matrice suivie du push-out de la fibre. Tout au long du chargement, la courbe force-déplacement est enregistrée, ce qui permet d'extraire les paramètres liés à l'interface [9].

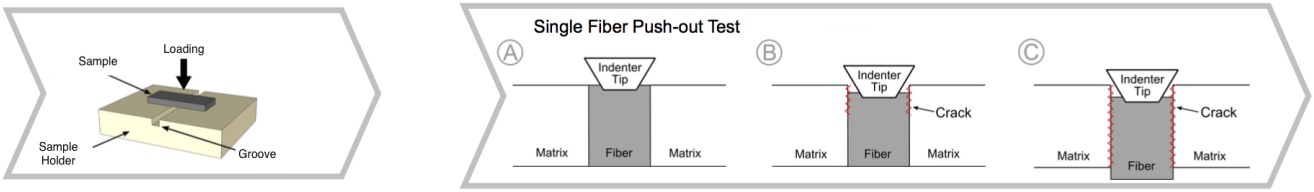


FIGURE 2.5 – Les différentes étapes lors d'un essai de Push out [7]

L'essai de push-in

Le dernier essai est l'essai de push-in. Celui-ci ressemble fortement à l'essai de push-out à quelques différences près. Premièrement, lors d'un essai de push-in l'échantillon est placé sur un support comme montré sur la figure 2.11. Une fibre est ensuite chargée à l'aide d'un indenteur dans le but d'atteindre la décohésion de l'interface. Toutefois, si l'échantillon est épais, la décohésion de l'interface n'a généralement lieu que sur une petite partie de la hauteur. Le cas échéant, une fois que la décohésion s'est faite sur toute l'interface, la fibre est soumise à une compression importante et finit par se casser. Le gros avantage de la méthode de push-in est la préparation des échantillons qui est beaucoup moins fastidieuse que dans le cas du push-out car les échantillons peuvent être relativement épais. Par rapport aux essais de push-out, ces essais fournissent cependant moins d'informations sur l'interface.

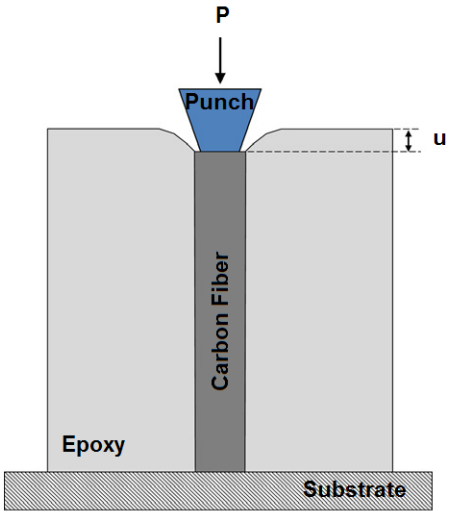


FIGURE 2.6 – Essai de push-in [8]

Les avantages et les désavantages

Ces quatres tests présentent des avantages et des désavantages différents [1] : les essais de microbond et de fragmentation sont relativement faciles à mettre en œuvre. Toutefois, leur gros inconvénient est la difficulté de transférer les résultats au modèle macroscopique, car ils sont réalisés sur un composite à une fibre. Les essais de push-out et de push-in quant à eux sont réalisés certes sur une seule fibre, mais à partir d'un échantillon macroscopique du composite. Ils permettent donc de prendre en compte la présence des autres fibres.

Dans le cas du push-out, la préparation de l'essai est par contre plus délicate puisqu'il s'agit d'obtenir un échantillon d'épaisseur inférieure à $100\mu m$.

2.2 La nanoindentation, les essais de push-out et de push-in

Un test de nanoindentation consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie connue en fonction de la charge appliquée [31]. Pour éviter que l'indenteur ne se déforme, il est conventionnellement fait en diamant et présente une pointe de forme sphérique ou pyramidale.

La nanoindentation est devenue un outil incontournable pour la détermination locale des propriétés mécaniques des matériaux. L'objectif de la majorité des essais de nanoindentation est de déterminer la dureté et le module élastique du matériau testé. Cependant, étant réalisée à très petite échelle, la nanoindentation permet également de détecter des phénomènes discrets tels que l'activation des dislocations, la localisation du cisaillement sous forme de bande ou une transformation de phase [32]. Dans le cadre du présent mémoire, la nanoindentation ne sera pas utilisée pour atteindre l'un de ces objectifs, mais pour caractériser l'interface entre la fibre et la matrice dans les matériaux composites. Tout ceci se fait sur base de la courbe force-déplacement, acquise lors d'un cycle de charge-décharge.

2.2.1 Interprétation de la courbe force-déplacement pour un essai de push-out .

Une courbe typique force-déplacement pour un composite à matrice polymère et céramique est présentée à la figure2.7.

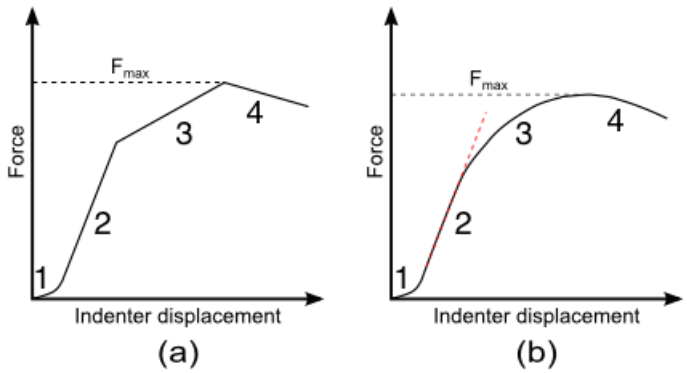


FIGURE 2.7 – Courbe force-déplacement pour un composite à matrice céramique (a) et à matrice polymère (b)[9]

Aujourd'hui, dans la littérature [15], [1] la courbe force-déplacement correspondant à un composite à matrice céramique est interprétée de la manière suivante : la courbe

présente initialement une zone non linéaire, qui correspond à l'établissement du contact indenteur-fibre (zone 1 sur la courbe à gauche de la figure 2.7). Par la suite, la courbe montre une relation force-déplacement linéaire qui correspond au chargement élastique du système avec une interface parfaite (zone 2). Lorsque la force augmente, il s'en suit une modification abrupte de la pente. Ce changement est interprété comme l'initiation de la fissure suivie de sa propagation jusqu'à ce que la force maximale soit atteinte (zone 3). Celle-ci est synonyme de décohésion complète de la fibre et la matrice. La force ressentie par l'indenteur chute alors brutalement. La dernière partie de la courbe est associée au glissement fibre/matrice (zone 4).

Cette interprétation ne tient pas compte des déformations plastiques de la fibre et de la matrice. Selon Jäger and al. [1], ces contributions sont effectivement négligeables lorsque la matrice est une céramique. Pour les polymères par contre, leur comportement ductile a un impact sur la courbe force-déplacement. Pour le démontrer, ils ont mené une étude microscopique au sein de laquelle les déformations résiduelles après déchargement sont mesurées sur la partie supérieure et inférieure d'un échantillon composite à matrice polymère et céramique. Cette étape est réalisée pour différents déplacements de l'indenteur. Ils ont pu observer qu'au niveau du composite à matrice polymère, les déformations résiduelles augmentaient continuellement avec la charge aussi bien au niveau de la face supérieure et inférieure de l'échantillon. Du côté de la matrice céramique par contre, les contraintes résiduelles n'augmentent qu'au niveau de la face supérieure. Les déformations résiduelles sur la face inférieure de l'échantillon existent parce que la matrice se déforme plastiquement.

Concernant la courbe force-déplacement, Jäger and al.[1] ont démontré, grâce à des simulations, que le début de la non-linéarité (zone 3 sur la courbe de droite de la figure 2.7) correspondait au début de la déformation plastique du système et que l'initiation de la fissure ne correspondait à aucun point particulier sur la courbe force-déplacement. Dans un premier temps, un modèle purement élastique avec endommagement a été envisagé. La courbe force-déplacement ainsi obtenue (figure 2.8) présente, après une partie linéaire, une non-linéarité qui correspond à l'initiation et la propagation de la fissure. En effet, la fissuration cause un découplage mécanique partiel de la fibre et de la matrice, ce qui cause une diminution de la raideur du système. Ceci se produit bien après que le début de la non-linéarité sur la courbe expérimentale ait commencé. Pour le second modèle, l'endommagement a été négligé, mais une loi élastoplastique a été introduite pour la matrice. Dans le cas présent, la courbe force-déplacement colle avec la courbe expérimentale jusqu'à un déplacement correspondant au début de la non-linéarité du modèle précédent. Pour coïncider parfaitement avec la courbe expérimentale, il est nécessaire d'utiliser un modèle élastoplastique avec endommagement. Le début de la non-linéarité correspond donc au moment où le système commence à se déformer plastiquement.

Toutefois, ce n'est pas parce que l'initiation de la fissure ne correspond à aucun point particulier de la courbe force-déplacement qu'il n'est pas possible de déterminer le déplacement de l'indenteur correspondant à l'initiation de la fissure. Pour ce faire, Jäger and al. [1] ont réalisé un ensemble de cycles de charge-décharge. Pour chaque cycle, ils ont pu déterminer la contribution de l'énergie élastique, plastique et du travail de friction. L'énergie élastique correspond à l'énergie sous la courbe de décharge, le travail de friction

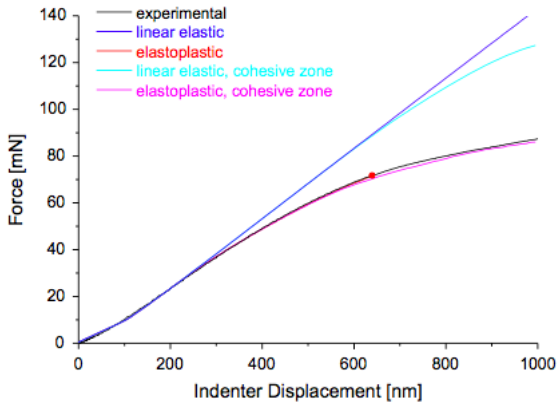


FIGURE 2.8 – Courbe force-déplacement pour différents modèles [1].

(dû non seulement au frottement entre la fibre et la matrice, mais aussi au frottement entre l'indenteur et la fibre) correspond à l'aire comprise entre la courbe de décharge et de recharge. Finalement, l'énergie plastique correspond à l'aire restante comme le montre la figure 2.9 . Par la suite, lorsque l'énergie plastique totale (c'est-à-dire l'énergie plastique accumulée) est portée sur un graphe en fonction du déplacement de l'indenteur, il est possible de déterminer le déplacement correspondant à l'initiation de la fissure. L'énergie plastique peut être due à la déformation plastique de la fibre et de la matrice ainsi qu'à l'initiation et la propagation de la fissure.

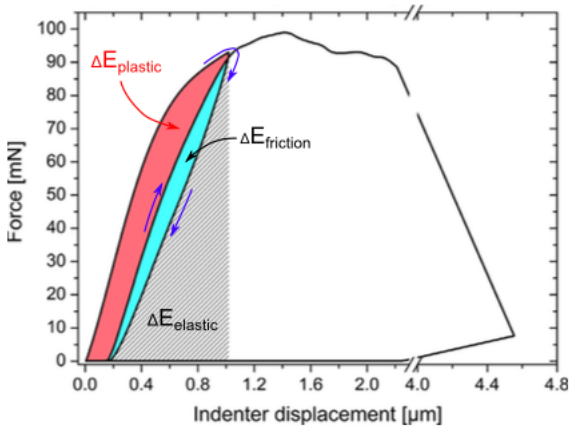


FIGURE 2.9 – Contribution de l'énergie élastique, du travail de friction et de l'énergie plastique pour un cycle de charge-décharge [1]

Le graph 2.10 présente une augmentation linéaire de l'énergie plastique totale. Cette linéarité est attribuée à un processus stable de consommation d'énergie qui selon Jäger and al. [1] ne peut être attribué qu'à une propagation stable de la fissure. En d'autres mots, l'énergie plastique totale augmente linéairement dès que l'énergie associée à la propagation de la fissure devient la contribution dominante. Notons que dès que la fissure est initiée, cette contribution apparaît, bien qu'au début elle ne soit pas dominante. Graphiquement, le déplacement de l'indenteur correspondant à l'initiation de la fissure s'obtient

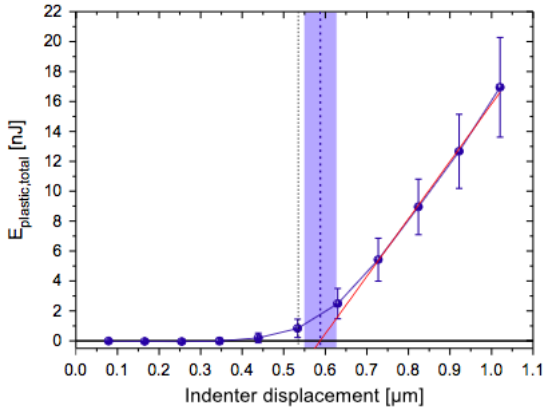


FIGURE 2.10 – L'énergie plastique totale en fonction du déplacement de l'indent [1]

donc en extrapolant cette partie linéaire jusqu'à ce que l'énergie plastique totale soit nulle.

Finalement, Mueller et al. [9] ont démontré que toutes les pointes d'indentation ne convenaient pas pour les essais de push-out. Dans leur étude, ils ont réalisé sur un même échantillon des tests de push-out à l'aide de deux indenteurs de géométries différentes : un indenteur Berkovich (avec un angle d'ouverture de 142.3 °) et un indenteur Flat-end (avec un angle d'ouverture de 38.3 °). Via une analyse microscopique, ils ont pu démontrer que les tests réalisés à l'aide de l'indenteur Berkovich devaient être invalidés. En effet,lors de la propagation de la fissure et le push-out de la fibre, l'indenteur chargeait directement la fibre, mais également la matrice, ce qui surestimait les interactions fibre-matrice. Il est donc important de s'assurer que lors des essais d'indentation, l'indenteur ne charge pas la matrice.

2.2.2 Interprétation de la courbe force-déplacement pour un essai de push-in .

La courbe force-déplacement caractéristique d'un essai de push-in sur un composite à matrice polymère est présentée à la figure 2.11. L'interprétation des trois premières zones est identique à celle faite pour les essais de push-out. Les essais de push-in cause une décohésion partielle de l'interface, la force va donc augmenter tant que la charge appliquée augmente. Lorsque la charge appliquée est éliminée, un retour élastique important est observé.

2.2.3 La résistance au cisaillement de l'interface

Au cours des essais, la force maximale correspondant à la force de décohésion de l'interface est facilement identifiable à partir de la courbe force-déplacement. Toutefois, cette force dépend de paramètres géométriques tels que la hauteur de l'échantillon. Pour remédier à ce problème, la grandeur utilisée pour caractériser l'interface fibre-matrice dans les matériaux composites n'est pas la force de décohésion mais la résistance au cisaillement de l'interface . En effet, cette contrainte caractéristique de l'interface permet de comparer

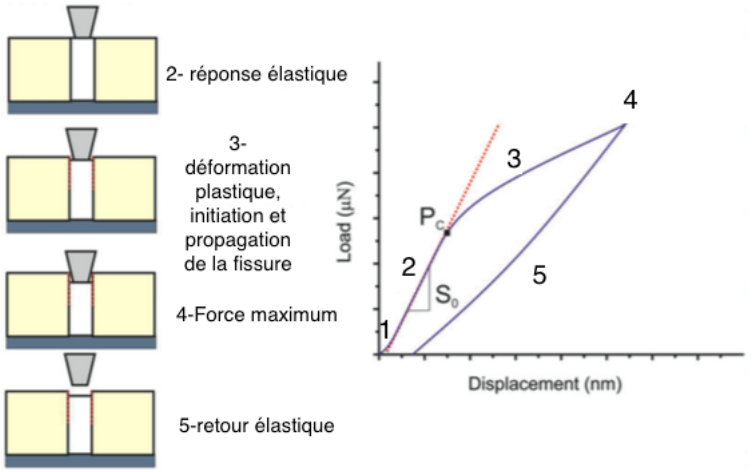


FIGURE 2.11 – Courbe force-déplacement d'un essai de push-in [10].

les performances de deux interfaces même si les essais n'ont pas été réalisés dans les même conditions.

L'analyse théorique de l'essai de push-out reste toutefois un challenge important. Deux grandes approches sont principalement développées dans la littérature. La première est basée sur les contraintes alors que la seconde est basée sur l'énergie.

La première méthode appelée *Shear-Lag Model* est obtenue à partir d'un équilibre de force réalisé au moment du push-out. Ce modèle considère un transfert de charge par cisaillement depuis une fibre infinitivement longue vers une matrice semi-infinie. Toutefois comme la distribution de contraintes le long de l'interface est inconnue, l'évaluation de cette méthode dépend des hypothèses posées concernant la distribution de contraintes [9].

L'expression la plus simple de ce modèle néglige toute considération géométrique et suppose que les contraintes de cisaillement sont homogènes le long de l'interface. La résistance au cisaillement de l'interface est alors calculé de la manière suivante :

$$\tau_{déc} = \frac{F_{max}}{2\pi r H}$$

Où r est le rayon de la fibre et H la hauteur de l'échantillon. C'est ce modèle qui sera utilisé dans le cadre de ce mémoire.

La seconde méthode est basée sur des considérations énergétiques. La ténacité à la rupture de l'interface est une propriété du matériau qui décrit la capacité de l'échantillon à résister à la propagation de la fissure. Celle-ci peut être abordée d'un point de vue énergétique en regardant les flux d'énergie au sein de l'échantillon lors de la propagation de la fissure, c'est-à-dire en regardant comment l'énergie est redistribuée lors de la propagation de la fissure [33]. La ténacité à la rupture de l'interface <G> est donc définie comme le taux de libération de l'énergie de déformation moyennée sur l'aire de la fissure en croissance [9].

$$< G >= \frac{\Delta E_{crack}}{A_{crack}}$$

Où ΔE_{crack} est l'énergie dissipée lors de la propagation de la fissure. Afin d'évaluer le ΔE_{crack}, un chargement sous forme de cycles de charge-décharge est appliqué.

Le travail total effectué sur l'indenteur est égal à la somme des contributions énergétiques dissipatives $\Delta E_{dissipatice}$ et des contributions d'énergie non dissipatives $\Delta E_{non-dissipatice}$.

Les contributions dissipatives comprennent l'énergie de friction $\Delta E_{friction}$ et l'énergie plastique qui se décompose en une composante liée à l'énergie de fissuration ΔE_{crack} et une autre composante liée à l'énergie de déformation plastique ΔE_{Pla}. Les contributions d'énergie non dissipatives comprennent l'énergie de déformation élastique de la fibre et de la matrice. Ceci mène à l'équation :

$$\Delta E_{crack} = W_{ind} - \Delta E_{Plamatrice} - \Delta E_{friction} - \Delta E_{élastique}$$

.

Toutefois, comme expliqué dans la section précédente, une fois que la fissuration est initiée, l'énergie de déformation plastique de la matrice devient négligeable au regard de l'énergie de propagation de la fissure. Ce terme peut donc être négligé.

En faisant l'hypothèse d'une propagation stable de la fissure, l'aire de la fissure stable en croissance A_{crack} est égale à l'aire de la surface latérale de la fibre.

Connaissant ces deux valeurs, la ténacité à la rupture de l'interface peut donc être calculée.

L'avantage de cette méthode est qu'elle ne nécessite aucune hypothèse concernant la distribution de contraintes le long de l'interface. Le désavantage par contre, est qu'elle nécessite de réaliser des cycles de charge-décharge afin de déterminer les différentes contributions d'énergie. Ceci demande une meilleure maîtrise de l'essai de push-out.

2.2.4 Les composants du déplacement de l'indenteur

Au cours d'un essai de push-out, différents phénomènes se produisent à l'échelle microscopique [9]. Lorsqu'un chargement en compression est appliqué sur la fibre, des contraintes de cisaillement apparaissent au niveau de l'interface entre la fibre et la matrice. La matrice et la fibre étant mécaniquement couplées via l'interface, la matrice va également être soumise à des contraintes de cisaillement ce qui induit des déformations élastiques et plastiques. Lorsque la fibre continue d'être chargée, les contraintes à l'interface augmentent et une décohésion apparait là où la contrainte locale atteint la valeur critique d'initiation de la fissure. Par la suite, la fissure s'étend le long de l'interface alors que la fibre et la matrice continuent de se déformer élastiquement et plastiquement. Lorsque la fissure atteint le côté opposé de l'échantillon, la décohésion de l'interface est totale et la fibre se décharge élastiquement vers le bas de l'échantillon. Si la charge est

maintenue et suffisante pour contre-balancer les forces de frottement entre la fibre et la matrice, la fibre est poussée à travers la matrice dans le trou.

Lors du chargement de la fibre, le déplacement de l'indenteur est donc la somme de trois ou quatre contributions (la flexion étant négligée) comme le montre la figure 2.12 :

— déformation plastique de la fibre due à l'enfoncement de la pointe,
— le push-in dû à la déformation élastique de la fibre,
— le push-in dû au cisaillement de la matrice environnante,
— le push-out de la fibre si la décohésion est totale et que la force est maintenue.

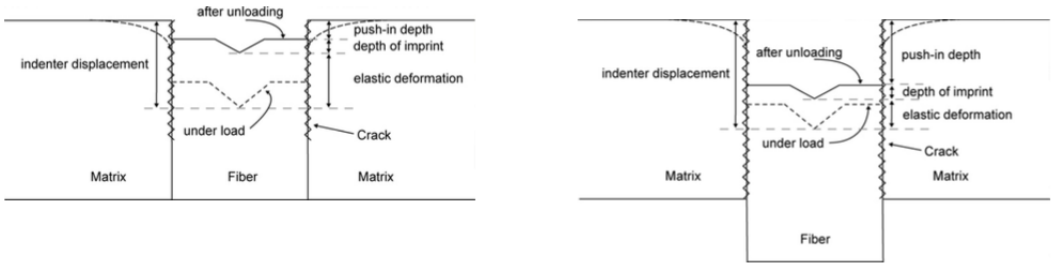


FIGURE 2.12 – Représentation de la déformation plastique et élastique de la fibre et de la matrice [1]

Lors de la décharge de la fibre, si la décohésion est partielle, la fibre déformée se décomprime élastiquement, au même titre que la matrice, vers le haut de l'échantillon. La déformation résiduelle correspond à la déformation plastique de la matrice. Lors d'une décohésion totale, la décharge élastique de l'échantillon ne correspond plus qu'à la décompression élastique de la matrice. Pour rappel, la fibre s'est décomprimée au moment de la décohésion. La déformation résultante correspond à la déformation de la matrice et à l'enfoncement du push-out.

2.3 Les simulations par éléments finis

Réaliser des essais expérimentaux n'est pas la seule manière d'étudier les propriétés d'une interface fibre/matrice. La littérature comprend des études qui ont été menées sur des modèles de simulation utilisant des éléments finis. En effet, il est parfois plus facile de comprendre ce qui se passe à l'échelle microscopique via un modèle numérique. Les résultats obtenus peuvent ensuite être reliés aux données expérimentales.

Toute simulation numérique d'équations aux dérivées partielles passe par une discrétisation tant spatiale que temporelle et une des méthodes les plus utilisées de nos jours est la méthode des éléments finis.

Le principe sous-jacent des éléments finis est la décomposition du volume étudié en éléments, chaque élément nécessitant la construction d'une interpolation polynomiale. Cet ensemble d'éléments est appelé maillage et est à l'origine d'une grande partie du coût de calcul de cette méthode. Ce qui suit est basé sur [34].

Pour construire une interpolation polynomiale sur ces éléments qui peuvent être de longueurs diverses, il est opportun d'établir un isomorphisme entre chaque point x de chaque élément Ω_e et un point ϵ de l'intervalle ouvert $\Omega =]-1, +1[$ qui est appelé espace parent.

Sur cet espace parent, une base de polynômes ϕ_i de degré p est défini. Pour ce faire, p+1 noeuds sont choisis et pour chaque nœud une fonction de base est associée, c'est-à-dire un polynôme de degré p valant l'unité pour le noeud auquel elle est associée et s'annulant aux autres nœuds. Par exemple pour un problème en 1D et pour des polynômes du premier degré, deux nœuds sont définis (ces nœuds peuvent être les extrémités de l'élément, ou des points à l'intérieur des éléments.) et les fonctions de formes sont alors :

$$\phi_1(\epsilon) = (1 - \epsilon)/2$$

$$\phi_2(\epsilon) = (1 + \epsilon)/2$$

L'interpolation u^h de degré p passant par des valeurs nodales U_i^e d'un élément Ω_e s'obtient alors par combinaison linéaire des fonctions de base.

$$u^h(x) = \sum_{i=0}^{p+1} U_i^e \phi_i^e(x) \qquad x \in \Omega_e$$

Où U_i^e sont les valeurs nodales locales inconnues à priori, tandis que les fonctions de forme locales $\phi_i^e(x) = \phi(\epsilon(x))$ sont connues à priori.

Par la suite, il est nécessaire d'écrire une expression sur le domaine Ω plutôt que sur les éléments séparés. Dans cette optique, on associe aux N nœuds, une position X_i^{node} au sein du maillage.

L'interpolation globale u^h peut alors s'écrire,

$$u^h(x) = \sum_{j=1}^{N} U_j \tau_j(x)$$

Où U_j sont les valeurs nodales globales et $tau_j(x)$ sont les fonctions de formes globales.

Par la suite, il résout le système linéaire formé par les valeurs nodales et les fonctions de formes.

Pour la modélisation de l'essai de push-out, un certain nombre d'études ([15], [1]) ont utilisé un modèle avec une zone cohésive.

Utiliser des éléments cohésifs : CFEM est l'une des méthodes qui permettent de modéliser par exemple un joint de faible épaisseur entre deux surfaces ou l'initiation et la propagation d'une fissure à l'interface de deux matériaux. Ceci est valable même si l'épaisseur de l'interface est très petite, voire nulle.

Le comportement des éléments cohésifs est décrit à l'aide d'une loi « traction-séparation » telle que représentée à la figure 2.13. Cette loi décrit le comportement élastique linéaire

avant endommagement, le critère d'initiation de la fissure ainsi que l'évolution de l'endommagement pour une sollicitation donnée. Notons que le vecteur séparation est défini comme le déplacement relatif de nœuds initialement en contact, attachés aux éléments cohésifs.

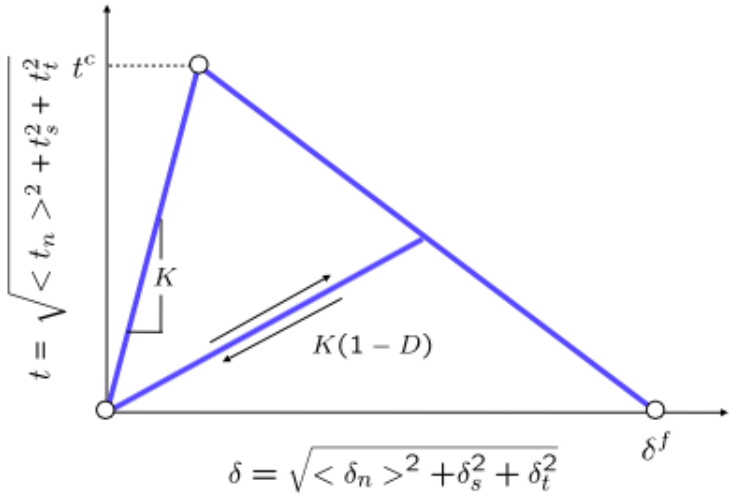


FIGURE 2.13 – Loi traction-séparation sollicitation en traction des éléments cohésifs [8]

La loi de comportement élastique est définie à partir de la matrice de raideur qui permet de relier les déformations nominales aux contraintes nominales. En 2D, le vecteur des déformations nominales présente deux composantes : une déformation normale (ϵ_n) et une déformation de cisaillement (ϵ_s) qui peuvent être définies à partir de la séparation (δ) et de l'épaisseur initiale de la zone cohésive (h_{eff}) :

$$\begin{cases} \epsilon_n = \dfrac{\delta_n}{h_{\text{eff}}} \\ \epsilon_s = \dfrac{\delta_s}{h_{\text{eff}}} \end{cases}$$

Dans les simulations, pour des questions de simplicité, la zone cohésive est souvent définie avec une épaisseur initiale de 1. Ceci même si, par la suite, elle est réduite à zéro. Dans ce cas-là, la séparation et la déformation sont équivalentes et les modules peuvent être directement obtenus à partir de la pente de la première partie de la courbe traction-séparation.

$$\begin{pmatrix} t_n \\ t_s \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} K_{nn} & K_{ns} \\ K_{ns} & K_{ss} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \delta_n \\ \delta_s \end{pmatrix}$$

Les contraintes dans la zone cohésive vont augmenter jusqu'à ce que la contrainte d'initiation de la fissure soit atteinte. En d'autres mots, l'endommagement est initié quand le maximum des rapports des contraintes nominales vaut l'unité, c'est-à-dire :

$$\max \left[\frac{T_n}{T_n^0}, \frac{T_s}{T_s^0} \right] = 1$$

Où T_n^0 et T_s^0 représentent les contraintes normales et de cisaillement au maximum de la loi traction-séparation.

La loi d'évolution de l'endommagement décrit le taux auquel la raideur effective du matériau se dégrade après l'initiation de la fissuration. Pour ce faire, une variable scalaire d'endommagement D est définie.

Lorsque l'endommagement a débuté, la contrainte maximale qui peut être à nouveau atteinte dans la zone cohésive diminue. La nouvelle contrainte maximale est définie à partir de la variable D :

$$\begin{cases} T_n^{\max} = (1-D)T_n^0 \\ T_s^{\max} = (1-D)T_s^0 \end{cases}$$

Avec D qui vaut 0 avant le début de l'endommagement et 1 lorsque l'endommagement est complet.

Finalement, les contraintes dans la zone cohésive peuvent être décrites de la manière suivante :

$$t = \begin{cases} K\delta = \dfrac{T^0}{\delta_{\text{init}}}\delta & 0 \leq \delta \leq \delta_{\text{init}} \\ \dfrac{T^0}{\delta_{\text{fail}} - \delta_{\text{init}}}(\delta_{\text{fail}} - \delta) & \delta_{\text{init}} \leq \delta \leq \delta_{\text{fail}} \end{cases}$$

Lors de la définition de la loi d'évolution de l'endommagement, ABAQUS permet de définir soit la séparation à la rupture soit l'énergie de rupture. La décohésion dans un essai de push-out se fait selon un mode II de rupture soit par cisaillement. En effet, lorsqu'une force de compression est appliquée sur la fibre sollicitée, cela induit des contraintes de cisaillement dans la zone cohésive. L'énergie à la rupture correspond donc à l'aire sous la courbe traction-séparation lorsque la sollicitation est en cisaillement :

$$G_{II} = \frac{1}{2}T_s^0\delta_{fail}$$

3 Matériaux et Méthodes

Le présent chapitre a pour objet de décrire les matériaux qui sont étudiés dans le cadre du présent mémoire, de préciser les opérations préalables à la réalisation des essais de push-out et de push-in et de fournir des indications sur les appareils utilisés dans le cadre de ces essais. Le modèle numérique est également présenté.

3.1 Les matériaux

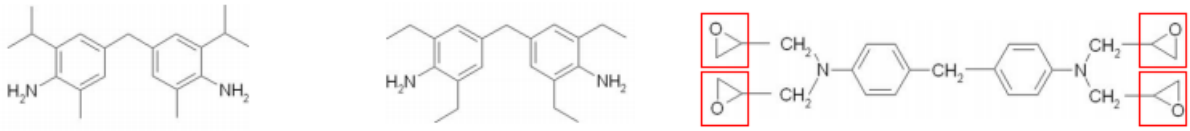
Dans le cadre de ce travail trois composites différents ont été utilisés. Les deux premiers composites sont des composites développés par l'entreprise Solvay. Il s'agit de composites avec des matrices fluorées thermoplastiques différentes qui sont renforcées en fibres courtes de carbone (moins de 1 mm). La densité des fibres est estimée à 5% et le rayon moyen des fibres est de 3.5 μm. Pour des motifs compréhensibles de confidentialité, très peu d'informations nous ont été communiquées à propos de ces composites.

Le troisième composite est un composite à matrice époxy (RTM-6 de Hexcel [11]) renforcé en fibres longues de carbone. La fraction volumique des fibres est estimée à 55%.

Le polymère RTM-6, de la famille des époxies est une résine qui répond aux exigences de l'industrie aérospatiale. Un certain nombre de composites dédiés à ce secteur sont donc réalisés à l'aide de ce type de polymère. Il offre en effet un certain nombre d'avantages comme notamment une faible absorption de l'humidité et une faible viscosité initiale ce qui facilite la mise en œuvre du composite [11].

Le polymère RTM-6 est obtenu à partir d'un pré-mélange de 3 composants. Le premier, représenté à la figure 3.1c est une résine époxy, *TGDMA* présentant 4 groupements époxy (identifiés en rouge sur la figure 3.1c). Les deux autres composants, *MDEA* et *M-MIPA* représentés sur les figures 3.1b et 3.1a sont des durcisseurs. Ceux-ci présentent chacun un groupement diamine aromatique (groupement formé des deux cycles aromatiques et des deux groupements amine). Ces durcisseurs assurent la réticulation via la polyaddition des groupements époxies sur l'azote du groupement amine.

Les fibres de carbone quant à elles, proviennent de l'entreprise Saertex [35] et présentent un rayon moyen de 3.5 [μm]. Les fibres de carbone sont produites en utilisant un procédé d'oxydation contrôlé, de carbonisation (transformation plus ou moins rapide d'une matière organique en carbone sous l'effet de la chaleur [**?**]) et de graphitisation (réorganisation du carbone pour obtenir la structure du graphite sous l'action de la température [36]).



(a) M-MIPA (b) MDEA (c) TGDMA

FIGURE 3.1 – Formule chimique des trois composants de la résine RTM-6 [11]

La mise en oeuvre du composite a été réalisée au sein du laboratoire iMMC (UCL) via un procédé RTM (*resin transfer moulding*). Ce procédé consiste à chauffer la résine jusqu'à 90 °afin de la fluidifier. Une fois qu'elle est sous forme liquide, la résine est injectée dans le moule au sein duquel les fibres de carbone ont été placées au préalable. Il est important que le polymère soit dégazé pour éviter la formation de bulles dans le composite final. Une fois injectée, la réticulation de la résine est assurée via un cycle de chauffe. Les températures ainsi que le temps de maintien de ces dernières sont importantes car elles impactent directement le taux de réticulation du polymère qui influence les propriétés macroscopiques de la matrice et donc du composite. Ces différents paramètres, présentés à la figure 3.2 ont été définis par X. Morelle [12] :

— Le composite est chauffé à une température de 130°et maintenu à cette température pendant 3 heures afin d'activer la réticulation.
— Le composite est ensuite post-durci à 180°pendant 3 heures. Le but de cette étape est d'homogénéiser la réticulation et la polymérisation au sein de l'échantillon.
— Le composite est ensuite refroidi à une vitesse de 2 C ° /*min* jusqu'à la température ambiante .

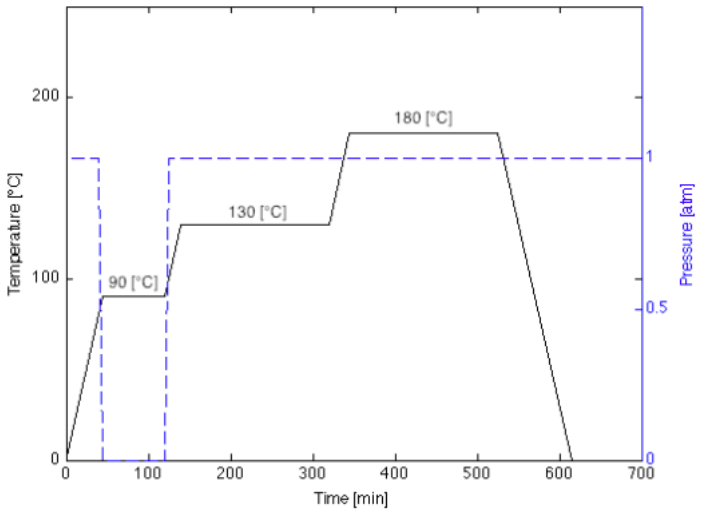


FIGURE 3.2 – Cycle de cuisson pour la résine RTM-6 [12].

Ce traitement thermique permet d'obtenir un composite présentant un taux de réticulation de 95%.

Les propriétés des différents constituants ainsi que les propriétés homogénéisées du composite sont présentées au tableau 3.1.

Propriétés	Résine RTM6	Fibre de carbone	Composite RTM6/HTA
Module de Young [GPa]	E = 2.76	$E_{11} = 235$ $E_{22} = 19.1$ $E_{33} = 19.1$	$E_{11} = 163$ $E_{22} = 6.8$ $E_{33} = 6.8$
Coéfficient de Poisson	$\nu = 0.38$	$\nu_{12} = 0.28$ $\nu_{13} = 0.246$ $\nu_{23} = 0.33$	$\nu_{12} = 0.32$ $\nu_{13} = 0.479$ $\nu_{23} = 0.55$
Coéfficient de cisaillement $[GPa]$	$G = \frac{E}{2(1+\nu)}$	$G_{12} = 7.2$ $G_{13} = 24$ $G_{23} = 24$	$G_{12} = 3.5$ $G_{13} = 3.5$ $G_{23} = 2.7$

TABLE 3.1 – Caractéristiques matériaux du composites RTM6/HTA et de ses composants [1].

3.2 Les méthodes expérimentales

3.2.1 Préparation des échantillons

La préparation des échantillons utilisés pour les essais de push-out est relativement délicate. Ceci principalement car les deux faces des échantillons doivent être polies et parce que l'épaisseur des échantillons doit être la plus faible possible. En effet, l'approximation la plus simple est de considérer que lors des essais de push-out les contraintes de cisaillement sont homogènes le long de l'interface et valent $< \tau >= \frac{F}{2\pi rh}$, les $<>$ signifient qu'il s'agit d'une contrainte moyenne. Pour parvenir à la rupture de l'interface, cette contrainte doit atteindre la contrainte critique de cisaillement, caractéristique de l'interface. Par conséquent, plus h est élevé plus F doit être grand pour atteindre cette valeur. Cependant si la force est trop élevée, il y a un risque d'induire des contraintes de compression importantes dans le haut de la fibre qui pourrait alors se rompre. Il convient donc de travailler avec des échantillons présentant une épaisseur inférieure à 100 μm. Ceci complique et allonge considérablement le temps de préparation des échantillons.

Les deux grandes étapes réalisées lors de la préparation des échantillons sont représentées à la figure 3.3. Toutefois de par la taille et les formes différentes des échantillons macroscopiques, la préparation des échantillons est quelque peu différente selon le type de composite. Les deux sections suivantes sont consacrées à la préparation de chacun d'eux.

Composite RTM-6 à fibres longues de carbone

Dans un premier temps, le composite est découpé perpendiculairement aux fibres en fines tranches de 0.5 mm d'épaisseur à l'aide d'une micro-tronçonneuse *Struers Accutom-5*. Ces tranches sont ensuite polies à l'aide d'une polisseuse automatique *Allied*.

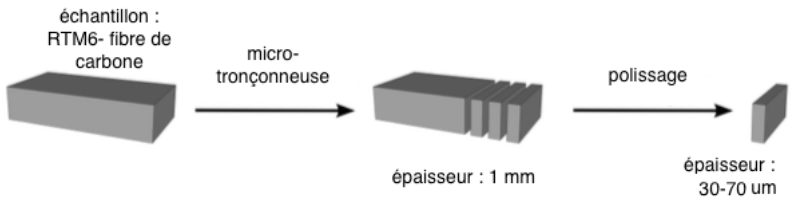


FIGURE 3.3 – Les grandes étapes pour la préparation des échantillons. Adapté de [1]

Les objectifs du polissage sont d'une part de réduire l'épaisseur de l'échantillon et d'autre part d'obtenir une surface la plus lisse possible. Si la surface n'est pas bien lisse, lorsque la fibre est indentée, il y a un risque que le contact entre l'indenteur et cette dernière ne soit pas plan. Deuxièmement, il est important de polir les deux faces de l'échantillon car si de petits résidus de matrice viennent recouvrir la fibre, lors du chargement de cette dernière, ils vont causer une résistance supplémentaire au push-out, ce qui est de nature à fausser les résultats.

Le polissage est effectué en trois étapes :

— Le pré-polissage permet de réduire l'épaisseur de l'échantillon. L'abrasion se fait grâce à des particules de carbure de silicium incrustées dans les tapis de pré-polissage.
— Le polissage permet d'obtenir une surface plane et lisse. L'abrasion est réalisée à l'aide de particules de diamant. Les particules présentent une granulométrie décroissante au cours des différentes étapes de polissage.
— L'OP-S permet d'obtenir des échantillons entièrement exempts de rayures via un polissage aux oxydes [4].

Lors du polissage, l'échantillon est collé sur un porte-échantillon. La colle utilisée est de la wax (mountain wax [37]) présentée sous forme de bâtonnet.

Les caractéristiques à savoir la taille des grains, la nature de l'abrasif, le lubrifiant, le temps de polissage... sont reprises pour les différentes étapes au tableau 3.2.

Etapes	**Grains**	**Abrasif**	**Lubrifiant**	**Rotation (t/min)**	**Temps**
Pré-polissage	600	SIC	eau	>150	1 min
	1200	SIC	eau	>150	2 min
Polissage	9 μm	DP-Spray	Lubrifiant bleu	150	4 min
	9 μm	DP-Spray	Lubrifiant bleu	250	4 min
	3 μm	DP-Spray	Lubrifiant bleu	250	7 min
	1 μm	DP-Spray	Lubrifiant bleu	250	2 min
OPS		OP-S	Pas de Lubrifiant	Lent	2 min

TABLE 3.2 – Caractéristiques des étapes de polissage

Le lubrifiant bleu est un spray à base d'alcool qui assure un bon refroidissement.

L'état de surface après le polissage est présenté à la figure 3.4. La figure 3.5 prise au SEM montre d'une part que l'utilisation de l'OP-S ne semble pas conseillée car des résidus de silice restent à la surface. D'autre part, cette image met en évidence que le polissage au diamant n'est sans doute pas adéquat car il dégrade l'interface. En effet, les particules de diamant vont abraser différemment la matrice et les fibres car celles-ci présentent une ductilité fort différente.

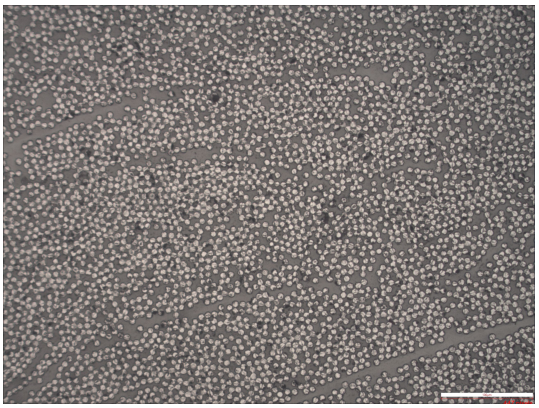


FIGURE 3.4 – État de surface après polissage

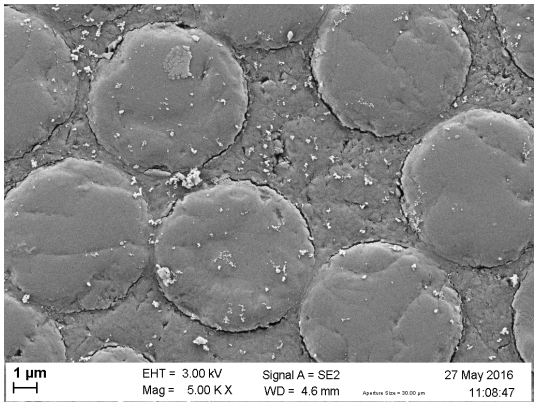
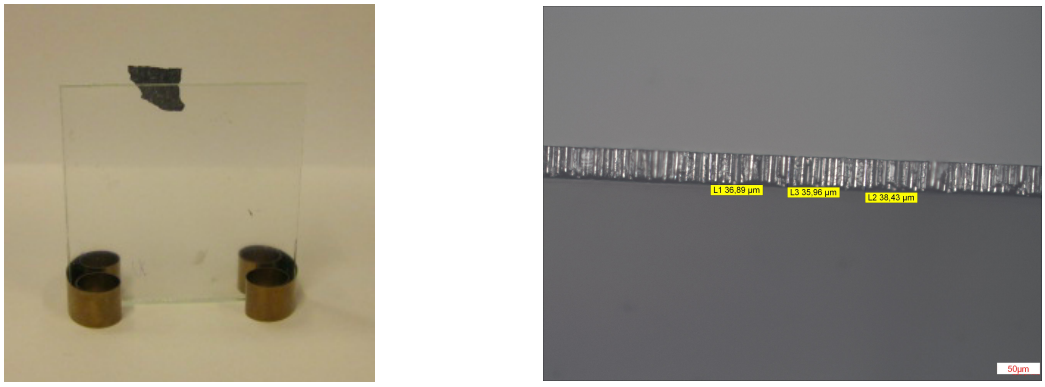


FIGURE 3.5 – État de surface après le polissage. Présence de résidus de silice dus à l'OP-S. L'interface fibre-matrice est affectée par le polissage.

Idéalement, l'épaisseur finale de l'échantillon doit être comprise entre 50 et 150 μm. Cependant, maîtriser l'épaisseur de l'échantillon est une des difficultés que pose le polissage. La machine de polissage permet de contrôler la matière qui est enlevée mais cette mesure n'est précise qu'au millimètre près. Le dispositif présenté à la figure 3.6a permet de mesurer l'épaisseur de l'échantillon grâce à un microscope comme le montre le figure 3.6b. L'inconvénient de cette méthode est qu'il n'est pas possible de contrôler l'épaisseur progressivement. En effet, elle nécessite de décoller l'échantillon du porte-échantillon, de mesurer l'épaisseur et de recoller l'échantillon, ce qui complique le polissage. Les échantillons sont fins, il y a donc un risque de les casser lors des manipulations.

Une fois poli, l'échantillon est nettoyé à l'acétone afin d'enlever la colle utilisée pour le collage sur le porte-échantillon. Il est donc important de s'assurer que la matrice polymère ne se dégrade pas en présence de cette cétone.



(a) (b)

FIGURE 3.6 – (a) Dispositif permettant de mesurer l'épaisseur de l'échantillon au miscroscope. (b) Mesure de l'épaisseur de l'échantillon à l'aide du microscope

Composite fluoré à fibres courtes de carbone

Les étapes de préparation sont un peu différentes de celles décrites précédemment car les échantillons macroscopiques sont sous forme d'éprouvette *dog bone*. Lors du tronçonnage, pour augmenter la taille de l'échantillon, la découpe se fait dans un premier temps au niveau des têtes d'attache de l'éprouvette. Cependant, comme il s'agit de composites à fibres courtes qui présentent une orientation aléatoire, il aurait été plus judicieux de réaliser la découpe dans la partie centrale de l'éprouvette. En effet, lors de la mise en oeuvre par injection moulage, l'alignement des fibres dans la direction d'injection est favorisée.

L'inconvénient rencontré avec ces échantillons est leur taille trop petite. En effet, lors des premières étapes de polissage, ces échantillons se décollaient du porte-échantillon. La solution qui a finalement été trouvée a consisté à enrober l'échantillon dans une praline de résine. La praline a ensuite été découpée et polie. Cette méthode permet de travailler sur plusieurs échantillons en même temps.

La figure 3.7 met en évidence d'autres difficultés rencontrées pour l'indentation de fibres courtes :

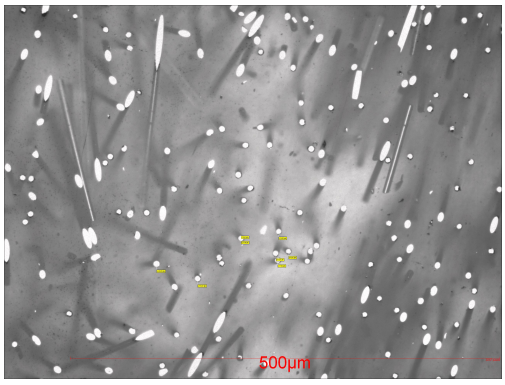


FIGURE 3.7 – Echantillon PVDF 1 après polissage

— Premièrement, l'orientation des fibres est assez aléatoire or il est important que la fibre indentée soit parfaitement parallèle à l'axe de chargement.

— La longueur des fibres est inférieure à 1 mm. Rien ne prouve que la fibre indentée traverse bien tout l'échantillon.
— Bien qu'une fibre semble être isolée, des fibres d'orientations différentes peuvent se trouver près de la fibre indentée. N'étant pas toujours bien visible, ce paramètre peut ne pas être pris en compte or il influence le comportement de la fibre lors de l'essai de push-out.

3.2.2 Mise en place du dispositif

Une fois les échantillons polis sur les deux faces, il convient de réfléchir au dispositif de mise en place des essais de push-out. En effet, il est important que la fibre indentée ne soit pas en contact direct avec le support sans quoi l'essai d'indentation serait un essai de push-in plutôt qu'un essai de push-out.

Une grille TEM a été utilisée. Cette grille, présentée à la figure 3.8 a une épaisseur de 25 [μm] et un quadrillage de 48 [μm]. Les deux côtés de la grille offrent une surface de contact plane. Toutefois d'un côté, les "barreaux" sont plans et de l'autre côté les "barreaux" sont arrondis comme le montre la figure 3.8. A l'oeil nu, le coté plan apparaît comme un peu plus brillant et foncé. Il est préférable de placer l'échantillon sur le côté arrondi car les trous de la grille sont plus grands (35 [μm] de côté), la surface de contact est donc réduite or lors des essais de push-out, il est important que la fibre ne soit pas en contact avec le support. La grille TEM est elle-même placée sur un substrat en verre parfaitement lisse. Notons qu'il est important pour la suite de l'essai que l'échantillon ne recouvre pas entièrement la grille TEM.

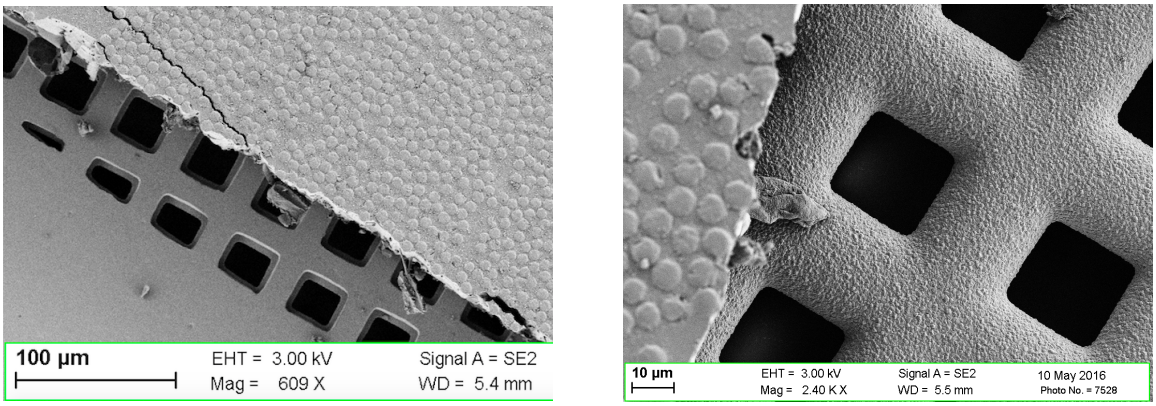


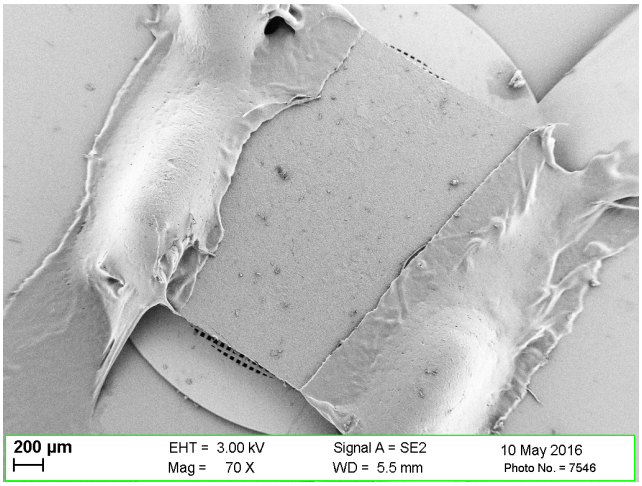
FIGURE 3.8 – Les deux faces d'une grille TEM. L'une présente des "barreaux" plans alors que l'autre présente des barreaux arrondis.

Un des enjeux a été de trouver un moyen de solidariser l'échantillon à la grille et la grille au substrat en verre. En effet, le nanoindenteur se compose d'une zone d'indentation et d'une zone de microscopie. Pour passer de l'une à l'autre, le porte-échantillon bouge ce qui suffit à déplacer l'échantillon de la grille TEM.

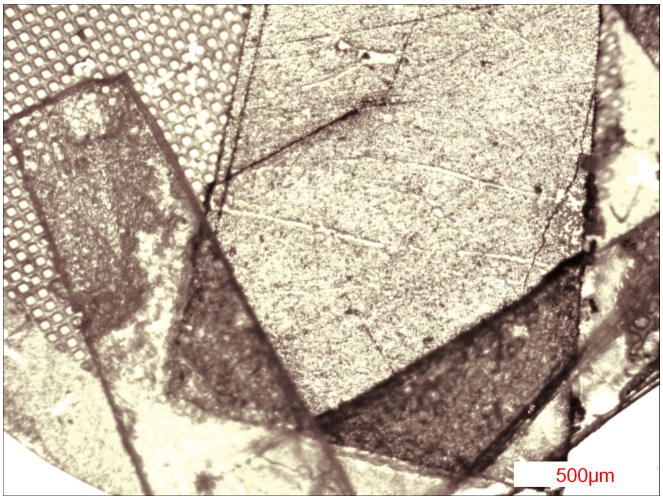
Plusieurs dispositifs de collage utilisant du papier collant (scotch 3M [38]) et de la colle (wax mounting présentée sous forme de bâtonnet [37]) ont été imaginés.

Deux dispositifs avec du papier collant ont été envisagés :

— Le première dispositif, montré à la figure 3.9a consiste à coller l'échantillon sur deux de ses côtés.
— Le second dispositif, montré à la figure 3.9b, consiste à coller les 4 coins de l'échantillon.



(a)



(b)

FIGURE 3.9 – (a) Montage avec du papier collant sur deux côtés de l'échantillon. (b) Montage avec du papier collant aux quatre coins

A l'occasion des essais réalisés sur ces échantillons, aucun phénomène de push-out n'a été observé. Le problème rencontré avec les montages utilisant du papier collant est sans doute le bombage des échantillons. En effet, si l'échantillon est légèrement plus grand que la grille TEM, lorsque l'on applique le papier collant, cette pression induit un léger bombage de l'échantillon. L'échantillon n'est plus à plan sur la grille TEM.

Deux dispositifs avec de la colle ont également été envisagés :

— Le premier consiste à déposer une couche de wax assez grossièrement sur la plaque de verre ce qui permet de coller la grille et l'échantillon.
— Le deuxième dispositif, représenté sur la figure 3.10, consiste à coller l'échantillon en appliquant un point de wax en un coin du montage. Ceci permet d'éviter que la colle ne vienne remplir les trous de la grille TEM.

Lors des essais selon le second dispositif, seule une charge-décharge a été observée comme le montre la figure 3.11. Cette courbe présente un déplacement plastique résiduel faible. Ce mode de collage a donc été abandonné.

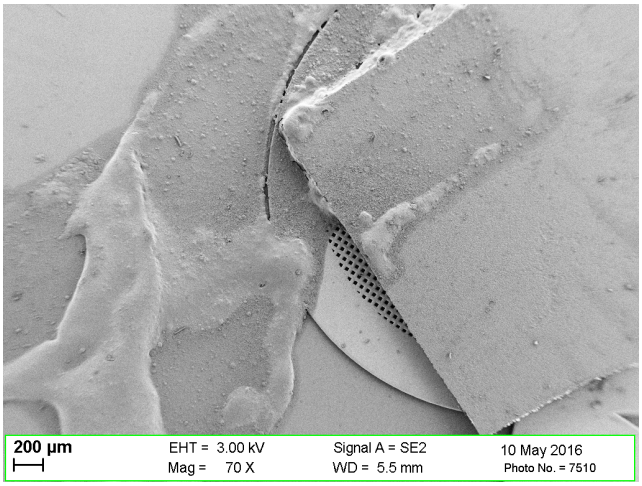


FIGURE 3.10 – Collage de l'échantillon à l'aide d'un point de colle.

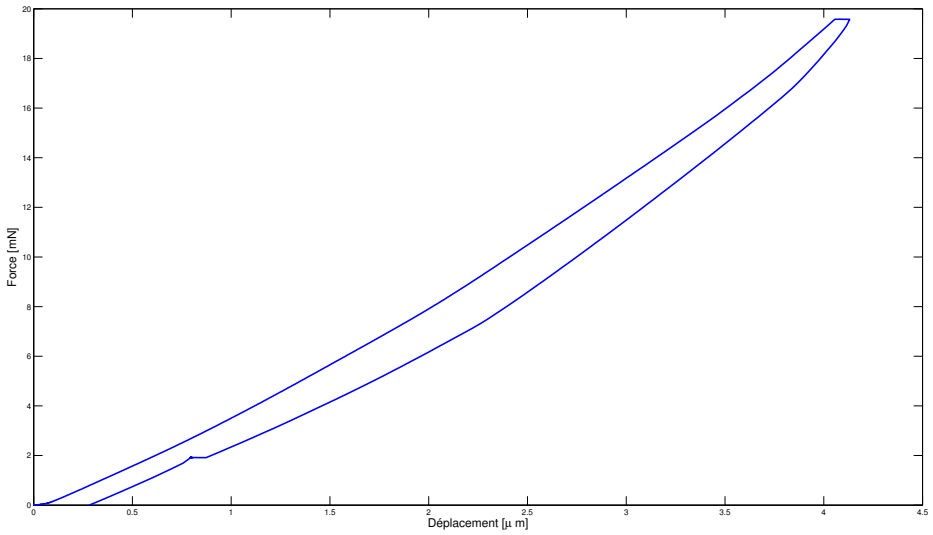


FIGURE 3.11 – Courbe force-déplacement pour un essai sur un échantillon ayant été collé à l'aide d'un point de colle.

Lors des essais sur le premier dispositif, un phénomène de push-out s'est produit. C'est donc cette méthode de collage qui a été gardée. Toutefois, la quantité de colle étant assez arbitraire, d'un échantillon à l'autre les conditions limites peuvent changer, ce qui peut avoir un impact direct sur l'essai de push-out. De plus, selon la quantité et la manière dont elle est appliquée, on ne peut exclure que la wax remplisse certains trous de la grille TEM. Comme indiqué déjà précédemment, l'un des objectifs du présent mémoire est de rendre cette méthode plus propre et systématique.

Il s'agit d'une méthode de préparation de haute précision de sorte qu'il est important que l'espace de travail soit propre et dégagé. Il est également recommandé de travailler sous une lampe grossissante afin de bien voir ce que l'on fait.

Un réservoir de colle est placé sur une plaque chauffante. La température de la plaque doit être supérieure à 107 °, la température de fusion de la mounting wax. De plus, la colle doit être chauffée suffisamment longtemps afin qu'elle présente une faible viscosité et ne forme plus de filaments lorsqu'on la manipule avec un cure-dent.

Le grille TEM est ensuite posée sur la plaque de verre, face brillante visible. 3 petits points de colle sont appliqués sur le bord de la grille à l'aide d'un cure-dent. La grille est ensuite retournée. Une observation au microscope permet de vérifier si la colle est venue remplir les trous de la grille.

Si l'observation au microscope a permis de valider le collage de la grille, celle-ci peut être à nouveau chauffée. En effet, comme le montre la figure 3.12, bien qu'une très faible quantité de colle ait été déposée sur la grille lors de l'étape précédente, cela a suffi pour faire déborder la colle qui est venue recouvrir une petite partie de la grille. Cette quantité de colle suffit à coller l'échantillon sur la grille TEM. Il est toutefois important de ne pas faire bouger la grille TEM lorsque l'échantillon est déposé.

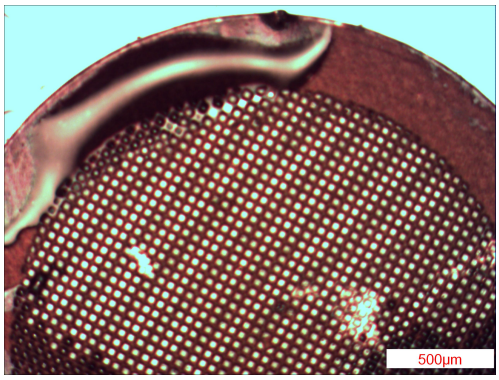


FIGURE 3.12 – Observation au microscope de la grille TEM afin de s'assurer que la colle ne recouvre pas les trous de la grille

3.2.3 Le Nanoindenteur

Dans le cadre du présent mémoire deux nanoindenteurs ont été utilisés. Le premier, celui de l'UCL est un nanoindenteur *AGILENT G200* de la marque *Agilent*. Le second, celui de l'entreprise Solvay est un nanoindenteur *CPX UNHT* de la marque *Anthon Paar*.

La différence majeure entre ces deux nanoindenteurs réside dans la zone d'indentation. En effet, l'appareil *CPX UNHT* possède un grande stabilité thermique grâce notamment au choix des matériaux constituant la tête de mesure (bloc d'invar) mais également grâce à la technologie de la tête d'analyse mécanique. Celle-ci est équipée de 2 pointes possédant chacune leur propre cellule de chargement et leur capteur. La première est une pointe de référence qui détecte en permanence la position de la surface de l'échantillon. La seconde est la pointe d'indentation. Les deux pointes sont espacées de 9 mm et doivent reposer sur un support situé dans le même plan horizontal, à moins de 30 microns près.

Outre la zone d'indentation, les deux nanoindenteurs disposent d'un microscope optique intégré à l'équipement. Celui-ci permet de visualiser et d'analyser la surface de l'échantillon avant et après l'indentation. Un logiciel de pilotage des essais et d'exploitation des résultats est également fourni avec l'indenteur. Celui-ci permet de réaliser une grande variété de tests. Finalement, l'ensemble formé par la tête d'analyse et le microscope optique est entouré d'un caisson acoustique qui doit être fermé lors des essais pour réduire l'influence des vibrations sonores extérieures.

Pour mener à bien les essais, le logiciel de pilotage doit connaître la distance exacte entre la cible sous le microscope et la pointe d'indentation. Une fois que l'échantillon est fixé sur le porte-échantillon, il est amené sous le microscope afin d'adapter le focus sur la surface de l'échantillon. Par la suite, cette distance est mesurée. C'est ce qu'on appelle la calibration.

Le logiciel de pilotage permet également de se déplacer le long de l'échantillon et d'enregistrer les coordonnées du point correspondant à la position de la croix sur l'écran.

Les deux nanoindenteurs sont programmés pour être contrôlés en force, ce qui est un problème considérable. La raison en sera expliquée plus tard.

Le tableau 3.3 reprend une comparaison des avantages et désavantages de chacun d'eux.

Avantages Indenteur *G200*	Avantages Indenteur *CPX UNHT*

- Le porte-échantillon permet de placer 4 échantillons en même temps.
- La calibration est précise c'est-à-dire que la distance entre l'endroit que l'on souhaite indenter et l'endroit qui est réellement indenté est très faible.
- Le logiciel de pilotage des essais permet non seulement de définir plusieurs indents au sein d'une même série d'essais mais permet également de définir plusieurs séries d'essais présentant chacune leurs propres paramètres d'entrée. Lorsqu'une première série de tests est définie et qu'une seconde est ajoutée, lors de la définition des nouveaux indents, le porte-échantillon se replace sur le dernier indent de la série précédente, ce qui permet de réaliser les différentes séries d'analyse à des endroits relativement proches les uns des autres. Ceci permet d'éviter que les paramètres expérimentaux (par exemple la hauteur de l'échantillon) ne soient modifiés. De plus si l'échantillon n'est pas parfaitement plat, le focus sous le microscope ne se fait pas à la même hauteur et donc la calibration n'est pas la même.
- La calibration se fait facilement et rapidement. Ceci est important car dans les essais de psuh-out, elle doit être réalisée fréquemment.
- Possibilité de jouer sur l'inclinaison en x et en y.
- La focalisation sous le microscope peut se faire selon 6 vitesses différentes.
- Le microscope présente différentes tailles de grossissement avec un zoom maximal x100.
- Grâce au zoom x100, la position d'indentation se fait avec un plus grande précision.
- Le programme associé au nanoindenteur présente un outil de mesure qui permet d'obtenir facilement certaines distances pertinentes lors des essais. Par exemple, cet outil est utile pour mesurer la distance entre les fibres. Il permet également de mesurer le diamètre de l'indent après indentation et ainsi adapter le déplacement maximal de l'indenteur si celui-ci est trop grand.
- La tête de mesure comprend des blocs d'invar qui assurent un bon maintien de la stabilité thermique.
- Au sein du caisson de résonance, une sonde de température a été installée.

Désavantages Indenteur *G200*	Désavantages Indenteur *CPX UNHT*
— Afin de fournir des données fiables, le logiciel de pilotage corrige les résultats en tenant compte de la dérive température (le drift). Avant qu'un essai soit lancé le drift doit être réalisé ce qui peut prendre beaucoup de temps. Cet appareil ne convient donc pas si l'on souhaite réaliser un indent, regarder les résultats, adapter les paramètres, relancer un indent et ainsi de suite. Il convient mieux de lancer des batchs au sein desquels un certain nombre d'indents sont définis. — Le microscope ne possède que 2 tailles de grossissement, x10 et x40.	— La calibration avec le mode *visual indent*, qui permet de définir plusieurs indents en même temps, n'est pas très précise. — La présence des deux pointes offre une plus grande stabilité mais peut aussi être à l'origine de complications. En effet, si la différence entre la pointe de référence et l'indenteur est trop importante, l'essai ne se lance pas. Or, comme les essais de push-out sont réalisés sur des échantillons de petite taille, il est donc fréquent que la pointe de référence ne se trouve pas au-dessus de l'échantillon. Des solutions pratiques ont été proposées par les stagiaires de Solvay mais elles compliquent malgré tout le lancement de l'essai. — La présence des deux pointes allonge le temps d'indentation. Pour chaque indent, la pointe de référence doit descendre au préalable. Ensuite seulement l'indenteur descend. — Lorsque l'indentation a eu lieu, le porte-échantillon revient sous le microscope mais alors qu'il reprend correctement sa position en x et en y, en z il se repositionne en 0. Il faut donc retrouver le focus. — Á la fin d'un essai si l'on souhaite relancer une nouvelle indentation sur une fibre voisine de l'ancienne fibre, le porte-échantillon doit repasser par la position z=0 avant de pouvoir sélectionner la fibre sur laquelle on souhaite travailler.

TABLE 3.3 – Avantages et désavantages des nanoindenteurs *AGILENT G200* et *CPX UNHT*

Les deux nanoindenteurs présentent donc chacun des avantages et des inconvénients. Toutefois, les problèmes de calibration du nanoindenteur *CPX UNHT* ont pour conséquence de rendre les essais plus compliqués à réaliser. Lors des essais, 2 méthodes peuvent

être utilisées, le mode *Standard* et le mode *Visual Indent*. Le second permet de définir une série d'indents. Toutefois, la calibration avec ce mode n'est pas très précise. Par conséquent, aucun des indents lancés avec cette méthode n'a été réalisé sur la fibre. La firme Anthon Paar a confirmé que la calibration avec le mode *Visual Indent* était moins précise et a conseillé de travailler avec le mode *Standard*. Il s'est effectivement avéré que le mode *Standard* indentait là où l'on souhaitait indenter. L'inconvénient de cette méthode, par contre, c'est qu'elle ne permet pas de définir plusieurs indents à la fois.

Concernant la mise en place de l'essai de push-out, une préoccupation récurrente est de s'assurer que la fibre chargée se trouve bien au-dessus d'un trou de la grille TEM. Sans cela, le push-out ne peut pas avoir lieu.

Pour s'assurer de l'emplacement de la fibre, il faut procéder ainsi : placer l'échantillon sous le microscope de manière à pouvoir observer la grille, aligner le focus avec la grille TEM, déterminer l'orientation de la grille TEM à l'aide du logiciel de pilotage et enfin placer le point de référence du logiciel au milieu d'un trou de la grille.

Par la suite, grâce à un déplacement de l'échantillon tenant compte de la taille et de l'orientation du quadrillage, il est possible de le placer sous le microscope tout en s'assurant que le point de référence du logiciel se trouve toujours au-dessus d'un trou.

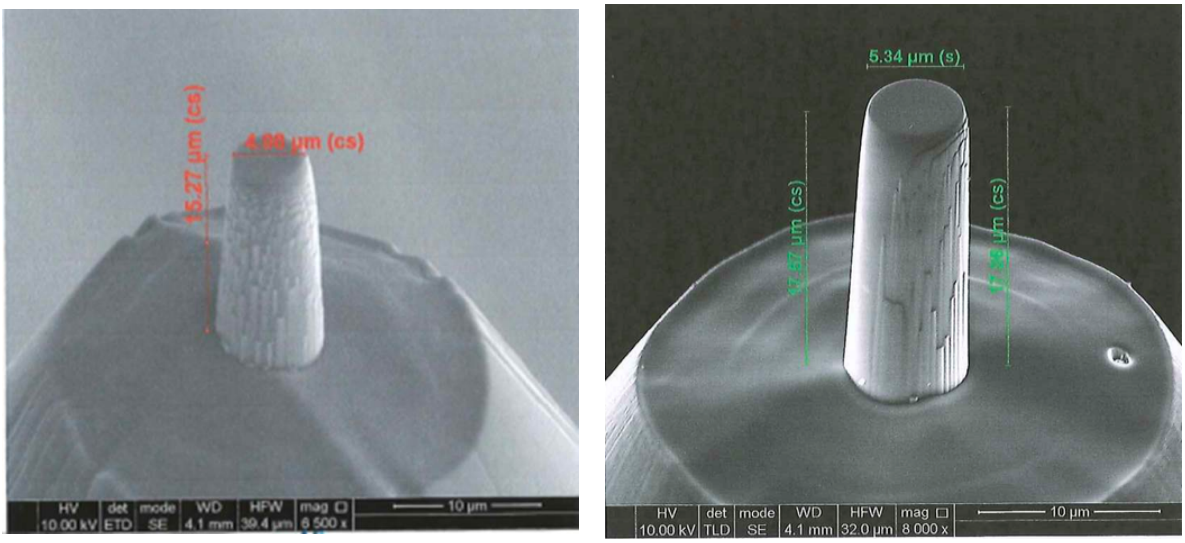
A partir de ce point de référence, un quadrillage regroupant des points se situant au-dessus de trous peut être défini par le logiciel. Toutefois, comme ces points ne coïncident pas nécessairement avec le centre d'une fibre, il faut définir de nouvelles coordonnées qui soient les plus proches possible des précédentes afin que la fibre indentée se trouve au-dessus d'un trou. L'indentation peut ensuite être lancée.

3.2.4 Les pointes d'indentation

Dans le cadre du présent mémoire quatre pointes différentes ont été utilisées. La première est une pointe flat punch présentée à la figure 3.13a . Elle possède un diamètre de 5 [μm] et une longueur de 15 [μm]. Cette pointe a rapidement été endommagée. En attendant la nouvelle pointe, des essais ont été menés avec des pointes sphérico-coniques comme présentées à la figure 3.15. La première est une pointe que possède l'UCL. Elle présente un rayon de 1 [μm] et un angle d'ouverture de 60 °. La seconde est une pointe qui appartient à l'entreprise Solvay. Elle présente un rayon de 5 [μm] et un angle d'ouverture de 90 °. Finalement, la dernière pointe est une pointe flat punch présentée à la figure 3.13b. Celle-ci possède un diamètre de 5.34 [μm] et une longueur moyenne de 17.5 [μm] .

Les pointes sphérico-coniques

Les pointes sphérico-coniques présentent une surface de contact avec la fibre qui augmente à mesure de l'enfoncement de l'indenteur. Il est donc important de limiter l'enfoncement de la pointe de manière à éviter que le rayon de l'indent ne soit supérieur à celui de la fibre sans quoi la matrice serait également chargée. Le graphique 3.14 représente donc le rayon de l'indent en fonction de la distance d'indentation. Selon la pointe utilisée



(a) (b)

FIGURE 3.13 – (a)Première pointe flat punch, diamètre de 5 $[\mu m]$ et longueur de 15 $[\mu m]$, (b) Deuxièmement pointe flat punch, diamètre de 5.34$[\mu m]$ et longueur de 17.5 $[\mu m]$

des déplacements maximaux différents ont dû être imposés :

	Fibre de rayon 3.5 $[\mu m]$
Pointe de 1 $[\mu m]$	1.42
Pointe de 5 $[\mu m]$	5.06

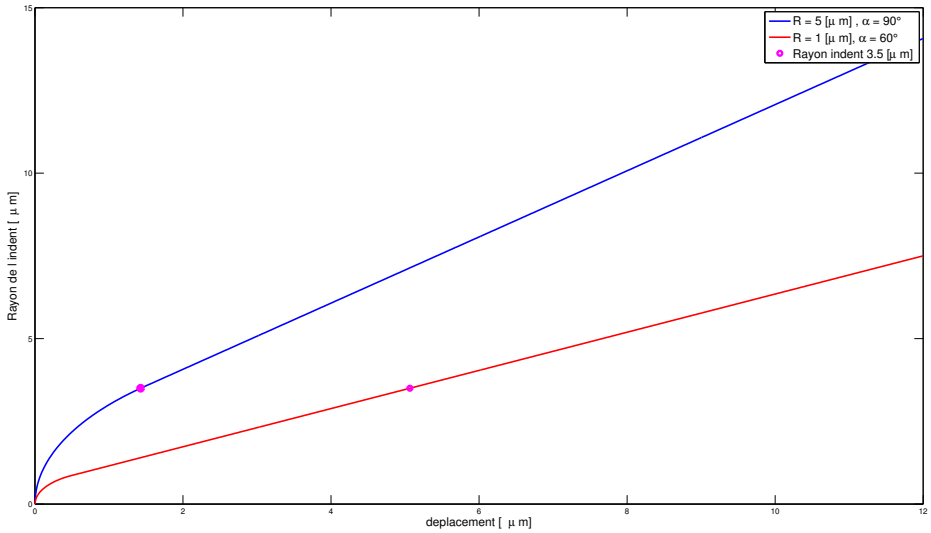


FIGURE 3.14 – Rayon de l'indent en fonction du déplacement de l'indenteur.

Il est également intéressant de déterminer la hauteur correspondant à la transition de la partie sphérique à la partie conique. Cette transition marque, en effet, un changement

de la surface de contact en fonction de l'enfoncement de l'indenteur. Sur base des formules présentées à la figure 3.15, la hauteur correspondant à la transition sphérico-conique est définie dans le tableau ci-dessous pour chaque indenteur :

	Rayon de 1[μm], angle de 60 °	Rayon de 5[μm], angle de 90 °
hauteur transition [μm]	$1 * (1 - \sin(30)) = 0.5$	$5 * (1 - \sin(45)) = 1.464$

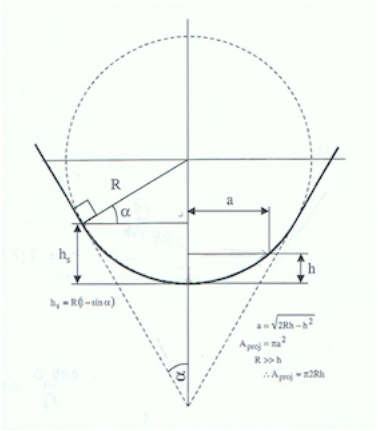


FIGURE 3.15 – Indenteur sphérico-conique

L'inconvénient de ces pointes est qu'elles présentent initialement une surface de contact très petite avec la fibre. Les contraintes au niveau du contact sont donc importantes, ce qui induit une déformation plastique importante de la fibre. Si la force est trop importante, il y a même un risque de cassure de la fibre. Ceci a été confirmé par une observation au SEM. En effet, comme le montre la figure 3.16, les fibres d'un échantillon RTM-6 à fibres de carbone indentées à l'aide de la pointe sphérico-conique de 1 [μm] ont été cassées. Par ailleurs, les observations au microscope ont permis d'identifier la présence de taches noires autour de la fibre indentée.

Les échantillons pour lesquels la pointe sphérico-conique de 5 [μm] de rayon a été utilisée n'ont pas été observés au SEM. Toutefois, la surface de contact initiale étant plus grande, le risque d'endommagement des fibres est moins grand. D'ailleurs, les images post indentation prises avec un grossissement x100, ne montrent pas de tache noire comme le confirme la figure 3.17

Les pointes flat punch

Pour maximiser la surface de contact fibre-indenteur et ainsi éviter une concentration de contraintes trop importante à la surface de la fibre, le rayon de la pointe doit être proche de celui de la fibre.

Les pointes flat punch sont donc les pointes généralement utilisées pour réaliser les essais de push-out. En effet, leur géométrie permet d'augmenter la surface de contact entre l'indenteur et la fibre. Ceci offre plusieurs avantages. Premièrement, les contraintes

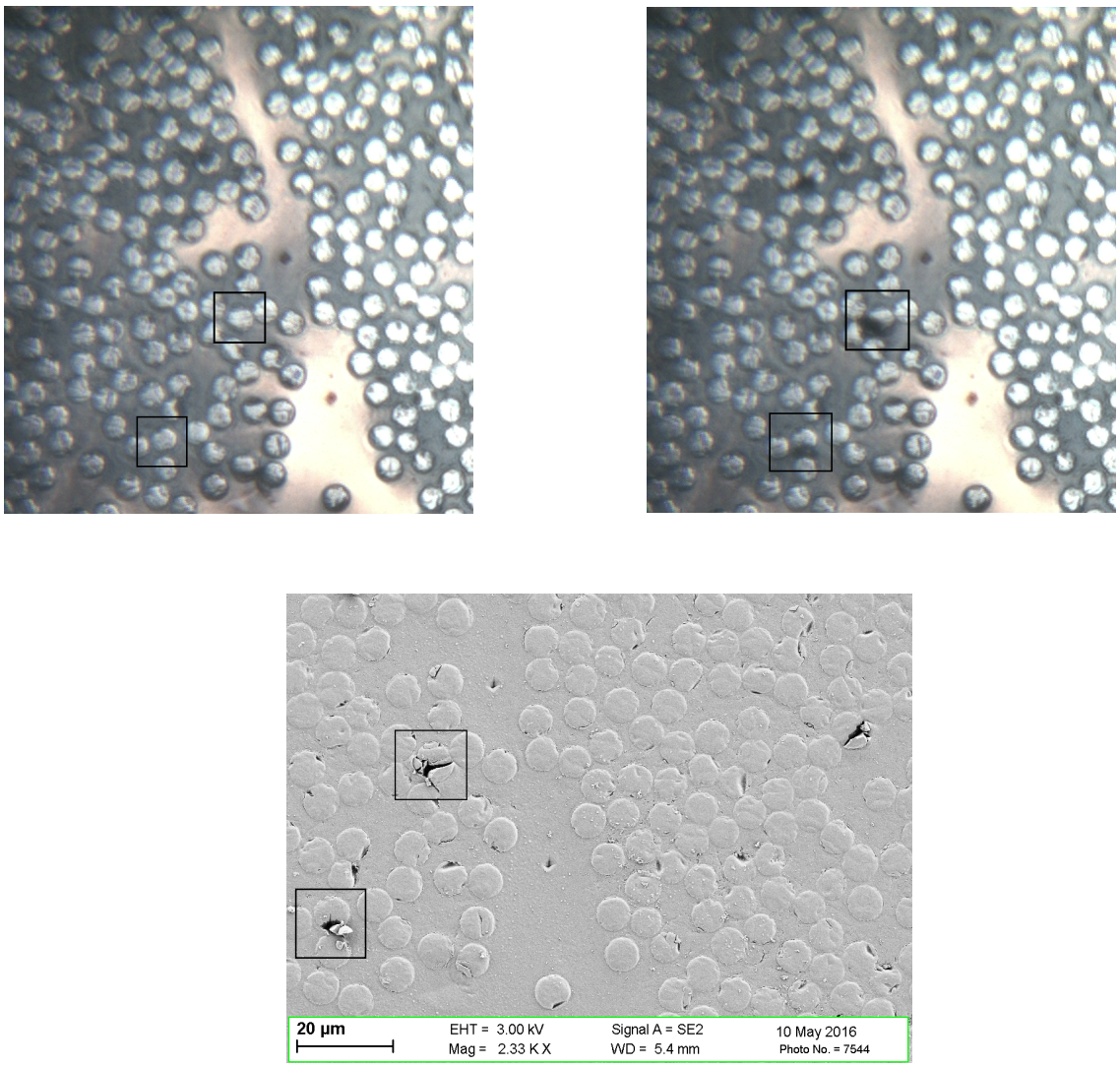


FIGURE 3.16 – Les deux premières images ont été prises au microscope avant et après l'indentation. Le troisième a été prise au SEM. Ces images mettent en évidence que les fibres indentées ont été cassées lors de l'essai avec une pointe sphérico-conique de 1 $[\mu m]$.

locales au niveau du haut de la fibre sont moins importantes ($P = \frac{F}{A}$), la déformation de la fibre est donc plus faible ce qui induit un moins grand enfoncement de l'indenteur dans la fibre. Deuxièmement, l'angle d'ouverture de la pointe flat-punch est très faible, ce qui permet d'imposer des déplacements plus grands avant que l'indenteur ne touche la matrice.

Dans le cadre du présent mémoire, les fibres ont un diamètre de 7 [μm] et l'indenteur présente un diamètre de 5.34 $[\mu m]$.

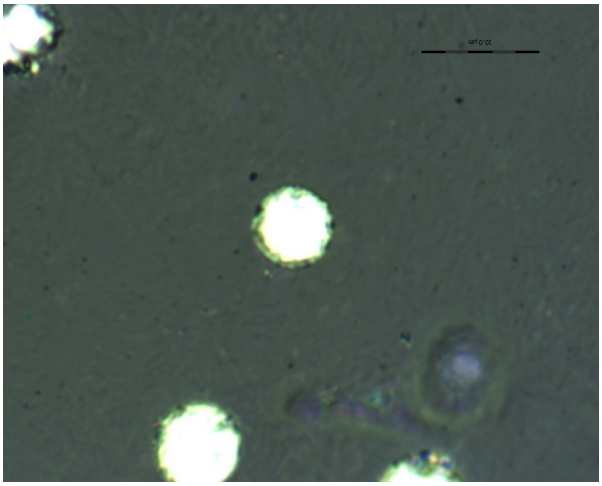


FIGURE 3.17 – Fibre indentée à l'aide d'une pointe sphérico-conique de 5 [μm]. Force maximale de 10 [mN].

3.2.5 Le microscope électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (SEM) est basé sur les principes suivants [39] , [40]. Un faisceau d'électrons est projeté sur la surface de l'échantillon. L'interaction de ce faisceau d'électrons primaires avec la matière génère des électrons secondaires de plus faible énergie. Ceux-ci sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. L'intensité de ce signal reflète la morphologie de la surface de l'échantillon. Les électrons du faisceau primaire peuvent également interagir élastiquement avec les noyaux des atomes de l'échantillon, ces électrons sont appelés électrons rétro-diffusés. De par la faible perte en énergie lors de la collision, ces électrons peuvent provenir d'une plus grande profondeur que celle des électrons secondaires. Ils renseignent sur la topographie de l'échantillon. Finalement, l'impact d'un électron primaire peut arracher un électron d'une couche interne de l'atome. L'atome est alors dans un état excité. La désexcitation s'accompagne de l'émission de rayons X. L'analyse de ces électrons permet d'obtenir des informations sur la nature chimique des atomes. Pour éviter que les électrons n'interagissent avec l'air, on travaille sous vide.

Le SEM utilisé dans le cadre de ce mémoire est un SEM Ultra-SS de Zeiss et les électrons détectés sont les électrons secondaires. Afin d'éviter que la matrice du composite ne se charge, un très fin coating d'or est appliqué à la surface de l'échantillon.

Les images prises en SEM ont pour but de valider ou d'invalider les observations faites lors des essais expérimentaux. Pour ce faire, les faces supérieure et inférieure des échantillons ont été observées. L'observation de la face arrière nécessite de décoller l'échantillon. Celui-ci a donc été désolidarisé de la grille TEM à l'aide d'un petit couteau et ensuite placé dans un bain d'acétone pendant 15 minutes.

Retrouver les indents que l'on souhaite observer, est une opération délicate. Une méthodologie et des repères doivent être mis en place lors de la réalisation des indents.

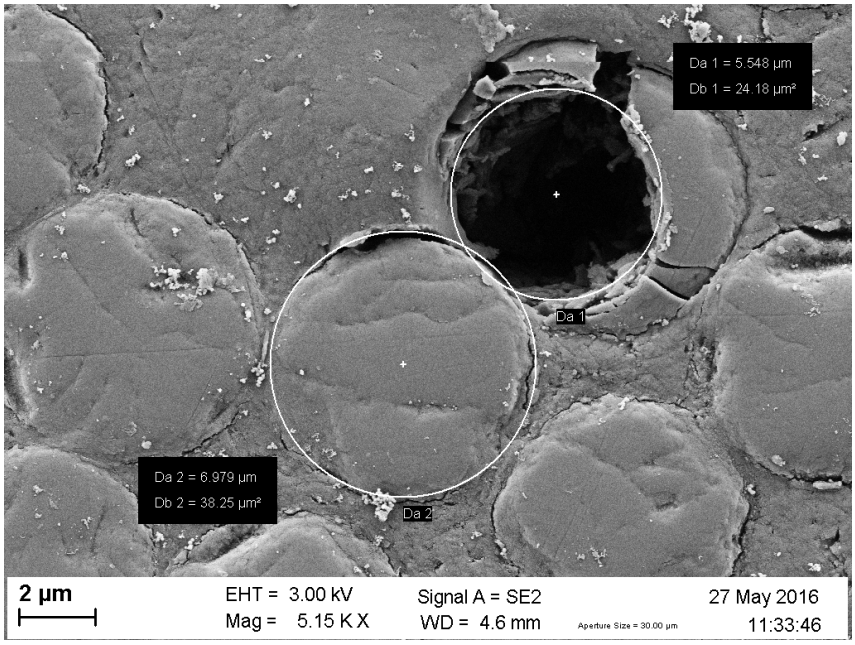


FIGURE 3.18 – Image au SEM d'une fibre indentée par une pointe flat punch cassée

3.3 Les méthodes numériques

Dans le cadre de ce mémoire, des modèles numériques ont été mis sur pied à l'aide du logiciel d'élément fini ABAQUS 6.13. Ce logiciel est constitué de trois produits :

— Abaqus/Standard est un solveur qui a recours à un schéma d'intégration implicite.
— Abaqus/Explicit est un solveur qui a recours à un schéma d'intégration explicite.
— Abaqus/CAE est un environnement qui fournit une interface intégrée de visualisation et de modélisation pour les différents solveurs.

Ceux-ci ont pour but d'améliorer la compréhension de l'essai de push-out. Les simulations numériques sont effectivement des outils utiles pour extraire des informations qui ne peuvent être obtenues à partir des essais expérimentaux.

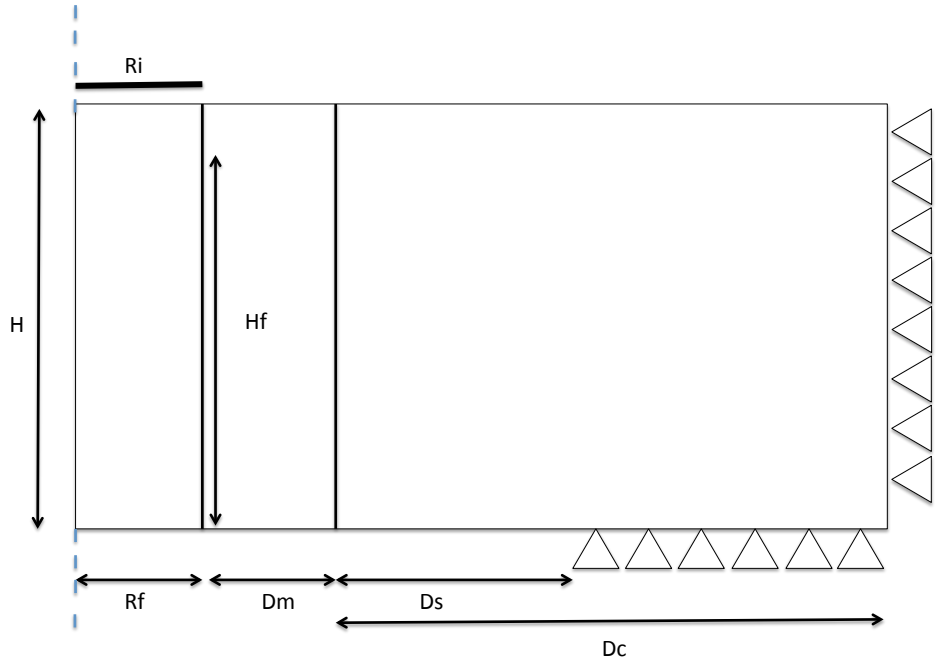
Dans un premier temps, un modèle purement élastique sans endommagement a été considéré. Ce modèle permet de simplifier le modèle numérique mais ne permet de tirer des conclusions que lorsque le chargement est linéaire. Dans le but de mieux comprendre les paramètres qui influencent le comportement élastique du système lors d'un essai de push-out, le modèle a été entièrement paramétrisé. Pour ce faire un code python a été écrit. Celui-ci permet de changer le modèle CAE d'ABAQUS très facilement. Le code est repris à l'annexe A.

Comme cela sera précisé ci-dessous, afin de se rapprocher progressivement de la situation expérimentale, un modèle prenant en compte la plasticité de la matrice et puis un modèle avec endommagement, ont aussi été élaborés.

3.3.1 Présentation du modèle élastique

L'essai de push-out a été modélisé via un modèle axisymétrique à deux dimensions. Il s'agit du modèle le plus simple qui permet cependant de comprendre ce qui se passe au niveau expérimental.

Le modèle, présenté à la figure **??** est composé d'une fibre au centre, entourée par un anneau de matrice pour lequel la largeur est corrélée à la densité des fibres locales autour de l'indent. Le reste de l'échantillon est, quant à lui, représenté à l'aide d'un second anneau présentant les propriétés homogénéisées du composite. En effet, pour de faibles distances, l'hétérogénéité du composite n'a plus d'influence sur la réponse du système et le composite se comporte alors comme un matériau homogène avec ses propres propriétés. L'indenteur, quant à lui, a été modélisé à l'aide d'un corps rigide. Une fissure a également été introduite dans le modèle élastique. Celle-ci a été placée dans le haut de l'échantillon. Finalement un point de référence a été défini sur le punch.



H	Hauteur de l'échantillon
Hf	Hauteur de la fissure
Rf	Rayon de la fibre
Dm	Dimension de la matrice
Dc	Dimension du composite
Ds	Dimension du composite non encastré
Ri	Rayon de l'indenteur

FIGURE 3.19 – Modèle axisymétrique de l'essai de push-out

L'échelle de travail lors d'essais de push-out est le micron. Dans le modèle FEM, il a donc été choisi d'utiliser comme unité de longueur des microns. Les forces, quant à elles,

sont en newton. Sur base de ces choix, les propriétés des matériaux doivent être introduites en TPa.

$$TPa = 10^{12} N/m^2 = N/\mu m^2$$

Les 4 parties du modèles ont été créés séparément. Pour éviter tout mouvement relatif de la fibre par rapport à la matrice un *tie constraint* a été défini [41]. Une contrainte similaire a été imposée entre la matrice et le composite. Entre la fibre et l'indenteur, un contact sans friction a été imposé. Finalement, le mouvement de l'indenteur a été corrélé à celui d'un point de référence via un *rigid boby constraint*.

Des conditions limites ont également été définies, pour plusieurs motifs. Premièrement, il faut éviter qu'en se déformant la fibre passe l'axe de symétrie. Tout déplacement autre que le déplacement vertical a donc été bloqué pour les nœuds se trouvant sur l'axe de symétrie. Il en va de même pour le punch, par conséquent le mouvement du point de référence a également été restreint. Deuxièmement, pour modéliser la présence de la grille TEM, une partie du composite a été encastré. Finalement, un déplacement est imposé sur le nœud de référence.

Le maillage paramétrisé a été réalisé à l'aide d'éléments structurés quadratiques (CAX4R). Pour déterminer la taille des éléments, il a fallu trouver un compromis car la licence étudiante limite le nombre de nœuds à 20000. La sollicitation affecte principalement la fibre et la matrice, il est donc important que le maillage de ces deux entités soit suffisamment raffiné. Des éléments de 0.5 $[\mu m]$ ont donc été utilisés. Pour le composite, la taille des éléments croit à mesure que l'on s'éloigne du centre de la fibre. La longueur des éléments dans la partie non encastrée du composite varie de 0.5 à 1.5 micron avec une hauteur maintenue à 0.5 micron. Dans la zone encastrée, les éléments ont une longueur de 1.5 micron sur une hauteur de 0.5.

Le modèle a été résolu selon une méthode de résolution implicite.

3.3.2 Présentation du modèle plastique

Le modèle précédent ne permet pas de tenir compte de la plasticité des matériaux. Dans le but de se rapprocher progressivement de la situation expérimentale, la loi d'écrouissage de la matrice RTM6 a été introduite dans ce second modèle. La fibre de carbone présente une limite élastique proche de 3 [GPa] [1] (contre 58 [MPa] [13] pour la matrice en compression uniaxiale), on a donc considéré que la fibre restait dans le domaine élastique.

La loi d'écrouissage de la matrice, présentée à la figure 3.20 est basée sur le modèle de Drucker-Prager.

Le comportement plastique des polymères est sensible aux contraintes hydrostatiques. Ce phénomène est dû au comportement différent du volume libre soumis à des contraintes de traction ou de compression. Dans les critères classiques de Von Mises et de Tresca, les contraintes hydrostatiques sont négligées. Le modèle de Drucker-Prager modifie donc la

surface de charge de Von Mises afin de tenir compte de ces contraintes [voir [13]].

Dans ABAQUS, pour une question de simplicité, le critère de plasticité n'a pas été précisé or le critère par défaut en isotropie est le critère de Von Mises [41]. La plasticité va donc s'initier dans la matrice RTM-6 lorsque la contrainte équivalente atteint 58 [MPa]. Celle-ci est définie de la manière suivante :

$$\sigma_e = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_x - \sigma_z)^2] + 3(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2)} \tag{3.1}$$

La vitesse de déformation a un impact sur le comportement d'écrouissage de la résine. Pour un objectif de simplification, ce paramètre a toutefois été négligé dans le cadre de ce travail. La courbe présentée à la figure 3.20 correspond à la courbe obtenue pour une vitesse de déformation de $10^{-5}[1/s]$.

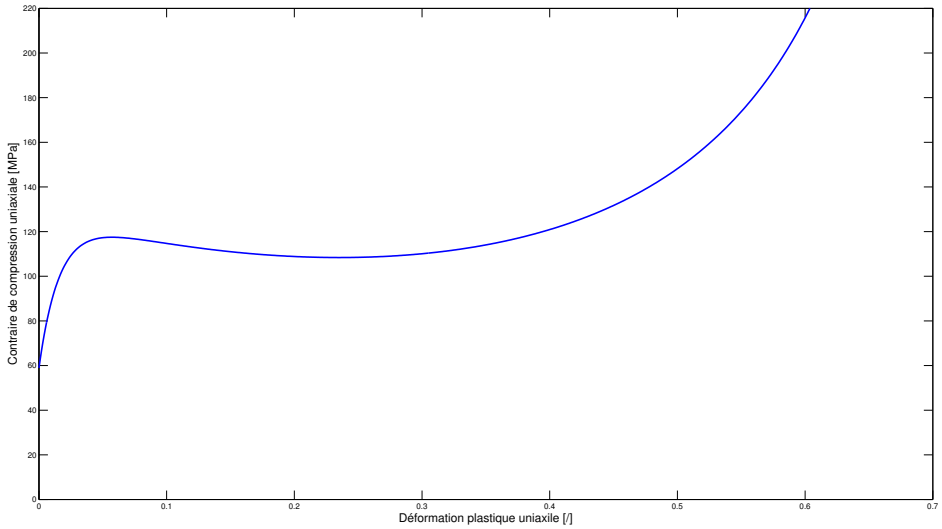


FIGURE 3.20 – Loi d'écrouissage de la matrice RTM6 [13].

Le reste du modèle est identique au modèle élastique.

3.3.3 Présentation du modèle avec endommagement

Le dernier modèle développé dans le cadre de ce mémoire est un modèle tenant compte de la plasticité de la matrice et de l'endommagement à l'interface fibre-matrice. Pour ce faire, le *tie constraint* défini entre la fibre et la matrice a été remplacé par une zone cohésive.

La zone cohésive est un artifice de simulation utilisé dans ABAQUS afin de simuler l'endommagement. N'existant pas dans la réalité, l'épaisseur de cette zone doit être infinitésimale. Toutefois, l'épaisseur initiale est définie à un afin de pouvoir considérer la pente de la première partie de la courbe traction-séparation comme étant le module d'élasticité. Par la suite, l'épaisseur est réduite à zéro.

Pour modéliser le comportement de la zone cohésive, un module élastique, une contrainte d'initiation de l'endommagement ainsi qu'une ténacité doivent être introduits. Les valeurs seront discutées dans la partie simulation. Pour une question de simplicité, le comportement normal de la zone cohésive n'a pas été différencié de celui en cisaillement.

La zone cohésive est ensuite liée à la fibre et à la matrice à l'aide d'un *tie constraint*. C'est ici que l'épaisseur de la zone cohésive est réduite à zéro.

Finalement la zone cohésive a été maillée avec des éléments COH2D4.

L'introduction de la zone cohésive a nécessité une modification majeure dans le modèle. En effet, en utilisant une méthode de résolution implicite, des soucis de convergence ont été rencontrés de sorte qu'une résolution explicite a dû être utilisée. Celle-ci nécessite d'introduire dans ABAQUS la densité des matériaux dont dépend le temps de calcul. En effet, celui-ci vaut :

$$T = \frac{\tau}{\sqrt{\rho}}$$

Où T est le temps total de la simulation, τ est le temps du step et ρ la densité. Par conséquent, au plus la densité est faible, au plus le temps total de la simulation est long. La densité qui a été introduite pour les différents matériaux est une densité de 10^8 $[kg/m]$. Ceci permet de réduire le temps de calcul tout en conservant une bonne précision des résultats.

4 Résultats expérimentaux

Ce chapitre, divisé en deux grandes parties, est consacré à la présentation des résultats expérimentaux. La première partie sera consacrée au composite RTM-6 à fibres longues de carbone et la seconde sera consacrée aux composites à matrice fluorée renforcées en fibre de carbone.

4.1 Composite RTM-6 à fibres longues de carbone

L'un des objectifs du présent mémoire est d'améliorer la compréhension de l'essai de push-out. La première partie de cette section sera donc consacrée à une présentation générale des résultats en lien avec cet objectif.

Dans la seconde partie de cette section, il sera question de la caractérisation de l'interface fibre-matrice. En effet, la majorité des essais effectués au cours du quadrimestre ont été réalisés sur le composite RTM-6, il a donc été possible de jouer sur certains paramètres afin d'en apprendre davantage sur le comportement de l'interface. Deux paramètres ont principalement été étudiés :

— L'effet du fluage
— La vitesse de chargement

Dans la troisième partie, il sera question des résultats obtenus à l'aide du microscope électronique. Ces résultats permettront de valider ou d'invalider certaines observations réalisées lors des essais.

Le tableau 4.1 reprend l'épaisseur des différents échantillons ainsi que les pointes utilisées lors des essais. Ils ont tous été réalisés sur le nanoindenteur *AGILENT G200*.

n° échantillon	Épaisseur [μm]	Pointe
1	70-75	Flat punch 1
2	30	pointe spherico-conique, rayon 1 [μm]
3	70	pointe spherico-conique, rayon 1 [μm]
4	80	Flat-punch 2

TABLE 4.1 – Présentation des différents échantillons et des différentes pointes

Comme expliqué au chapitre 3, lors de l'utilisation de la pointe sphérico-conique de 1 [μm], les fibres se sont cassées. Seules les courbes obtenues avec les pointes flat punch vont être présentées.

4.1.1 Les considérations générales

Les photos de la figure 4.1 correspondent à deux images post-indentation typiquement obtenues lors d'essais de push-out. Les courbes déplacement-temps, force-temps et force-déplacement caractéristiques de ces deux modèles d'indentation sont présentées sur cette même figure.

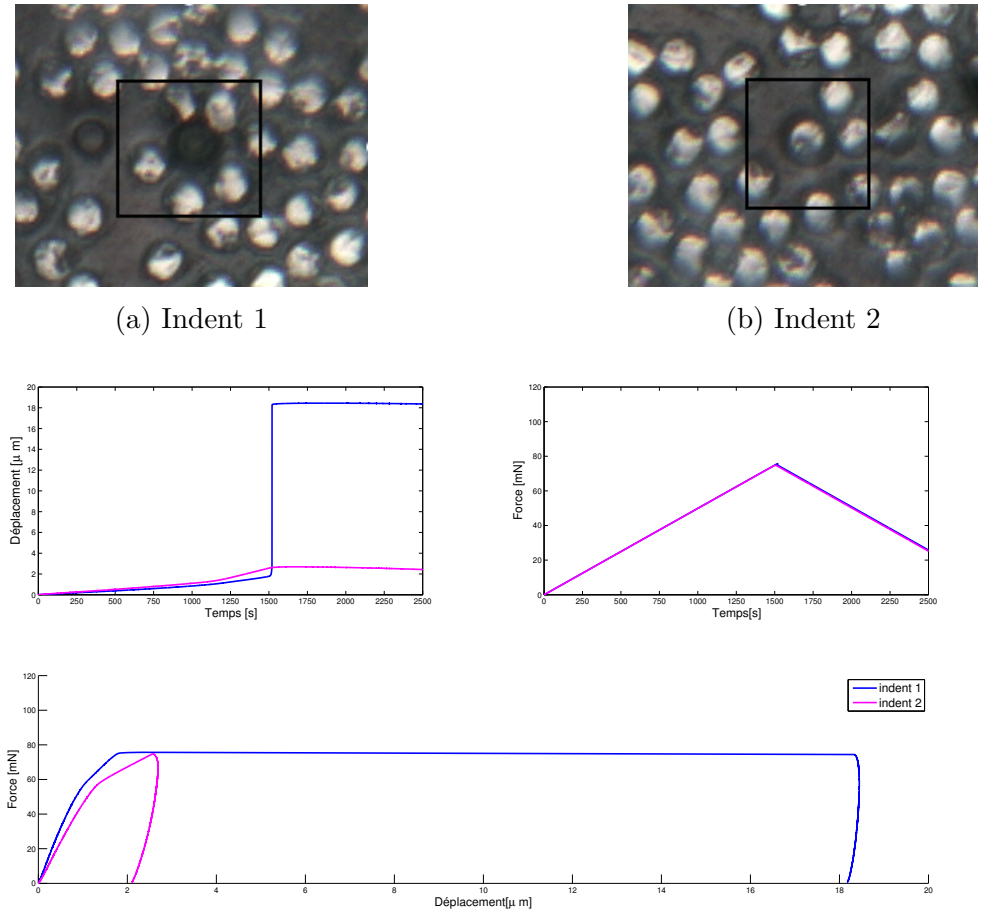
La courbe force-déplacement de l'indent un présente initialement un pied de courbe dû à l'établissement du contact indenteur-fibre. Il s'en suit une relation linéaire entre la force et le déplacement, suivie par une zone non linéaire. Cette dernière est généralement attribuée à la plastification de la matrice polymère et à l'initiation et la propagation de la fissuration [1]. La courbe force-déplacement présente ensuite un long plateau le long duquel la force reste constante alors que l'indenteur effectue un déplacement important sur une période de temps très faible. La dernière partie de la courbe est la zone de décharge. Cette courbe met également en évidence que le déplacement plastique résiduel est important.

Le début de la courbe force-déplacement de l'indent deux présente un comportement similaire à celui de l'indent 1. Par la suite, une fois que la force maximale est atteinte, la décharge se produit. Il en résulte un déplacement plastique résiduel beaucoup moins important.

Sur base de ces images et de ces courbes, plusieurs hypothèses peuvent être mises en avant :

- Lors de la première indentation, le push-out semble avoir eu lieu ; lors du second essai par contre, la décohésion ne semble pas s'être produite. En effet, la fibre est encore bien visible sur l'image post-indentation ce qui n'est pas le cas pour l'indent 1.
- La courbe déplacement-temps de l'indent 1 présente un saut soudain du déplacement sur un temps extrêmement court, ce qui n'est pas le cas de l'indent 2. Ce point est identifié comme étant le point correspondant au push-out.
- Le déplacement plastique est beaucoup plus important dans le cas de la première indentation.

Sur base de ce qui vient d'être dit, plusieurs valeurs particulières peuvent être définies sur base de la courbe force-déplacement. Premièrement, il y a la pente de la partie linéaire. Pour ce faire, une droite est définie à partir de deux points de la courbe force-déplacement. Cette droite correspond à la droite noire tangente à la courbe force-déplacement sur la figure 4.2. En divisant cette valeur par la hauteur de l'échantillon, la raideur exprimée en GPa est obtenue. Deuxièmement, il y a l'entrée en plasticité ; ce point, défini par un cercle vert sur la courbe force-déplacement est obtenu à partir d'un critère qui impose que pour un même déplacement la différence entre la force sur la courbe force-déplacement et la



(a) Indent 1 (b) Indent 2

FIGURE 4.1 – Images prises au microscope après indentation. Le premier indent semble avoir subi un push-out, le second pas. Signatures des courbes déplacement-temps, force-temps et force-déplacement caractéristiques de ces deux situations d'indentation.

force sur la droite élastique soit inférieure à 0.5 [mN]. Troisièmement, il y a le déplacement et le temps correspondant au saut soudain sur la courbe déplacement-force. Connaissant les coordonnées de ce point, le point correspondant sur les courbes force-temps et force-déplacement peut être déterminé. Ce point identifié comme le point correspondant au push-out a été représenté par un cercle rouge. Finalement à partir de ce point, une droite parallèle à la droite élastique est tracée. L'intersection avec l'axe des abscisses permet de déterminer le déplacement plastique résiduel.

Sur les courbes force-déplacement le pied de courbe a été éliminé.

La pointe d'indentation

La figure 4.3 présente les courbes force-déplacement typiquement obtenues lors d'essais réalisés à l'aide de la première pointe flat-punch et de la seconde pointe flat punch. Alors que le déplacement maximal de l'indent est proche de 15 [μm] pour les indents réalisés avec la première pointe, le déplacement maximal est proche de 18 [μm] pour les indents réalisés avec la seconde pointe.

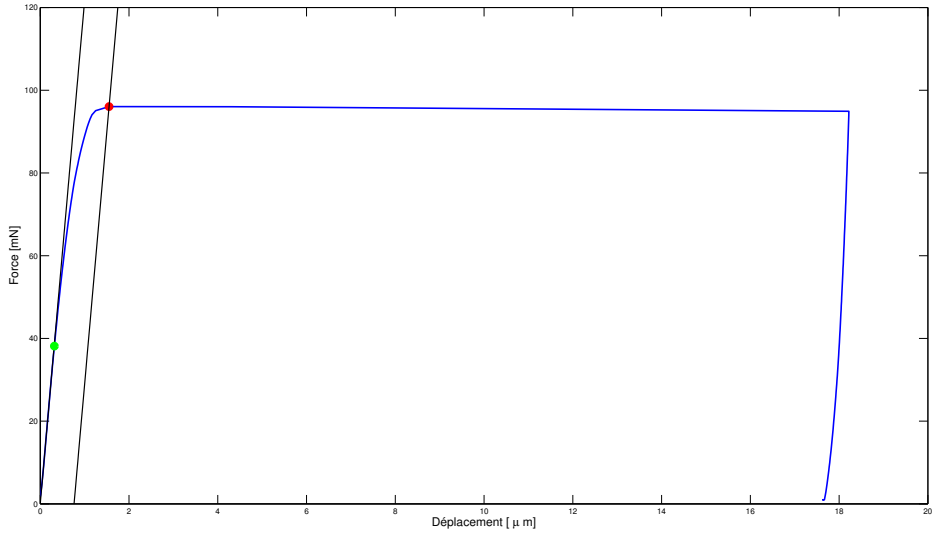


FIGURE 4.2 – La pente des droites noires permet de déterminer la raideur du système, le cercle vert correspond au début de la plasticité, le cercle rouge a été identifié comme le point correspondant au push-out, le déplacement plastique résiduel est obtenu à partir de l'intersection de la droite de décharge et l'axe des abscisses.

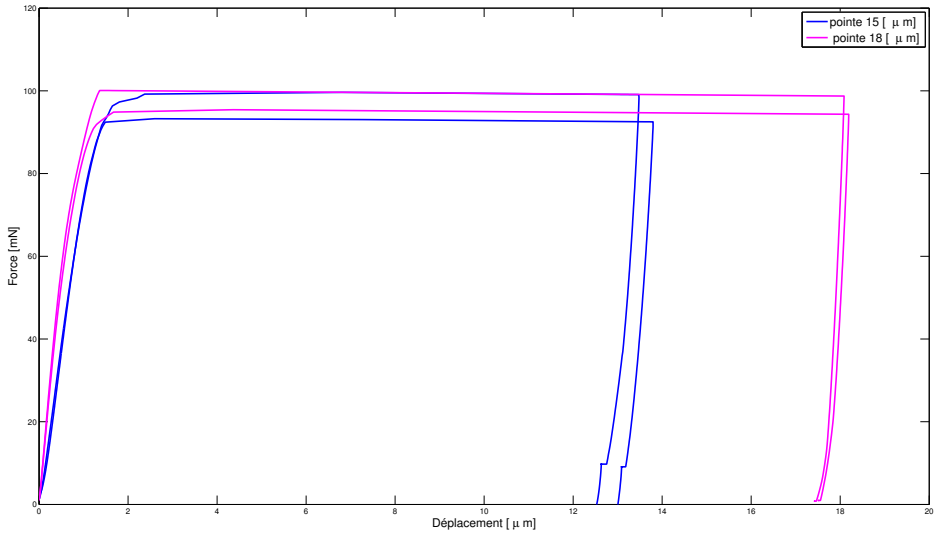


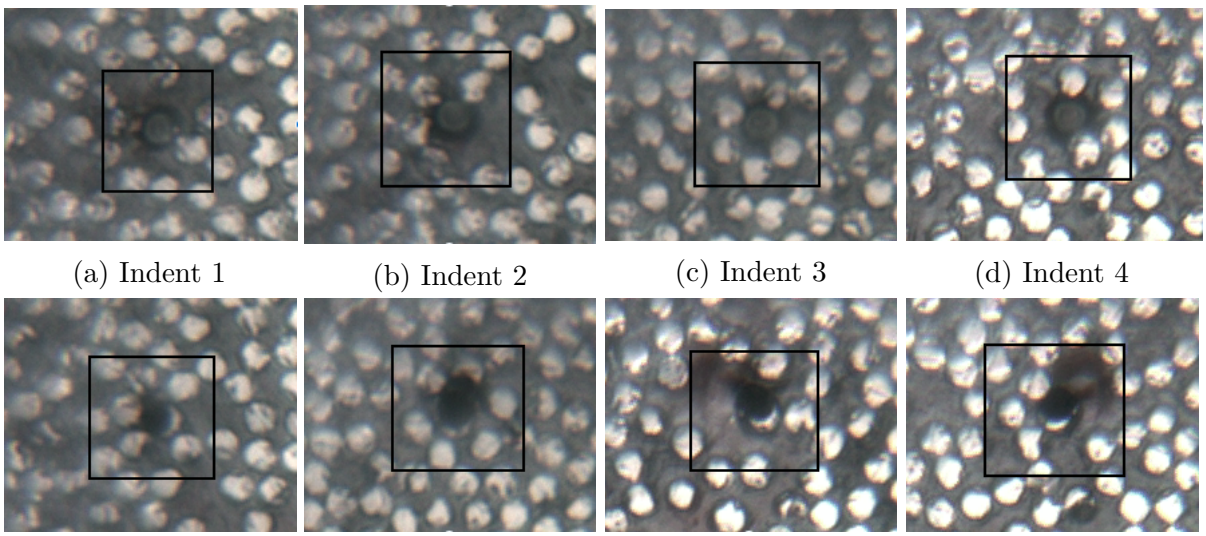
FIGURE 4.3 – Le déplacement maximal de l'indenteur dépend de la longueur de la pointe utilisée.

La vitesse de chargement

Lors des essais, plusieurs vitesses de chargement ont été appliquées. Pour les essais réalisés à une vitesse de 5 [mN/s] , certaines images post-indentation présentent une tache noire autour de la fibre indentée comme le montre la figure 4.4. De plus, une partie de la fibre seulement semble avoir subi du push-out. Pourtant sur base des courbes force-

déplacement aucune observation, à priori, ne permet de prédire si les indents présenteront une tache noire ou non. Les forces qui ont mené au push-out sont fort proches et les valeurs reprises dans le tableau 4.2 confirment cette intuition.

la force de décohésion correspond à la force nécessaire pour propager la fissure sur toute la hauteur de l'échantillon. Si la fissuration ne se fait pas au niveau de l'interface mais au sein de la fibre, cette force devrait être différente car la propagation de la fissure dépend de la ténacité du matériau qui n'est à priori pas la même pour la fibre et pour l'interface.



(a) Indent 1 (b) Indent 2 (c) Indent 3 (d) Indent 4

(e) Indent 5 (f) Indent 6 (g) Indent 7 (h) Indent 8

FIGURE 4.4 – Image post-indentation prise au microscope. Une tache noire est présente autour des indents 5 à 8.

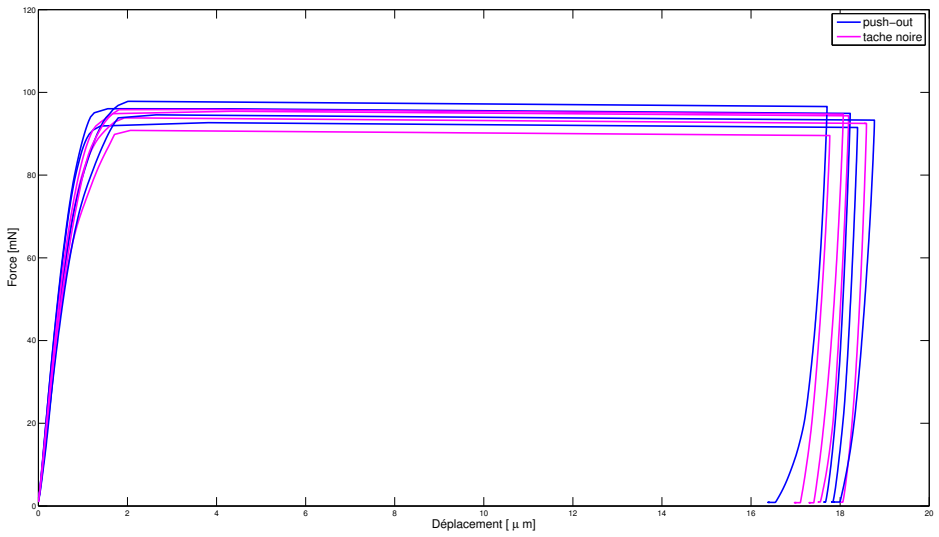


FIGURE 4.5 – Courbe force-déplacement de 4 indents ne présentant pas de taches noires et de 4 indents présentant une tache noire.

num indent	Force décohésion [mN]
1	92
2	95
3	96
4	94
5	98
6	91
7	94
8	96

TABLE 4.2 – Force à la rupture d'indents présentant ou non une tache noire sur l'image post-indentation

num indent	aire ellipse [μm^2]	aire cercle [μm^2]
1	336.2	245.5
2	473.2	301.4
3	994.9	548.7

TABLE 4.3 – Aires des ellipses et des cercles formés à partir des 6 fibres les plus proches de la fibre indentée. Permet de comparer les densités locales des indents.

La densité des fibres

Le composite RTM-6 à fibres de carbone présente une densité moyenne de fibres estimée à 55 %. Toutefois, d'un endroit à l'autre de l'échantillon, cette densité peut changer. Grâce à [42], les densités de fibres autour des différents indents peuvent être comparées à partir de l'aire d'une ellipse et d'un cercle définis à l'aide des six fibres les plus proches de l'indent. Ceci est présenté pour 3 indents à la figure 4.6 et les aires correspondantes sont reprises dans le tableau 4.3.

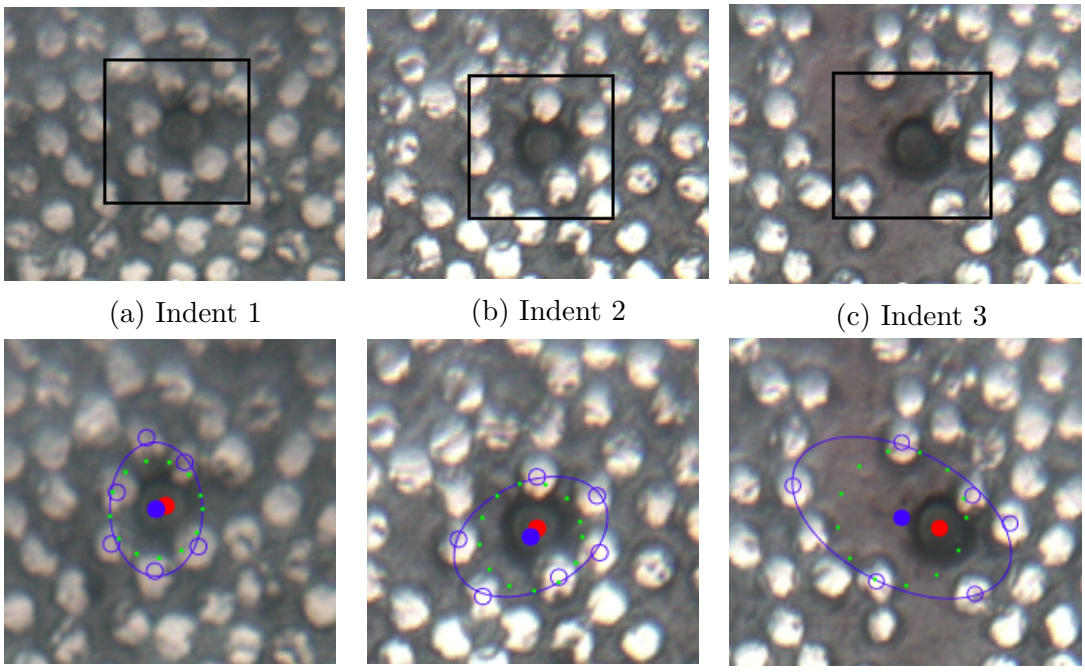
4.1.2 Influence des paramètres expérimentaux sur le comportement de l'interface

Dans le cadre du présent mémoire, l'influence de deux paramètres sur le comportement de l'interface a été étudiée. Il s'agit du temps de maintien de la charge maximale, car celui-ci cause du fluage, et de la vitesse de chargement. Dans un premier temps, les observations liées au phénomène de fluage vont être présentées. La seconde partie de cette section sera consacrée à la vitesse de chargement.

Le fluage

Lors des premiers essais réalisés dans les conditions décrites dans le tableau 4.4, deux indents présentaient un comportement particulier.

En effet, en observant la courbe déplacement-temps de ces indents présentée à la figure 4.8, on s'aperçoit que le push-out a lieu pour un temps supérieur à 20 secondes, le temps imposé pour atteindre la force maximale. Cette force est ensuite maintenue pendant 10



(a) Indent 1 (b) Indent 2 (c) Indent 3

(d) Indent 1 (e) Indent 2 (f) Indent 3

FIGURE 4.6 – La densité des fibres autour de l'indent 1 est élevée, celle autour de l'indent 3 est faible. L'indent 2 présente une densité intermédiaire.

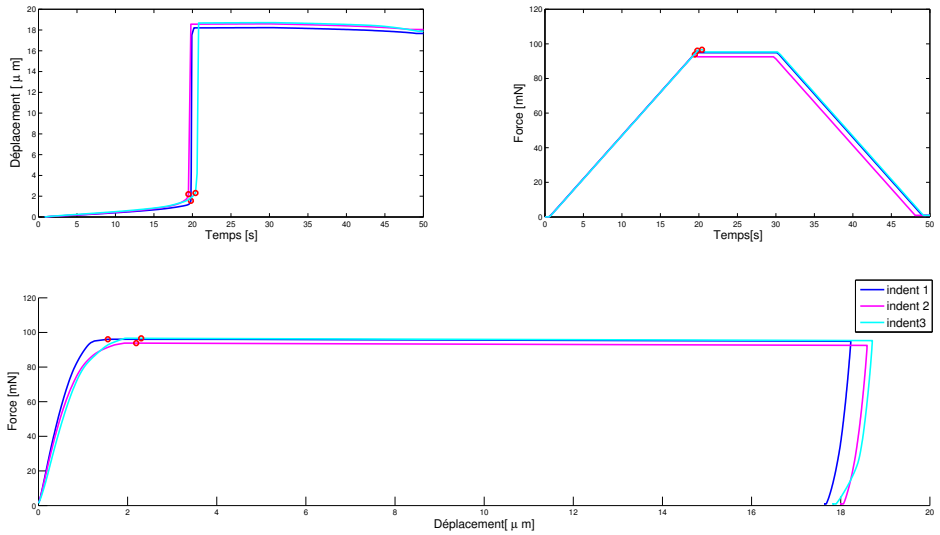


FIGURE 4.7 – Courbe déplacement-temps, force-temps et force-déplacement de 3 indents présentant une densité de fibre décroissante.

num éch	F max [mN]	δ max [μm]	Temps de charge [s]	Maintient F max [s]
4	100	2	20	10

TABLE 4.4 – Conditions expérimentales

[s] et c'est au cours de ce palier que le push-out a lieu. Le fluage aurait donc un impact

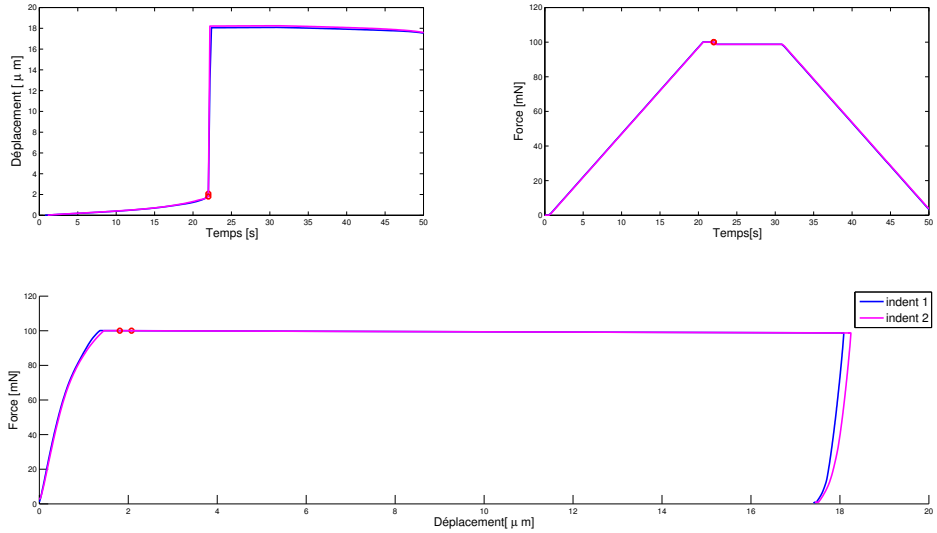


FIGURE 4.8 – Indents pour lesquels le push-out semble être lié à un phénomène de fluage.

sur la propagation de la fissure, c'est-à-dire que la décohésion de l'interface pourrait avoir lieu alors que la force est inférieure à la force habituellement mesurée, pour autant qu'elle soit maintenue suffisamment longtemps.

Pour confirmer cette idée, des essais ont été réalisés dans des conditions similaires aux précédentes, à la différence du temps de maintien de la charge maximale. Celui-ci est passé de 10 [s] à 0.1 [s]. La figure 4.9 compare les courbes obtenues pour les deux séries d'essais. Elle met en évidence que les indents 3 et 4, soumis à une force de 100 [mN] pendant 0.1 [s], n'ont pas subi de push-out car la décharge semble s'être produite trop rapidement.

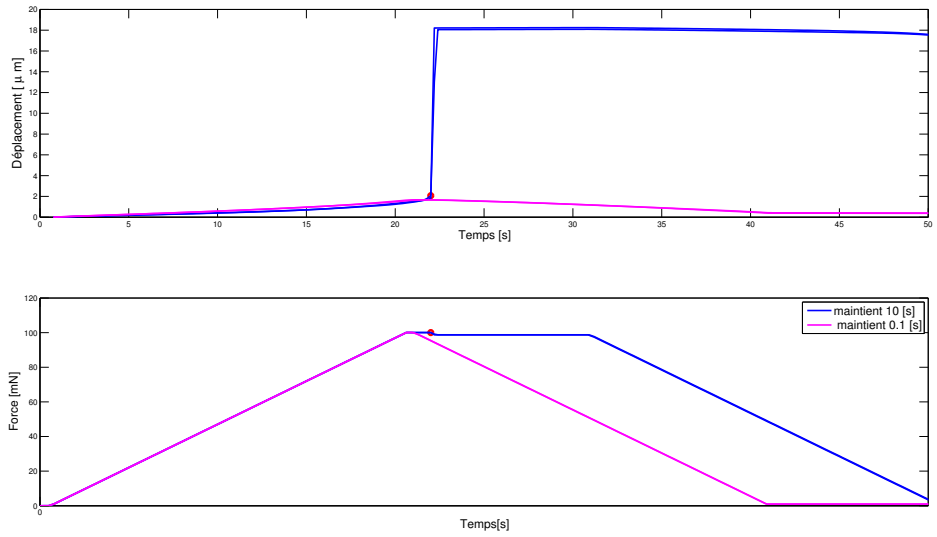


FIGURE 4.9 – Influence du temps de maintien de la force maximale sur le push-out

Par la suite, une force maximale plus faible et des temps de maintien plus longs ont été imposés afin de voir si ces conditions permettaient d'atteindre la décohésion de l'interface. Les conditions expérimentales sont présentées au tableau 4.5.

num éch	F max [mN]	δ max [μm]	Temps de charge [s]	Maintient F max [s]
4	70	5	20	500
4	70	5	20	1000

TABLE 4.5 – Conditions expérimentales

Comme le montre la figure 4.10, aucune décohésion ne s'est produite. Toutefois, le phénomène de fluage est bien présent. En effet, lors des essais la charge de 70 [mN] a été maintenue pendant respectivement 500 et 1000 [s]. Sur cet intervalle de temps, le système a flué, ce qui a conduit à un déplacement de l'indenteur. Pour chaque indent, le déplacement associé au fluage correspond à la distance entre les points rouges sur la courbe force-déplacement de la figure 4.10 et les valeurs sont reprises dans le tableau 4.6 :

num indent	déplacement fluage [μm]	maintient [s]
1	0.74	500
2	0.78	500
3	1.97	1000
4	1.73	1000

TABLE 4.6 – Déplacement de l'indenteur causé par du fluage

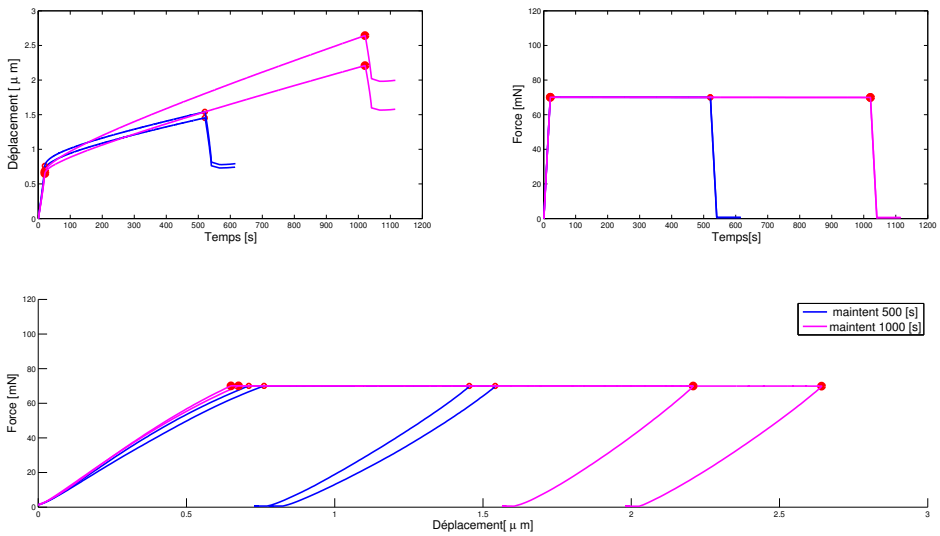


FIGURE 4.10 – Indents réalisés avec une force de 70 mN. Le temps de maintien de la charge maximale est de 500 [s] pour le batch 1 et de 1000 [s] pour le batch 2

Dans un troisième temps, des essais ont été réalisés dans des poches de résine. Les conditions expérimentales sont les suivantes :

F max [mN]	δ max [μm]	Temps de charge [s]	Maintient F max [s]
70	5	20	1000

Les courbes résultantes de ces essais sont présentées à la figure 4.11. Le déplacement de l'indent lié au fluage de la résine est repris dans le tableau 4.7

num indent	déplacement fluage [μm]	maintient [s]
1	8.3	1000
2	8.17	1000
3	8.35	1000

TABLE 4.7 – Déplacement de l'indent causé par le fluage

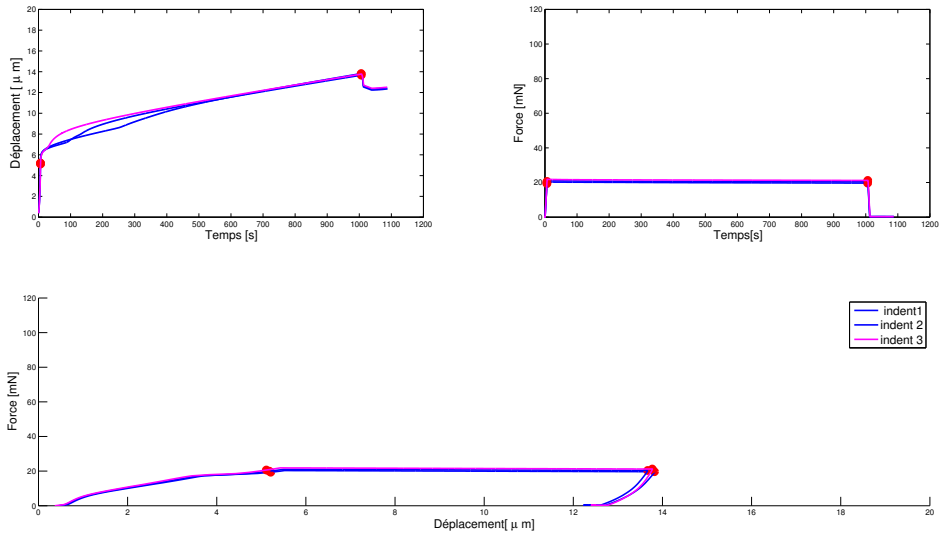


FIGURE 4.11 – Courbes déplacement-temps, force-temps et force-déplacement pour des indents dans des poches de résine

Le maintien de la force de 70 [mN] pendant 1000 [s] induit un déplacement d'environ 1.85 [μm] lorsque l'essai est réalisé sur une fibre et est d'environ 8.3 [μm] lorsque l'indent se fait dans la résine. Ceci mène à la conclusion que le phénomène de fluage observé lors des essais est dû au fluage de la matrice.

La vitesse de chargement

Les polymères visco-élastiques présentent un comportement différent selon la vitesse à laquelle ils sont déformés. Différents essais ont donc été réalisés afin de voir si cet effet avait un impact sur le comportement de l'interface. Pour ce faire, plusieurs vitesses de chargement ont été imposées. Les différences expérimentales de ces essais sont présentées dans le tableau 4.8

num éch	F max [mN]	δ max [μm]	Temps de charge [s]	Maintient F max [s]
4	100	2	20	10
4	100	2	200	10
4	100	2	2 0000	10

TABLE 4.8 – Conditions expérimentales

L'allure des courbes force-déplacement présentées à la figure 4.12 permet de mettre en évidence plusieurs observations :

— En diminuant la vitesse de chargement, la force à la rupture de l'interface semble diminuer. En effet, les indents réalisés à une vitesse de 5 [mN/s] possèdent une force à la rupture comprise entre 90 et 100 [mN] alors que la force correspondant à la décohésion de l'interface pour les essais réalisés à plus faible vitesse est comprise entre 70 et 80 [mN].
— En diminuant la vitesse de chargement, le système semble être moins raide.
— En diminuant la vitesse de chargement, le déplacement maximal de l'indenteur semble être légèrement plus important. Lors du push-out, la pointe s'enfonce jusqu'à être bloquée par le support. La surface de contact indenteur-échantillon augmente donc de manière significative et les contraintes deviennent beaucoup plus faibles. La contribution supplémentaire au déplacement de l'indenteur n'est donc pas liée au phénomène de fluage lors du maintien de la force, mais est due à un déplacement plus important de l'indenteur avant que le push-out n'ait lieu.

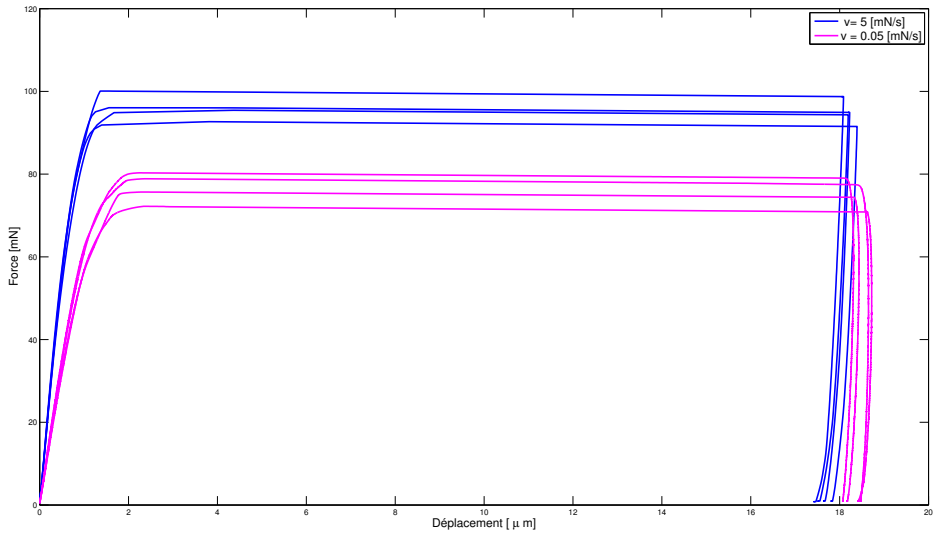


FIGURE 4.12 – Comparaison des courbes force-déplacement pour des indents réalisés avec une vitesse de chargement de respectivement 5 et 0.05 [mN/s]

Pour quantifier ces observations, la pente élastique, la force à la rupture et le déplacement plastique lors du push-out ont été déterminés comme cela a été expliqué précédemment. Ceci a été fait pour les huit indents présentés sur les courbes 4.12.

num indent	Raideur [GPa]	Force décohésion [mN]	δ plastique [μm]
1	124	1.25	1.26
2	118	1.15	0.62
3	115	1.19	0.85
4	120	1.2	0.74
5	65	0.95	1.67
6	70	0.99	1.46
7	72	1	1.29
8	63	0.9	1.78

Les valeurs dans le tableau valident les observations faites précédemment. La vitesse de chargement diminue la raideur du système ainsi que la force à la rupture. Par contre, le déplacement plastique augmente lorsque la vitesse de chargement diminue.

4.2 Composites fluorés à fibres courtes de carbone

Cette seconde partie est consacrée à la présentation des résultats obtenus pour le composite à matrice fluorée. Ces essais ont été réalisés à l'entreprise Solvay avec le nanoindenteur *CPX UNHT*. Pour ces composites, seule la pointe sphérico-conique de 5 [μm] de rayon et d'angle de 90°a été utilisée. L'épaisseur finale après polissage étant de 180 [μm], seuls des essais de push-in ont être réalisés.

Pour l'échantillon à matrice fluorée de référence FC-1, seul le mode *visual indent* a été utilisé et tous les indents ont été réalisés à côté des fibres. Pour ce faire, seul les courbes obtenues pour l'échantillon à matrice fluorée FC-3 vont être présentées.

L'entreprise Solvay a acquis le nanoindenteur *CPX UNHT* à la mi-juin 2015. Depuis lors, un grand nombre d'essais ont été menés mais aucun de ces essais n'était des essais de push-out et de push-in. L'objectif des essais qui ont été réalisés était donc de mieux comprendre le nanoindenteur en cas d'essais de push-in.

Sur les courbes qui suivent, les ronds bleus marquent le déplacement, la force et le temps correspondant à la transition de la partie sphérique à la partie conique de l'indenteur sphérico-conique de rayon 5 [μm].

En cas de difficulté de calibration, l'indent est réalisé sur la matrice plutôt que sur une fibre. Il est utile de pouvoir déterminer à partir des courbes force-déplacement où l'indent a été réalisé. La figure 4.13 reprend les courbes de 2 indents dont l'un est effectué sur une fibre et l'autre dans la matrice (conditions expérimentales décrites dans le tableau 4.9). Ces courbes mettent en évidence des différences bien marquées. Premièrement, l'indent 1 présente une raideur beaucoup plus importante que l'indent 2. Deuxièmement, le chargement sur l'indent 1 est entièrement élastique ce qui signifie que les sollicitations transmises à la matrice via l'interface sont trop faibles pour induire de la plasticité dans la matrice.

Pour l'indent 2, par contre, la matrice se déforme plastiquement. D'ailleurs, lors du maintien de la charge de 10 [mN] pendant 30 [s], l'indenteur s'enfonce d'environ 300 [nM]. Ce phénomène de fluage n'est pas présent pour l'indent 1.

F max [mN]	Temps de charge [s]	Maintien F max [s]
10	30	30

TABLE 4.9 – Conditions expérimentales

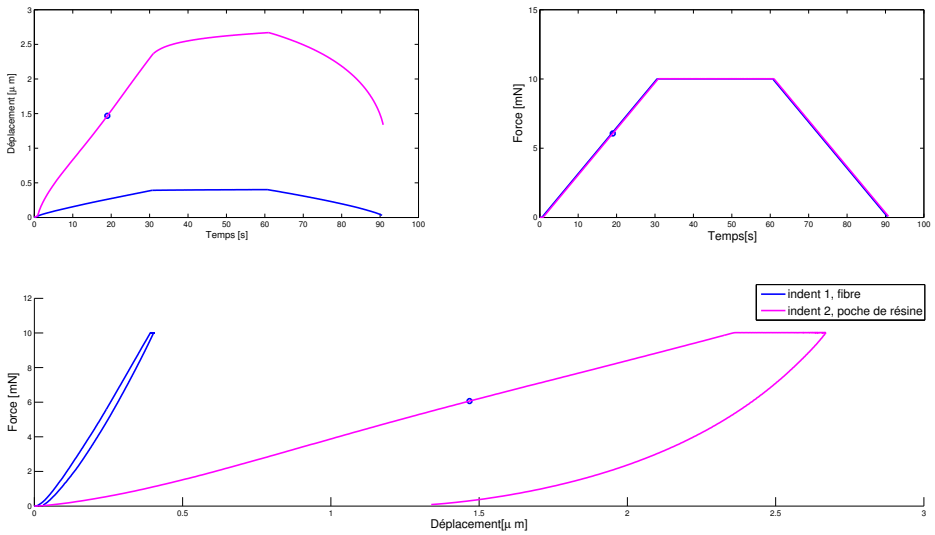


FIGURE 4.13 – Courbes d'un indent réalisé sur une fibre et d'un indent réalisé dans la matrice.

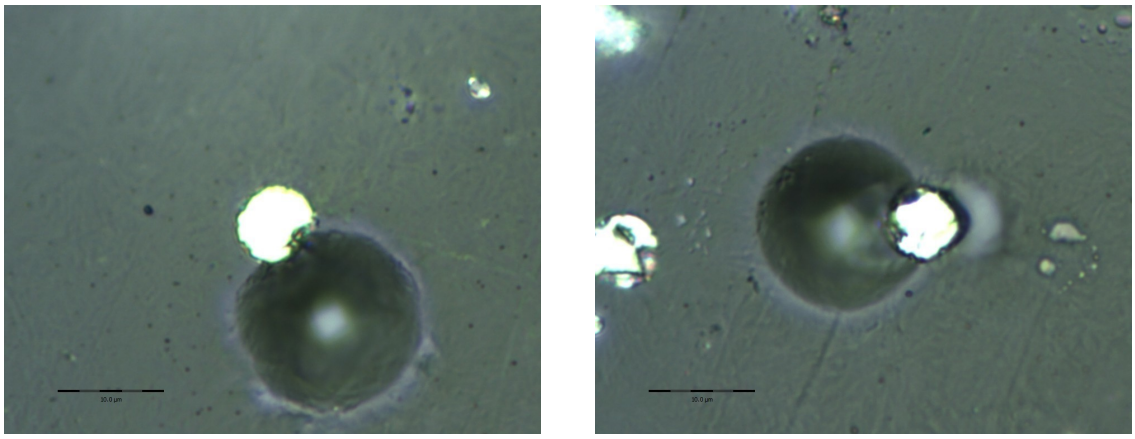
La force maximale a également été augmentée dans le but d'atteindre une décohésion de l'interface. Les conditions dans lesquelles les essais ont été réalisés sont présentées dans le tableau 4.10.

F max [mN]	Temps de charge [s]	Maintien F max [s]
50	30	30

TABLE 4.10 – Conditions expérimentales

Le premier indent a été réalisé alors que le problème de calibration n'avait pas encore été résolu. Le second, par contre, a été réalisé après calibration. Sur base des images post-indentation présentées à la figure 4.14, les deux indents semblent avoir été effectués à côté de la fibre pourtant, les courbes de la figure 4.15 présentent un comportement différent. En effet, le deuxième indent possède une raideur initiale beaucoup plus grande que le premier. Par la suite, ce même indent subit un changement de raideur et la seconde pente semble se rapprocher de celle de l'indent 1. Deuxièmement, l'indent 1 ne semble pas être affecté par la transition de géométrie de l'indenteur. Finalement, le retour élastique de

l'indent 2 est beaucoup plus important que celui de l'indent 1.



(a) Indent 1 (b) Indent 2

FIGURE 4.14 – Images post-indentation de 2 indents qui semblent avoir été réalisés à côté de la fibre

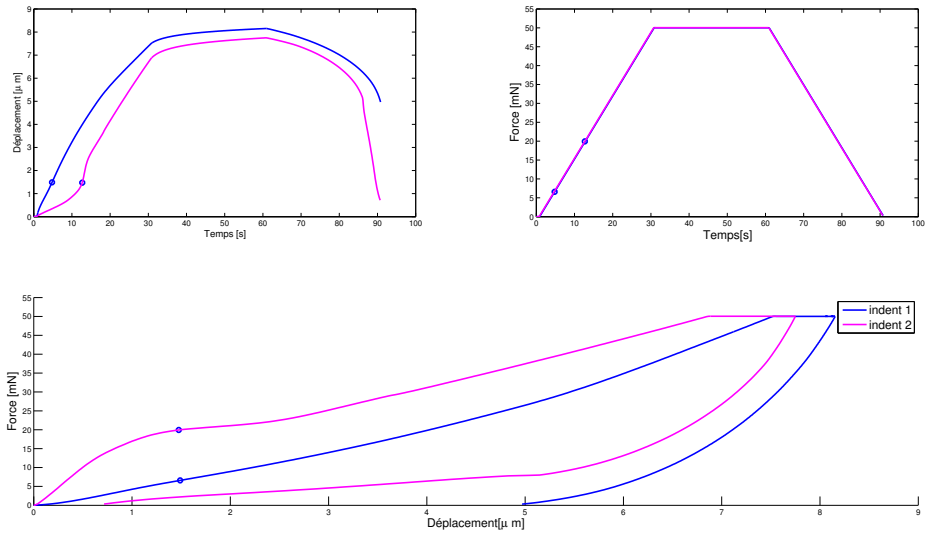


FIGURE 4.15 – Courbes d'un indent réalisé juste à côté de la fibre et à cheval sur la fibre.

Troisièmement, la figure 4.16 présente les courbes de trois indents pour lesquels la force maximale de chargement est différente. Ces courbes correspondant aux essais dont les conditions expérimentales sont décrites au tableau 4.11, présentent une raideur initiale proche. Par la suite, la raideur des indents deux et trois varie. Les indents 2 et 3 présentent un retour élastique important. Un phénomène de fluage est observé pour ces même indents.

F max [mN]	Temps de charge [s]	Maintient F max [s]
10	30	30
20	30	30
50	30	30

TABLE 4.11 – Conditions expérimentales pour les essais réalisés sur le nanoindenteur *CPX UNHT*

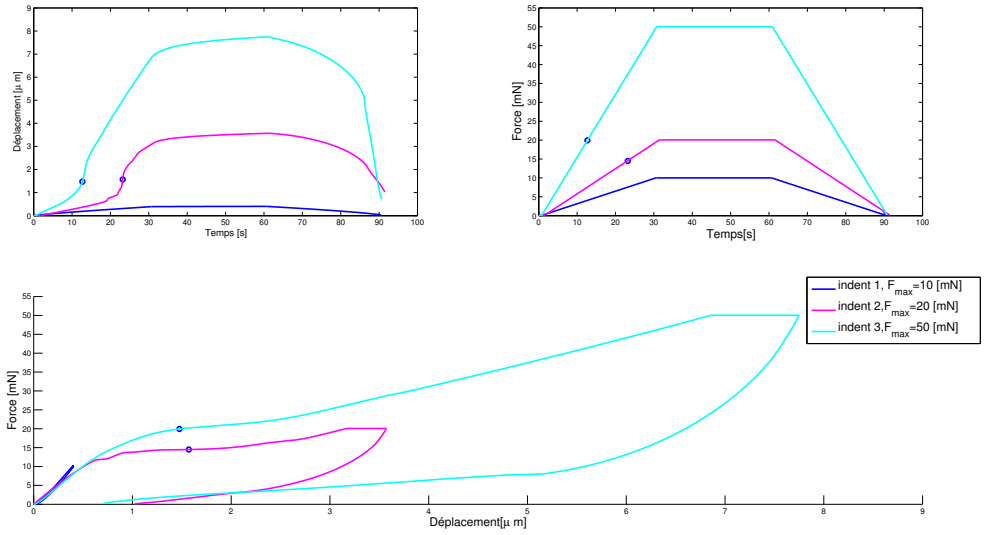


FIGURE 4.16 – Indents pour lesquels la force maximale est différente

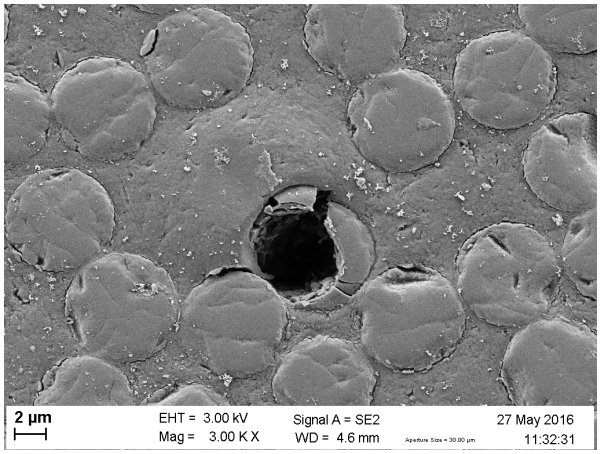
4.3 Microscope électronique à balayage

Une fois les essais sur le nanoindenteur terminés, les échantillons peuvent être observés au microscope électronique à balayage.

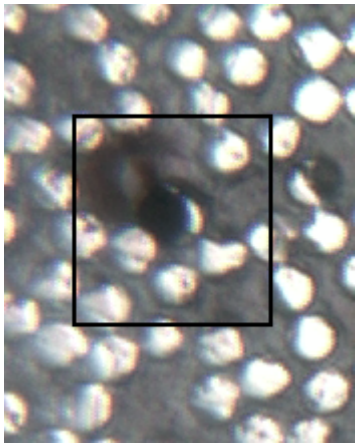
Dans le cadre de ce mémoire, des images SEM de la face supérieure et inférieure de l'échantillon quatre ont été prises. Celles-ci ont permis de mettre en évidence cinq observations. Cette section leur est consacrée.

Premièrement, l'observation de la face supérieure a permis de mettre en évidence que les essais pour lesquels les images post-indentation présentaient une tache noire autour de la fibre étaient des essais qui avaient cassé la fibre comme le montrent les images 4.17. Toutefois, lors de l'observation de la face inférieure de l'échantillon, les indents 1 et 2 de la figure 4.18 ont été retrouvés. Ils ont permis de démontrer qu'alors que les fibres sur la face supérieure sont cassées, à l'arrière de l'échantillon, ces même fibres sont intactes. La fibre va donc se casser uniquement en surface et le reste de l'essai va se passer tout à fait normalement. Il s'agit d'un push-out de la fibre, ce qui explique pourquoi les forces et les courbes force-déplacement présentées à la figure 4.5 sont si semblables.

Deuxièmement, les images SEM ont montré que le diamètre du trou après indentation

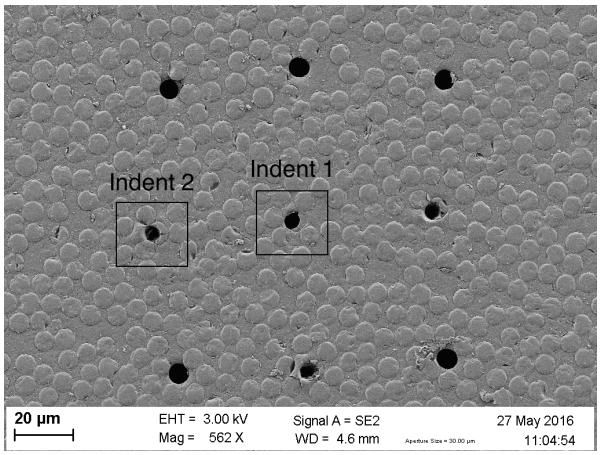


(a) Image prise au SEM

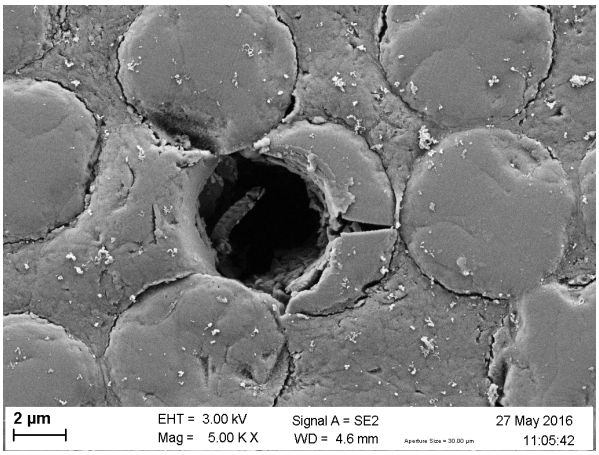


(b) Image post-indentation

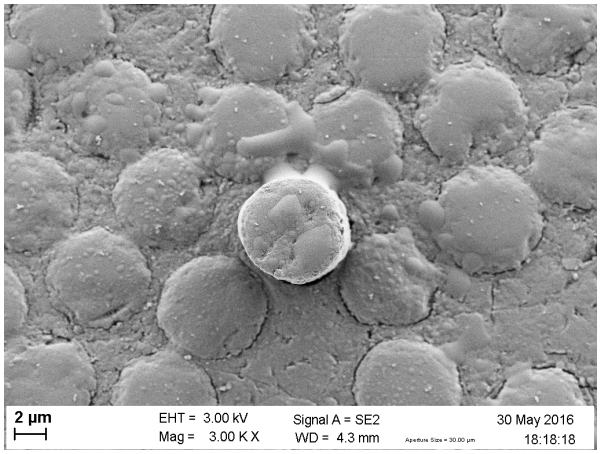
FIGURE 4.17 – La présence d'une tache noire autour de la fibre sur l'image post-indentation est la signature d'une fibre cassée.



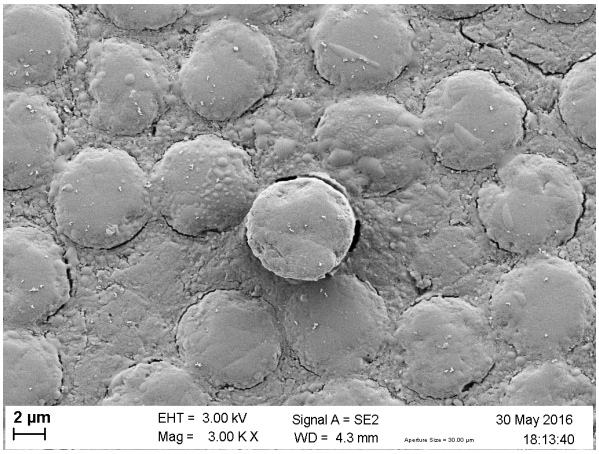
(a) Présence d'indent cassé



(b) Zoom sur l'indent 2



(c) Indent 1



(d) Indent 2

FIGURE 4.18 – Image de la face supérieure de l'échantillon. Les fibres semblent avoir été cassées. Image de la face inférieure, les fibres sont intactes.

vaut quasiment 7 [μm], le diamètre moyen des fibres, illustré à la figure 4.19. Ceci laisse penser que la décohésion s'est bien produite au niveau de l'interface et non au sein de la matrice . L'observation de la face arrière de l'échantillon a permis de confirmer cette intuition. En effet, sur les images, 4.20 la surface des fibres sortantes est bien nette, aucun résidu de matrice n'est présent. Pour obtenir ces images, l'échantillon a été penché de 30 °.

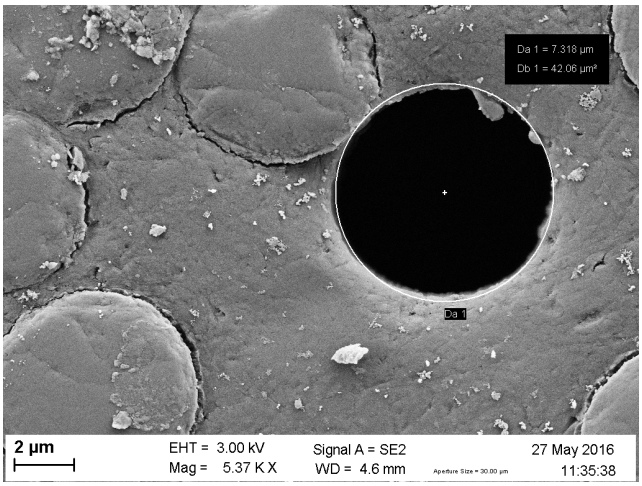


FIGURE 4.19 – Image post-indentation. Le diamètre de l'indent est très proche de celui de la fibre. La décohésion s'est bien produite au niveau de l'interface et non au niveau de la matrice.

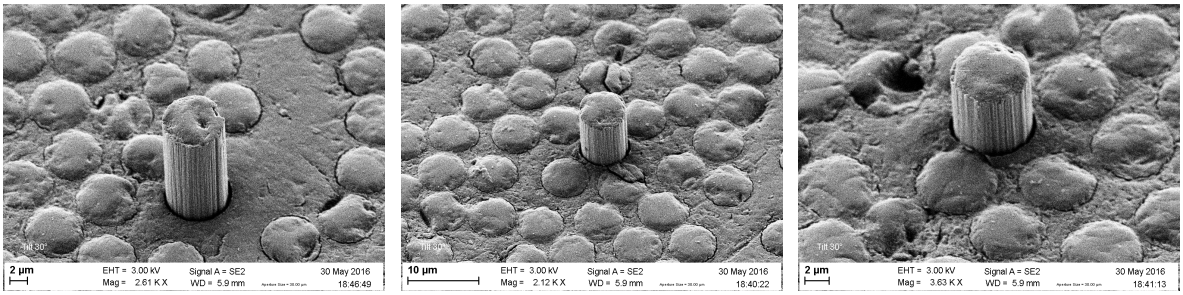


FIGURE 4.20 – Face arrière de l'échantillon. Aucun résidu de matrice n'est présent sur la fibre.

Troisièmement, bien que l'échantillon soit nettoyé dans un bain d'acétone, de la colle est toujours présente sur la surface de l'échantillon. Si cette colle était présente lors des essais, ceci signifie que la méthode décrite au chapitre 3 pour coller les échantillons sur la grille TEM n'est toujours pas optimale. Il est toutefois possible que la colle soit venue se mettre ultérieurement. En effet, sur l'image 4.21, de la colle est également présente sur la face latérale de la fibre indentée. Or, lors du collage, la surface latérale de la fibre était entourée par la matrice.

Quatrièmement, lors de l'observation de la face arrière. La hauteur sur laquelle les fibres sont sorties a pu être calculée. Pour ce faire, la différence de hauteur de focus entre la fibre indentée et deux des fibres adjacentes a été mesurée. Ceci a été fait pour les neuf fibres présentées sur la figure 4.22 et a donné les résultats suivants :

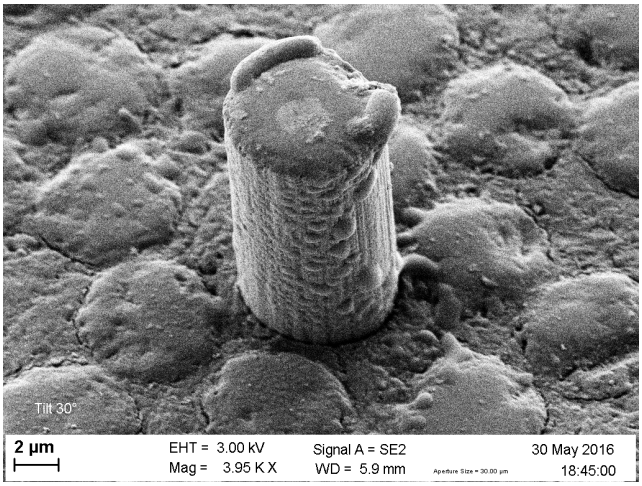


FIGURE 4.21 – Fibre sur laquelle on retrouve des résidus de colle.

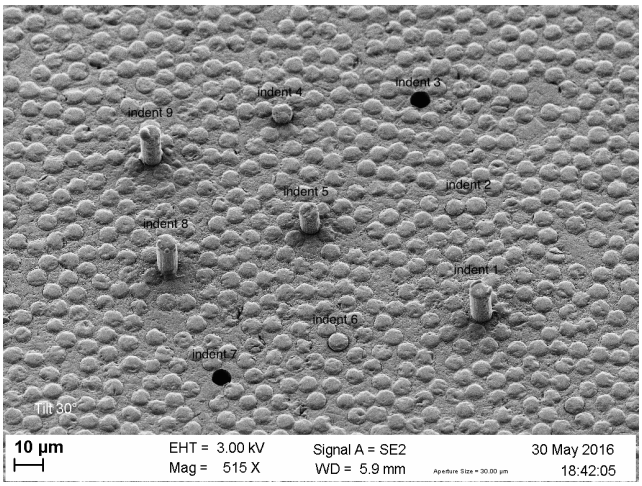


FIGURE 4.22 – Image arrière échantillon

num indent	hauteur de push-out $[\mu m]$
1	18
2	1
3	trou
4	3
5	12
6	1
7	trou
8	17
9	19

La précision avec laquelle ont été prises les valeurs n'étant pas très grande, celles-ci ne donnent pas des résultats exacts, mais permettent de donner une idée de l'enfoncement des fibres. Sur les courbes force-déplacement réalisées avec la seconde pointe flat-punch, l'indenteur semble s'enfoncer de 18 [μm]. Il était donc attendu que les fibres soient sorties sur une hauteur de 18 microns. Les valeurs mesurées montrent que c'est le cas pour 3 d'entre elles.

Toutefois, les fibres 3 et 7 semblent être totalement parties, ayant laissé derrière elles un trou noir ou, à tout le moins, un trou renfoncé sur une distance suffisamment importante pour ne plus les voir même lorsque l'on s'approche du trou. L'épaisseur de la grille TEM est de 25 [μm] alors que l'épaisseur de l'échantillon est de 80 microns. Par conséquent, tant que l'échantillon reste collé sur la grille TEM qui est collée sur le substrat en verre, les fibres ne peuvent pas tomber (à moins que le porte-échantillon soit retourné, ce qui n'a pas été le cas). C'est sans doute lors des manipulations qui ont suivi les essais que les fibres ont été perdues. Les autres fibres n'étant plus liées à la matrice ont peut-être également bougé, ce qui expliquerait pourquoi la hauteur de push-out n'est plus de 18 [μm].

5 Simulations

Ce chapitre, dédié à la présentation des résultats numériques est composé de trois grandes parties.

La première partie est consacrée au modèle purement élastique. Cette étude présente l'influence des paramètres matériaux et expérimentaux sur la raideur du système.

Dans la seconde partie, la plasticité de la matrice est prise en compte. La décomposition du déplacement de l'indenteur en ses différentes composantes est présentée. La flexion de l'échantillon lors des essais est également discutée. L'influence de l'encastrement, la densité locale de fibre, le rayon de l'indenteur et la hauteur de l'échantillon sur la plasticité est étudiée.

La dernière partie de ce chapitre est consacrée au modèle avec endommagement. Les paramètres qui doivent être entrés pour la zone cohésive sont discutés.

5.1 Modèle élastique

Grâce à la paramétrisation du modèle élastique un grand nombre de paramètres ont pu être étudiés sur base d'un modèle de référence. Les grandeurs associées à ce modèle sont reprises dans le tableau 5.1 et ont été choisies afin d'être proche des grandeurs expérimentales.

paramètres	valeurs $[\mu m]$
H	50
Hf	49.5
Rf	3.5
Dm	3
Dc	50
Ds	18
Ri	2.5

TABLE 5.1 – Grandeurs géométriques imposées pour le modèle de références

Dans une premier temps, il a été essayé de trouver une expression analytique pour la raideur du système tenant compte de tous ces paramètres. Pour ce faire, une régression

linéaire telle que présentée à l'équation 5.1 a été construite :

$$R = A1 + A2(\frac{Dm}{h}) + A3(\frac{Ds}{h}) + A4(\frac{Dc}{h}) + A5(\frac{Rf}{Ri}) + A6(\frac{Em}{E_f^1}) + A7(\frac{\nu_m}{\nu_f 12}) \qquad (5.1)$$

Trois valeurs ont été imposées pour chaque rapport et introduites dans le code python qui a permis de déterminer les $3^6 = 729$ raideurs. En entrant les paramètres de chaque situation ainsi que la raideur correspondante dans MATLAB, les valeurs des coefficients A1,A2 ... ont pu être déterminées. Toutefois, l'intervalle de confiance qui correspond à l'intervalle de valeurs au sein duquel il y a 95% de chances que la valeur réelle se trouve était important. Pour améliorer la précision, il faut augmenter le nombre de valeurs introduites par rapport mais en passant de 3 à 4 valeurs, le nombre de situations passe de $3^6 = 729$ à $4^6 = 4096$ situations ce qui nécessite de passer sur un serveur de calcul intensif. Finalement, cette méthode ne tient pas compte des interactions entre les différents paramètres, elle a donc été écartée et les paramètres ont été considérés séparément.

5.1.1 Influence des paramètres expérimentaux

Lors d'un essai de push-out, la densité locale de fibre, la position de l'indent par rapport au bord de la grille TEM ou de l'échantillon peuvent avoir un impact sur la raideur du système.

Pour chacun de ces paramètres, l'influence sur la raideur du système est représentée à la figure 3.15. Une régression polynomiale a ensuite été réalisée donnant les expressions suivantes :

$$R = -4500(\frac{Dm}{H})^5 + 4714(\frac{Dm}{H})^4 - 1889(\frac{Dm}{H})^3 + 370(\frac{Dm}{H})^2 - 40(\frac{Dm}{H}) + 4 \qquad [GPa]$$

La diminution de la densité locale s'accompagne d'une diminution de la raideur du système.

$$R = 2.02(\frac{Ds}{H})^2 - 2.64(\frac{Ds}{H}) + 3.76 \qquad [GPa]$$

A mesure que l'indentation se rapproche du bord de la grille, la raideur du système augmente.

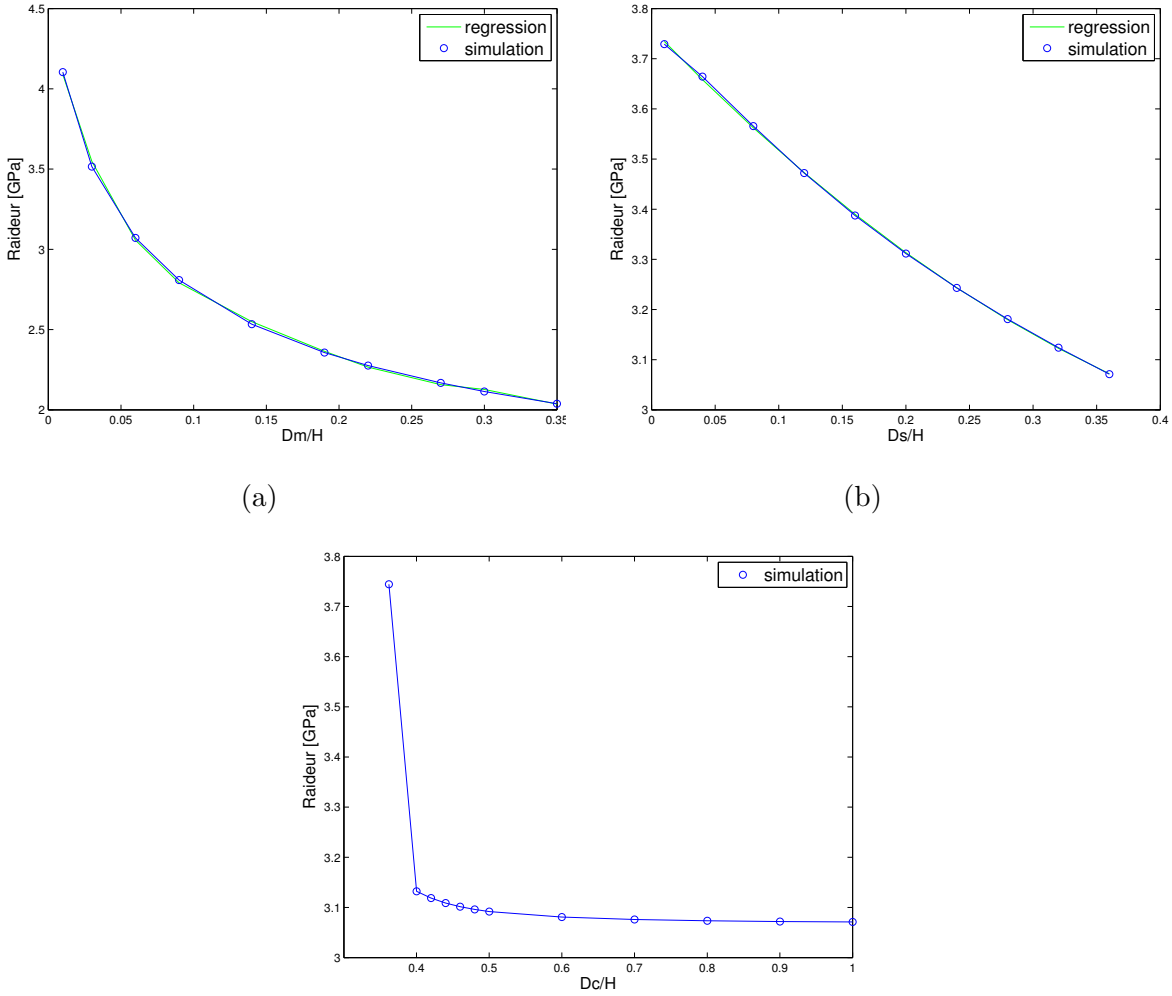
Le tableau 5.2 reprend les valeurs des raideurs pour le cas de base c'est-à-dire lorsque $\frac{Dm}{H}$ et $\frac{Ds}{H}$ valent respectivement 3/50 et 18/50 et lorsque ces rapports sont divisés par deux. Ces valeurs mettent en évidence que la variation de la raideur en fonction du rapport $\frac{Ds}{H}$ est moins importante que pour le rapport $\frac{Dm}{H}$. La variation de la densité locale de fibres lors d'un essai a donc un plus grand effet sur la raideur du système que la position d'indentation par rapport au bord de la grille TEM.

Pour la variation de la raideur en fonction du rapport Dc/H aucune régression n'a été calculée mais à partir d'un rapport Dc/H=0.4, la raideur reste constante. Ceci signifie que

Dm/H	R [GPa]	$\frac{R}{R_{base}}$
3/50	3.07	1
1.5/50	3.55	1.16
Ds/H	R [GPa]	$\frac{R}{R_{base}}$
18/50	3.07	1
9/50	3.35	1.09

TABLE 5.2 – Variation de la raideur lorsque les rapports $\frac{Dm}{H}$ et $\frac{Ds}{H}$ sont divisés par deux par rapport au modèle de référence.

la position de l'indentation par rapport au bord de l'échantillon n'a pas beaucoup d'effet sur la réponse élastique du système.



(a) (b)

(c)

FIGURE 5.1 – (a)Influence de la raideur par rapport à la densité locale de fibre,(b) Influence de la raideur en fonction de la position par rapport au bord de la grille TEM (b) Influence de la raideur en fonction de la position par rapport au bord de l'échantillon (c)

5.1.2 Influence des conditions limites

Dans le cadre de ce mémoire, des grilles TEM présentant un quadrillage de 48 μm et un indenteur flat punch de 5 microns de diamètre ont été utilisés. Il est intéressant de regarder l'effet sur la raideur de l'augmentation de la taille de la grille et de la variation du rayon de l'indenteur par rapport au rayon de la fibre.

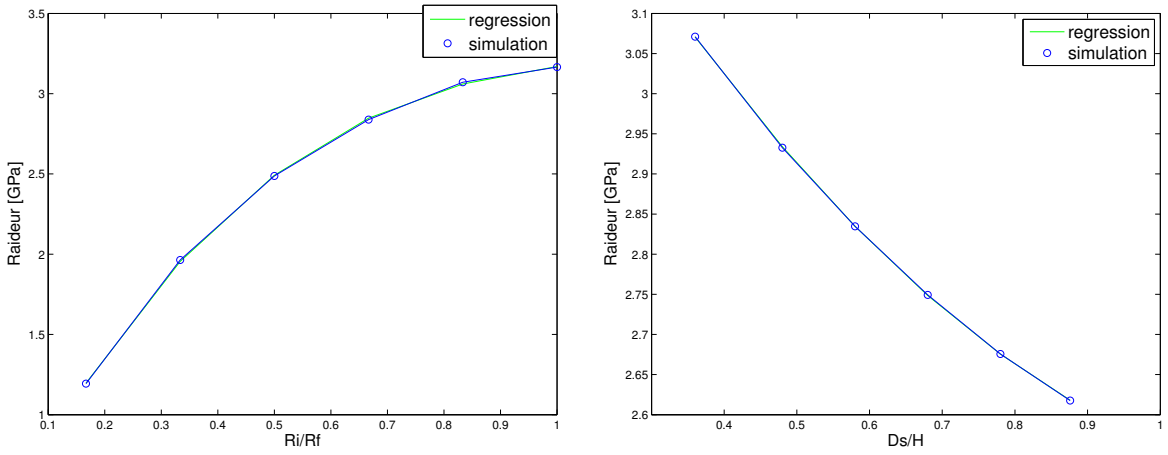
Ces effets sont présentés sur la figure 5.2 et la régression a donné les résultats suivants :

$$R = 1.4(\frac{Ri}{Rf})^3 - 5.39(\frac{Ri}{Rf})^2 + 6.97\frac{Ri}{Rf} + 0.18 \qquad [GPa]$$

La figure 5.2a montre que plus le rayon de l'indenteur est faible par rapport au rayon de la fibre moins le système est raide. Le tableau 5.3 montre qu'en passant d'un rapport $\frac{Ri}{Rf} = 0.83$ à $\frac{Ri}{Rf} = 0.41$, la raideur est diminuée de 19%. Le choix du rayon de l'indenteur par rapport au rayon de la fibre a donc une influence importante sur la raideur du système.

Ri/Rf	R [GPa]	$\frac{R}{R_{base}}$
2.5/3	3.07	1
1.25/3	2.49	0.81

TABLE 5.3 – Variation de la raideur lorsque le rapport $\frac{Ri}{Rf}$ est divisé par deux par rapport au modèle de référence.



(a) (b)

FIGURE 5.2 – Influence du rayon de l'indenteur (a) et de la taille de la grille TEM (b) sur la réponse élastique

$$R = 0.66(\frac{Ds}{H})^2 - 1.69(\frac{Ds}{H}) + 3.6 \qquad [GPa]$$

En augmentant la taille de la grille TEM, on diminue la raideur du système. On observe que l'expression de la régression n'est pas la même que celle obtenue lorsque la taille

de la grille est diminuée. Ceci est sans doute dû au fait qu'en augmentant la taille du quadrillage de la grille TEM, l'échantillon fléchit ce qui diminue la raideur. Le tableau 5.4 reprend les raideurs associées au modèle ou la taille du quadrillage vaut 48 microns et celle où la taille du quadrillage vaut 76 microns. Celui-ci montre que lorsque le rapport Ds double, la raideur est diminuée de 9%.

Ds/H	R [GPa]	$\frac{R}{R_{base}}$
18/50	3.07	1
32/50	2.78	0.91

TABLE 5.4 – Variation de la raideur lorsque le rapport $\frac{Ds}{H}$ est multiplié par deux par rapport au modèle de référence.

5.1.3 Influence des propriétés matériaux

La troisième catégorie de paramètre qui est analysée est l'influence des propriétés matériaux. Pour ce faire, le code python a été légèrement modifié. Le comportement des fibres de carbone et du composite normalement anisotrope a été considéré comme isotrope. Ceci car si les modules de la fibre ou de la matrice sont modifiés, il faut en tenir compte dans les propriétés homogénéisées du composite. Par souci de simplicité, les nouvelles propriétés du composite ont été déterminées par de simples lois de mélange. La variation de la raideur en fonction de ces paramètres est présentée aux figures 5.3a, 5.3b et 5.3c.

Les régressions ont donné les résultats suivants :

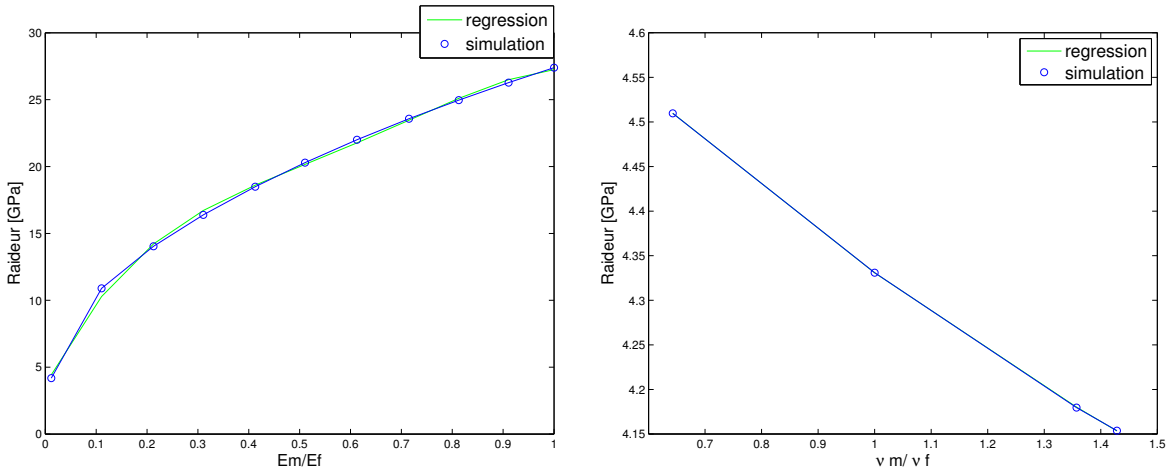
$$R = -69.94(\frac{Em}{Ef})^4 + 172.51(\frac{Em}{Ef})^3 - 154.74(\frac{Em}{Ef})^2 + 75.85(\frac{Em}{Ef}) + 3.56 \qquad [GPa]$$

Em/Ef	R [GPa]	$\frac{R}{R_{base}}$
2.76/235	4.43	1
5.52/235	5.26	1.19

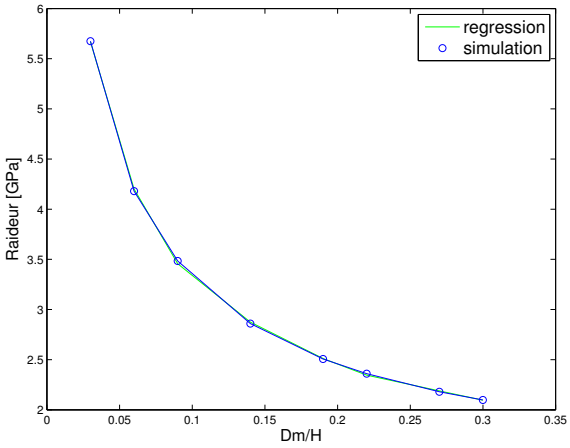
TABLE 5.5 – Variation de la raideur lorsque le rapport $\frac{Em}{Ef}$ est multiplié par deux par rapport au modèle de référence.

La matrice et les fibres présentent des modules très différents ($\frac{Em}{Ef} = 7.89 * 10^-3$). Le tableau 5.5 montre qu'en modifiant le module de la matrice pour passer d'un module de 2.76 à 5.52 [GPa], tout en conservant le module de la fibre constant, la raideur du système est augmentée de 19%. Une petite variation du rapport $\frac{Em}{Ef}$ a un impact important sur la réponse du système.

$$R = -16090(\frac{Dm}{H})^5 + 15964(\frac{Dm}{H})^4 - 6193(\frac{Dm}{H})^3 + 1197(\frac{Dm}{H})^2 - 124(\frac{Dm}{H}) + 8 \qquad [GPa]$$



(a) (b)



(c)

FIGURE 5.3 – Influence des rapports modules de Young matrice/fibre, coefficient de poisson matrice/fibre et densité fibre-matrice sur la comportement élastique

Dm/H	R [GPa]	$\frac{R}{R_{base}}$
3/50	4.2	1
1.5/50	5.67	1.35

TABLE 5.6 – Variation de la raideur lorsque le rapport $\frac{Dm}{H}$ est divisé par deux par rapport au modèle de référence.

Le tableau 5.6 met en évidence que la densité de fibre au sein du composite a un impact important sur la raideur du système. Celui-ci est plus important que dans le cas où seule la variation locale de fibre est modifiée. Ceci met en lumière que le composite homogénéisé intervient également dans la détermination de la raideur.

$$R = 0.11(\frac{\nu m}{\nu f})^2 - 0.68(\frac{\nu m}{\nu f}) + 4.90 \qquad [GPa]$$

La gamme de valeurs sur laquelle les coefficients de poisson se situe étant relativement faible, les variations de rapport entre le coefficient de poisson de la matrice et de la fibre sont faibles. Ils n'ont pas beaucoup d'influence sur le comportement élastique.

Sur base des observations précédentes, les paramètres qui semblent affecter le plus la raideur du système sont la densité locale et globale de fibres, le rapport des raideurs matrice-fibre ainsi que le rapport entre le rayon de l'identeur et de la fibre indentée.

5.2 Modèle plastique

Pour les résultats qui suivent, la loi d'écrouissage de la matrice a été prise en compte

5.2.1 Influence de la flexion

Il est important de contrôler le rapport entre l'épaisseur de l'échantillon et la taille du support (dans le cas présent, il s'agit du quadrillage de la grille TEM) afin d'obtenir des résultats pertinents. En effet, si ce rapport devient trop important, l'échantillon fléchit, ce qui modifie de manière considérable l'état de contrainte au sein de l'échantillon et influence donc les paramètres d'interface. D'un autre côté si l'échantillon est trop épais, l'adhésion fibre-matrice augmente ainsi que les forces de frottement. Les forces en présence sont plus importantes, ce qui risque de provoquer une fissuration dans la matrice. Le choix du rapport L/H est donc important.

La figure 5.4 montre le mode I et II de rupture. Alors que le mode I est dû à des contraintes de traction S22 importantes, le mode II est lié aux contraintes de cisaillement S12.



(a) Mode 1 : ouverture

(b) Mode 2 : cisaillement

FIGURE 5.4 – Mode 1 et 2 de rupture [14]

Du point de vue de la flexion, l'essai de push-out peut être associé un essai de flexion quatre points. Ce type d'essai induit des contraintes normales de compression ou de traction transverse selon les endroits dans l'échantillon comme le montre la figure 5.5. Dans la partie centrale, des contraintes de compression sont induites dans la partie supérieure de l'échantillon et des contraintes de traction apparaissent dans la partie inférieure de l'échantillon. Si la flexion de l'échantillon devient trop importante, il y a donc un risque que le mode I de rupture de l'interface devienne prédominant sur le mode II. La ténacité des matériaux n'étant généralement pas la même selon le mode de rupture, la présence

de flexion fausserait les résultats du push-out.

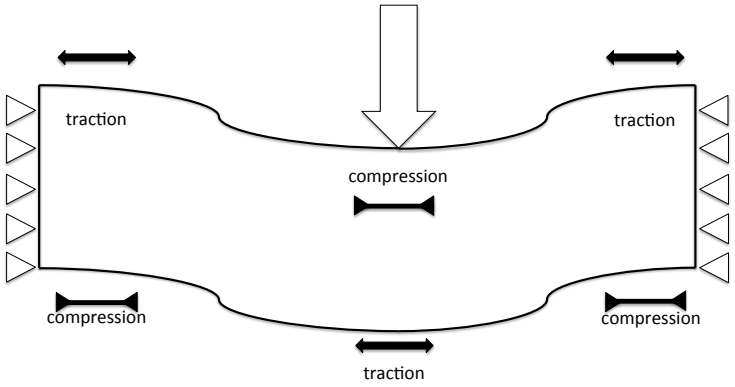


FIGURE 5.5 – Signe des contraintes normales induites par la flexion

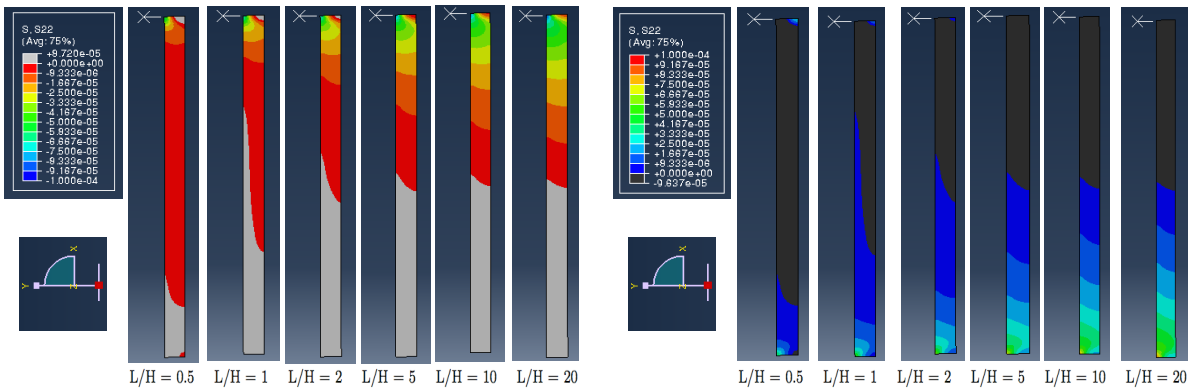
L'état de contrainte (S22 et S12) au sein de la fibre et de la matrice a été obtenu pour différent rapport L/H, ceci afin de déterminer à partir de quel rapport la flexion de l'échantillon devenait importante. La valeur des contraintes dépendent bien évidemment de la force appliquée sur la fibre. Pour ce faire, toutes les simulations ont été réalisées en imposant une force de 40 [mN].

Le but de cette section est de regarder l'effet de la flexion sur l'interface fibre-matrice. Ceci explique pourquoi les contraintes au sein du composite homogénéisé ne sont pas présentées. De plus dans ce modèle sans endommagement, la fibre et la matrice sont liées par l'intermédiaire d'un *tie constraint*. Par conséquent, les contraintes S22 et S12 à l'interface fibre-matrice sont les mêmes, au signe près, dans la fibre et dans la matrice. Seule la matrice va donc être présentée.

Les figures 5.6a et 5.6b présentent les contraintes S22 au sein de la matrice comprises entre 0 et 100 MPa pour la traction et entre -100 et 0 MPa pour la compression.

Les contraintes de compression sont maximales dans le haut de l'échantillon. La figure 5.6a met en évidence qu'à mesure que le rapport L/H diminue, les contraintes de compression diminuent au sein de l'échantillon. Une observation similaire peut être faite pour les contraintes de traction à la différence qu'elles sont maximales dans le bas de l'échantillon. A partir du rapport L/H = 1, les contraintes aussi bien de compression que de traction deviennent faibles sur toute la hauteur de l'échantillon. On observe également que la séparation compression/traction ne se fait plus à mi-hauteur. La zone de l'interface soumise à de la traction est fortement réduite et celle-ci est soumise à des contraintes comprises entre 0 et 16 [MPa].

Les contraintes de cisaillement quant à elles, sont induites par le chargement de la



(a) Contraintes de compression (b) Contraintes de traction

FIGURE 5.6 – contraintes S22 au sein de la matrice comprises entre 0 et 100 MPa pour la traction et entre -100 et 0 MPa pour la compression. Ceci est présenté pour différents rapports L/H

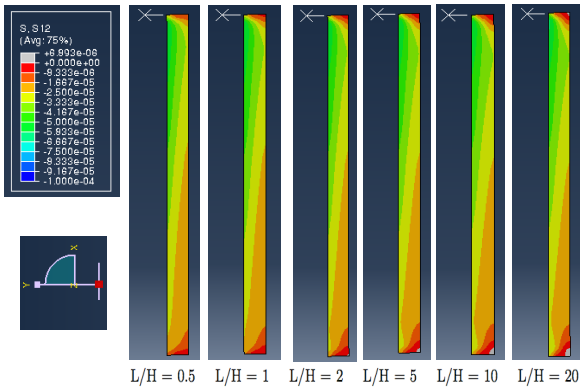


FIGURE 5.7 – Contraintes S12 au sein de la matrice comprise entre 0 et -100 [MPa] pour différents rapports L/H ;

fibre. La figure 5.7 présente les contraintes S12 au sein de la matrice comprises entre 0 et -100 [MPa]. Celles-ci, maximales dans le haut de la matrice ne semblent pas être modifiées de manière considérable lorsque les rapport L/H diminuent. Dans le haut de l'interface les contraintes de cisaillement sont supérieures à 40 [MPa].

Sur base de ce qui a été dit, il semble que pour les rapports L/H inférieurs à 1, l'effet de la flexion devienne moins important, c'est-à-dire que lors d'essais de push-out, le mode I et II de rupture coexistent mais lorsque le rapport L/H est suffisamment faible, le mode II est le mode dominant (les contraintes de cisaillement restent importantes dans le haut de l'interface alors que les contraintes de traction dans le bas de l'interface deviennent faibles). Il est donc important que les échantillons ne soient pas trop fins par rapport à la taille du support au risque que l'échantillon ne soit soumis à de la flexion.

Notons que le mode I induit une rupture dans le bas de l'échantillon alors que le mode II induit une rupture dans le haut de l'interface.

5.2.2 Décomposition du déplacement de l'indenteur

Lorsqu'une force de 40 [mN] est appliquée sur le modèle présentant un rapport L/H de 1, le déplacement de l'indenteur est de 270 nanomètres. Il est intéressant de regarder quelle est la contribution des différents effets qui se produisent lors d'un essai de push-out. Les différentes déformations identifiées comme prenant place lors d'un essai et qui contribuent au déplacement de l'indent sont les suivantes :

— La compression de la fibre
— Le cisaillement de la fibre, de la matrice et du composite homogénéisé,

La flexion ayant été négligée d'après ce qui a été expliqué à la section précédente.

Différentes situations ont donc été imaginées afin d'éliminer progressivement les sollicitations. La différence de déplacement de l'indenteur entre 2 situations correspond à la contribution de la sollicitation éliminée. Les différents cas sont présentés à la figure 5.8. La situation un correspond au modèle de référence. La situation deux permet ensuite de réduire le cisaillement au niveau du composite homogénéisé. La situation trois permet d'éliminer le cisaillement de la matrice. Finalement dans le quatrième modèle, le cisaillement de la fibre est contraint.

Les courbes force-déplacement correspondant aux différentes situations sont présentées à la figure 5.9. Le déplacement de l'indenteur pour les différentes situations est repris dans le tableau 5.7. .

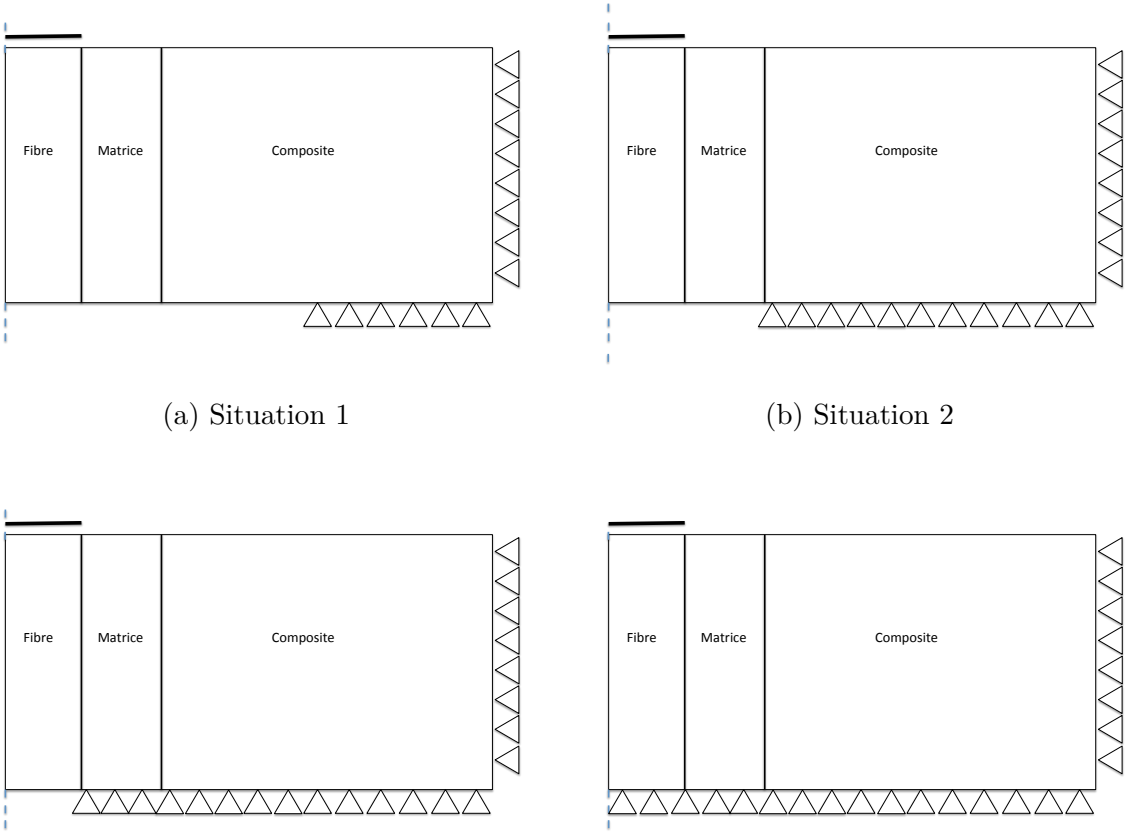
Situation	δ [nm]	Diminution
1	279	/
2	221.6	17.9 %
3	205.3	7.4 %
4	195	5 %

TABLE 5.7 – Déplacement de l'indenteur pour différentes longueurs d'encastrement

Où le pourcentage de diminution est calculé comme $\frac{\delta_{i+1}}{\delta_i}$
Ceci met en évidence deux observations :

— la composante liée au cisaillement du composite est importante par rapport aux deux autres. Ceci signifie que lorsque la densité locale de fibre est faible (Dm est égale à 3 microns), le cisaillement s'étend au delà de l'interface fibre-matrice, ce qui pourrait affecter le comportement des interfaces fibre-matrice des fibres voisines.

— Lorsque tout le modèle est encastré, le déplacement de l'indenteur reste relativement important. Ceci est dû à plusieurs choses. Premièrement, lors de l'encastrement de la matrice, par exemple, le cisaillement de cette dernière est fortement réduit, toutefois, la matrice se cisaille toujours un peu, ce qui contribue au déplacement de l'indenteur. Il en va de même pour le composite. Deuxièmement, pour une même force, la fibre dans le modèle complètement encastré se comprime donc



(a) Situation 1

(b) Situation 2

(c) Situation 3

(d) Situation 4

FIGURE 5.8 – Différentes situations qui permettent de décomposer le déplacement de l'indenteur

d'avantage que dans le modèle où seule une partie du composite est encastrée. Pour connaître la contribution exacte de chacune des composantes, il aurait donc fallu que lorsqu'une composante est éliminée, toutes les autres restent inchangées, ce qui n'est pas tout à fait le cas comme le montre la figure 5.10.

5.2.3 Influence des paramètres expérimentaux sur la plasticité

Jäger et al. [1] ont démontré que la zone de déformation plastique précédait la région de dégradation de l'interface. Par conséquent, bien que le modèle plastique ne présente pas de loi d'endommagement de l'interface, il est possible de prédire la zone d'initiation de l'endommagement à partir des zones de plasticité. Pour ce faire, les déformations plastiques équivalentes vont être utilisées.

Les paramètres étudiés dans cette section sont :
— La longueur d'encastrement
— La densité locale de fibre
— La hauteur de l'échantillon
— Le rapport entre le rayon de l'indenteur et le rayon de la fibre

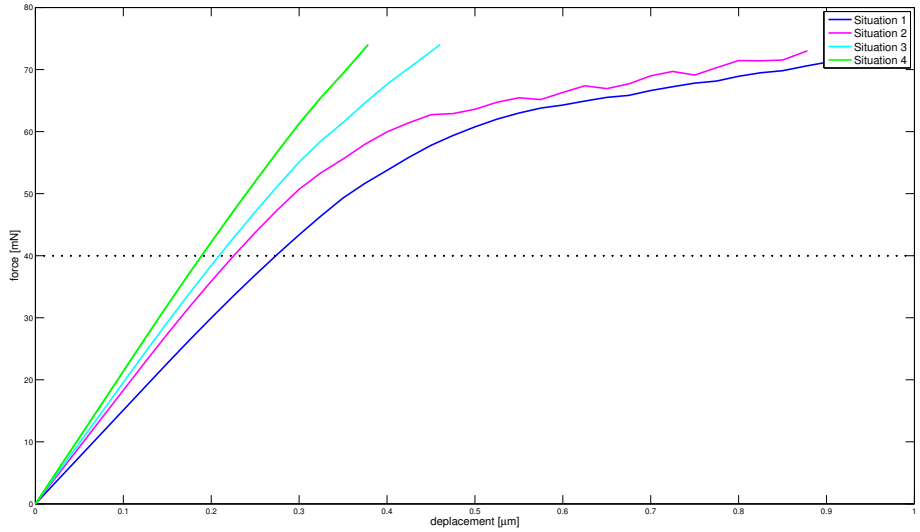


FIGURE 5.9 – Courbes force-déplacement obtenues pour les 4 situations présentées à la figure 5.8

— La géométrie de l'indenteur

Dans le cas présent où L/H est égal ou supérieure à un, les contraintes de cisaillement à l'interface fibre-matrice sont beaucoup plus importantes que les contraintes normales. La plasticité est donc principalement induite par le cisaillement de la matrice. Il semble donc intéressant de regarder également les contraintes de cisaillement.

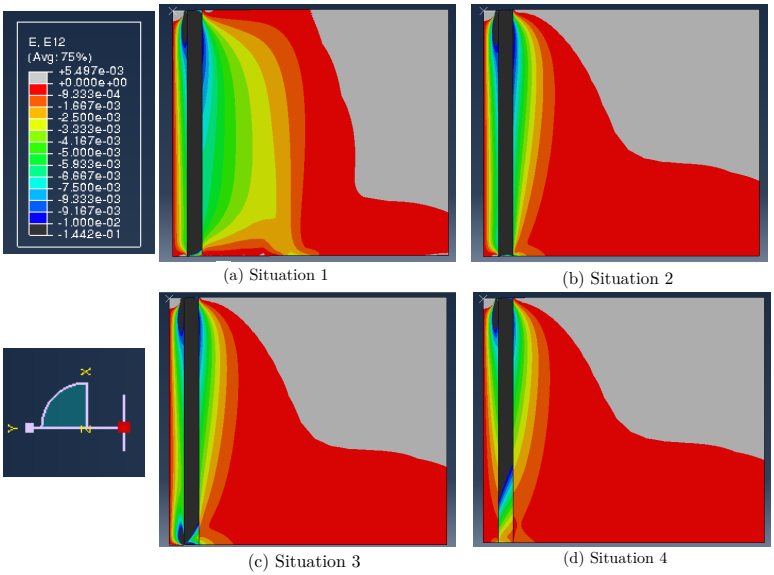
Pour toutes les situations, une force de 40 [mN] a été appliquée.

Influence de la longueur d'encastrement

Afin de regarder l'influence de la longueur d'indentation sur le comportement de l'interface, les quatre situations présentées à la figure 5.8 ont être reprises.

La figure 5.11 montre que les contraintes de cisaillement sont plus importantes dans le haut de l'interface. Lors de l'encastrement progressif des différentes parties, les contraintes de cisaillement dans le haut de la fibre semblent diminuer (la taille de la zone pour laquelle les contraintes sont supérieures à 50 [MPa] diminue.). Il en va de même pour les contraintes dans le bas de l'interface.

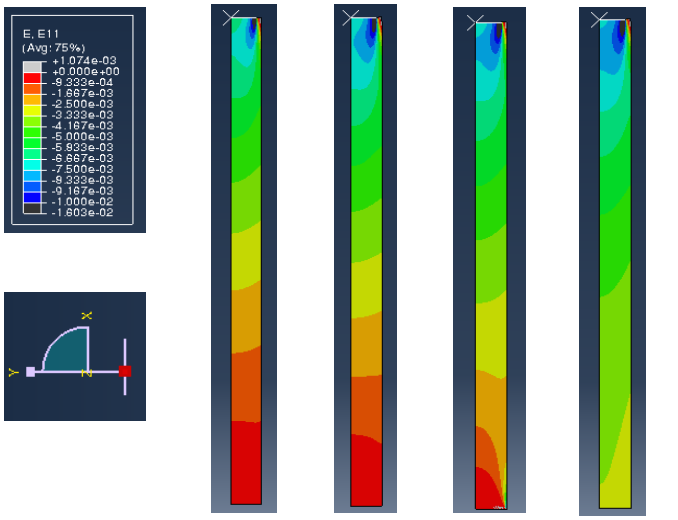
La figure 5.12 met en évidence que l'initiation de la plasticité se fait toujours sur le haut du modèle. Pour une même force, les déformations plastiques équivalentes sont moins importantes sur le modèle entièrement encastré que sur le modèle où seulement une partie du composite est encastré. Ceci laisse penser que la force d'initiation à la rupture sera donc plus importante dans le cas d'un push-in que dans le cas d'un push-out.



(a) Situation 1 (b) Situation 2

(c) Situation 3 (d) Situation 4

(a) Déformations E12 dans la fibre et le composite comprises entre -0.12 et -0.001[/]



(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3 (d) Situation 4

(b) Déformations E11 dans la fibre comprises entre -0.01 et 0[/]

FIGURE 5.10 – Déformations E11 et E12 au sein du modèle pour différentes longueurs d'encastrement.

Influence de la densité

Afin d'observer l'influence de la densité locale sur le comportement de l'interface fibre-matrice, trois situations différentes ont été envisagées (figure 5.13). Pour les trois modèles, la longueur entre l'axe de symétrie et l'encastrement a été maintenue à 24 microns et la matrice présente respectivement une largeur de 0.5, 3 et 15 [μm].

La figure 5.14 montre que lorsque Dm est très petit, les déformations de cisaillement à l'interface fibre-matrice deviennent très importantes (la zone noire et bleue est étendue). Lorsque Dm est plus important par contre, à l'interface fibre-matrice, les déformations de cisaillement deviennent plus faibles.

La figure 5.15 confirme ce qui a été dit précédemment : plus Dm est petit, plus les déformations en cisaillement dans la matrice sont importantes, plus la plasticité va s'initier rapidement dans la matrice. Par conséquent, pour une même force, la plasticité dans la matrice est beaucoup plus importante pour la situation où Dm est faible que pour celle où Dm est important. Ceci laisse donc penser qu'au plus la densité locale de fibre est importante, au plus la force qui va initier la fissuration sera faible.

Influence de la hauteur de l'échantillon

Afin d'observer l'influence de la hauteur de l'échantillon sur le comportement de l'interface, trois situations ont été envisagées. Pour les trois modèles, la hauteur du modèle vaut respectivement 30, 50 et 150 microns. Ces situations sont présentées à la figure 5.16. [1]

La figure 5.17 met en évidence qu'en appliquant une même force sur des échantillons de hauteur différente, les contraintes de cisaillement le long de l'interface seront différentes. En effet, la contrainte moyenne $< \tau >= \frac{F}{2\pi h}$ sera d'autant plus faible que le modèle est épais. Le modèle le plus haut présente donc des contraintes de cisaillement beaucoup moins importantes que le modèle mince. Ceci est confirmé par la figure 5.18 où la plasticité le long de l'interface fibre-matrice du modèle fin est importante sur toute la hauteur.

Influence du rayon de l'indenteur

Afin d'observer l'influence du rayon de l'indenteur sur le comportement de l'interface trois situations ont été envisagées. Celles-ci présentent respectivement un indenteur de rayon 2, 2.5 et 3 microns. Les trois situations sont présentées à la figure 5.19.

Il est important de préciser qu'aucun critère d'endommagement de la fibre n'a été introduit or lorsque la taille de l'indenteur diminue, la concentration de contrainte au contact fibre-indenteur augmente ($\sigma = \frac{F}{A}$). Il y a donc un risque que la fibre se casse.

Lorsque la taille de l'indenteur augmente, la zone présentant des contraintes supérieures à 50 [MPa] semble être légèrement plus haute que dans le cas où l'indenteur présente un rayon plus faible. Ceci laisse penser que la contrainte de cisaillement maximale au niveau de l'interface se trouve plus proche de la surface que dans le cas où l'indenteur est de plus petite taille. Ceci est confirmé par la figure 5.22. Au niveau de la déformation plastique équivalente, pour l'indenteur présentant un rayon de 3 microns, la zone de plasticité maximale s'étend d'ailleurs depuis la surface, lorsque l'indenteur est de plus petite taille, cette zone se trouve plus en profondeur. Elle est aussi beaucoup plus prononcée. Ceci laisse penser qu'en diminuant le rapport entre le rayon de l'indent et de la fibre,

1. Pour le modèle présentant une hauteur de 30 microns, des problèmes de convergence ont été rencontrés. En effet, une résolution implicite a été utilisée or lorsque la matrice entre en *softening*, ce mode de résolution ne convient plus, il faut passer en explicite. Lorsque l'échantillon est fin, la contrainte moyenne, $< \tau >= \frac{F}{2\pi h}$ au sein de la matrice est plus importante, on atteint donc plus vite la zone de *softening*. Pour remédier à ce problème, une force non pas de 40 mais de 36 [mN] a été utilisée pour cette analyse. Ceci permet de se placer juste avant cette zone critique et d'ainsi rester en implicite.

l'initiation de la plasticité se fait dans une zone qui n'est pas à la surface de l'échantillon. De plus, pour une même force, la plasticité le long de l'interface est moins importante.

Influence de la géométrie de l'indenteur

Le dernier paramètre qui a été considéré est la géométrie du punch. Pour se faire, deux situations ont été considérées. Sur l'une, l'indenteur est un indenteur flat punch alors que sur l'autre l'indenteur est un indenteur sphérico-conique présentant un angle d'ouverture de 90 ° et un rayon de 5 microns.

Pour ces deux situations, les déformation E11 sont également présentées et mettent en évidence que les déformations au sein de la fibre sont beaucoup plus importantes lorsque l'indent est un indenteur sphérico-conique. Un endommagement de la fibre est donc fort probable.

Concernant les contraintes de cisaillement, la grande différence réside dans le position de la zone présentant des contraintes de cisaillement supérieure à 50 [MPa]. Dans le cas de l'indenteur sphérico-conique, cette zone est plus basse. Cette observation est confirmée par la figure 5.24 où les déformations plastique se sont développées plus en profondeur dans le cas d'un indenteur sphérico-conique. Ceci laisse donc penser que la fissuration ne débutera pas à la surface mais en sein de l'échantillon.

5.3 Modèle avec endommagement

Afin d'aider à l'interprétation des courbes force-déplacement obtenues expérimentalement, le dernier modèle envisagé est le modèle avec endommagement. En effet, le but d'un essai de push-out est d'endommager l'interface fibre-matrice afin de la caractériser.

La zone cohésive est un artifice de simulation utilisée dans ABAQUS afin de simuler l'endommagement. Le comportement de cette zone est représenté à l'aide d'une loi "traction-séparation" (présentée au chapitre 2) qui permet de décrire le comportement élastique linéaire avant endommagement, le critère d'initiation de la fissure ainsi que l'évolution de l'endommagement. Pour ce faire une pente élastique, une contrainte d'initiation à l'endommagement ainsi qu'une ténacité doivent être introduits comme paramètres d'entrées. Idéalement des valeurs différentes doivent être introduites pour les directions normales et transverses. Par soucis de simplification, le comportement dans les directions transverse et normales a été considéré comme identique.

Les valeurs introduites ont un impact direct sur la courbe force-déplacement. Il est donc important de choisir des valeurs qui permettent de coïncider le mieux possible avec les courbes obtenues expérimentalement.

Dans un premier temps, lorsqu'on souhaite travailler avec un modèle utilisant une zone cohésive, il est intéressant de regarder comment ces paramètres influencent la courbe force-déplacement. Différentes simulations ont donc été réalisées.

La rigidité

Trois simulations ont été réalisées afin de mieux comprendre comment le module de la zone cohésive affectait la courbe force-déplacement. Les valeurs présentées dans le tableau 5.8 ont été introduites pour les différents paramètres.

E [MPa]	σ_D [MPa]	G $[J/m^2]$
50	80	20
80	80	20
1000	80	20

TABLE 5.8 – Paramètres introduits pour la zone cohésive

La figure 5.27 met en évidence qu'augmenter la raideur de la zone cohésive augmente la raideur du système. La force à la rupture est légèrement plus faible ainsi que le déplacement à la rupture.

La contrainte d'initiation de l'endommagement

Trois simulations ont également été réalisées afin de mieux comprendre comment la contrainte d'initiation de l'endommagement de la zone cohésive influençait la courbe force-déplacement. Les valeurs présentées dans le tableau **??** ont été introduites pour les différents paramètres.

E [GPa]	σ_D [MPa]	G $[J/m^2]$
1	80	20
1	100	20
1	120	20

TABLE 5.9 – Paramètres introduits pour la zone cohésive

Les trois courbes de la figure 5.26 présentent initialement une même raideur élastique suivie par une zone non linéaire, elle aussi comparable. La force menant à la rupture est toutefois plus faible lorsque σ_D est plus faible. Pour le déplacement à la rupture, il est difficile de tirer une observation générale.

La ténacité

Trois simulations ont également été réalisées afin de mieux comprendre comment la ténacité à la rupture de la zone cohésive influençait la courbe force-déplacement. Les valeurs présentées dans le tableau 5.10 ont été introduites pour les différents paramètres.

E [GPa]	σ_D [MPa]	G $[J/m^2]$
1	80	20
1	80	50
1	80	80

TABLE 5.10 – Paramètres introduits pour la zone cohésive

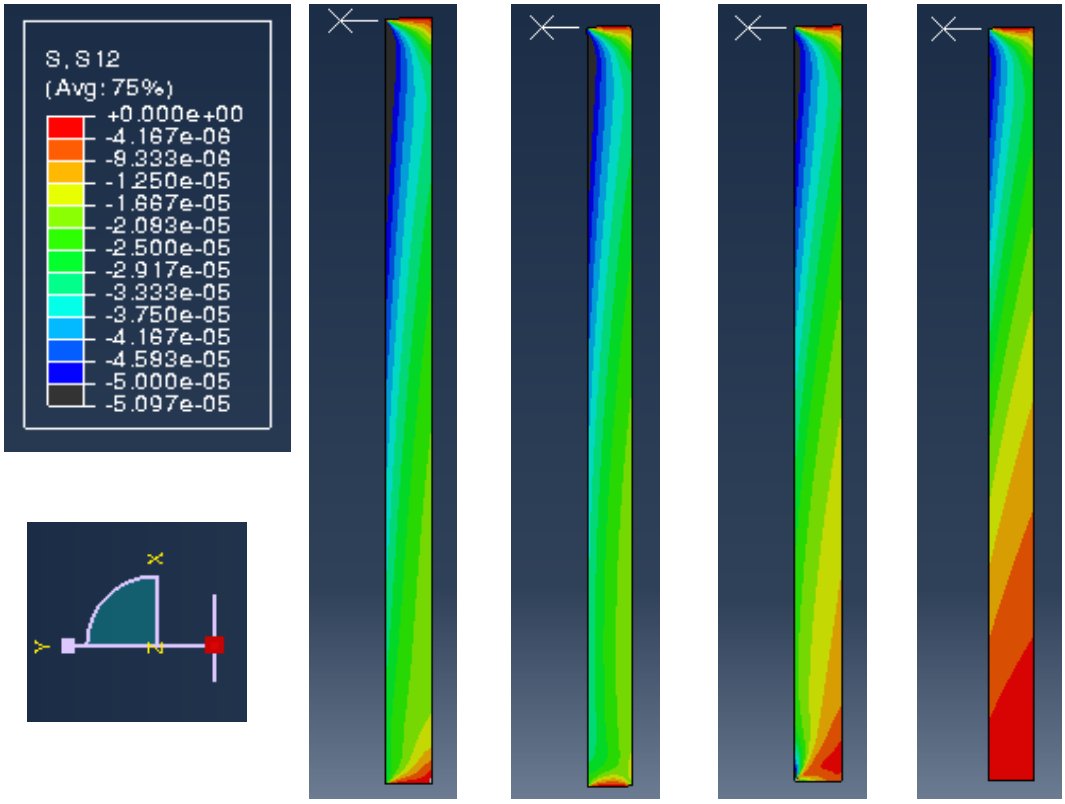
L'interface la plus fragile (G = 20 $[J/m^2]$) présente une force à la rupture plus faible ainsi qu'un déplacement à la rupture moins important.

Il est donc possible de conclure que seule la rigidité de la zone cohésive a un impact sur la raideur de la courbe force-déplacement. Pour la force de décohésion, les trois paramètres semblent influencer sa valeur même si cela est moins marqué lorsque l'on modifie la rigidité.

Les valeurs qui ont finalement été introduites pour la zone cohésive sont présentées dans le tableau 5.11.

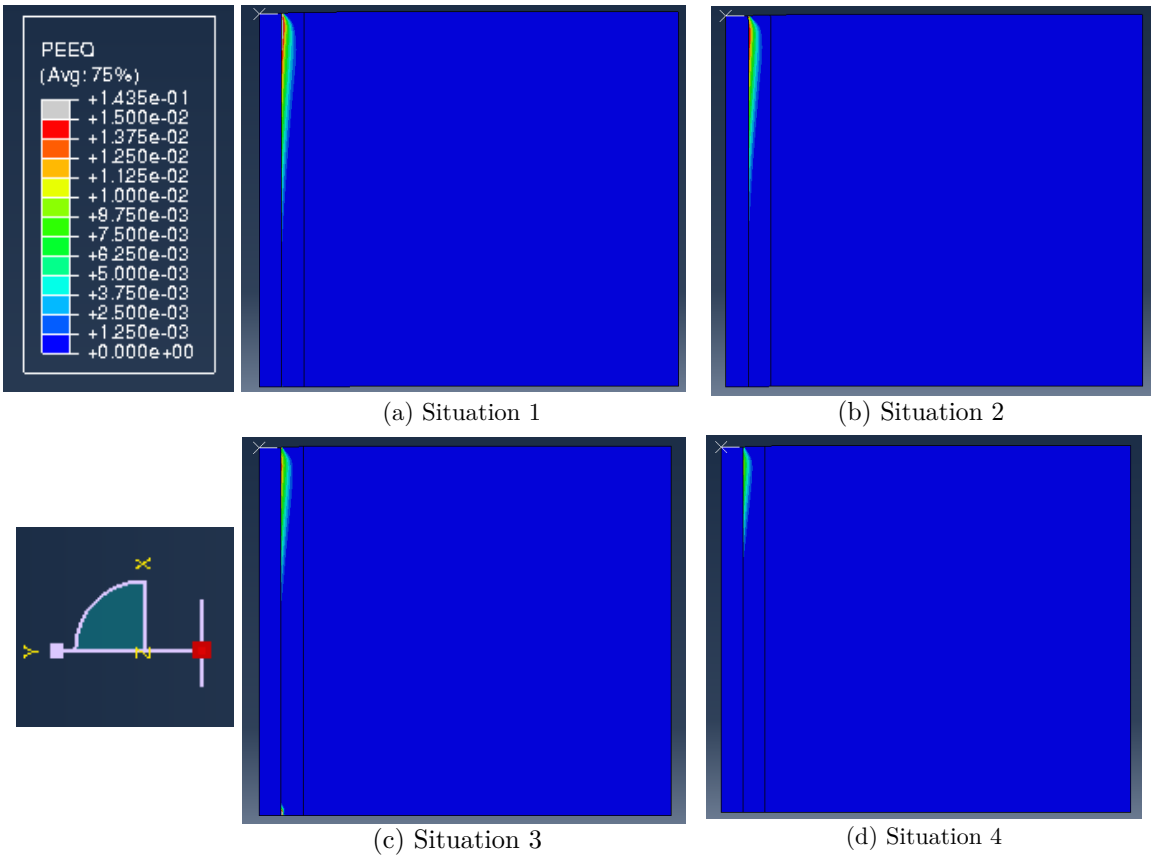
E [GPa]	σ_D [MPa]	G $[J/m^2]$
1	120	20

TABLE 5.11 – Valeurs introduites pour les paramètres de la zone cohésive



(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3 (d) Situation 4

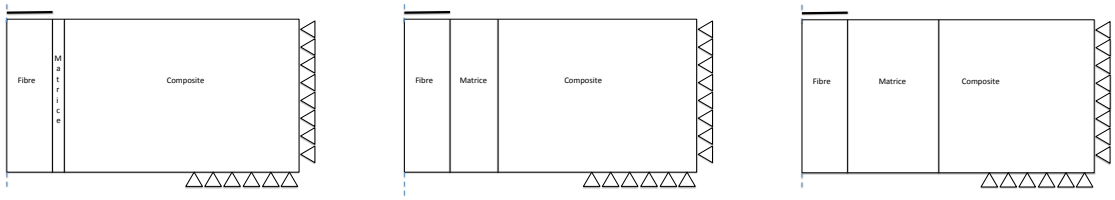
FIGURE 5.11 – Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice



(a) Situation 1 (b) Situation 2

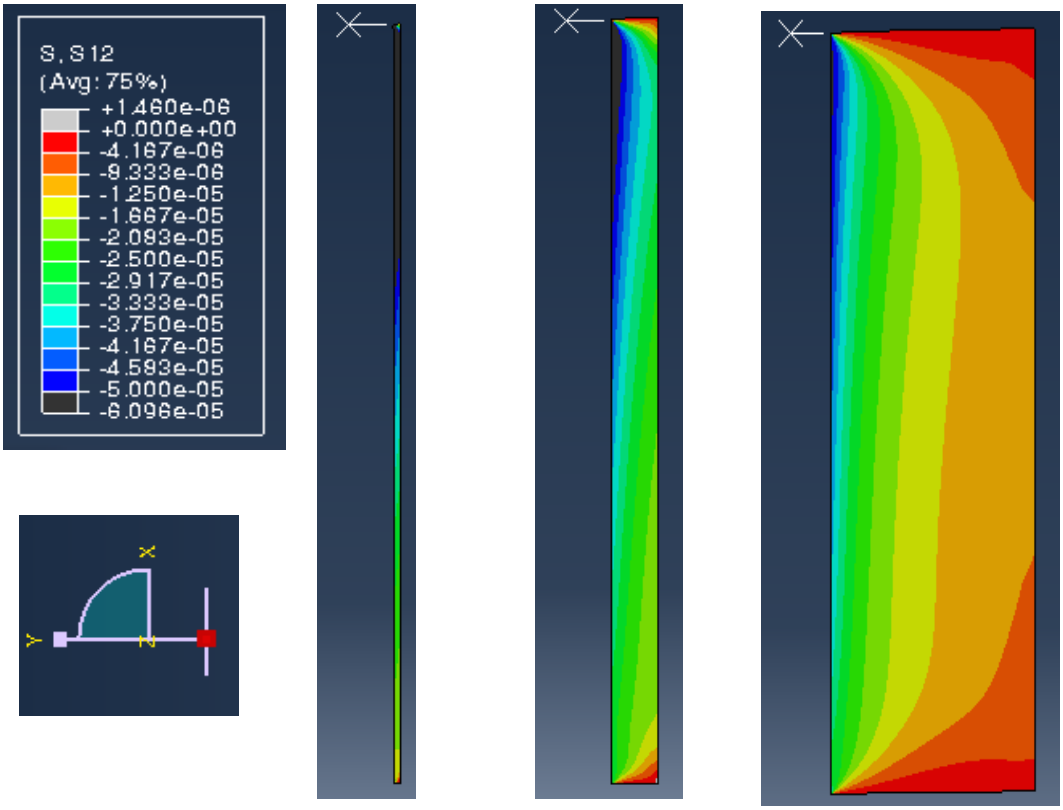
(c) Situation 3 (d) Situation 4

FIGURE 5.12 – Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle



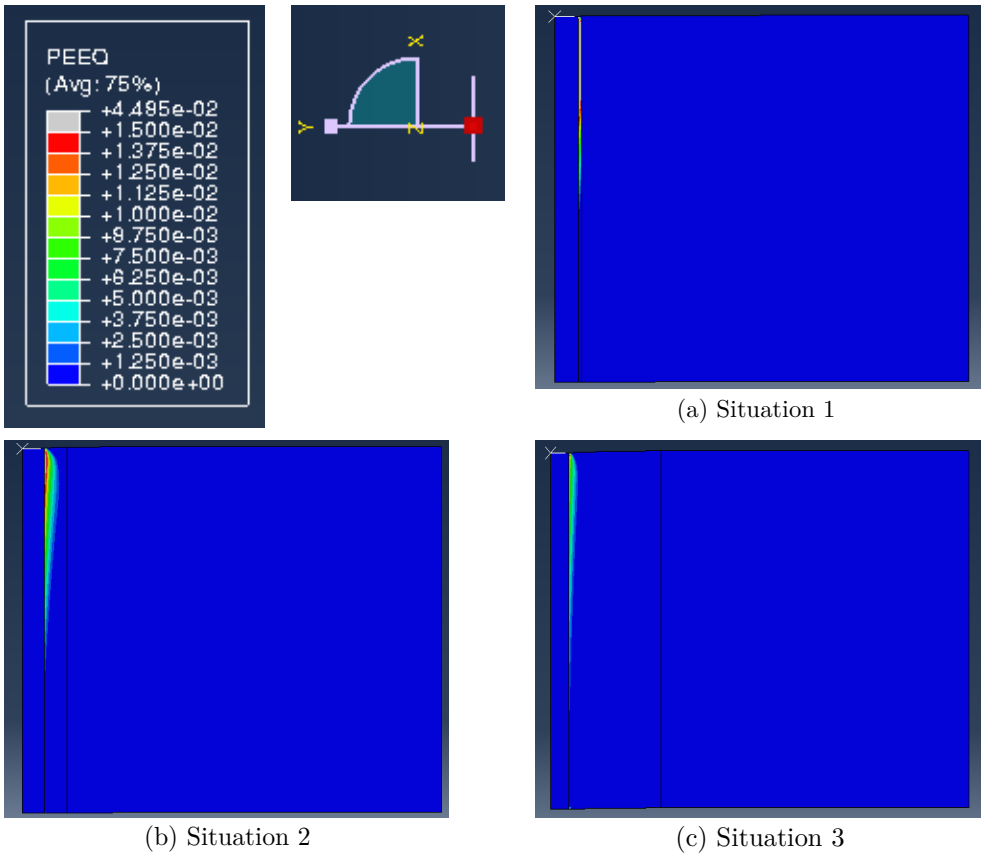
(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3

FIGURE 5.13 – Différentes situations qui permettent de regarde l'influence de la densité sur l'initiation de la plasticité. La largeur de la matrice vaut respectivement 0.5, 3 et 15 $[\mu m]$



(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3

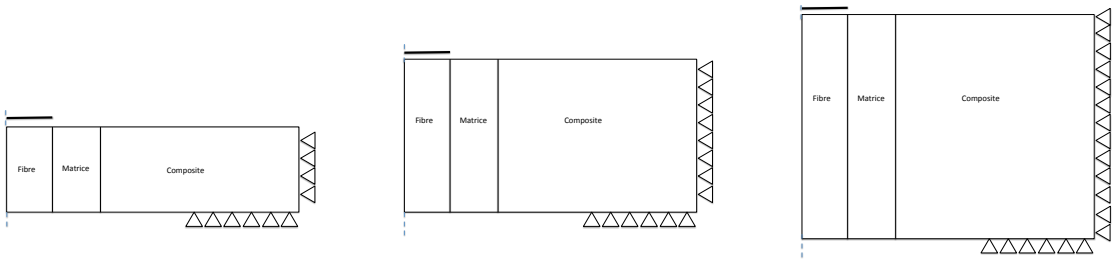
FIGURE 5.14 – Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice



(a) Situation 1

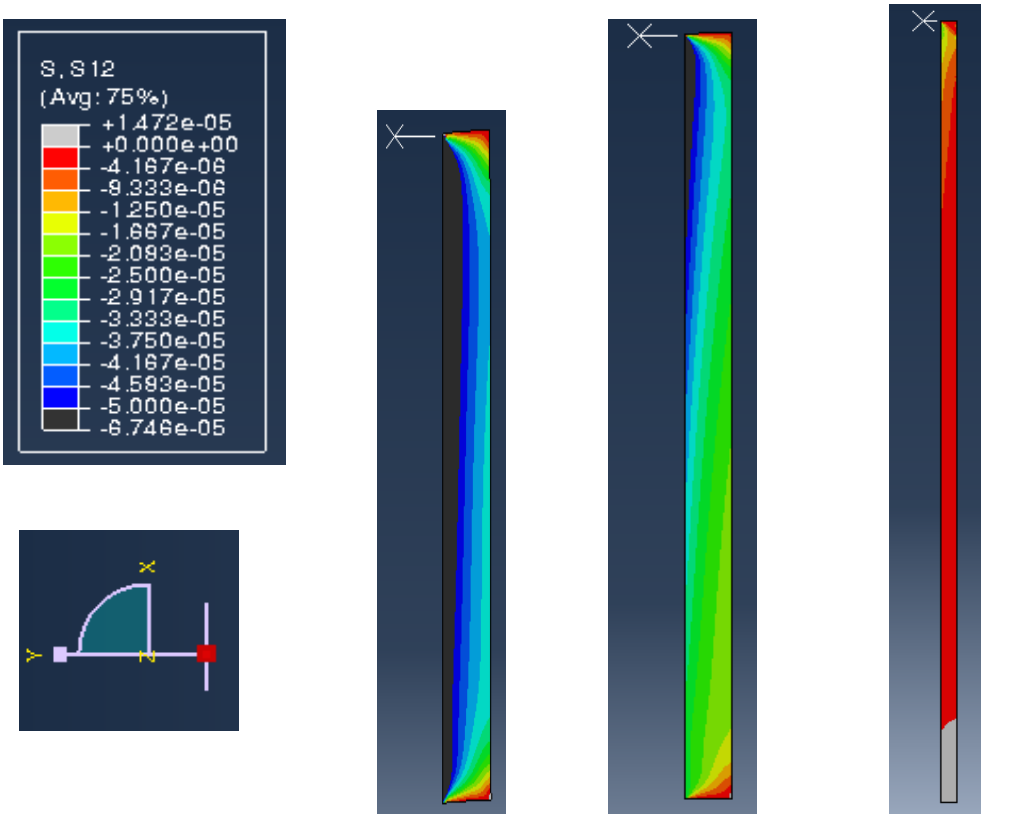
(b) Situation 2 (c) Situation 3

FIGURE 5.15 – Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle



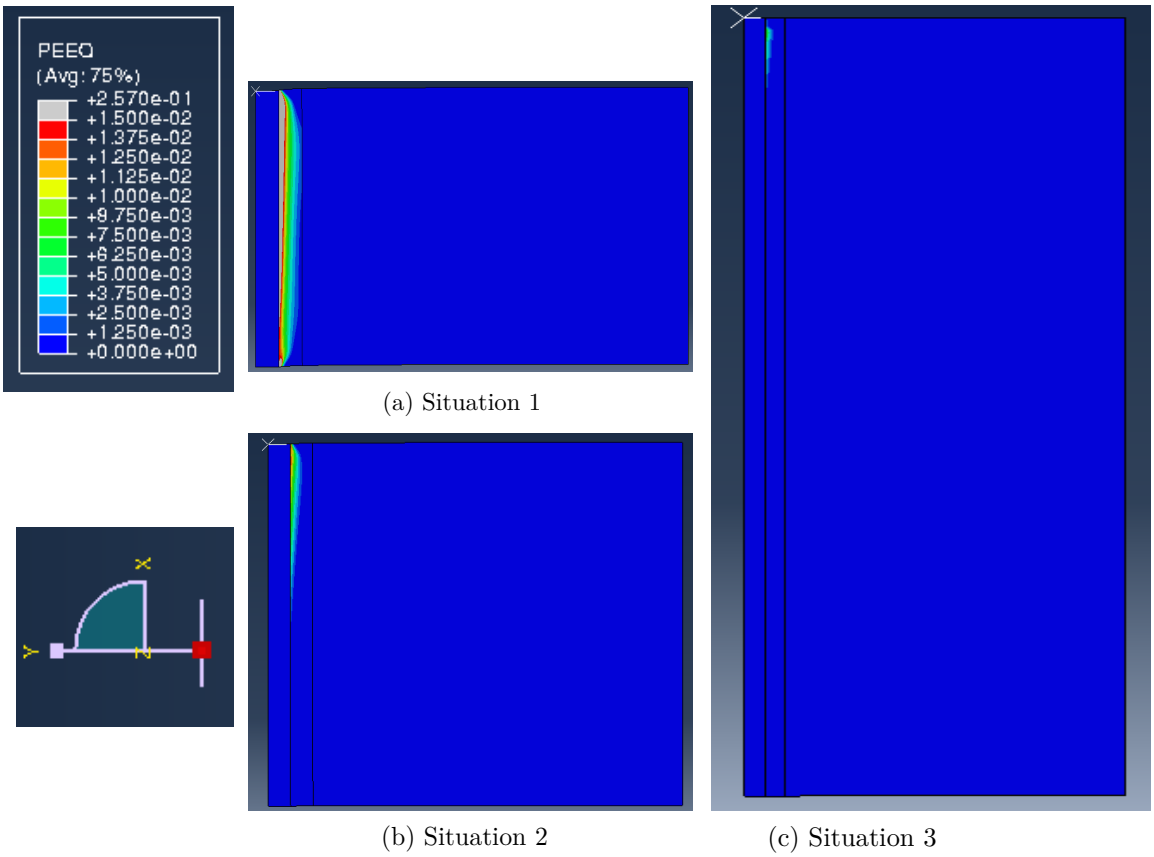
(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3

FIGURE 5.16 – Différentes situations qui permettent de regarde l'influence de la hauteur sur l'initiation de la plasticité. La hauteur de l'échantillon vaut respectivement 30, 50 et 150 $[\mu m]$



(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3

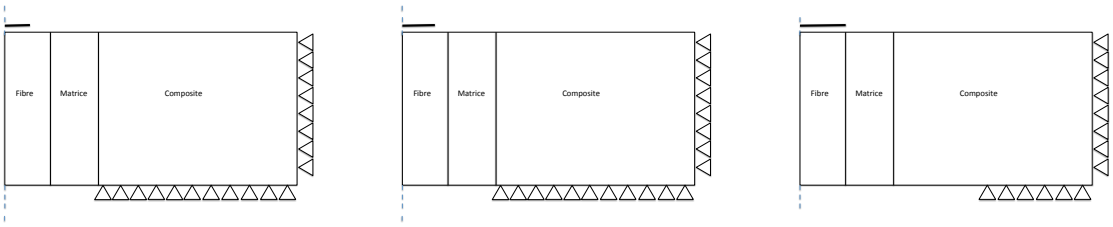
FIGURE 5.17 – Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice



(a) Situation 1

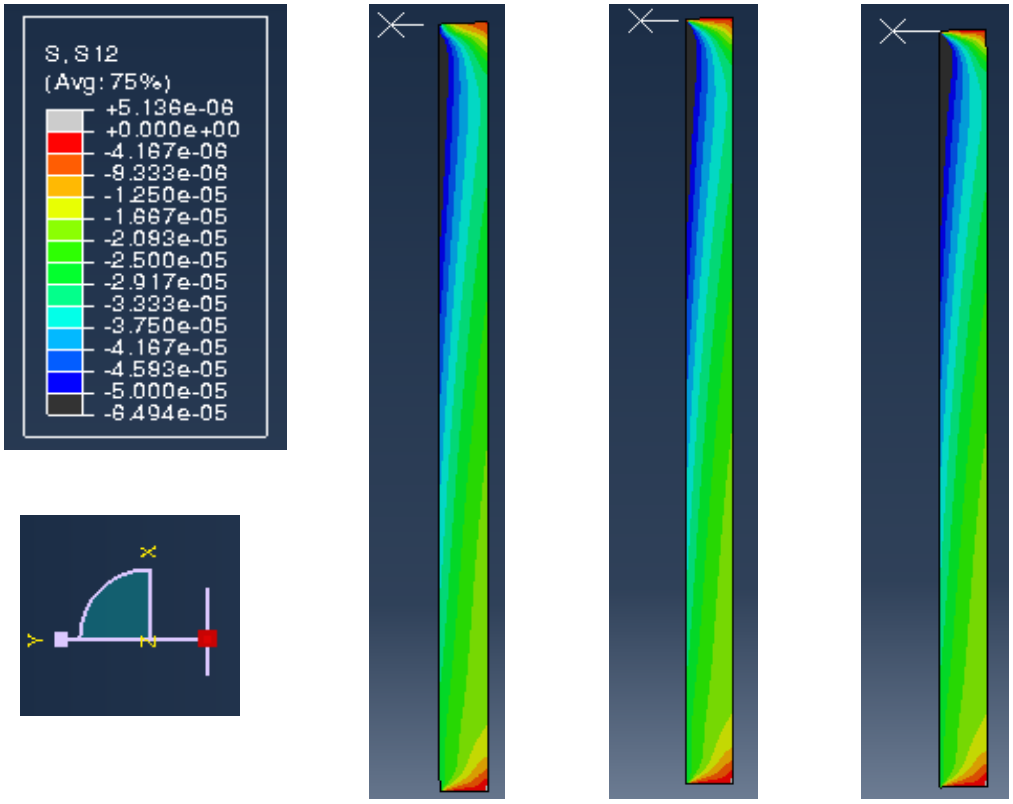
(b) Situation 2 (c) Situation 3

FIGURE 5.18 – Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle



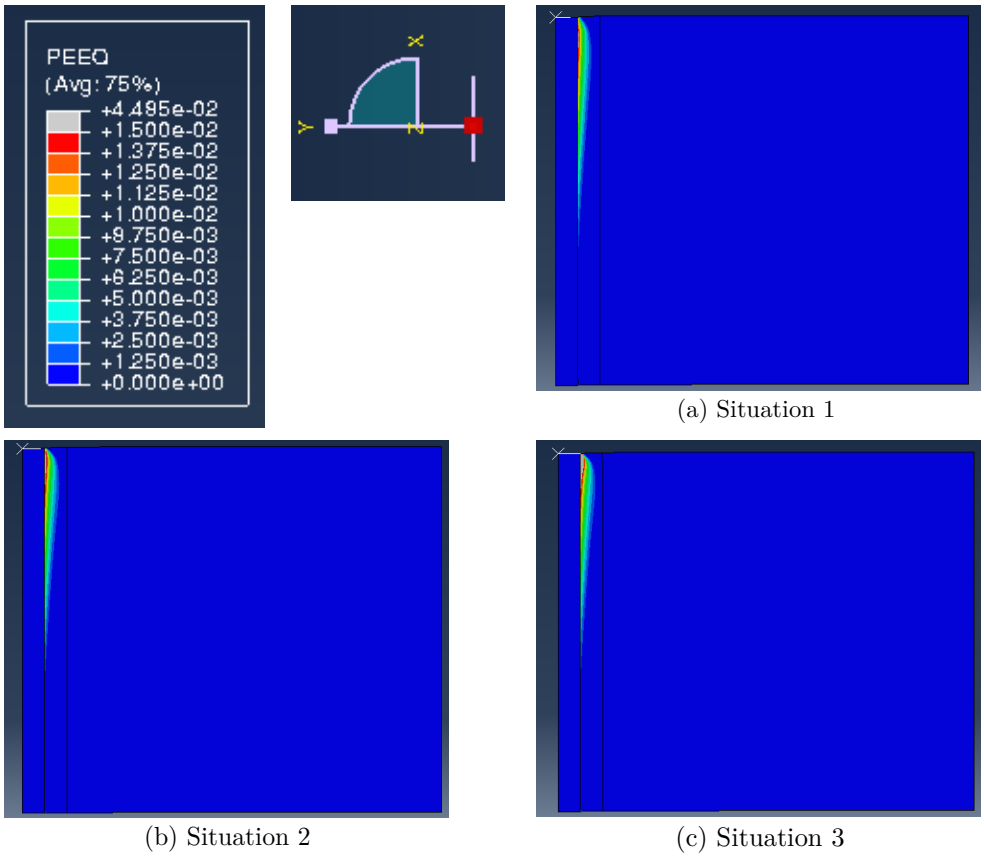
(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3

FIGURE 5.19 – Différentes situations qui permettent de regarde l'influence du rayon de l'indenteur sur l'initiation de la plasticité. Le rayon de l'indenteur vaut respectivement 2, 2.5 et 3 $[\mu m]$



(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3

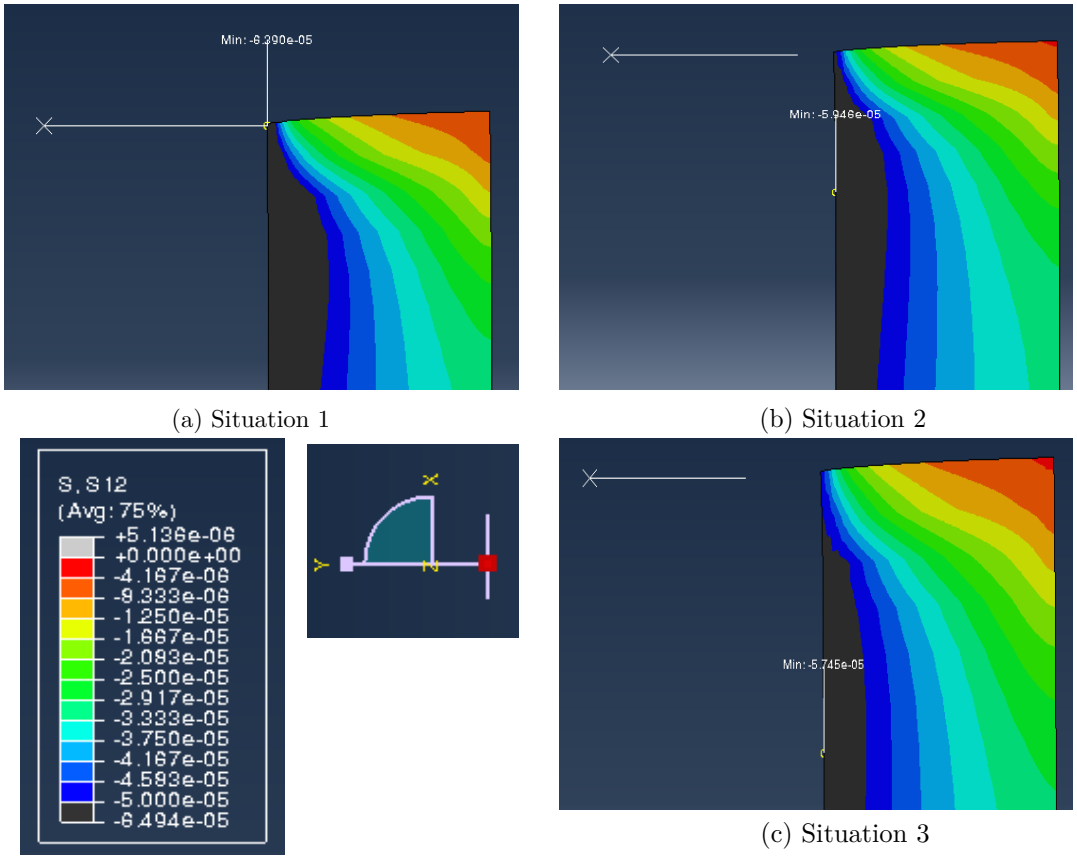
FIGURE 5.20 – Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice



(a) Situation 1

(b) Situation 2 (c) Situation 3

FIGURE 5.21 – Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle

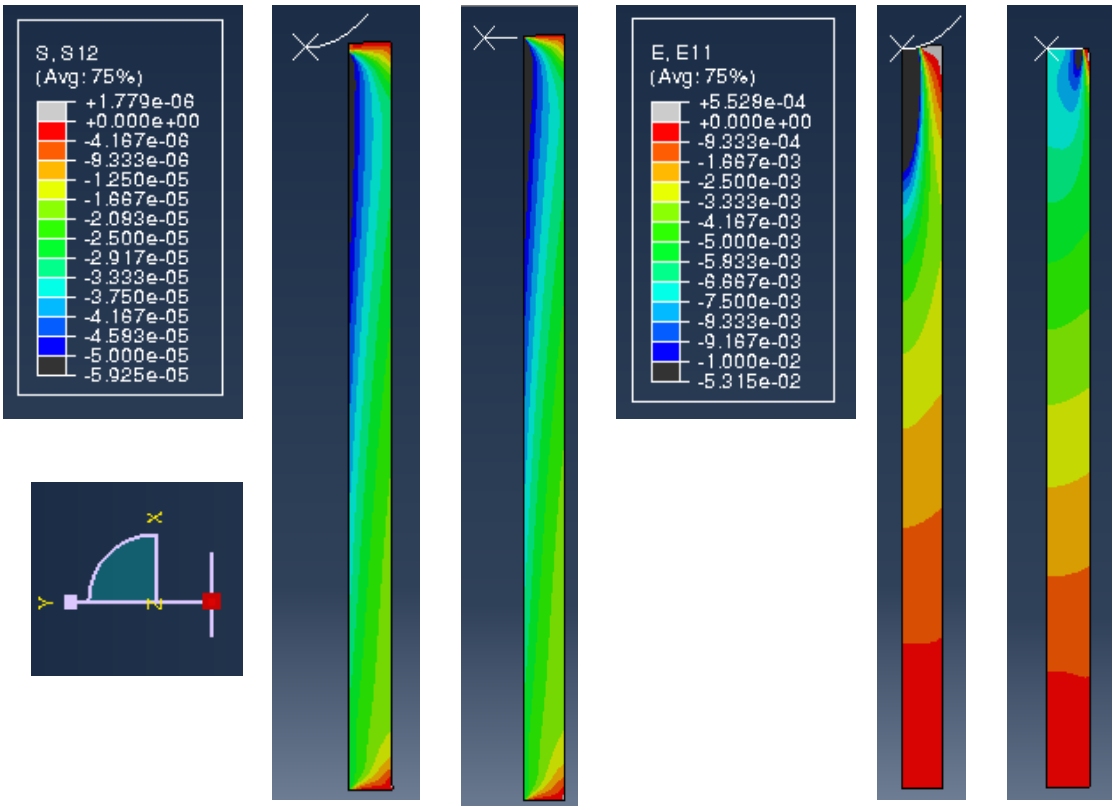


(a) Situation 1

(b) Situation 2

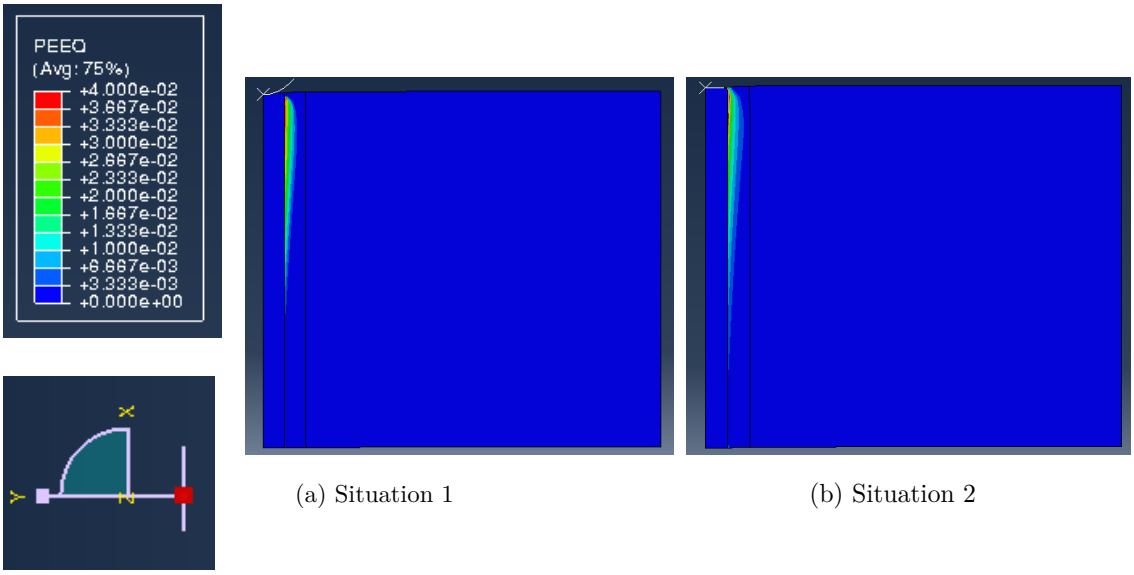
(c) Situation 3

FIGURE 5.22 – Zoom sur les contraintes S12 sur la haut de la matrice



(a) Situation 1 (b) Situation 2 (c) Situation 3 (d) Situation 4

FIGURE 5.23 – Contraintes en cisaillement comprises entre -50 et 0 [MPa] pour la matrice



(a) Situation 1 (b) Situation 2

FIGURE 5.24 – Déformations plastiques équivalentes comprises entre 0 et 0.015 [/] pour tout le modèle

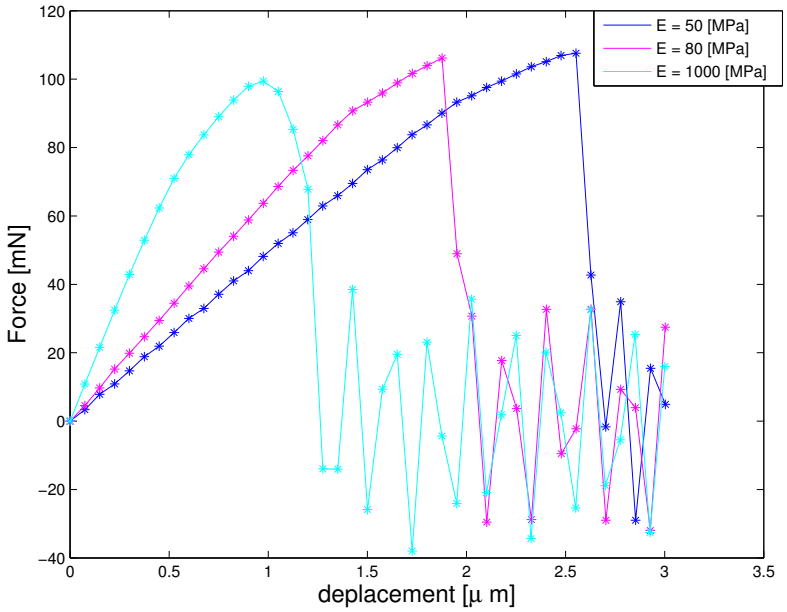


FIGURE 5.25 – Influence de la rigidité de la zone cohésive sur la courbe force-déplacement

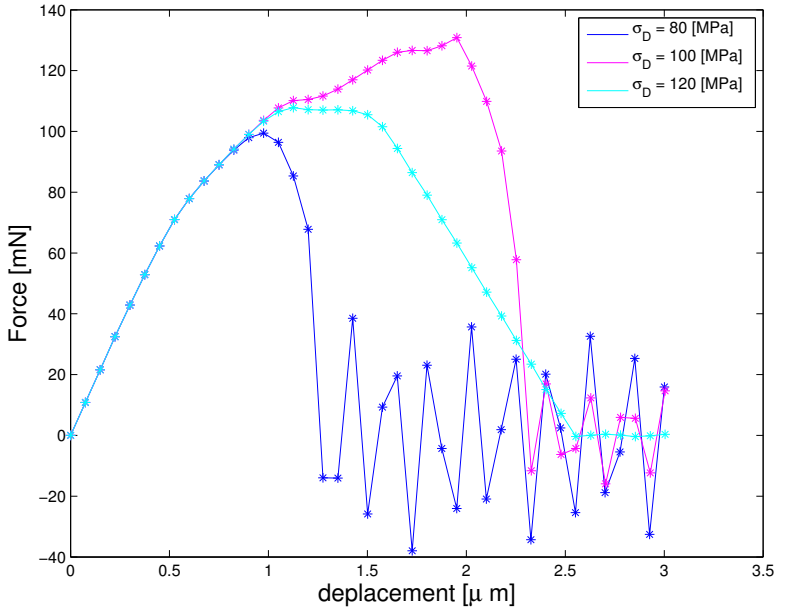


FIGURE 5.26 – Influence de la contrainte d'initiation de l'endommagement de la zone cohésive sur la courbe force-déplacement

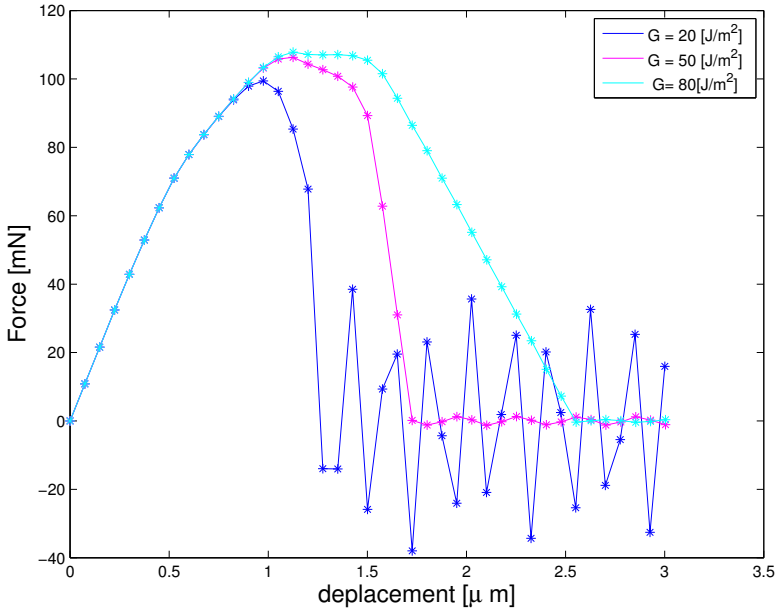


FIGURE 5.27 – Influence de la rigidité de la zone cohésive sur la courbe force-déplacement

6 Synthèse des résultats et discussion

Dans les chapitres précédents, les résultats expérimentaux et numériques ont été présentés. Ce dernier chapitre a pour objectif de confronter les différentes observations afin de tirer des conclusions concernant la réalisation de l'essai de push-out et la caractérisation de l'interface fibre-matrice.

Dans une première section, l'interprétation des courbes force-déplacement obtenues dans le cadre de ce travail sera discutée. Les résultats numériques permettront de valider et d'étoffer certains résultats expérimentaux.

Les courbes expérimentales seront, ensuite, comparées aux courbes obtenues numériquement et aux courbes habituellement présentées dans la littérature.

Dans un troisième point, l'effet de la vitesse et du fluage sur le comportement de l'interface sera discuté.

Finalement, une discussion concernant le composite fluoré à fibres courtes de carbone sera présentée.

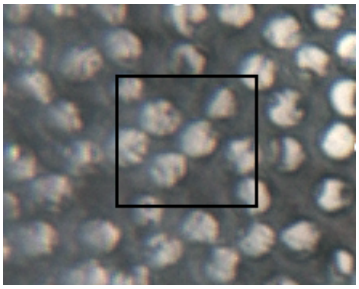
6.1 Interprétation des courbes force-déplacement

Sur base des résultats présentés au chapitre 4 , une interprétation des courbes force-déplacement peut être effectuée, en se basant principalement sur la détermination de la présence de push-out, sur l'effet de la densité locale des fibres et sur la position d'indentation.

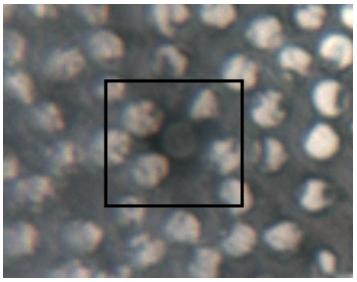
6.1.1 Présence ou non du push-out

L'objectif des essais de push-out est de déterminer la résistance au cisaillement de l'interface. Pour ce faire, une charge est progressivement appliquée sur la fibre. Cependant, pour différentes raisons (épaisseur trop importante de l'échantillon, force trop faible, indentation sur la grille...), il arrive que le push-out n'ait pas lieu. Plusieurs méthodes permettent d'identifier la présence du push-out comme le montre la figure 6.1.

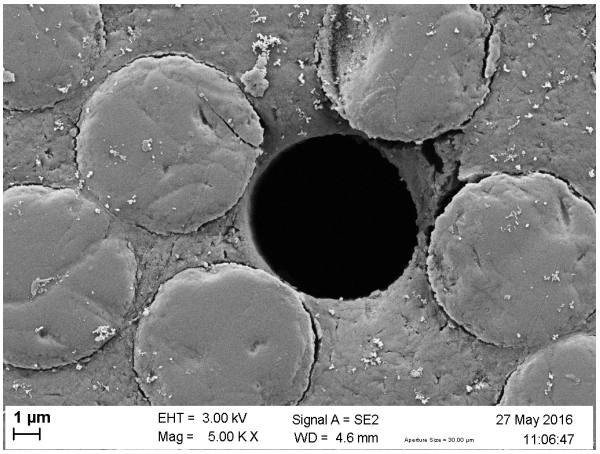
La première méthode consiste à regarder les indents au microscope après indentation. Les images prises au SEM permettent également de tirer ce genre de conclusion.



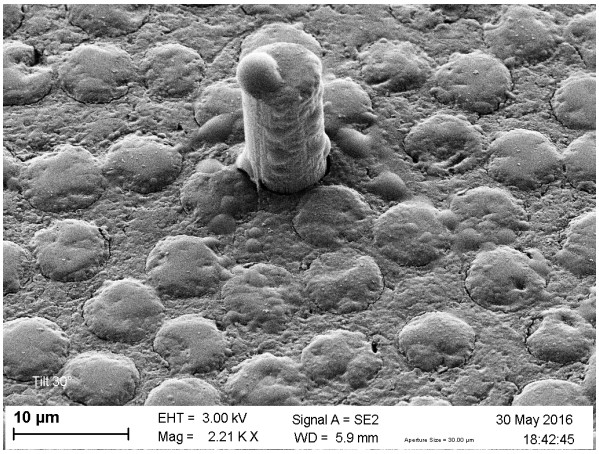
(a) Image pré-indentation microscope



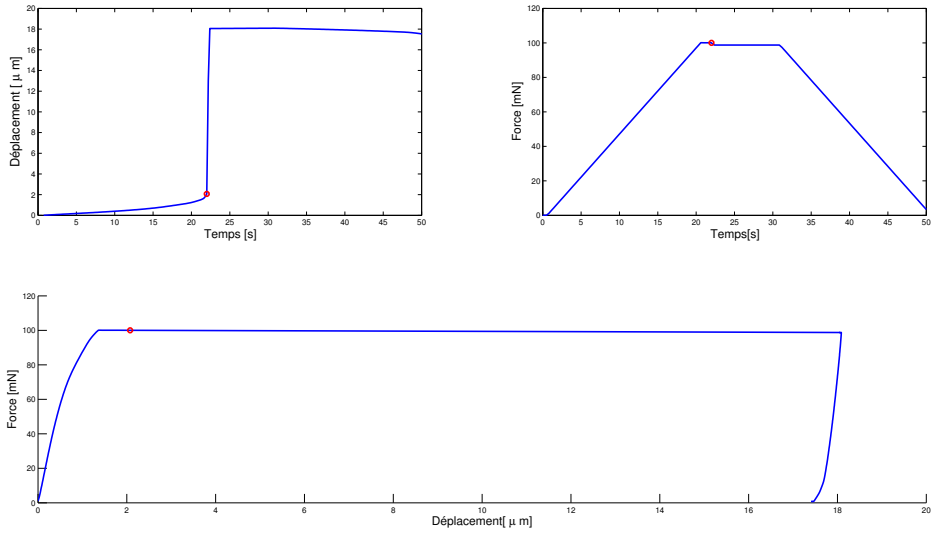
(b) Image post-indentation microscope



(c) Image SEM, face supérieure



(d) Image SEM, face inférieure



(e) Courbe force-déplacement typique d'une indentation ayant mené au push-out

FIGURE 6.1 – Différents outils permettant d'identifier la présence du push-out

La seconde méthode est basée sur l'observation des courbes déplacement-temps, force-temps et force-déplacement. En effet, sur ces courbes, plusieurs indices permettent de déterminer si le push-out a eu lieu ou non.

— Sur la courbe déplacement-temps, le push-out est facilement identifiable, car lors-

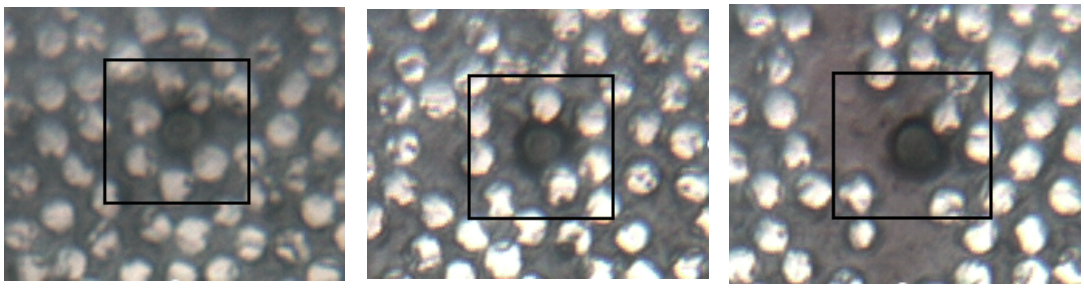
qu'il a lieu, un saut soudain du déplacement sur un temps extrêmement court est observé.
— Sur la courbe force-déplacement, le déplacement plastique résiduel est important.
— Pour les essais réalisés avec la deuxième pointe flat punch, lorsque le push-out a lieu, l'indenteur s'enfonce jusqu'à atteindre un déplacement proche de 18 microns. Il est intéressant de remarquer que la longueur de la pointe est de 17.57 $[\mu m]$, ce qui laisse penser que lors du push-out, la pointe descend jusqu'à être bloquée par le support. Cette hypothèse est confortée par les essais de push-out réalisés avec la première pointe flat punch où les déplacements maximaux de l'indenteur étaient plus proches de 15 microns, la longueur de la pointe.

6.1.2 Effet de la densité

Dans le cadre de ce mémoire, l'effet de la densité locale de fibre autour de l'indent sur la courbe force-déplacement a pu être étudiée non seulement à partir d'essais expérimentaux mais également via les différentes simulations.

D'un point de vue expérimental, les conclusions qui suivent ont été faites à partir des indents présentés à la figure 6.2.

La raideur (R), l'initiation de la plasticité (F_0 et δ_0), la force maximale (F_e) et le déplacement plastique résiduel avant push-out (δ_p) ont été obtenus via la méthodologie décrite au chapitre 4. Ceci est présenté sur les figures 6.3 et 6.4 et les différentes valeurs sont reprises dans le tableau 6.1.



(a) Indent 1 (b) Indent 2 (c) Indent 3

FIGURE 6.2 – La densité de fibres autour de l'indent 1 est élevée, celle autour de l'indent 3 est faible. L'indent 2 présente une densité intermédiaire.

num indent	R $[MPa]$	F_0 [mN]	δ_0 $[\mu m]$	F_e [mN]	δ_p $[\mu m]$
1	121	475	0.32	96	0.76
2	110	463	0.34	94	1.34
3	97	538	0.45	96.5	1.30

TABLE 6.1 – Raideur (R), Initiation de la plasticité (F_0 et δ_0), Force maximale (F_e) et Déplacement plastique avant push-out (δ_p) pour 3 indents présentant une densité locale différente.

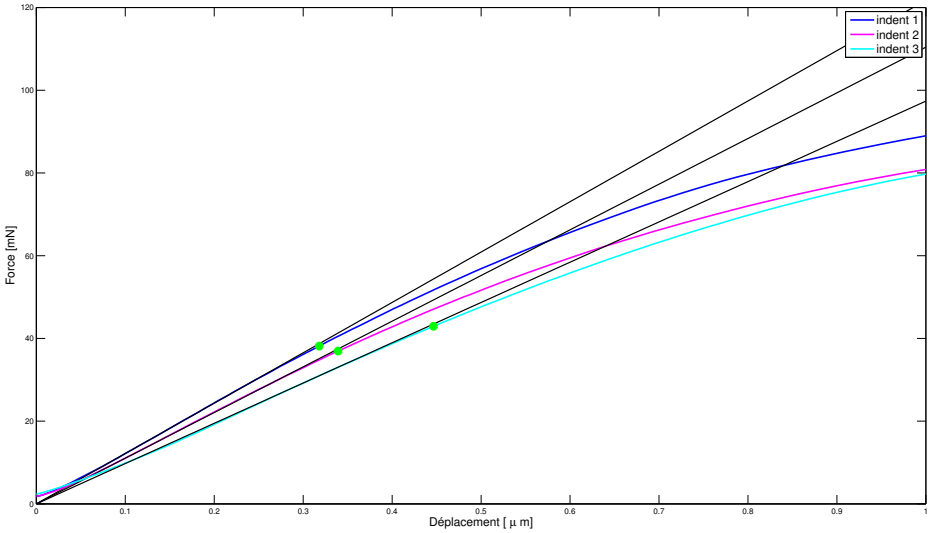


FIGURE 6.3 – Influence de la densité sur le comportement élastique et le début de la plasticité.

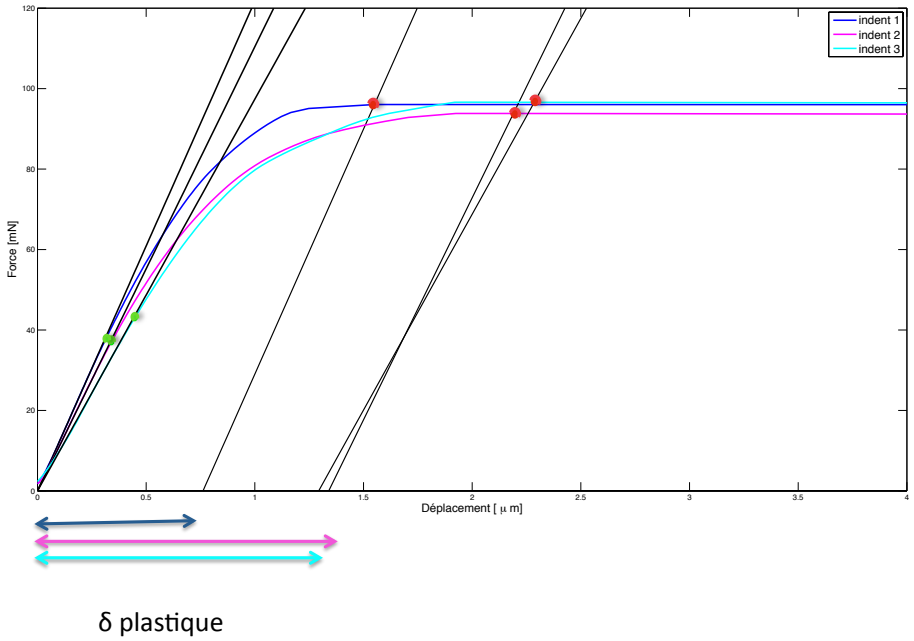


FIGURE 6.4 – Influence de la densité sur le déplacement plastique avant le push-out

Ces courbes ainsi que les valeurs présentées dans le tableau 6.1 mettent en évidence :

— Une plus grande densité de fibres autour de l'indent induit un système plus raide.
— L'initiation de la plasticité est induite pour une force et un déplacement plus im-

portants pour l'indent présentant la densité la plus faible.
— Il est difficile de tirer des conclusions concernant la force à la rupture.
— Le déplacement plastique résiduel de l'indent le plus dense est plus faible.

La concentration de fibres dans le composite RTM-6 à fibres de carbone est élevée (55 %). Par conséquent, bien que la répartition des fibres ne soit pas parfaitement homogène, les variations locales de densité sont faibles. Dans les simulations, la densité locale est représentée par la largeur de la zone Dm. Grâce à la paramétrisation du modèle, il est possible de modifier cette valeur et d'ainsi considérer des cas plus extrêmes.

Le modèle élastique a permis de mettre en évidence l'influence de la densité sur la raideur du système. Le tableau 6.2 montre effectivement qu'en divisant par 2 et par 4 la longueur de Dm, la raideur augmente. Ceci confirme ce qui a été observé dans les essais expérimentaux.

Dm/H	R [mN/μm]	$\frac{R}{R_{8/50}}$
8/50	123.7	1
4/50	143.2	1.15
2/50	167.5	1.35

TABLE 6.2 – variation de la raideur en fonction du rapport Dm/H.

Le modèle plastique a permis de montrer qu'augmenter la densité de fibre autour de l'ident induit une concentration de contrainte importante au sein de la matrice environnante. La contrainte d'entrée en plasticité va donc être localement atteint pour une force d'indentation plus faible.

Ceci a également un effet sur la force de décohésion car quand la densité de fibre est élevée, pour une même force appliquée sur l'indenteur, les contraintes locales de cisaillement dans le haut de l'interface fibre-matrice sont plus importantes. Par conséquent, la contrainte de cisaillement critique à la fissuration est atteinte pour une force d'autant moins importante que la densité de fibres est élevée.

Sur base de ce qui vient d'être décrit, la figure 6.5 reprend la courbe caractéristique de deux indents présentant une densité de fibres bien distincte.

Notons que dans les simulations, la variable Dm permet de jouer sur la densité locale de fibre autour de l'indent. Toutefois corréler cette valeur à la densité locale de fibres dans les essais expérimentaux n'est pas chose aisée. En effet, sur l'image, le cercle a été défini à partir des six fibres les plus proches de l'indent. Les rayons de ces cercles valent respectivement 8.84, 9.79 et 13.22 microns. La manière la plus simple de définir la longueur Dm dans le modèle numérique est de considérer que la somme Rf + Dm soit égale au rayon du cercle obtenu à partir des images expérimentales. Dans ces cas-ci, Dm vaut respectivement 5.34, 6.29 et 9.72. Le tableau 6.3 compare les valeurs obtenues par simulation et expérimentalement. Afin de pouvoir comparer de manière cohérente les résultats, les raideurs ont été divisées par la hauteur de l'échantillon d'une part et du modèle d'autre part. Celui-ci met en évidence que les raideurs obtenues par simulations sont plus élevées

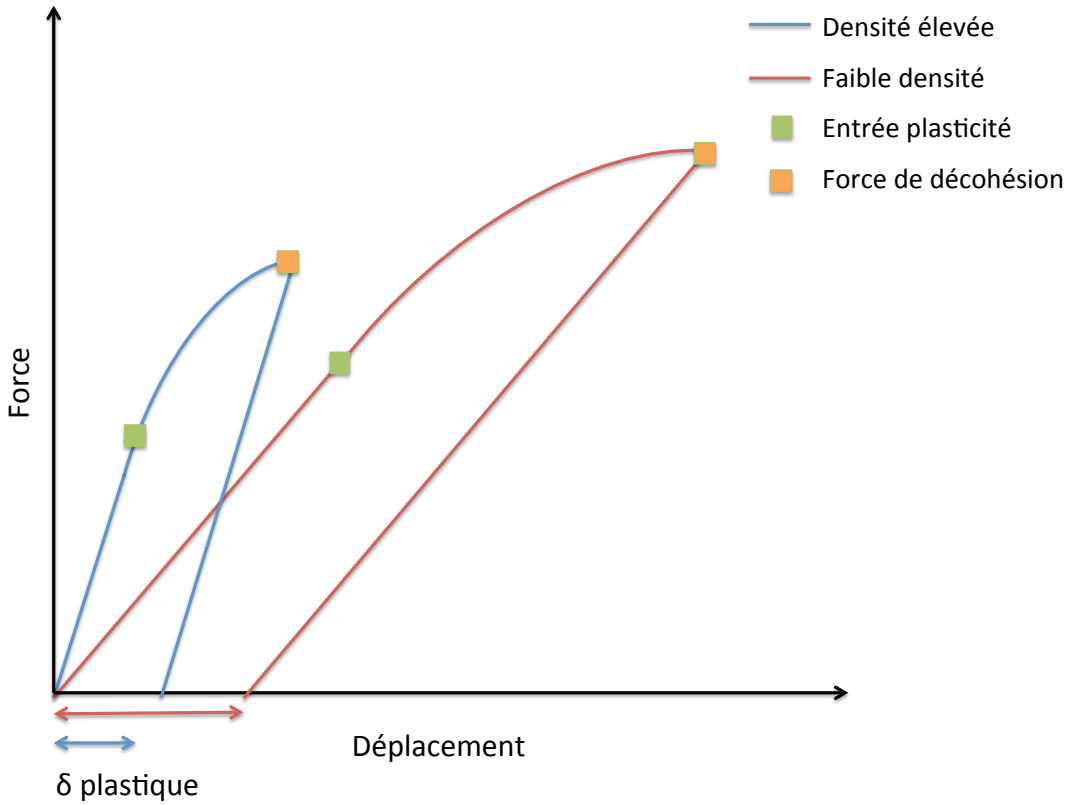


FIGURE 6.5 – Courbes force-déplacement pour deux indents présentant une densité de fibre différente.

que celles obtenues expérimentalement. Ceci est sans doute dû au fait que dans le modèle numérique, la zone de matrice est entourée par un cylindre présentant les propriétés homogénéisées du composite, ce qui induit une surestimation de la rigidité du modèle.

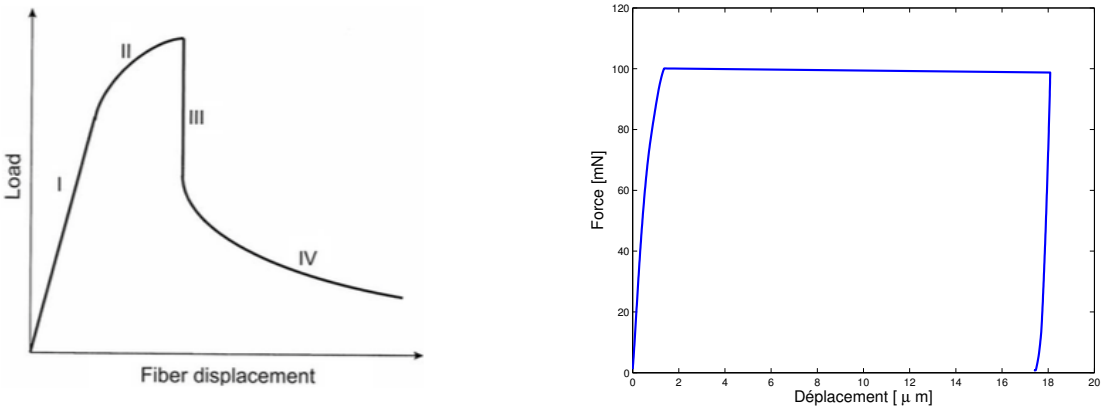
Indent	Raideur Expérimentale [GPa]	Raideur Simulation [GPa]
1	1.52	2.69
2	1.38	2.60
3	1.21	2.35

TABLE 6.3 – Comparaison des raideurs obtenues expérimentalement et par simulation.

Le modèle plastique a également permis de démontrer que lorsque la densité de fibre est faible, le cisaillement dans le composite homogénéisé est également important, ce qui peut avoir un impact sur le comportement de l'interface des fibres voisines. Les images SEM n'ont pas permis de valider cette hypothèse car le polissage affecte l'interface fibre-matrice à la surface. En effet, les zones proches et éloignées de toute indentation présentent des interfaces abimées.

6.2 Comparaison des courbes obtenues expérimentalement, numériquement et présentées dans la littérature

La figure 6.6 reprend d'une part une courbe force-déplacement typiquement présentée dans la littérature et d'autre part une courbe typiquement obtenue dans le cadre de ce mémoire.



(a) (b)

FIGURE 6.6 – (a) Courbe force-déplacement typiquement présentée dans la littérature pour un composite à matrice polymère [15]. (b) Courbe force-déplacement typiquement obtenue dans le cadre de ce mémoire

La courbe (a) suppose un contrôle en déplacement de l'indenteur alors que dans le cadre de ce mémoire, tous les essais ont été réalisés en imposant un contrôle en force de l'indenteur.

Les courbes présentent un comportement similaire jusqu'à ce que la force de décohésion soit atteinte. Par la suite, sur la courbe (a), la force ressentie par l'indenteur chute brutalement avant de diminuer progressivement à mesure qu'il s'enfonce car les forces de frottement diminuent. Celles-ci résultent des frottements entre la fibre et la matrice or lorsque la fibre est poussée hors de la matrice, la surface de contact fibre-matrice diminue. Pour la courbe (b), lorsque la décohésion se produit, les forces appliquées sur la fibre sont la force de l'indenteur, maintenue constante, et les forces de frottement fibre-matrice. Ces dernières étant plus faibles que la force d'indentation, l'équilibre des forces n'est plus respecté et la fibre va donc effectuer un déplacement important sur un temps court ; il en va de même pour l'indenteur. Ces courbes permettent d'obtenir des informations similaires telles que la raideur du système ou la force à la rupture mais sur la courbe (b) des variations importantes sont réalisées sur des temps très courts. L'acquisition des données est donc moins fiables. De plus, l'enfoncement de l'indenteur est stoppé lorsque le support de la pointe entre en contact avec la surface de l'échantillon. Ce choc risque de favoriser un endommagement de la pointe.

La figure 6.7 présente une comparaison de la courbe force-déplacement typiquement

obtenue expérimentalement avec la courbe force-déplacement obtenue à partir de la simulation tenant compte de l'endommagement. Pour ce faire, les dimensions du modèle ont été adaptées afin de se rapprocher des conditions expérimentales. Les paramètres de la zone cohésive ont également été adaptés. Malgré cela, plusieurs différences persistent.

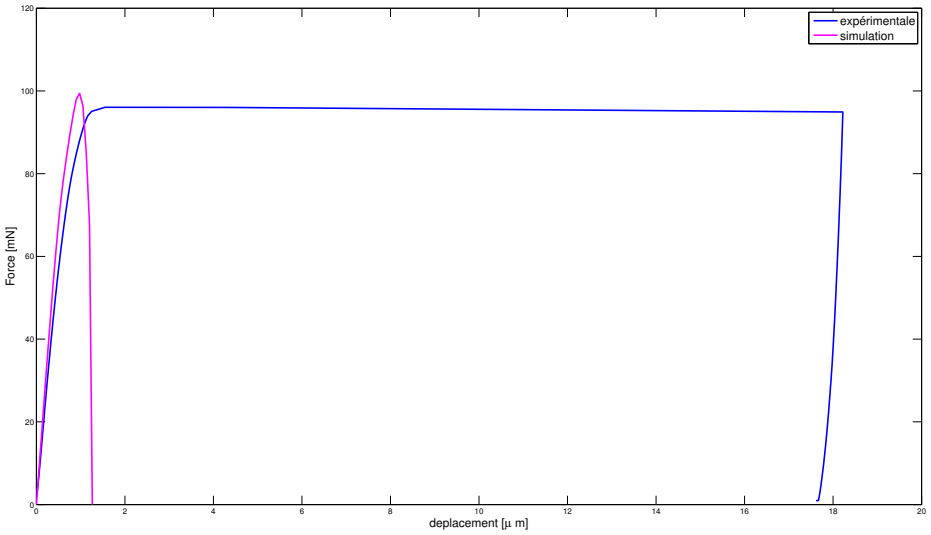


FIGURE 6.7 – Courbe force-déplacement obtenue expérimentalement et par simulation

Premièrement, la pente de chargement linéaire est plus raide sur la courbe numérique que sur la courbe expérimentale. Deuxièmement, expérimentalement, l'échantillon se déforme davantage plastiquement que ce que prévoit le modèle numérique. Troisièmement, sur la courbe numérique, une fois que la décohésion a eu lieu, la force diminue de manière abrupte jusqu'à atteindre zéro car aucun frottement entre la fibre et la matrice n'a été introduit dans le modèle. Finalement, lors des simulations, il a été choisi d'imposer non pas une force mais un déplacement sur l'indenteur. Par conséquent, le plateau présent sur les courbes expérimentales ne peut pas être simulé car il est caractéritique d'un contrôle en force de l'indenteur.

6.3 Effet de la vitesse d'indentation

Lors des essais expérimentaux, il est apparu que la vitesse de chargement avait non seulement un effet sur la validité de l'essai de push-out mais également sur le comportement de l'interface.

Premièrement, il semble important que la vitesse de chargement ne soit pas trop rapide. En effet, en diminuant la vitesse de chargement, l'établissement du contact fibre-indenteur est meilleur. Ceci se marque par un pied de courbe plus faible sur les courbes force-déplacement. De plus, en augmentant la vitesse de chargement, les contraintes ont moins de temps pour se dissiper dans le matériau, ce qui induit une concentration de contrainte importante dans le haut de la fibre. Ceci augmente les risques d'endommagement. Les images prises au SEM ont d'ailleurs révélé que lors des essais réalisés à vitesse

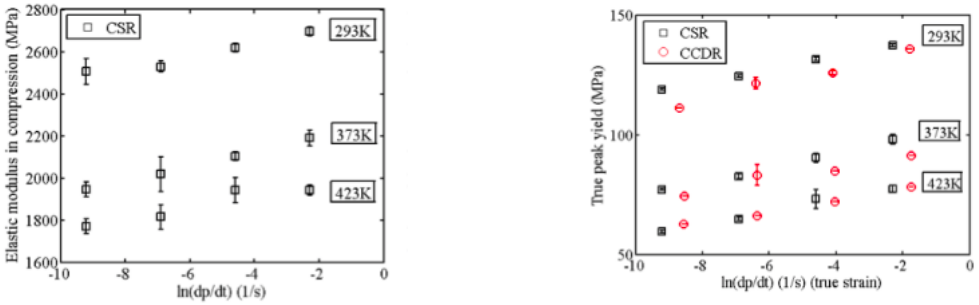
de chargement rapide (5 [mN/s]), 10 fibres sur 18 ont cassé alors que pour les essais réalisés à plus faible vitesse (0.5 [mN/s] et 0.05 [mN/s]), aucune des 9 fibres ne s'est cassée.

Deuxièmement, il est apparu que la vitesse de chargement avait un impact sur le comportement d'une fibre indentée. En effet, en comparaison avec une vitesse de déformation rapide, une vitesse de chargement plus faible induit un système moins raide et une force de décohésion plus faible.

Afin d'essayer de fournir une hypothèse quant à l'originie de cet effet, il peut sembler intéressant de s'intéresser au comportement de la résine RTM-6.

Dans le cadre de sa thèse, X. Morelle [12] (UCL) a démontré l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement visco-élastique et visco-plastique de la résine RTM-6. La figure 6.8a met en évidence la faible dépendance du module d'élasticité en compression avec la vitesse de déformation (log dp/dt étant le logarithme de la vitesse de déformation plastique). La diminution de la raideur avec la vitesse de déformation ne peut donc pas être expliquée par le comportement de la matrice.

Par contre, et cela mérite d'être souligné, la dépendance de la contrainte d'initiation du softening par rapport à la vitesse de déformation a été constatée comme le montre la figure 6.8b.



(a) (b)

FIGURE 6.8 – (a) dépendance du module de Young par rapport à la température et à vitesse de déformation. (b) dépendance de la contrainte vraie d'initiation du softening par rapport à la température et à vitesse de déformation [12]

Il est vrai que ces valeurs sont obtenues pour une compression uniaxiale alors que dans l'essai de push-out, la matrice est principalement sollicitée en cisaillement. Toutefois selon [12], le mécanisme dictant le comportement de la résine est la déformation par activation de micro-zones cisaillées qui se propagent pour donner de larges bandes de cisaillement. La triaxialité des contraintes ne modifie pas le mécanisme de déformation et les effets sur la vitesse de déformation restent similaires.

La figure 6.9 présente 4 courbes d'écrouissage de la matrice pour des vitesses de déformations différentes. Elles montrent que pour une contrainte de 100 [MPa], la matrice soumise à une vitesse de déformation de $10^{-}8[1/s]$ entre en softening alors que les ma-

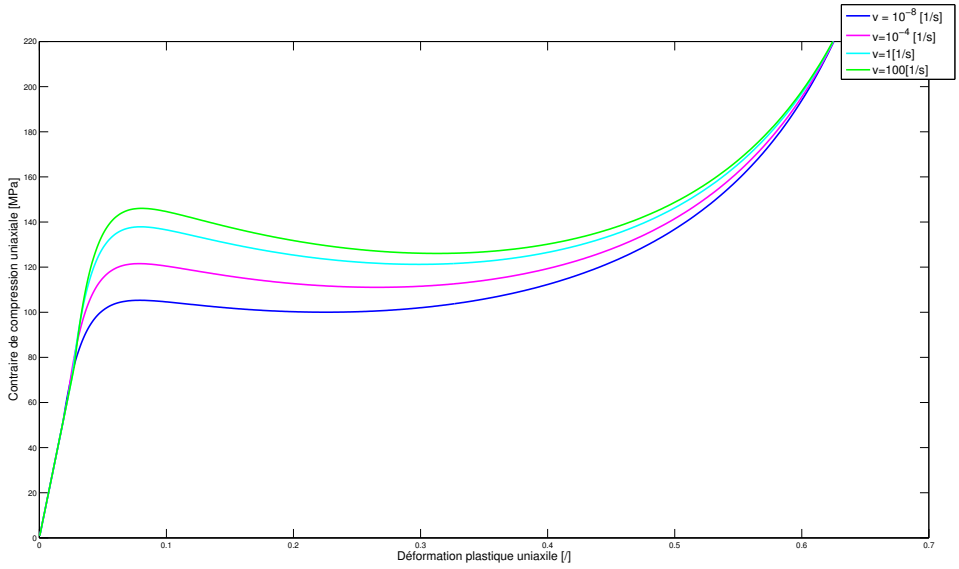


FIGURE 6.9 – Influence de la vitesse sur la loi d'écrouissage de la matrice RTM-6 [13]

trices soumises à des vitesses de déformation plus rapide sont encore dans le domaine de l'écrouissage. Il est alors possible de suggérer que la matrice entrant en softening induit des contraintes plus importantes à l'interface. Ceci est une question complexe qui dépasse les limites du présent mémoire.

6.4 Effet de fluage

L'effet de fluage comporte deux aspects. Il y a tout d'abord le fait que soumis à une force constante , l'échantillon flue. Il y a ensuite le fait que le phénomène de fluage a un impact sur le comportement de l'interface.

Lors des essais expérimentaux, il a pu être démontré que l'effet de fluage de l'échantillon est dû au fluage de la matrice.

Ensuite, il est apparu que le phénomène de fluage affectait le comportement de l'interface. On peut, à cet égard, évoquer l'hypothèse que ce phénomène influence la propagation de la fissure.

6.5 Composites fluorés à fibres courtes de carbone

Sur base des résultats présentés à la section 4.2 et reprises à la figure 6.10, une interprétation a été privilégiée. Si la fibre n'est pas parfaitement verticale, il en résulte que lorsque le chargement est appliqué, la fibre s'enfonce de biais et l'indenteur finit par charger la matrice.

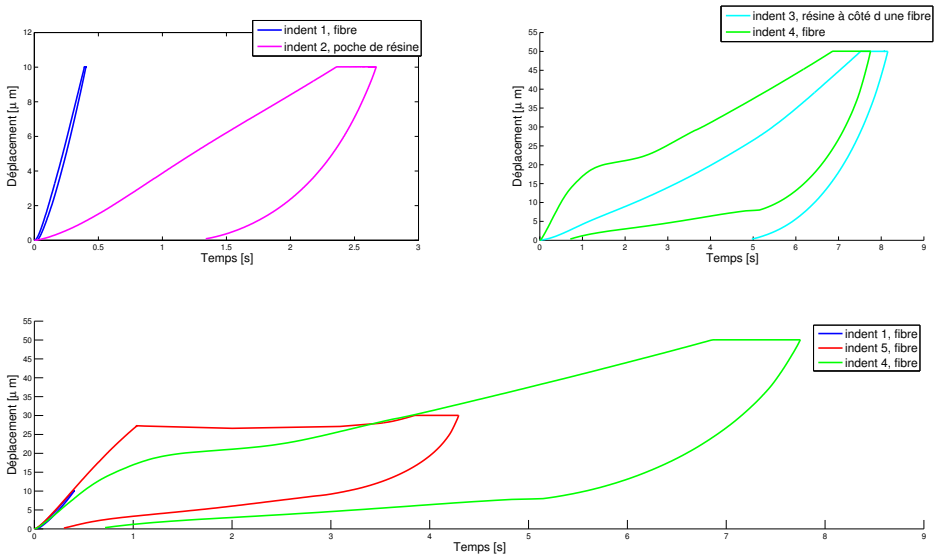


FIGURE 6.10 – Différentes courbes obtenues lors d'essais de push-in sur un composite à matrice fluorée renforcée en fibres courtes de carbone. Le graphique en haut à gauche présente les courbes force-déplacement d'un essai réalisé dans la matrice et sur une fibre. La graphique en haut à droite présente la courbe force-déplacement d'un indent ayant été réalisé entièrement dans la matrice mais à proximité d'une fibre et d'un indent réalisé à cheval sur une fibre. Le troisième graphique reprend les courbes force-déplacement de 3 indents ayant été réalisés à cheval sur une fibre.

Cette hypothèse permettrait d'expliquer un certain nombre d'observations faites précédemment :

— Sur le graphique en haut à droite de la figure 6.10, l'indent 3, présentant une faible raideur comme la matrice (indent 2 en haut à gauche), aurait été réalisé entièrement dans la matrice. L'indent 4 quant à lui présente une raideur initiale plus élevée, proche de celle de l'indent 1 qui a été réalisé sur la fibre. Cet indent aurait donc été initialement réalisé sur la fibre. Par la suite, la fibre aurait dévié, ce qui aurait causé un chargement direct de la matrice. Ceci expliquerait pourquoi, dans un second temps, la raideur diminue.

— Sur le graphique en haut à droite, le retour élastique de l'indent 4, réalisé entièrement dans la matrice, est beaucoup plus important car la matrice présente une limite élastique relativement faible, par conséquent, même à faible chargement celle-ci va plastifier. Pour l'indent 3, par contre, le chargement s'effectue dans un premier temps sur la fibre ; or celle-ci présente une limite élastique beaucoup plus élevée. Par conséquent, elle va principalement se déformer élastiquement et les sollicitations indirectes sur la matrice sont trop faibles pour induire de la plasticité. Par la suite, lorsque la fibre bouge ou que l'indent glisse, la matrice est directement chargée et va donc se déformer plastiquement. Le retour élastique n'est donc pas complet mais est beaucoup moins important que dans le premier cas.

— Le graphique en bas de la figure 6.10 montre que pour une force max de 10 [mN], l'indenteur charge uniquement la fibre. Lorsque les forces appliquées sur la fibre augmentent l'indenteur semble, par conte, charger directement la matrice.

7 Conclusions et Perspectives

L'objectif principal du présent mémoire était d'étudier les propriétés mécaniques de l'interface fibre-matrice d'un composite à matrice époxy renforcé en fibres longues de carbone. A cette fin, des essais de push-out ont été réalisés par nanoindentation.

Un objectif complémentaire était d'améliorer la méthodologie exploitée à l'UCL de l'essai de push-out

Afin de mener à bien ces objectifs, le présent mémoire s'est construit autour de trois grands axes.

— Dans un premier temps, il a fallu se familiariser avec la préparation des essais, en tentant d'améliorer cette étape. C'est ainsi qu'une attention particulière a été portée aux difficultés de mise en place de l'essai de push-out. Différentes solutions ont été envisagées et l'utilisation de la colle (mounting wax), s'est avérée la plus performante.
— Dans un second temps, des essais expérimentaux ont été menés. Ils ont permis de mettre en évidence l'influence sur le comportement de l'interface, de certains paramètres tels que la vitesse de chargement, la densité locale des fibres et le fluage.
— Dans un troisième temps, une analyse numérique de l'essai de push-out a été réalisée. Cette analyse a permis de mieux comprendre les contraintes qui au sein des échantillons, ont un incidence sur le comportement de l'interface.

Finalement, la discussion a consisté en une confrontation des résultats expérimentaux et numériques en lien avec la caractérisation de l'interface.

7.1 Principales conclusions

En ce qui concerne la préparation des échantillons, il s'est avéré important de contrôler le rapport entre l'épaisseur de l'échantillon et la taille des trous du support afin d'éviter que l'échantillon soit soumis à de la flexion. En effet, grâce à une observation de l'état de contrainte à l'interface fibre-matrice, il a été conclu que si le rapport L/H est supérieur à 1, des contraintes de traction importantes apparaissent dans le bas de l'interface, ce qui influence le mode de rupture et donc les paramètres de l'interface.

Tant à l'occasion des essais expérimentaux que numériques, il est apparu que la densité locale de fibre modifie le comportement de la fibre lors d'un essai de push-out. Plusieurs constatations vont dans ce sens : augmenter la densité locale de fibre, raidit le

système ; cette augmentation de densité autour de la fibre, induit une concentration locale de contraintes dans la matrice environnante ; cette concentration accélère localement la plastification et diminue la force de décohésion.

Il a aussi été suggéré que le comportement de la matrice RTM-6 a un impact direct sur le comportement de l'interface. Partant de l'observation que lors des essais, le comportement de l'interface est affecté par la vitesse de chargement mais aussi que dans le domaine plastique, la matrice présente une dépendance à la vitesse, l'hypothèse a été formulée que la dépendance à la vitesse du comportement de l'interface est liée à celle de la matrice.Une observation similaire a été faite à propos du phénomène de fluage.

7.2 Perspectives

Les essais de nanoindentation doivent permettre de caractériser l'interface fibre-matrice dans les matériaux composites. Une approche basée sur l'énergie consiste a réaliser des cycles de charge-décharge afin d'en extraire la valeur de la ténacité à la rupture de l'interface. Actuellement, la maîtrise du nanoindenteur semble suffisante pour permettre de réaliser ce schéma de chargement. Cette démarche mériterait certainement d'être approfondie afin d'obtenir une propriété caractéristique de l'interface.

Le comportement plastique de la matrice RTM-6 présente une dépendance à la vitesse mais également à la température. Il serait donc intéressant de regarder si cet effet a un impact sur le comportement de l'interface. Pour ce faire, il serait intéressant de réaliser des essais à différentes températures.

A l'avenir, les essais pourraient donner des résultats plus fiables si le contrôle de l'indenteur se faisait en déplacement plutôt qu'en force. Jusqu'à présent, il semble que trop peu d'importance ait été accordée au mode de contrôle, l'attention se focalisant sur d'autres paramètres (comme la position de l'indentation ou la hauteur de l'échantillon....).

Le modèle numérique avec endommagement appelle certaines améliorations. On pourrait suggérer que les paramètres introduits pour la zone cohésive devraient être adaptés afin de coïncider davantage avec les courbes expérimentales. De même, puisque lors des essais expérimentaux, il est apparu que la vitesse de chargement avait un impact sur le comportement de l'interface, il serait intéressant d'introduire dans l'analyse numérique, un modèle d'écrouissage de la matrice qui tiendrait compte de la vitesse de chargement. Ceci permettrait de mieux comprendre la cause de cet effet.

A Nom de l'annexe

Paramétrisation du modèle élastique

```
# Sophie Neven
# UCL Louvain La Neuve
# sophie.neven@student.uclouvain.be
# mars 2016

session.journalOptions.setValues(replayGeometry=COORDINATE,recoverGeometry=
    COORDINATE)
from part import *
from material import *
from section import *
from assembly import *
from step import *
from interaction import *
from load import *
from mesh import *
from optimization import *
from job import *
from sketch import *
from visualization import *
from connectorBehavior import *

h = 50.0
dm= 3.0 #densite fibre donc dim matrice
rf_list = [3.0]
ri = 2.5 #rayon indenteur
dc = 50 #dim compo
dep = -1.0 #deplacement indenteur

p = 0.99
q_list = [24.0]

E1_fibre = 0.235
E2_fibre = 0.0191
E3_fibre = 0.0191
Nu12_fibre = 0.28
Nu23_fibre = 0.33
Nu13_fibre = 0.246
G12_fibre = 0.0072
G13_fibre = 0.024
G23_fibre = 0.024

E_matrice_list = [0.00276]
Nu_matrice= 0.38
```

```
43
44 E1_compo = 0.163
45 E2_compo = 0.0068
46 E3_compo = 0.0068
47 Nu12_compo = 0.32
48 Nu23_compo = 0.55
49 Nu13_compo = 0.479
50 G12_compo = 0.0035
51 G13_compo = 0.0035
52 G23_compo = 0.0027
53
54 titre = 'test.rpt'
55
56 for E_matrice in E_matrice_list :
57  for q in q_list:
58   for rf in rf_list :
59    ds = q-rf-dm
60    a = float(h)*p
61    sizeElemHauteur = 0.5
62    sizeElemFibre = 0.5
63    sizeElemMatrice = 0.5
64    sizeElemAttache = 1.5
65    #del mdb.models['Model-1'].parts['fibre']
66    #del mdb.models['Model-1'].parts['matrice']
67    #del mdb.models['Model-1'].parts['compo']
68
69  # On reconstruit la fibre avec dimension diff
70    mdb.models['Model-1'].ConstrainedSketch(name='__profile__', sheetSize
        =200.0)
71    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].sketchOptions.setValues(
        viewStyle=AXISYM)
72    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].ConstructionLine(point1
        =(0.0, -100.0), point2=(0.0, 100.0))
73    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry.findAt((0.0, 0.0)
        )
74    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].FixedConstraint(entity=
75        mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry.findAt((0.0,
            0.0),
76      ))
77    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].rectangle(point1=(0.0,
        0.0),
78      point2=(rf, h))
79    mdb.models['Model-1'].Part(dimensionality=AXISYMMETRIC, name='fibre',
        type=
80      DEFORMABLE_BODY)
81    mdb.models['Model-1'].parts['fibre'].BaseShell(sketch=
82        mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'])
83    del mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__']
84  #On reconstruit le punch et on la place a la surface de la fibre
85    mdb.models['Model-1'].ConstrainedSketch(name='__profile__', sheetSize
        =200.0)
86    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].sketchOptions.setValues(
87      viewStyle=AXISYM)
88    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].ConstructionLine(point1
        =(0.0, -100.0), point2=(0.0, 100.0))
89    mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry.findAt((0.0, 0.0)
        )
```

```
90      mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].FixedConstraint(entity=
91          mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry.findAt((0.0,
                0.0),
92        ))
93      mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].Line(point1=(0.0, h),
            point2=(
94        ri, h))
95      mdb.models['Model-1'].Part(dimensionality=AXISYMMETRIC, name='punch',
            type=ANALYTIC_RIGID_SURFACE)
96      mdb.models['Model-1'].parts['punch'].AnalyticRigidSurf2DPlanar(sketch=
            mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'])
97      del mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__']
98    # On reconstruit la matrice avec dimension diff
99      mdb.models['Model-1'].ConstrainedSketch(name='__profile__', sheetSize
            =200.0)
100     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].sketchOptions.setValues(
101       viewStyle=AXISYM)
102     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].ConstructionLine(point1
            =(0.0,-100.0), point2=(0.0, 100.0))
103     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry.findAt((0.0, 0.0)
            )
104     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].FixedConstraint(entity=
105         mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry.findAt((0.0,
                0.0),
106       ))
107     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].rectangle(point1=(rf, 0.0)
            , point2=(rf+dm, h))
108     mdb.models['Model-1'].Part(dimensionality=AXISYMMETRIC, name='matrice',
            type= DEFORMABLE_BODY)
109     mdb.models['Model-1'].parts['matrice'].BaseShell(sketch=mdb.models['
            Model-1'].sketches['__profile__'])
110     del mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__']
111   # On reconstruit le compo car il est decale en fonction taille matrice +
        on   partionne edge en bas pour imposer condition limite
112     mdb.models['Model-1'].ConstrainedSketch(name='__profile__', sheetSize
            =200.0)
113     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].sketchOptions.setValues(
            viewStyle=AXISYM)
114     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].ConstructionLine(point1
            =(0.0,-100.0), point2=(0.0, 100.0))
115     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry.findAt((0.0, 0.0)
            )
116     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].FixedConstraint(entity=mdb
            .models['Model-1'].sketches['__profile__'].geometry.findAt((0.0, 0.0)
            ,))
117     mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__'].rectangle(point1=(rf+dm,
            0.0),point2=(rf+dm+dc, h))
118     mdb.models['Model-1'].Part(dimensionality=AXISYMMETRIC, name='compo',
            type=DEFORMABLE_BODY)
119     mdb.models['Model-1'].parts['compo'].BaseShell(sketch= mdb.models['Model
            -1'].sketches['__profile__'])
120     del mdb.models['Model-1'].sketches['__profile__']
121     mdb.models['Model-1'].parts['compo'].PartitionEdgeByParam(edges=mdb.
            models['Model-1'].parts['compo'].edges.findAt(((rf+dm+1.0,0.0,0.0),))
            ,parameter= 1-ds/dc)
122     mdb.models['Model-1'].parts['compo'].PartitionEdgeByParam(edges=mdb.
            models ['Model-1'].parts['compo'].edges.findAt(((rf+dm+1.0,h,0.0),)),
```

```
      parameter= ds/dc)
123
124 #On modifie les proprietes des materiaux
125
126   mdb.models['Model-1'].Material(name='fibre')
127   mdb.models['Model-1'].Material(name='matrice')
128   mdb.models['Model-1'].Material(name='compo')
129
130
131   mdb.models['Model-1'].materials['fibre'].Elastic(type=
          ENGINEERING_CONSTANTS, table=((E1_fibre, E2_fibre, E3_fibre,
          Nu12_fibre, Nu13_fibre, Nu23_fibre, G12_fibre, G13_fibre, G23_fibre),
           ))
132   mdb.models['Model-1'].materials['matrice'].Elastic(type=ISOTROPIC, table
          =((E_matrice, Nu_matrice), ))
133   mdb.models['Model-1'].materials['compo'].Elastic(type=
          ENGINEERING_CONSTANTS, table=((E1_compo, E2_compo, E3_compo,
          Nu12_compo, Nu13_compo, Nu23_compo, G12_compo, G13_compo, G23_compo),
           ))
134
135 # On assigne une section a chaque part
136   mdb.models['Model-1'].parts['fibre'].Set(faces= mdb.models['Model-1'].
          parts['fibre'].faces.findAt(((1.0, h-1.0, 0.0), )), name='fibre')
137   mdb.models['Model-1'].parts['fibre'].SectionAssignment(offset=0.0,
          offsetField='', offsetType=MIDDLE_SURFACE, region=mdb.models['Model-1
          '].parts['fibre'].sets['fibre'], sectionName='fibre',
          thicknessAssignment=FROM_SECTION)
138   mdb.models['Model-1'].parts['matrice'].Set(faces=mdb.models['Model-1'].
          parts['matrice'].faces.findAt(((rf+1.0, h-1.0, 0.0), )),name='matrice
          ')
139   mdb.models['Model-1'].parts['matrice'].SectionAssignment(offset=0.0,
          offsetField='', offsetType=MIDDLE_SURFACE, region=mdb.models['Model-1
          '].parts['matrice'].sets['matrice'], sectionName='matrice',
          thicknessAssignment=FROM_SECTION)
140   mdb.models['Model-1'].parts['compo'].Set(faces=mdb.models['Model-1'].
          parts['compo'].faces.findAt(((rf+dm+1.0, h-1.0, 0.0), )),name='compo'
          )
141   mdb.models['Model-1'].parts['compo'].SectionAssignment(offset=0.0,
          offsetField='', offsetType=MIDDLE_SURFACE, region=mdb.models['Model-1
          '].parts['compo'].sets['compo'], sectionName='compo',
          thicknessAssignment=FROM_SECTION)
142
143 #On cre un repere local pour fibre et matrice et on les assigne a chaque
       part
144   mdb.models['Model-1'].parts['fibre'].DatumCsysByThreePoints(coordSysType
          =CARTESIAN, name='Datum␣csys-1', origin=mdb.models['Model-1'].parts['
          fibre'].vertices.findAt((0.0, 0.0, 0.0), ),point1=mdb.models['Model-1
          '].parts['fibre'].vertices.findAt((0.0, h, 0.0), ), point2=(-1.0,
          0.0, 0.0))
145
146   mdb.models['Model-1'].parts['fibre'].MaterialOrientation(
          additionalRotationField='', additionalRotationType=ROTATION_NONE,
          angle=0.0, axis=AXIS_3, fieldName='', localCsys=mdb.models['Model-1'
          ].parts['fibre'].datums[3], orientationType=SYSTEM, region=Region(
          faces=mdb.models['Model-1'].parts['fibre'].faces.findAt(((rf-1.0, h
          -1.0, 0.0), (0.0, 0.0, 1.0)), )), stackDirection=STACK_3)
147
```

```
148     mdb.models['Model-1'].parts['compo'].DatumCsysByThreePoints(coordSysType
            =CARTESIAN, name='Datum_csys-1', origin=mdb.models['Model-1'].parts['
            compo'].vertices.findAt((rf+dm, 0.0, 0.0), ),point1=mdb.models['Model
            -1'].parts['compo'].vertices.findAt((rf+dm, h, 0.0), ), point2=(-1.0,
             0.0, 0.0))
149
150     mdb.models['Model-1'].parts['compo'].MaterialOrientation(
            additionalRotationField='', additionalRotationType=ROTATION_NONE,
            angle=0.0, axis=AXIS_3, fieldName='', localCsys=mdb.models['Model-1'
            ].parts['compo'].datums[5], orientationType=SYSTEM,region=Region(
            faces=mdb.models['Model-1'].parts['compo'].faces.findAt(((dc, h-1.0,
            0.0), (0.0, 0.0, 1.0)), )), stackDirection=STACK_3)
151
152     #On regenere l assembly
153     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.regenerate()
154
155     #On partitionne edge fibre et matrice pour creer le Tie
156     mdb.models['Model-1'].parts['fibre'].PartitionEdgeByParam(edges=mdb.
            models['Model-1'].parts['fibre'].edges.findAt(((rf,h-1.0,0.0),)),
            parameter= 1.0-a/h)
157     mdb.models['Model-1'].parts['matrice'].PartitionEdgeByParam(edges=mdb.
            models['Model-1'].parts['matrice'].edges.findAt(((rf,h-1.0,0.0),)),
            parameter= a/h)
158     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Surface(name ='fibre',side1Edges=mdb.
            models['Model-1'].rootAssembly.instances['fibre-1'].edges.findAt(((rf
            ,0.0,0.0),)))
159     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Surface(name ='matrice',side2Edges=
            mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['matrice-1'].edges.
            findAt(((rf,0.0,0.0),)))
160     mdb.models['Model-1'].Tie(adjust=ON,master=mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.surfaces['fibre'],name='fibre-matrice',
            positionToleranceMethod=COMPUTED,slave= mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.surfaces['matrice'], thickness=ON, tieRotations=ON)
161
162     #On cree un Tie entre matrice et compo
163     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Surface(name ='matrice_Tie2',
            side1Edges=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['matrice-1'].
            edges.findAt(((rf+dm,1.0,0.0),)))
164     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Surface(name ='compo_Tie2',side1Edges
            =mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['compo-1'].edges.findAt
            (((rf+dm,1.0,0.0),)))
165     mdb.models['Model-1'].Tie(adjust=ON,master=mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.surfaces['matrice_Tie2'],name='matrice-compo',
            positionToleranceMethod=COMPUTED,slave= mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.surfaces['compo_Tie2'], thickness=ON, tieRotations=ON)
166
167     #On assigne RP au punch
168     mdb.models['Model-1'].RigidBody(name='RP_punch', refPointRegion=mdb.
            models['Model-1'].rootAssembly.sets['RP'], surfaceRegion=mdb.models['
            Model-1'].rootAssembly.surfaces['punch'])
169
170     #On cre le contact entre le punch et la fibre
171     mdb.models['Model-1'].parts['fibre'].PartitionEdgeByParam(edges=mdb.
            models['Model-1'].parts['fibre'].edges.findAt(((0.1,h,0.0),)),
            parameter= ri/rf)
172     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Surface(name ='fibre_charge',
            side1Edges=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['fibre-1'].
```

```
        edges.findAt(((0.0,h,0.0),)))
173     mdb.models['Model-1'].Tie(adjust=ON, master=mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.surfaces['punch'], name='punch_fibre',
            positionToleranceMethod=COMPUTED, slave=mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.surfaces['fibre_charge'],thickness=ON,tieRotations=ON)
174
175     #On regenere l assembly
176     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.regenerate()
177
178     # On impose les conditions limites : encastrement compo cote droit et en
            bas
179     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Set(edges=mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.instances['compo-1'].edges.findAt(((rf+dm+dc,1.0,0.0),))
            , name='compo_encast_cote')
180     mdb.models['Model-1'].EncastreBC(createStepName='Initial',  localCsys=
            None,name='encastr_compo_cote', region= mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.sets['compo_encast_cote'])
181     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Set(edges= mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.instances['compo-1'].edges.findAt(((rf+dm+dc-1,0.0,0.0)
            ,)), name='compo_encast_bas')
182     mdb.models['Model-1'].EncastreBC(createStepName='Initial', localCsys=
            None,name='encastr_compo_bas', region=mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.sets['compo_encast_bas'])
183
184     #On impose symetrie de la fibre
185     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.Set(edges=mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.instances['fibre-1'].edges.findAt(((0.0, h-1.0, 0.0), ))
            , name='sym_fibre')
186     mdb.models['Model-1'].DisplacementBC(amplitude=UNSET,createStepName='
            Step-1',distributionType=UNIFORM, fieldName='', fixed=OFF, localCsys=
            None, name='sym_fibre', region=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.
            sets['sym_fibre'], u1=0.0, u2=UNSET, ur3=0.0)
187
188     #On impose deplacement du RP
189     mdb.models['Model-1'].DisplacementBC(amplitude=UNSET, createStepName='
            Step-1',distributionType=UNIFORM, fieldName='', fixed=OFF, localCsys=
            None, name='deplacement', region=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.
            sets['RP'], u1=UNSET, u2=dep, ur3=UNSET)
190
191     #On remesh
192     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.seedEdgeBySize(constraint=FIXED,
            deviationFactor=0.1, edges=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.
            instances['fibre-1'].edges.findAt(((0.0, 1.0, 0.0), ), ((rf, 1.0,
            0.0), ),((rf, h-0.1, 0.0), ) )+\
193       mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['matrice-1'].edges.findAt
              (((
194      rf,1.0, 0.0), ),((rf, h-0.1, 0.0), ), )+\
195       mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['matrice-1'].edges.findAt
              (((
196      rf+dm,1.0, 0.0), ), )+\
197       mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['compo-1'].edges.findAt
              (((
198      rf+dm,1.0, 0.0), ),)+\
199       mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['compo-1'].edges.findAt
              (((
200      rf+dm+dc,1.0, 0.0), ), ),size=sizeElemHauteur)
201
```

```
202
203     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.seedEdgeBySize(constraint=FINER,
            deviationFactor=0.1, edges=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.
            instances['fibre-1'].edges.findAt(((0.1, 0.0, 0.0), ),((rf-0.1, h,
            0.0), ),((0.1, h, 0.0), ),), size=sizeElemFibre)
204
205     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.seedEdgeBySize(constraint=FIXED,
            deviationFactor=0.1, edges=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.
            instances['matrice-1'].edges.findAt(((rf+0.1, 0.0, 0.0), ),((rf+0.1,
            h, 0.0), ), ),size=sizeElemMatrice)
206
207
208     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.seedEdgeByBias(biasMethod=SINGLE,
209      constraint=FIXED, end2Edges=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.
             instances['compo-1'].edges.findAt(((rf+dm+1, 0.0, 0.0), )),
             end1Edges=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['compo-1'].
             edges.findAt(((rf+dm+1, h, 0.0), )), minSize = sizeElemMatrice ,
             maxSize= sizeElemAttache)
210
211     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.seedEdgeBySize(constraint=FIXED,
            edges=mdb.models['Model-1'].rootAssembly.instances['compo-1'].edges.
            findAt(((rf+dm+ds+1.0,0.0,0.0), ), ((rf+dm+ds+1.0,h,0.0), ), ), size
            = sizeElemAttache)
212
213     mdb.models['Model-1'].rootAssembly.generateMesh(regions=(mdb.models['
            Model-1'].rootAssembly.instances['fibre-1'],mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.instances['matrice-1'], mdb.models['Model-1'].
            rootAssembly.instances['compo-1']))
214 #On lance le job
215     mdb.jobs['Job-1'].submit(consistencyChecking=OFF)
216     mdb.jobs['Job-1'].waitForCompletion(20)
217
218     #On recupere les resultats dans un fichier .rpt
219     o3 = session.openOdb(name='/home/soneven/Job-1.odb')
220     session.viewports['Viewport:␣1'].setValues(displayedObject=o3)
221     session.viewports['Viewport:␣1'].assemblyDisplay.setValues(loads=ON, bcs
            =ON,predefinedFields=ON, connectors=ON)
222     odb = session.odbs['/home/soneven/Job-1.odb']
223     session.xyDataListFromField(odb=odb, outputPosition=NODAL, variable=(('
            RF',NODAL,((COMPONENT, 'RF2'), )), ('U', NODAL, ((COMPONENT, 'U2'), )
            ), ), nodeSets=('RP', ))
224     xy1 = session.xyDataObjects['U:U2␣PI:␣ASSEMBLY␣N:␣1']
225     xy2 = session.xyDataObjects['RF:RF2␣PI:␣ASSEMBLY␣N:␣1']
226     xy3 = combine(xy1, xy2)
227     xy3.setValues(sourceDescription='combine␣(␣-"U:U2␣PI:␣ASSEMBLY␣N:␣1",-"
            RF:RF2␣PI:␣ASSEMBLY␣N:␣1"␣)')
228     tmpName = xy3.name
229     session.xyDataObjects.changeKey(tmpName, 'XYData-1')
230     x0 = session.xyDataObjects['XYData-1']
231     session.writeXYReport(fileName= titre, xyData=(x0, ))
232     del session.xyDataObjects['U:U2␣PI:␣ASSEMBLY␣N:␣1']
233     del session.xyDataObjects['RF:RF2␣PI:␣ASSEMBLY␣N:␣1']
234     del session.xyDataObjects['XYData-1']
```

Bibliographie

[1] J. Jager et al. Influence of plastic deformation on single-fiber push-out tests of carbon fiber reinforced epoxy resin. *Elsevier, Composite : Part A*, pages 157–167, 2015.

[2] Michael F. Ashby. *Materials Selection in Mechanical Desing, Fourth Edition*. Elsevier Ltd., 2008.

[3] Prof. M.-L. Dano. Mécanique des matériaux composites. Technical report, Laval, 2015-2016.

[4] N. Chandra et al. Interfacial mechanics of push-out tests : theory and experiments. *Elsevier, Composites : Part A*, pages 575–584, 2001.

[5] S. Sockalingam et G. Nilakantan. Fiber-matrix interface characterization through the microbond test. *International Journal of Aeronautical and Space Sciences*, pages 382–395, 2012.

[6] S. Feih et al. Testing procedure for the single fiber fragmentation test. Technical report, Technical University of Denmark, 2004.

[7] W.M. Mueller et al. Single-fiber push-out test fundamentals and experimental setup. janvier 2013.

[8] M. Rodriguez et al. A methodology to measure the interface shear strength by means of the fiber push-in test. *Elsevier, Composites Science and Technology*, pages 1924–1932, 2012.

[9] W.M. Mueller et al. Microscopic analysis if single-fiber push-out tests on ceramic matrix composites performed with berkovich and flat-end indenter and evaluation of interfacial fracture toughness. *Elsevier, Journal of the European Ceramic Society*, pages 441–451, 2013.

[10] M. Medina Carlos et al. Comparaison of push-in and push-out tests for measuring interfacial strength in nano-reinforced composite materials. *Journal of Composite Materials*, 2015.

[11] Hexflow rtm 6, 1 2016.

[12] Xavier Morelle. *Mechanical Characterization and Physics-Based Modeling of a Highly-Crosslinked Epoxy Resin*. PhD thesis, UCL, 2015.

[13] F. Lani et al. Characterization and modeling of the strain-rate, temperature and pressure dependence of the deformation of a highly crosslinked aerospace grade epoxy resin. *20th International Conference of Composite Materials*, 2015.

[14] James R. Reeder. 3d mixed-mode delamination fracture criteria- an experimentalist's perspective. Technical report, NASA Langley Research Center.

[15] J.-H. You et al. Fiber push-out study of a copper matrix composite with an engineered interface : Experiments and cohesive element simulation. *Elsevier, International Journal of Solids and Structures*, pages 4277–4286, 2009.

[16] Claude Bathias. *Matériaux composites*. Dunod, Paris, 2005.

[17] Laurent Gornet. *Généralités sur les matériaux composites*. PhD thesis, Central Nantes, 2008.

[18] Fabrice Gliszczynski. Aéronautique : 2 fois plus de passagers dans 20 ans, comment faire ? (boeing, airbus, air france). http://www.latribune.fr/entreprises-finance/services/transport-logistique/20140611trib000834580/aeronautique-2-fois-plus-de-passagers-dans-20-ans-comment-faire-boein html, 2014.

[19] Planet Scope. Les vols d'avions dans le monde. http://www.planetoscope.com/Avion/109-vols-d-avions-dans-le-monde.html, 2012.

[20] Anonyme. Matériau composite. https://fr.wikipedia.org/wiki/Mat%C3%A9riau_composite, 2016.

[21] T. Palucka et al.. Composites overview. Technical report, History of recent Science and Technology, 2001.

[22] J.-M. Berthelot. *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures*. Technique et Documentation Lavoisier, Paris, 2005.

[23] J. LLorca et al. Multiscale modeling of composite materials : a roadmap towards virtual testing. *Advanced Materials*, 2011.

[24] Prof.P. Vannucci. Introduction aux cours matériaux composites, partie : Anisotropie et mécanique des stratifiés. Technical report, Université de Versailles.

[25] Anonyme. Les 4 pages des statistiques industrielle, les matériaux composites, dynamisme et innovation. Technical report, Ministère de l'économie, de la finance et de l'industrie, 2002.

[26] Prof.P. Weiss. La chimie des polymère. Technical report, Université Médicale Virtuelle Francophone, 2009-2010.

[27] M. Braccini et M. Dupeux. *Mécanique des interfaces solides*. Lavoisier, Cedex, 2012.

[28] M. Greisel et al. Influence of residual thermal stress in carbon fiber-reinforced thermoplastic composites on interfacial fracture toughness evaluated by cyclic single-fiber push-out tests. *Elsevier, Composite : Part A*, pages 117–127, 2014.

[29] Kim L. Pickering. *Proprieties and performance of Natural-Fibre Composites*. Woodhead publishing in materials, Cambridge, 2008.

[30] D. Tripathir et F.R. Jones. Single fiber framentation test for assesing adhesion in fiber reinforced composites. *Journal of Material Science*, 1998.

[31] Rescoll. Caractérisation mécanique par nanoidentation. https://rescoll.fr/blog/wp-content/uploads/2011/03/Nanoindentation2.pdf.

[32] Christopher A. Schuh. Nanoindentation studies of materials. *materialstoday*, 9 :32–40, may 2006.

[33] Prof.T. Pardoen. Introduction to the deformation and fracture materials. Technical report, Université Catholique de Louvain, 2014-2015.

[34] Prof. V Legat. Introduction aux éléments finis. Technical report, UCL, 2014-2015.

[35] Glass fibre, carbon & aramid.

[36] Anonym. Graphite production & further processing. http://www.carbonandgraphite.org/pdf/graphite_production.pdf.

[37] Mounting adhesives & accessories.

[38] Anonyme. http://solutions.3mbelgique.be/wps/portal/3M/fr_BE/EUScotchbrand/Home/Resources/History/, 2016.

[39] Anonyme. Microscope électronique á balyage.

[40] Laboratoire MSSMat. Microscope électronique á balyage. http://www.mssmat.ecp.fr/mssmat/moyens/microscopie/principes/microscope_electronique_a_balayage, 2016.

[41] *Abaqus Analysis User's Manual*, 2015.

[42] Y.-A. Janssens. Fiber obstruction m-file. unpublished code, 2014.

Rue Archimède, 1 bte L6.11.01, 1348 Louvain-la-Neuve www.uclouvain.be/epl

