

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE POLYTECHNIQUE**

**Département de Métallurgie**



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

**Mémoire de Magister**

Présenté par

**ZENDAOUI Amine**

Ingénieur d'état en Métallurgie

**Pour l'obtention du Diplôme de Magister en Métallurgie**

**Thème**

**REALISATION ET CARACTERISATION D'UN CAPTEUR  
CONSTITUE DE MATERIAUX INTELLIGENTS  
ALUMINIUM-FIBRE OPTIQUE**

**Proposé et dirigé par :** - Mr MESRATI Nadir  
- Mme SALVIA Michèle

**Soutenu devant le jury composé de :**

Mr SALHI Essaid	Président du jury	Professeur ENSP Alger
Mr MESRATI Nadir	Directeur de thèse	Professeur ENSP Alger
Mme SALVIA Michèle	Co-Directrice de thèse	Maître de Conférences ECLyon
Mr MEHENNI Mohamed	Examineur	Professeur ENSP Alger
Mr NECIB Kamel	Examineur	Maître de conférences EMP Alger
Mr KASSER Madjid	Examineur	Ph.D ENSP Alger

**Année universitaire 2008-2009**

**E.N.P 10, Avenue Hassen-Badi, EL HARRACH, ALGER**

## Remerciements

*Je remercie tout d'abord Dieu le tout puissant de m'avoir donné la foi, la volonté et le courage afin d'arriver à faire ce modeste travail.*

*Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mon directeur de projet, Monsieur NADIR MESRATI pour avoir dirigé mes recherches durant le stage, aussi pour son aide, ses critiques, ses conseils et ses suggestions sur le plan scientifique.*

*J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur D.TREHEUX, Directeur du laboratoire STMS du département de LTDS de m'avoir accueilli dans son laboratoire à l'École Centrale de Lyon, ainsi pour sa précieuse aide et conseils durant toute la période de mon stage.*

*Mes remerciements vont également à ma co promotrice Madame M.SALVIA professeur à l'ECL de m'avoir fait confiance de m'accorder ce stage.*

*Enfin j'adresse mes plus chaleureux sentiments à mes parents, et au reste de ma famille pour leur soutien constant. A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la formation de ce travail et également à tous mes amis .*

MERCI BEAUCOUP

## ملخص:

المركب مع المواد العضوية تشكل مصفوفة يعود ذلك إلى الطابع غير المتجانس ومنها تقنيات الصنع (الترانس من الطيات) قاعدة مكيفة بالكامل لتحقيق "حساسية" والسماح للمواد دمج أجهزة استشعار (أو المحركات). في هذا العمل نحن نبين أن من الممكن القيام نظم الاستشعار مع المواد المتكاملة في حالة السبائك المعدنية. وفي هذا السياق ، شركة alcan الشركة تريد دراسة جدوى الذكية يتكون هيكل الرابطة من سبيكة الالومنيوم (6056aa) والألياف البصرية لإعمال صناعية. الألياف الضوئية الاستشعار المختارة هي المتعدد الألياف (ضوء قوي كثافة في القلب و السيليكا المصهوره الغمد. اختيار هذه الألياف هو بساطته ، والتكلفة وسلوكها في درجة الحرارة. من خلال النتائج المحققة والدروس المستفادة وتبين أنه من الممكن الحصول على هيكل الذكية التي شكلتها مجموعة من سبائك الالومنيوم سيليكون) والخلايا الكهروضوئية ، من خلال القراءة كثافة شعاع من ضوء

الكلمات المفتاحية : الهياكل ذكية ، الألياف البصرية ، التجمع

## Résumé :

Les matériaux composites à matrice organique constituent grâce à leur nature hétérogène et par leurs techniques de fabrication (empilement de plis) une base tout à fait adaptée à la réalisation de matériaux « sensibles » permettant l'intégration de capteurs (ou d'actionneurs). Dans le cas de ce travail, nous avons montré qu'il est envisageable de réaliser des systèmes matériaux avec capteur intégré dans le cas d'alliages métalliques.

Dans ce contexte, l'entreprise ALCAN veut étudier la faisabilité d'une structure intelligente constituée par l'association d'un alliage d'aluminium (AA6056) et une fibre optique pour une réalisation industrielle.

Le capteur de fibre optique retenue est une fibre multimode (forte intensité lumineuse) à cœur et gaine en silice fondue. Le choix de cette fibre est sa simplicité, son coût et sa tenue en température.

A travers les résultats obtenus, les enseignements tirés montrent qu'il est possible d'obtenir des structures intelligentes constituées par l'association d'alliages d'aluminium (al-si) et la fibre optique, à travers la lecture de l'intensité du faisceau lumineux.

**Mots-clés** : structures intelligentes, fibres optiques, assemblage

## Summary:

The composite materials with organic matrix constitute thanks to their heterogeneous nature and by their techniques of manufacture (stacking of folds) a base completely adapted to the realization of "sensitive" materials and allowing the integration of sensors (or of actuators). In this work we show that it is possible to carry out systems materials with sensor integrated in the case of metal alloys.

In this context, the ALCAN company wants to study the feasibility of an intelligent structure consisted association of an aluminium alloy (AA6056) and an optical fibre for an industrial realization.

The optical fibre sensor selected is a multimode fibre (strong light intensity) in heart and molten silica sheath. The choice of this fibre is its simplicity, its cost and its behaviour in temperature.

Through the results achieved, lessons learned show that it is possible to obtain smart structures formed by the combination of aluminum alloys (al-si) and fiber optics, through reading the intensity of the light beam.

**Key words**: intelligent structures, optical fiber, assembly

# **Sommaire**

# *TABLE DES MATIERES*

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	
I.1 Notion de structure intelligente .....	3
I.1.1 Matériaux fonctionnels.....	3
I.1.2 Matériaux intelligents.....	4
I.1.3 Matériaux bio-inspirés et potentiellement intelligents.....	9
I.2 Les fibres optiques.....	15
I.2.1 Introduction.....	15
I.2.2 Description de la fibre optique.....	15
I.2.3 Principe physique.....	16
I.2.4 Les type de fibres.....	18
I.2.5 La fabrication de la fibre optique.....	21
<b>Chapitre II : Réalisation des composites</b>	
II.1. Présentation des matériaux de l'étude.....	24
II.1.1. alliages d'aluminium AA6056.....	24
II.1.2. Fibres optiques.....	26
II.2. dispositif et conditions expérimental d'assemblage.....	27
II.2.1. Machine SERVOTESTE.....	27
II. 3. Réalisation et caractérisation des composites.....	28
II.4. Caractérisation de l'interface (fibre-matrice (Aluminium)).....	33
II.4.1. Observation par MEB.....	33
II.4.2. Test d'indentation.....	35
II.5. Evaluation du composite sensible par analyse optique.....	39
II.5.1. Description du système.....	39
II.5.2. Essais optique.....	40
II.6. Evolution du système sensible sous sollicitations Mécaniques.....	44

**Chapitre III : Comportement de la fibre de verre**

III.1. Détermination de la contrainte à rupture des fibres de Verres..... 45

III.2. Essais en spectroscopie dynamique..... 49

III.3. Essais pour réponse à une fonction échelon (fluage)..... 54

**Chapitre IV : Conclusion et Perspectives..... 57**

**Chapitre V : Références bibliographiques**

# **Introduction générale**

## Introduction générale

Dans le cas des structures dites « intelligentes » ou « Smart », les capteurs et les actionneurs sont intégrés au sein d'un matériau dès la fabrication.

Les matériaux composites à matrice organique constituent grâce à leur nature hétérogène et par leurs techniques de fabrication (empilement de plis) une base tout à fait adaptée à la réalisation de matériaux « sensibles » et éventuellement permettant l'intégration de capteurs (ou d'actionneurs) cependant, il est envisageable de réaliser des systèmes matériaux avec capteur intégré dans le cas d'alliages métalliques.

Parmi les capteurs employés de façon classique, les fibres optiques présentent de nombreux avantages. Leur fonctionnement est insensible aux interférences électromagnétiques. Elles peuvent être, utilisées dans divers environnements sévères (chimiques, nucléaires, vibrations, très hautes températures) lorsque la gaine et le cœur ne sont pas en matériaux organiques. Placées dans des structures métalliques, elles ne nécessitent pas d'isolation électrique. Elles constituent, à la fois, l'élément sensible et le véhicule de l'information, ce qui leur confère un temps de réponse très court.

Le but de cette étude est consacré à la faisabilité d'une structure intelligente constituée par l'association d'un alliage d'aluminium (Al-Si) et une fibre optique. Elle s'est déroulée en quatre étapes :

- la première étape est consacrée à la fabrication des composites mono filamenteux. Les échantillons sont réalisés par compression de deux plaques d'alliages d'aluminium entre lesquelles la fibre optique a été positionnée à deux températures 400°C et 475°C à l'aide de la machine de compression SERVOTEST, au niveau de la société ALCAN.  
Deux types de plaques d'aluminium ont été utilisées: plaque avec et sans rainure.
- La seconde étape est consacrée à la caractérisation expérimentale des éprouvettes par radiographie et mesure de la puissance lumineuse.
- La troisième étape des essais consiste à soumettre les éprouvettes une à une à un test de compression dans le but de mettre en évidence l'influence d'une sollicitation mécanique sur la puissance lumineuse transmise.
- La quatrième étape consiste en la caractérisation de l'interface par pull out, par micro indentation et par analyse MEB sur la section de l'éprouvette polie d'une épaisseur de 1 mm.

En parallèle, une étude a été menée sur l'analyse du comportement du matériau constituant la fibre optique sous haute température entre 300°C et 520°C grâce à des essais viscoélastiques et monotones en traction. Ces essais nous donnent des informations sur le comportement de la fibre, et sont nécessaires à la réalisation industrielle des composites qui seront réalisés par co-filage.

**Chapitre I :**  
**Etude bibliographique**

# Chapitre I : Etude bibliographique

## I.1- Notion de structures intelligentes

### I.1.1 Matériaux fonctionnels

Les matériaux ont accompagné depuis les origines les avancées successives de l'humanité et chaque étape de civilisation s'est largement fondée sur la maîtrise de matériaux nouveaux et des fonctions qu'ils pouvaient remplir. Cette observation est toujours d'actualité et l'avenir des domaines d'activité apparemment aussi divers que l'aérospatiale et les biotechnologies repose largement sur l'élaboration et la maîtrise de matériaux toujours plus efficaces et plus sophistiqués.

Les matériaux sont effectivement perçus grâce à leurs fonctions et il a longtemps été d'usage de classer les matériaux en deux grandes catégories : les matériaux structuraux utilisés pour leurs caractéristiques mécaniques et les matériaux dit fonctionnels dont on exploite d'abord les autres propriétés physiques ou chimiques.

C'est au début du 20<sup>ème</sup> siècle que la notion de matériau multifonctionnel émerge. En fait, le verre (inorganique) qui existe depuis des millénaires est l'archétype du matériau multifonctionnel puisque sa fonction structurale est associée à la transparence et au caractère isolant thermique. Cependant, le premier matériau conçu comme clairement bifonctionnel paraît être l'acier inoxydable qui associe une résistance à la corrosion améliorée à des caractéristiques mécaniques convenables et apparaît au début du siècle dernier.

Les matériaux polymères synthétiques dont l'essor a eu lieu entre les deux guerres, sont aujourd'hui caractérisés par une extrême variété de structures et donc de propriétés et sont en fait multifonctionnels. Ces matériaux de structure sont également amortissant, isolants thermiques et électriques. Depuis le milieu du 20<sup>ième</sup> siècle, ces matériaux organiques renforcés de fibres, issus de la technologie aérospatiale, sont employés avec succès dans de nombreuses applications en raison de leurs excellentes propriétés spécifiques (hautes résistance et rigidité, associées à une faible masse volumique), de la possibilité d'optimiser les caractéristiques mécaniques en jouant sur l'orientation des renforts (en particulier continus) suivant les conditions de changement de la pièce et l'obtention, grâce à leur hétérogénéité, de propriétés mécaniques apparemment contradictoires (haute résistance et résilience

convenable, par exemple) le tout associé à des propriétés physiques particulières comme la résistance à la corrosion. Cependant, le concept de multifonctionnalité des matériaux et la nécessité de le développer pratiquement pour chaque type de matériau n'est vraiment apparu comme une évidence qu'à la fin du siècle dernier dans le cadre de l'émergence des matériaux dit « intelligents ».

### **I.1.2 Matériaux intelligents**

Les besoins couramment exprimés par les utilisateurs et formulés par le concepteur sont des besoins « moyens » correspondant aux conditions standard d'utilisation. Naturellement, on tente de tenir compte de l'évolution en service et une part importante de l'activité scientifique et technologique dans le domaine des matériaux est consacrée à l'étude de la durabilité des matériaux. C'est-à-dire de leur aptitude à conserver pendant une durée déterminée leurs caractéristiques structurales ou fonctionnelles en présence de contraintes d'origines diverses : mécaniques, thermiques, chimiques, radiatives. L'étude de la durabilité est réalisée classiquement par deux grandes méthodes :

\*- Les essais accélérés, permettant la détermination en un temps raisonnablement court de lois de comportement extrapolables sur le long terme. Cette expérience est ensuite répercutée au niveau de l'élaboration au sens large pour optimiser la microstructure et par conséquent les propriétés d'usage qui en sont le reflet, et assurer la pérennité du matériau et du système. Les inconvénients liés à ce type d'approche sont principalement :

❶- la difficulté d'assurer la fiabilité du système d'extrapolation (prendre garde à ne pas modifier la microstructure et les mécanismes d'endommagement).

❷- l'hypothèse de continuité des contraintes appliquées et donc la difficulté de prendre en compte d'éventuelles surcharges (programmes de chargements aléatoires).

\*- Les méthodes classiques de maintenance périodique, qui s'appuient sur différentes techniques de contrôle non destructif (CND) et requièrent généralement un fort investissement en moyens humains ; elles impliquent le risque de fonctionnement en aveugle entre deux maintenances et par conséquent d'un accident possible. L'exemple le plus connu est celui de la rupture catastrophique du fuselage d'un boeing 737 par fatigue peu de temps après une inspection (1988).

C'est cette vue « pessimiste » ou passive de la science et de la technologie des matériaux, entièrement axée sur un combat livré en « aveugle » contre l'endommagement dans un environnement changeant, qui va basculer vers la fin des années 1980. En effet, les caractéristiques de base des systèmes biologiques (efficacité énergétique, précision, fonctionnalité évolutif, autoréparation,...) ont depuis toujours fasciné les concepteurs d'objets et de système. Cette fascination s'est traduite au cours des âges par un effort sans cesse renouvelé d'imitation macroscopie de la vie qui a par exemple conduit aux merveilleux automates du 18<sup>ème</sup> siècle .

Plus récemment, l'imitation des structures biologiques (bois, nacre, etc) et une voie de plus en plus prisée d'amélioration des propriétés, en particulier structurales, des matériaux et plus spécialement matériaux composites.

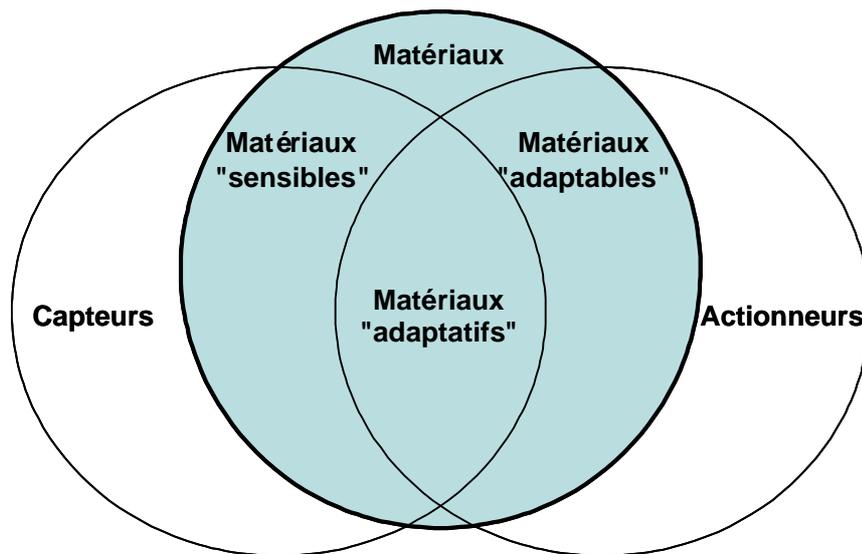
Dans ce contexte d'émergence (d'une prise de conscience de l'intérêt) du biomimétisme à une échelle plus microscopique, il devenait évident de passer à une conception plus « optimiste » et « active » du matériau et de son comportement en service. Le pas à franchir était celui de la réalisation d'un matériau dénommé « smart » ou même « intelligent », susceptible d'ajuster si possible en temps réel sa loi de comportement aux sollicitations externes pour remplir au mieux sa fonction et assurer sa survie. Cet ajustement suppose une prise d'information (capteurs) sur l'environnement et/ou sur le matériau lui-même (et en particulier sur son endommagement) puis un traitement de cette information pour décider d'une réponse adéquate, enfin la mise en œuvre de cette réponse (actionneur). L'analogie formelle avec le vivant est évidente, et dans ce cas le matériau est vu comme un système complexe avec des « nerfs » représentés par le réseau de capteurs, des « muscles » simulés par les actionneurs et un « cerveau » c'est-à-dire un dispositif analysant les données fournies par le matériau lui-même pour choisir la bonne réponse et modifier grâce à ses « muscles » sa forme et/ou ses caractéristiques globales.

L'idée de matériau de structure « smart » est apparemment née outre atlantique, dans les années 80, des réflexions d'une poignée d'ingénieurs de l'aéronautique rêvant d'une voilure évolutive s'adaptant en temps réel aux conditions d'usage, signalant ses faiblesses, et permettant ainsi d'exploiter au mieux les possibilités de l'aéronef. Dans la foulée est apparue au Japon la notion, encore plus

chargée de biomimétisme, de matériau « intelligent » voire « sage » ou écologique en harmonie avec l'homme et son environnement.

Bien entendu cette nouvelle mouvance ne s'est pas développée mais elle est apparue dans un contexte favorable où les ingrédients nécessaires à son émergence étaient déjà réunis : développement de matériaux-systèmes complexes, composites à texture aisément modulable, progrès constants dans les capteurs et l'élaboration de matériaux à propriétés variables, miniaturisation et émergence des techniques d'usinage sur silicium, développement des processeurs et des techniques de calcul et de modélisation.

Ce concept ambitieux s'est assez rapidement structuré et l'on a coutume de distinguer aujourd'hui plusieurs niveaux de difficultés croissantes où la distinction entre matériaux « stricto sensu », mélanges de matériaux et systèmes n'est pas toujours claire (figure I.1) :



**Figure I.1** : Matériaux sensibles, adaptables et adaptatifs [1]

☞ - un matériau est dit « sensible » s'il est susceptible de fournir des informations sur son environnement ou sur lui-même, par exemple sur son endommagement (à la fonction primitive, le plus souvent structurale, on ajoute une composante « information »).

☞ - il est « adaptable » si, de lui-même ou grâce à des actionneurs (ou matériaux « actifs ») intégrés, il est capable de faire évoluer au moins une de ses caractéristiques essentielles (forme, module, viscosité, transparence, résistance électrique, ...) sous l'effet d'une sollicitation

localement appliquée (champ électrique, magnétique, température, pH,...) : à la fonction primitive on ajoute une composante « action ».

☞- Un matériau dit « adaptatif » ou « intelligent » est à la fois « sensible » et « adaptable » et susceptible de réagir par lui-même et dans le bon sens à l'évolution des variables externes ou internes. On pourrait éventuellement distinguer entre matériaux adaptatifs et matériaux intelligents par la prise en compte du niveau de traitement de l'information. Un matériau serait adaptatif s'il n'est susceptible de réagir qu'à un type de sollicitation. Un matériau « intelligent » évidemment multifonctionnel posséderait toute une gamme de sensibilités à des sollicitations diverses et serait susceptible d'un choix dans la réponse ou même d'un éventuel auto-apprentissage dans cette nouvelle approche dynamique « optimiste ». Le matériau « intelligent » moderne est à la fois observateur de son environnement et de son évolution, et acteur de son propre destin. Il apparaît clairement que cette définition n'implique pas l'émergence d'une discipline scientifique nouvelle ni l'usage de matériaux spécifiques mais qu'elle nécessite, en revanche, une nouvelle approche de la conception de matériaux et de systèmes améliorés ou nouveaux axés sur la « multifonction » et sur son bon usage. Présentée par quelques personnalités à fort potentiel médiatique (comme C. A. Rogers aux USA [2] et T. Takagi au Japon [3],...), l'idée apparemment simple de l'introduction de « fonctions biomimétiques » dans les objets inanimés a immédiatement remporté un indéniable succès auprès de communautés très diverses et envahi graduellement la quasi-totalité du monde technologique. On peut s'en convaincre en feuilletant les programmes des colloques de ces dernières années consacrés aux matériaux et à leurs usages.

Les vocables diffèrent suivant les cultures et la tradition locale : les anglophones parlent le plus souvent de matériaux « smart », les Japonais les qualifient volontiers « d'intelligent » dans l'esprit du premier rapport consacré en 1989 à ce domaine par l'agence Japonaise pour la science et la technologie [4]. Il semble cependant bien que le terme « intelligent » ait été appliqué pour la première fois à un matériau dans une communication scientifique par un chercheur, Français F. Garnier [5]. Aussi, l'école allemande a créé le mot « adaptronique » pour désigner l'ensemble des activités consacrées à cette nouvelle approche des matériaux et des systèmes, plus spécialement focalisée sur les applications à finalité mécanique.

Depuis quelque années, de nombreux produits nous sont proposés comme « intelligents » depuis la machine à lever jusqu'à l'automobile ou même la maison « intelligente ». Il ne s'agit bien sûr que d'une évolution associée au progrès des capteurs et des techniques de communication. Son application à certains objets ou ensembles permet de les doter de quelques fonctions supplémentaires allant par exemple du choix du programme de lavage au branchement sur internet pour permettre la commande à distance. Chacun n'y voit qu'un agrément d'usage ou au pire un argument commercial.

En revanche, le terme « intelligent » appliqué aux matériaux a déclenché dès l'origine une polémique. On a donc avancé pour éviter ce mot une série de termes soit plus précis mais réducteurs : sensibles, adaptables, actifs, soit généraux comme multifonctionnels mais dont aucun ne contient totalement l'idée novatrice et dynamique du matériau entré dans l'ère de l'information, de son élaboration à son retrait, et capable de modifier ses propriétés soit de façon autonome soit sous l'effet d'une commande externe pour améliorer ses conditions d'usage et assurer éventuellement sa survie.

Il est, par ailleurs, bien clair que l'intelligence « stricto sensu » ne serait être l'apanage que des être vivants dotés de raison puisqu'elle suppose une réponse positive à une situation parfaitement inattendue. Les matériaux « intelligents » ne sont évidemment capables que de réactions programmées à une échelle quelconque par leur concepteur dans leur structure ou leur texture. La confusion n'est donc pas possible et le terme « matériau intelligent » consacré par l'usage international n'est finalement pas si mauvais même s'il est quelque peu excessif !

Evidemment le succès médiatique du terme « intelligent » nuit quelque peu à une analyse claire du domaine concerné et de nombreuses activités, largement préexistantes à l'émergence de cette perception résolument dynamique et somme toute récente du monde des matériaux, se sont immédiatement « reconnues » dans cette approche. C'est bien sûr le cas des activités consacrées aux matériaux « actifs » comme les alliages à mémoire de forme et les matériaux piézoélectriques et électrostrictifs. Les polymères sont également concernés. Toutes les interactions entre une stimulation quelconque d'origine physique ou chimique et le comportement mécanique amènent les auteurs à considérer dans un bel élan biomimétique leurs matériaux comme « smart » et potentiellement utilisables comme « muscles artificiels ». Bien qu'elles aient été à l'origine du mouvement,

les propriétés mécaniques ne sont pas seules concernées et les propriétés fonctionnelles ne sont pas en reste. Le tableau I issu des cahiers de synthèse du CNRS en science et génie des matériaux [6] rassemble quelques exemples de correspondances entre des stimulations diverses et les réponses de certains matériaux.

Cependant, dans la majorité des cas, la multifonctionnalité nécessaire au concept de matériau intelligent exige l'association de matériaux aux propriétés complémentaires et l'élaboration de composites ou de matériaux-systèmes à différentes échelles.

### I.1.3 Les composites : Matériaux bio-inspirés et potentiellement intelligents

Les composites à matrice organique peuvent être considérés comme inspirés des matériaux biologiques (bois, os, cuticules des insectes,...) dont les performances sont associées à une structure hiérarchique, avec un arrangement contrôlé à chaque niveau d'échelle, du nanoscopique au macroscopique, pour optimiser une caractéristique globale.

**Tableau I.1** : Stimulation et réponses des matériaux [6]

ACTIONS EFFETS	OPTIQUE	MECANIQUE	ELECTRIQUE/ MAGNETIQUE	CHIMIQUE	THERMIQUE	BIOCHIMIQUE
<b>OPTIQUE</b>	Photochromes Matériaux pour l'Optique Non Linéaire Fluorescents / phosphorescents Photoréactifs	Peintures mécano-chromes	- Matériaux pour Optique Non Linéaire (organiques/ inorganiques) - Electrochromes (organiques/ inorganiques) - Cristaux liquides - Electroluminescents/ cathodoluminescents		- Thermochromes	
<b>MECANIQUE</b>	Photostriction	Polymères auxétiques (coef. Poisson <0)	- Ferro-piézoélectriques - Magnétostrictifs - Fluides électrorhéologiques	- Polymères conducteurs (électroniques et ioniques) - Muscle artificiel	- Alliages à mémoire de forme - Réticulation thermoréversible	
<b>ELECTRIQUE/ MAGNETIQUE</b>	Pyroélectrique (céramiques et polymères) Photoconducteurs	Ferro-piézoélectriques Piézorésistifs Polymères chargés	- Polymères conducteurs / oxydes conducteurs - Conducteurs et semi-conducteurs		- Matériau à transition de phase isolant/conducteur - Polymères chargés	
<b>CHIMIQUE</b>	Photodégradation Photodimérisation Photoréticulation	Mécano-chimie		- Polymères dégradables - Systèmes à libération - Systèmes à conformations variables	- Thermoréticulation - Variation du coefficient de diffusion	- Enzymes biodégradables
<b>THERMIQUE</b>			- Matériaux à résistivité non linéaire (ZnO)			
<b>BIOCHIMIQUE</b>			- Systèmes à libération contrôlée		- Polymères dégradables	- Polymères biodégradables

Ils sont de plus en plus utilisés comme pièces de structures primaires. Les industries aéronautique, automobile et spatiale sont de grandes « consommatrices » de ce type de matériaux alliant une faible densité à de bonnes performances mécaniques comme nous l'avons rappelé au chapitre I. Cependant, le développement de ces matériaux est limité par la méconnaissance de leur comportement à long terme. Il est en effet difficile d'estimer leur durée de vie, en raison d'une part de leur hétérogénéité, et d'autre part de l'impossibilité de connaître en détail leur microstructure. Il existe des moyens, comme pour les matériaux homogènes, d'estimer une durée de vie à l'aide d'essais, éventuellement accélérés, néanmoins, la demande des industriels s'oriente vers un contrôle in-situ et en temps réel. Les techniques traditionnelles de CND sont plus souvent inutilisables « in-situ » dans les conditions d'élaboration industrielles. L'usage de capteurs, à l'échelle mésoscopique, peut constituer une solution. En effet, les matériaux complexes constituent, par leur nature hétérogène et par leurs techniques de fabrication qui permettent l'insertion de capteurs et d'actionneurs de taille mésoscopique ou microscopique, une base tout à fait adaptée à la réalisation de matériaux-systèmes « sensibles », « adaptables » ou même « adaptatifs » si l'on y insère aussi une unité de traitement du signal et de commande. Cependant, la présence des capteurs ne doit évidemment pas perturber pas l'intégrité de la pièce finie.

### **I.1.3.1 Le suivi de l'élaboration « in situ » (élaboration intelligente)**

Le suivi en continu, pendant l'élaboration, des paramètres pertinents contrôlant la microstructure est souvent qualifié d'« élaboration intelligente ». En outre, les capteurs utilisés pour cette phase peuvent éventuellement rester enchâssés dans le matériau final, le transformant ainsi en matériau « sensible » et permettant son contrôle pendant toute la durée de vie du système.

Dans le cas des matériaux composites à matrice organique, la qualité de la matrice, phase liante du matériau, joue un rôle essentiel dans son comportement à long terme. Elle est, en effet, responsable du comportement mécanique en fluage lors du changement hors axes des stratifiés. Les conditions d'élaboration de la matrice conditionnent directement ces propriétés thermomécaniques. Il est donc indispensable de veiller à optimiser l'étape de fabrication des composites à matrice thermodurcissable. L'insertion de capteurs au cœur du matériau lors des processus de mise en forme des systèmes

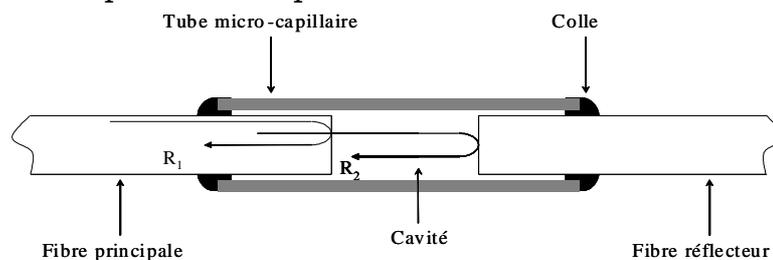
réactifs fournit, par ailleurs, en temps réel (ou à la demande) des informations précises sur l'état structural du matériau. De nombreuses techniques sont aujourd'hui utilisées :

☑- L'utilisation de capteurs de diélectrométrie enchâssé dans le composite, pour le contrôle in-situ des procédés de synthèse ou de mise en forme des polymères et pour le contrôle-santé, est aujourd'hui en croissance [7].

☑- La détermination des modules complexes à haute fréquence grâce à l'étude de la propagation des ondes ultrasonores constitue un moyen d'investigation puissant des milieux viscoélastiques. Il est particulièrement bien adapté au suivi en temps réel des propriétés intrinsèques du matériau en relation avec sa microstructure. Un élément piézo-électrique inséré dans la structure lors de sa mise en œuvre permet de s'affranchir des problèmes de couplage et de suivre l'évolution des propriétés mécaniques du matériau à la fois lors de sa mise en œuvre et son utilisation (cycle de vie) [8].

☑- Différents types de phénomènes liés à l'avancement de la polymérisation et aux évolutions des caractéristiques mécaniques qui en résultent sont également analysables à l'aide des capteurs à fibre optique :

\*- L'apparition de contraintes internes : on peut mesurer les déformations internes locales associées à ces contraintes pendant l'élaboration grâce, par exemple, à un interféromètre extrinsèque de type Fabry-Perot [9] ou à un réseau de Bragg [10] formé par une modulation locale de l'indice de réfraction de la fibre elle-même. L'interféromètre Fabry-Perot extrinsèque est relativement insensible à la température et fournit directement, s'il est disposé parallèlement aux fibres, la déformation axiale locale qui apparait essentiellement pendant la phase de refroidissement (figure I.2). En revanche, l'indication des capteurs à réseau de Bragg doit être corrigée de l'effet de la température pour être exploitable.



**Figure I.2** : Interféromètre de Fabry Pérot

\*- Les variations d'indice de la résine liées aux conditions et au taux de réticulation : l'augmentation de l'indice de réfraction de la résine est mise à profit pour faire varier la puissance lumineuse transmise dans une fibre localement dénudée pour mettre le cœur en contact avec la matrice [11].

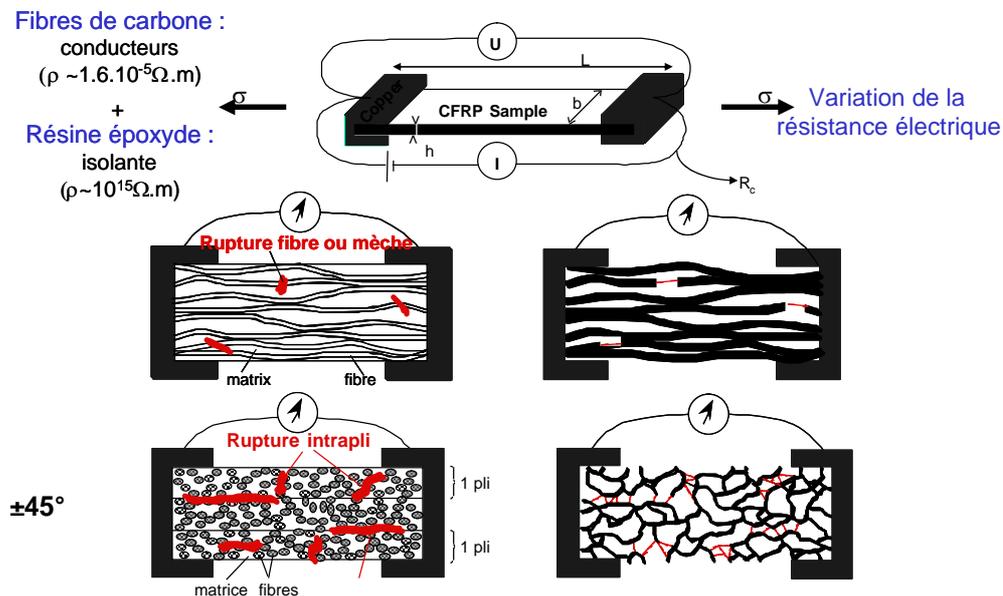
\*- L'analyse en spectrométrie dans le proche infrarouge d'un signal transmis par la fibre et partiellement absorbé dans la zone dénudée de la fibre au contact de la matrice en cours de réticulation (ondes évanescentes) donne accès à des informations complémentaires. Cette technique permet, en effet, de suivre directement l'avancement de la réaction d'un système époxy-amine en observant la décroissance de deux pics (à 1535 et 1650nm) associés à la présence des groupements amines [12].

La combinaison de plusieurs de ces techniques est possible et le suivi en parallèle de l'indice de réfraction (fibre optique), des caractéristiques anélastiques (piézoélectrique) et de la conductivité (diélectromètre) d'un système thermodurcissable s'est révélé très riche en permettant par exemple de suivre très précisément l'apparition de la vitrification de la matrice en fonction de l'avancement de la polymérisation.

### **1.1.3.2 Suivi du dommage ou durabilité opérationnelle**

Ce second stade recouvre la durée d'usage traditionnelle. Une des caractéristiques des systèmes vivants est la densité du système nerveux sensible permettant de déceler un « endommagement » des tissus à une échelle réellement microscopique, et le matériau dans son ensemble est un capteur. Cette opportunité existe par exemple dans le cas des composites à matrice organique renforcée par des fibres de carbone [13]. Les fibres de carbone étant conductrices malgré une résistivité assez élevée, alors que la matrice époxy peut être considérée comme isolante. La mesure en continu de la résistance globale d'une éprouvette en composite unidirectionnel pendant une sollicitation mécanique permet de suivre la rupture des fibres qui se manifeste par une augmentation de la résistance associée à une diminution de la fraction volumique de fibres non rompues. De plus, cette technique n'est pas limitée à la détection de la rupture des fibres. En effet, lorsque la fraction volumique de fibres est supérieure au seuil de percolation, ce qui est le cas des composites à renfort carbone les plus usuels, il existe des contacts entre fibres qui sont à l'origine d'une conductivité transverse. Dans ces conditions,

l'augmentation de résistivité liée à la disparition de contacts inter-fibres permet de détecter des microfissures matricielles et des délaminages interplis dans le cas des stratifiés [14] (figure 1.3).



**Figure I.3** : Principe du suivi du dommage dans les composites à matrice organique et renfort [14]

Cependant, malgré la sensibilité et la simplicité apparente de la méthode, les applications se font attendre par suite des difficultés d'interprétation quantitative des résultats et de la difficulté d'extraire l'information dans le cas de composants réels. Néanmoins, des opportunités existent dans le cas de composites hybrides verre/epoxy (GCFRP). Les fibres de carbone ont une déformation à rupture très inférieure à celle des fibres de verre. La mesure de la résistance électrique permet donc de détecter les premiers stades du dommage dans ce type de pièce. Une application existante est l'utilisation de CGFRP comme renfort de murs de chambre forte [15].

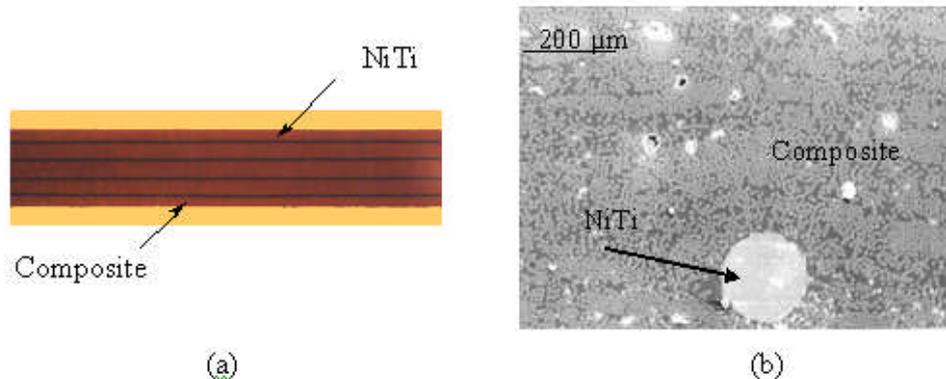
### I.1.3.3 Durabilité contrôlée, durabilité active et auto-réparation

Cependant, avec la montée en puissance de la notion de matériaux dit « intelligents », une étude prospective de la durabilité ne saurait se limiter à l'examen passif des endommagements et de leur croissance.

L'étape suivante constitue le stade de la « durabilité contrôlée » où il serait extrêmement souhaitable, au moment où l'endommagement progresse, de disposer d'une prévision en temps réel de la durée de vie résiduelle. Cet exercice difficile nécessite la

corrélation entre l'approche globale, l'initiation microscopique et la croissance de l'endommagement. Les recherches sont très nombreuses dans ce domaine et les résultats incertains très liés aux caractéristiques locales des divers types de composites.

La dernière étape où le matériau exploite sa capacité d'intelligence constitue la « durabilité active ». Le niveau d'endommagement est perçu par sa composante sensible et, au-delà d'un seuil, il devient nécessaire de ralentir la croissance de l'endommagement (matériau actif) ou dans des cas encore rares de réparer in situ le dommage afin d'allonger la durée de vie. Pour le premier cas, les composites hybrides contenant des alliages à mémoire constituent un bon système modèle (figure I.4). Ils permettent, en effet d'agir sur la vitesse de propagation du dommage en contrôlant localement grâce à l'effet mémoire le niveau des contraintes internes [16]. Ils permettent également toujours grâce à la transformation martensitique, le contrôle de forme [17], et du fait de leur forte capacité d'amortissement, le contrôle de l'amplitude de vibration d'une structure autour de sa fréquence propre retardant ainsi l'apparition et l'éventuelle croissance du dommage [18].



**Figure I.4 :** Composite hybride : (a) échelle macroscopique, (b) échelle microscopique.

La réparation « in situ » du dommage dans un composite émerge lentement. (à base de procédés chimique). Il s'agit évidemment d'autoréparation par action chimique. Le composite contient des fibres creuses ou des microsphères creuses qui sont rompues par la progression de l'endommagement (en cas d'endommagement) et qui libèrent un liquide polymérisable capable de combler les fissures et redonner si possible au système les propriétés initiales (cas des bétons, des composites organiques).

## **I.2- Les fibres optiques**

### **I.2.1- Introduction**

La transmission d'informations utilise différents supports permettant de véhiculer des ondes électromagnétiques sur des câbles électriques de cuivre ou câbles coaxiaux, des fibres optiques ou des satellites de communications et dans l'espace libre.

La transmission des données, est un ensemble de techniques relatives aux échanges d'informations. Dans tout système complexe, ces échanges de données s'effectuent soit entre différentes parties d'une même machine, soit entre machines distantes. Au sens plus large, les transmissions de données concernent toute communication d'un signal électromagnétique que ce signal transporte des informations sous forme analogique (par des fonctions continues) ou numérique (par une succession de bits 0 et 1). Dans tous les cas, le problème consiste à transmettre une information par le biais d'un support physique, en exploitant au mieux la capacité de ce support tout en évitant la dégradation des informations transmises. Pour ce faire, les techniques utilisées s'appuient largement sur la théorie de l'information.

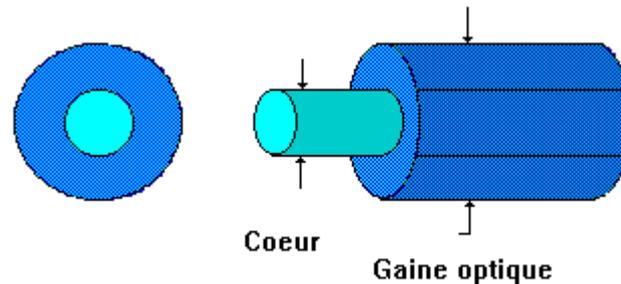
Les supports employés pour les transmissions des données sont multiples, pouvant être de simples fils de cuivre, bon marché mais peu performant, ou des câbles coaxiaux constitués d'un fil centré dans une gaine de plastique et entouré d'un blindage cylindrique, ou bien les faisceaux Hertziens, qui relaient les informations sous forme d'ondes radio entre les antennes émettrices et réceptrices. Enfin, les fibres optiques, qui s'avèrent très performantes dans le cas de transmissions numériques.

La vitesse de transfert des données numériques se mesure en bits par seconde ainsi, une paire de fils de cuivre, comme ceux employés sur les lignes téléphoniques peut transporter environ 50 K bits/s alors que la capacité d'un câble coaxial, à l'image de ceux reliant un poste de télévision à son antenne peut dépasser 2 M bits/s encore plus performante est la fibre optique capable de transmettre 1 G bits/s.

### **I.2.2 - Description de la fibre optique**

La fibre optique est une fibre de « verre » ou un autre matériau transparent « plastique », possédant un indice de réfraction élevé, permettant la propagation guidée de la lumière (onde optique).

Cette onde optique codée a été préalablement convertie à partir d'un signal électrique. La fibre optique comprend un cœur d'indice de réfraction ( $n_1$ ), dans lequel l'énergie lumineuse se trouve confinée, grâce à un second milieu qui est, la gaine, dont l'indice de réfraction ( $n_2$ ) est plus faible que ( $n_1$ ) (figure I.5).



**Figure I.5** : Schéma d'une fibre optique [19-20].

### I.2.3- Principe physique

Lorsqu'un faisceau lumineux rencontre obliquement la surface qui sépare deux milieux plus ou moins transparents, il se divise en deux : une partie est réfléchiée tandis que l'autre est réfractée. L'indice de réfraction ( $n$ ) est obtenu en divisant la vitesse de la lumière dans le vide  $C_v = 3.10^8$  m/s, par la Vitesse  $C$  de cette même onde dans le matériau.

$$n = C_v / C, \text{ avec } n \geq 1. \quad (\text{I.1})$$

C'est ce principe physique qui a inspiré la technologie des fibres optiques. Dans le cas de « la réflexion totale interne », les rayons lumineux qui se propagent le long du cœur de la fibre rencontrent sa surface avec un angle d'incidence supérieur à l'angle critique : la totalité de la lumière est alors réfléchiée et est guidée dans la fibre. La lumière peut ainsi se propager sur de longues distances, en se réfléchissant des milliers de fois (figure I.6).

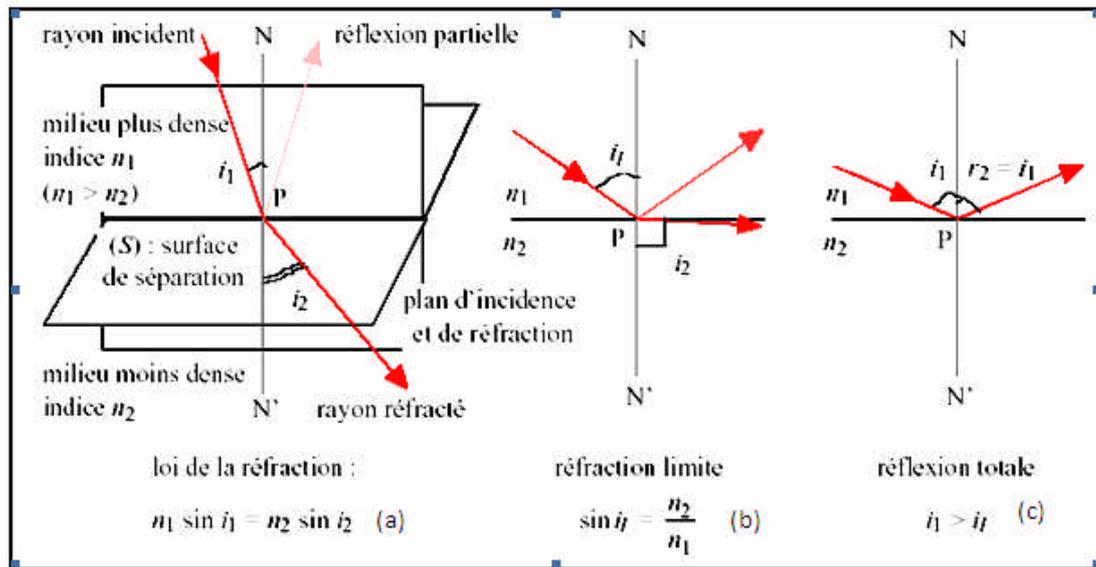
D'après la loi de Descartes ou bien la loi de réfraction la relation qui prend en fonction l'angle de faisceau réfracté  $i_2$  et l'angle d'incidence  $i_1$  est :

$$n_1 \times \sin(i_1) = n_2 \times \sin(i_2) \quad (\text{I.2})$$

L'angle de réfraction limite  $i_l$  (critique) correspond à :

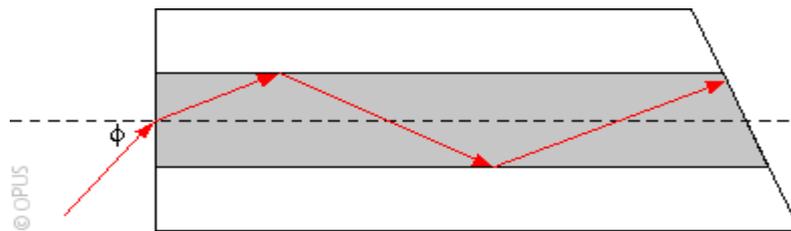
$$i_2 \approx 90^\circ \quad \text{Donc} \quad [(i_1) = (i_2)] \Rightarrow [\sin(i_2) = \frac{n_2}{n_1}] \quad \text{(I.3)}$$

Et pour avoir une réflexion totale il faut que  $[(i_1) > (i_2)]$ .



**Figure I.6 :** La loi de Descartes

Et pour avoir une réflexion totale il faut que  $[(i_1) > (i_2)]$  (figure I.7).



**Figure I.7 :** Propagation d'un rayon lumineux dans une fibre optique.

Une fibre optique est souvent décrite selon deux paramètres. Le premier est la différence relative d'indice normalisée, qui donne une mesure du saut d'indice entre le cœur et la gaine.

$$\Delta = \frac{n_1 - n_2}{n_1} \quad \text{(I.4)}$$

Le second est l'ouverture numérique O.N de la fibre. Ce paramètre est le sinus de l'angle d'entrée maximal de la lumière dans la fibre pour que la lumière puisse être guidée sans perte. Cet angle est mesuré par rapport à l'axe de la fibre.

$$ON = \sin \phi_{\max} = \sqrt{n_1^2 - n_2^2} \quad (\text{I.5})$$

#### **I.2.4- Les type de fibres**

Il existe principalement deux types de fibres optiques : les fibres polymères et les fibres silice-silicone. Les fibres plastiques en polystyrène [PS] ou en polyméthacrylate de méthyle [PMMA] sont économiques, légères et souples mais leur atténuation est élevée. On les utilise surtout pour les transmissions à courte distance.

Les fibres silice-silicone sont constituées d'un cœur de silice pure et d'une gaine de silicone. Elles présentent une faible atténuation, mais sont plus rigides et plus onéreuses que les fibres plastiques.

##### **a) Les fibres optiques multimodes**

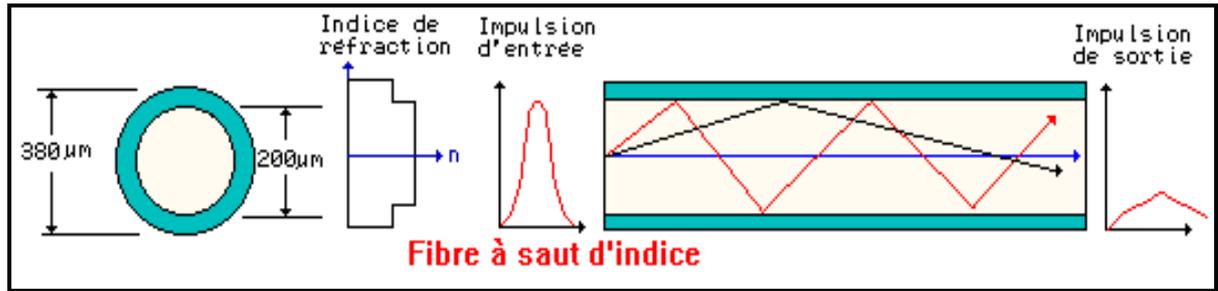
Elles ont un diamètre de cœur important. On trouve les fibres à saut d'indices et les fibres à gradient d'indices.

Le terme « multimodes » signifie que plusieurs modes peuvent être guidés en même temps ; un mode correspondant à un faisceau.

- **Les fibres optiques multimodes à « saut d'indice »**

C'est le type de fibre le plus simple, directement issue des applications optiques traditionnelles. Dans cette fibre, le cœur est homogène et d'indice  $n_1$ . Il est entouré d'une gaine optique d'indice  $n_2$  inférieur à  $n_1$ . Ces indices sont peu différents et doivent être de l'ordre de 1,5. La gaine optique, joue un rôle actif dans la propagation, et ne doit pas être confondue avec le revêtement de protection déposé sur la fibre.

Le rayon est guidé par la réflexion totale au niveau de l'interface cœur-gaine, sinon il est réfracté dans la gaine. La capacité de transmission de ce type de fibre est d'environ 100 Mbits/s. avec une bande passante de 22 Mhz\*km (figure I.8).



**Figure I.8** : Fibre à saut d'indice.

Observons comment est appliquée la loi de Descartes pour ce type de fibre. En ce qui concerne le cas du premier faisceau lumineux (tracé noir), son faisceau réfracté sera dans le prolongement de la gaine et de la fibre. Donc ce dernier ne sera pas perdu puisqu'il est dans le prolongement du cœur. Le faisceau réfléchi, lui, se propagera dans le cœur. Pour le second, (tracé rouge), du fait que son angle de départ est différent de celui du premier, son faisceau réfracté ne sera plus dans le prolongement de la fibre, il va plutôt entrer dans la gaine, c'est ici que celle-ci intervient, et va permettre pour certains faisceaux de « récupérer » leurs faisceaux réfractés.

- **Les fibres optiques multimodes à « gradient d'indice »**

Contrairement aux fibres à saut d'indice, leur cœur n'est pas homogène. Il est en fait constitué de plusieurs couches de verres dont l'indice de réfraction est différent d'une couche à une autre tandis que l'indice de réfraction diminue depuis l'axe jusqu'à la gaine. Le guidage est cette fois dû à l'effet du gradient d'indice. Les rayons suivent une trajectoire d'allure sinusoïdale. La gaine n'intervient pas directement, mais élimine les rayons trop inclinés (figure I.9).

La valeur de l'indice de réfraction dans ce cas dépend du rayon selon la relation suivante :

$$n(r) = n_1 \sqrt{1 - 2\Delta \left(\frac{r}{a}\right)^\alpha} \quad r \leq a \quad \text{(I.6)}$$

Avec :

$$\Delta = \frac{n_1^2 - n_2^2}{2n_1} \quad \text{(I.7)}$$

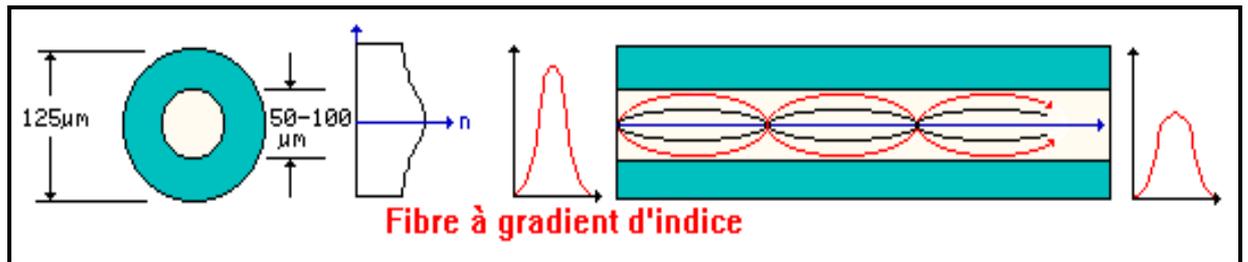
$n_1$  : Indice de réfraction du cœur.

$n_2$  : Indice de réfraction de la gaine.

$r$  : distance à l'axe.

$a$  : rayon du cœur.

$\alpha$  : L'exposant de profil d'indice :  $\alpha=1$  pour un profil en triangle,  $\alpha=2$  pour un profil parabolique,  $\alpha= \infty$  pour un profil à saut d'indice.



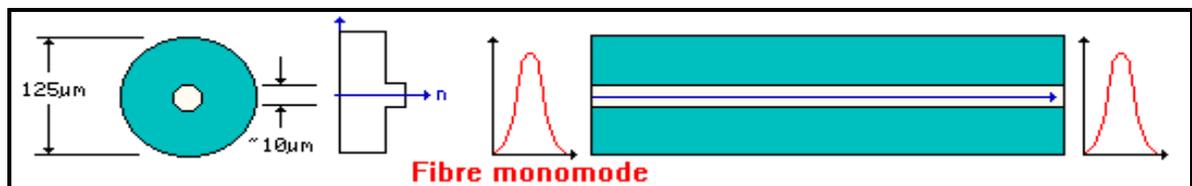
**Figure I.9** : Fibre multimodes à gradient d'indice.

### b) Les fibres optiques monomode

Le but recherché dans le cadre de cette fibre est le chemin le plus direct possible que doit parcourir le faisceau. Pour cela le diamètre du cœur est fortement réduit en étant dans la plupart des cas inférieur à  $10\mu\text{m}$ .

La dispersion modale est quasi nulle. Comme on ne brise pas le faisceau lumineux, la bande passante est donc augmentée (figure I.10).

La fibre monomode classique est à saut d'indice. Son diamètre permet la propagation d'un seul mode à savoir le fondamental. Comme un seul mode se propage, il n'y a pas de différence de vitesse de propagation comme tel est le cas avec les fibres multimodes [21-22].



**Figure I.10** : Fibre monomode à saut d'indice.

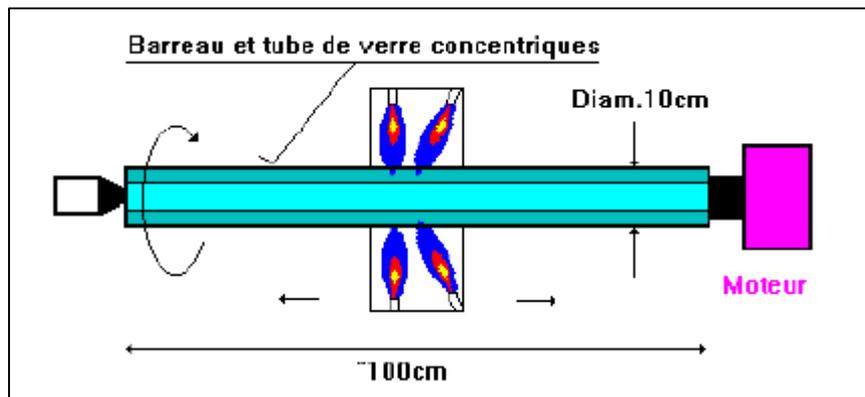
**Tableau I.2** : Récapitulatif des différentes structures de la fibre.

Structure	Dimension		Bande passante	Affaiblissement	Utilisation	Avantages	Inconvénients
	$\phi$ du cœur	$\phi$ de la gaine					
Fibre optique monomodes	9 $\mu\text{m}$	125 $\mu\text{m}$	10 GHz/Km	A 850 nm : 2dB/Km	Liaison très longues distances à haut débit	- Très grande bande passante ; - Aucune distorsion.	Prix très élevé
Fibre optique multimodes à saut d'indice	100 $\mu\text{m}$		10 à 50 MHz/Km	A 850 nm : $\leq 5$ dB/Km	Liaison $\leq 2$ Km, débit $\leq 5$ Mbit/s	- Faible prix -Facilité de mise en œuvre	Pertes et distorsion importante du signal.
Fibre optique à gradient d'indice	50 à 62.5 $\mu\text{m}$	125 $\mu\text{m}$	100 à 1000 MHz/Km	A 850 nm : $\leq 5$ dB/Km	Liaison longue ou à grand débit	-Bande passante raisonnable ; -Bonne qualité de transmission.	Difficile à mettre en œuvre.
Fibre polymère à saut d'indice	1 mm	2.2 mm	25 MHz	A 600 nm : 150 à 200 dB/Km	Liaison jusqu'à 150 m	-Utile dans les milieux perturbés ; -Coût réduit.	Connectique aisée ; Atténuation élevée.

### I.2.5- La fabrication de la fibre optique (verre de silice)

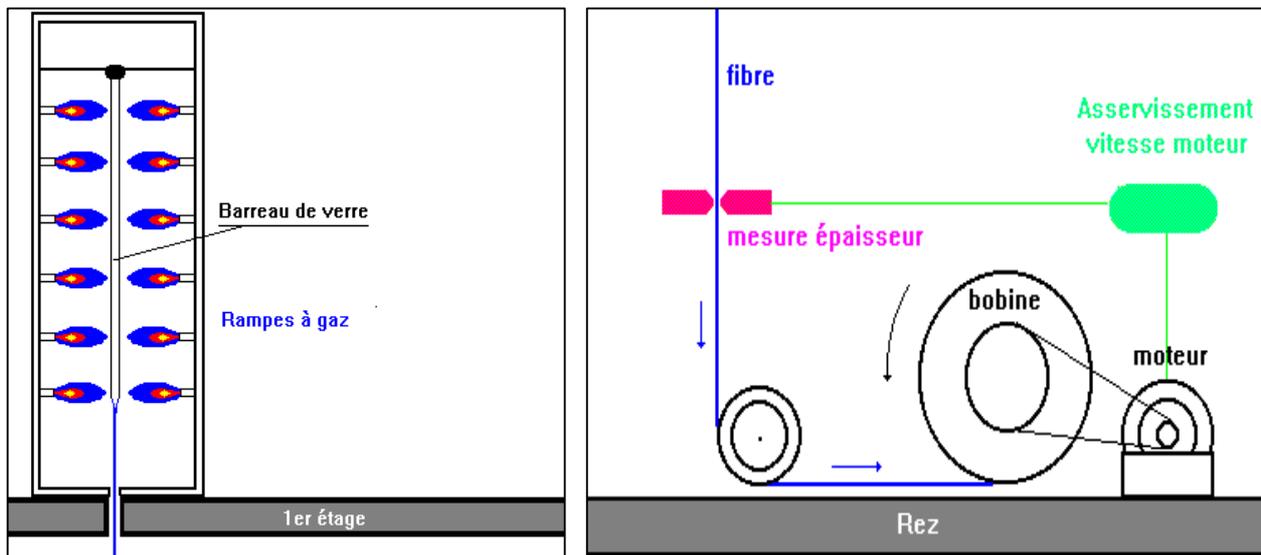
La fabrication d'une fibre optique passe par la réalisation d'une préforme cylindrique en barreau de silice. La silice est un composé oxygéné du silicium, de formule **SiO<sub>2</sub>**, présent dans un grand nombre de minéraux, tels que le quartz, la calcédoine et l'opale.

On chauffe sur toute la longueur pour assurer l'homogénéité du barreau de verre.



**Figure I.11 :** La première étape de la fabrication

La deuxième étape consiste à installer le barreau à la verticale dans une tour située au niveau du premier étage et continuer à chauffer par des rampes à gaz. Le verre va s'étirer pour être enroulé en bobine. On mesure régulièrement l'épaisseur de la fibre ( $\sim 10 \mu\text{m}$ ) pour asservir la vitesse du moteur de l'enrouleur, afin d'éviter la rupture de la fibre. (Figure I.12)

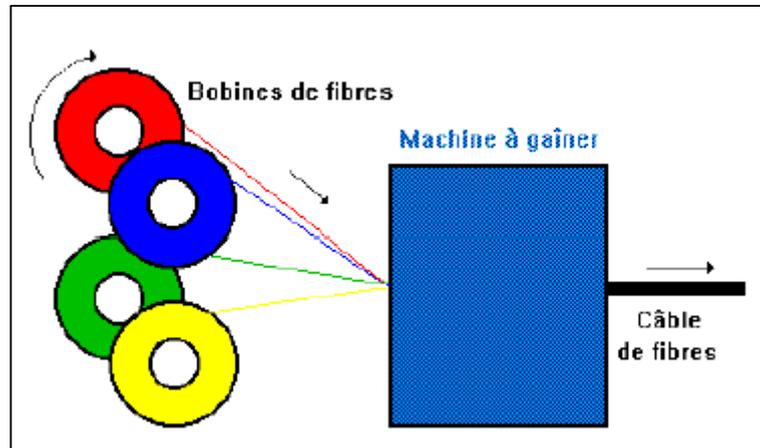


**Figure I.12 :** La deuxième étape de la fabrication

Chaque bobine de fibre fait ensuite l'objet d'un contrôle de qualité au microscope afin de déterminer les défaillances éventuelles dans la fibre et de plus si le diamètre demandé est bien égal au diamètre

obtenu à la sortie de la machine. Puis le verre est enrobé d'un revêtement de protection ( $\sim 230 \mu\text{m}$ ).

Plusieurs bobines peuvent être déroulées en même temps pour constituer un câble final à plusieurs brins de fibre (figure. I.13)



**Figure I.13** : L'assemblage de la fibre.

**Chapitre II :**  
**Réalisation des composites**

## Chapitre II : Réalisation des composites

### II.1 Présentation des matériaux de l'étude

Les matériaux de base de cette étude définis ci-après sont des plaques d'alliages d'aluminium et des fibres optiques. Ces matériaux doivent être assemblés.

#### II.1.1 Alliages d'aluminium

L'alliage d'aluminium utilisé dans cette étude est l'AA6056 de composition chimique:

	Al	Si	Mg	Cu	Mn	Fe	Zn	Zr
AA6056 (% masse)	base	0.7-1.3	0.6-1.2	0.5-1.1	0.4-1.0	<0.5	0.1-0.7	0.07-0.20

**Tableau II.1:** Composition chimique de l'alliage d'aluminium AA6065.

Il fait partie des alliages d'aluminium à durcissement structural de la série 6000, du fait de la présence d'éléments tels que Mg et Si.

Les alliages de la série 6000 (AlMgSi) font partie comme les alliages de la série 2000 (AlCu) et la série 7000 (AlZnMg) des alliages à durcissement structural ou trempant. Leur durcissement est obtenu par une suite de traitements thermiques : remise en solution solide, trempe puis revenu. L'alliage utilisé est à l'état T4.

#### II.1.1.1 Le durcissement structural

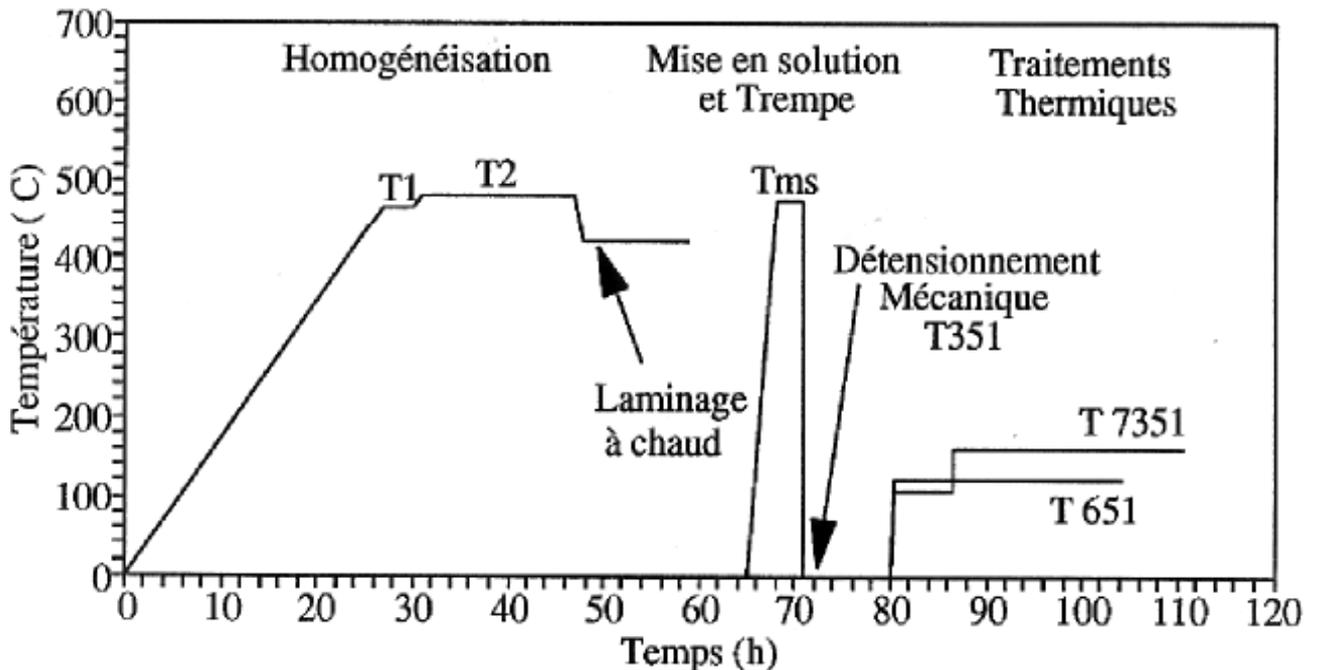
##### II.1.1.1.1 Principe de base

Dans les alliages d'aluminium de la série 6000, les principaux éléments d'alliage sont le magnésium et le silicium qui se combinent pour former le composé  $Mg_2Si$ , durcissant dans l'état métastable. Ces alliages sont utilisés à l'état trempé mûri ou trempé revenu, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques. Ces alliages ont de très bonnes aptitudes à la transformation à chaud (laminage, filage) et au soudage. Leurs applications sont très variées : secteur automobile, naval et aéronautique [23-24]. Les principaux éléments d'alliage, notamment dans la série 6000, se répartissent en deux types de phases :

- Une matrice en solution solide  $\alpha$  de structure CFC contenant essentiellement de l'aluminium.
- Des précipités durcissants dont la morphologie et la distribution spatiale dépendent du traitement thermique subi par l'alliage.

### II.1.1.1.2 Traitements thermiques des alliages de la série 6000

Un traitement thermique usuel subi par les alliages d'aluminium de la série 6000, en particulier le 6056, le 6061 et 6082, est un traitement de durcissement structural. Ce traitement est réalisé après les traitements de réchauffage et de mise en forme (figure II.1).



**FigureII.1** : Gamme d'élaboration des alliages étudiés

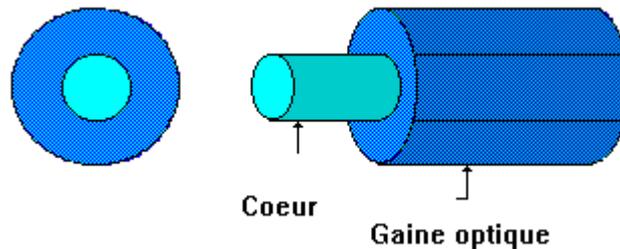
Les étapes d'homogénéisation, de mise en solution et de trempe sont les suivantes [25-26] :

- Le traitement d'homogénéisation précède le traitement thermique et correspond aux états T1 et T2 du matériau. Il permet de dissoudre les phases métalliques en excès et d'homogénéiser la composition de la solution solide.
- La mise en solution solide est réalisée à température élevée, supérieure à 500°C, pendant environ 50 minutes et permet d'obtenir une solution solide sursaturée après la trempe.
- La trempe suit la mise en solution. Cette étape consiste en un refroidissement brutal et permet de maintenir à température ambiante la solution solide sursaturée obtenue précédemment. Le métal est alors dans un état métastable.
- Une étape de maturation ou de vieillissement naturel consiste à laisser le métal ainsi obtenu à température ambiante. L'état métastable évolue vers une structure plus stable pendant laquelle des précipités peuvent se former. Le matériau est alors dans un état T4 (trempe-mûri).

### II.1.2 fibres optiques

Les capteurs en fibres optiques en verre à base de silice (cœur et gaine) sont capables de travailler à haute température (environ 800°C).

Dans le cadre de cette étude de faisabilité, le capteur à fibre optique retenu sera une fibre multimode de forte intensité lumineuse à cœur et sans gaine protectrice et a un diamètre de 100µm fournie par la société LIFATEC (figure II.2).



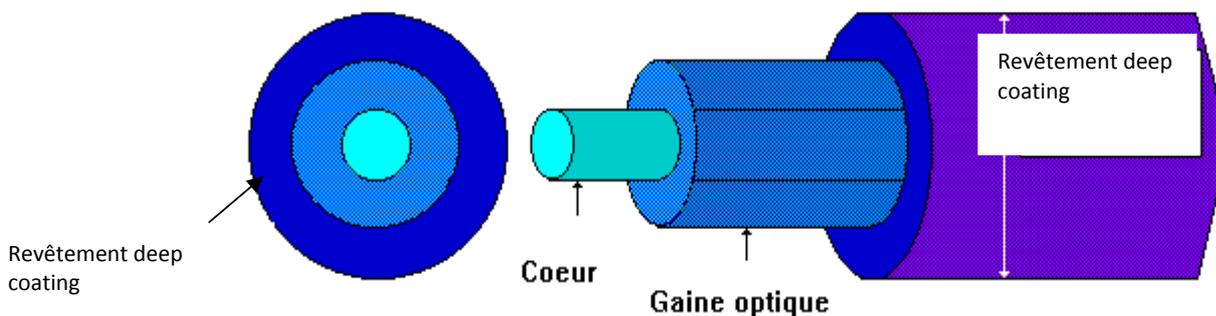
**FigureII.2** : Schémas de la fibre de verre étudiée

Le choix de cette fibre a été dicté par deux considérations :

- \*- le diamètre doit être suffisant pour l'installation optique et repérage de la fibre une fois insérée ;
- \*- suffisamment faible pour être ultérieurement utilisée en co-filage (flexibilité).

La fibre industrielle utilisée n'est pas protégée par une gaine et sera donc utilisée dans un premier temps telle quelle. Néanmoins, pour l'application industrielle future (co-filage) la fibre doit être facilement manipulable. Elle devra être protégée par une gaine polysilaxane.

Afin de mettre en évidence l'influence d'une telle gaine, certaines éprouvettes seront réalisées avec une fibre revêtue par deep coating. La résine polysilaxane utilisée est celle classiquement employée dans le domaine des fibres optiques (Sylgard/154 de Dow Corning) polymérisable à température ambiante (figure II. 3).



**FigureII.3**: Schémas de la fibre de verre revêtue par deep coating

## II-2 Dispositif d'assemblage

### II.2.1 Machine d'assemblage SERVOTEST



**Figure II.4:** Machine SERVOTEST

La machine SERVOTEST (figure II.4) permet la simulation expérimentale du laminage à chaud sur des alliages d'aluminium à travers des essais de déformation plane d'aluminium afin de déduire les évolutions microstructurales de ces alliages. Cette machine est constituée des parties suivantes:

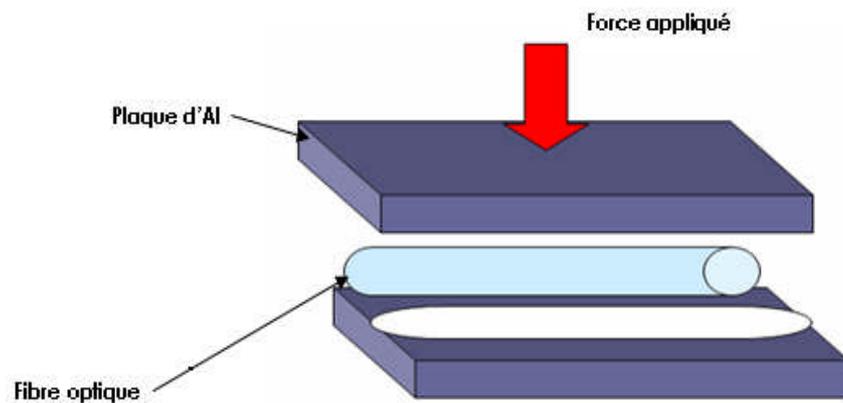
- a) servohydraulique : permet d'exercer une pression de 50 tonnes à l'état statique et une pression de 38 tonnes à l'état dynamique
- b) groupe hydraulique : peut livrer une pression allant jusqu'à 280 bars
- c) vérin principal : avec vitesse variant de  $10^{-5}$  à 1 m/s
- d) vérin secondaire (coin) : qui permet l'arrêt du vérin principal à déformation imposée.
- e) four avec armoire de régulation : qui comporte 3 parties
  - Four de préchauffage :  $T < 1200^{\circ}\text{C}$
  - Four d'essais :  $T < 1200^{\circ}\text{C}$
  - Four de recuit :  $T < 1000^{\circ}\text{C}$
- f) outillage chauffé :  $T < 550^{\circ}\text{C}$
- g) bras manipulateur : orientable de  $\pm 35^{\circ}$ , avec une course de 440 mm
- h) dispositif de trempe (refroidisseur air et eau)
- i) moyen d'impression: une imprimante et une table traçante.

### II-3 Réalisation et caractérisation des composites

Dans la phase industrielle les composites mono filamentaires seront réalisés par Co-filage. La réalisation et la caractérisation des composites aluminium-fibre optique doit répondre à plusieurs exigences notamment:

- \*- facilité de réalisation,
- \*- un bon état d'interface.
- \*- possibilité d'effectué des essais optiques et mécaniques,

Dans le cadre de cette étude, les composites monofil sont réalisés par compression de deux plaquettes d'alliage d'aluminium de ( $L=120\text{mm}$ ,  $b= 30\text{mm}$ ) entre les quelles est positionnée une fibre optique (figure II.5)

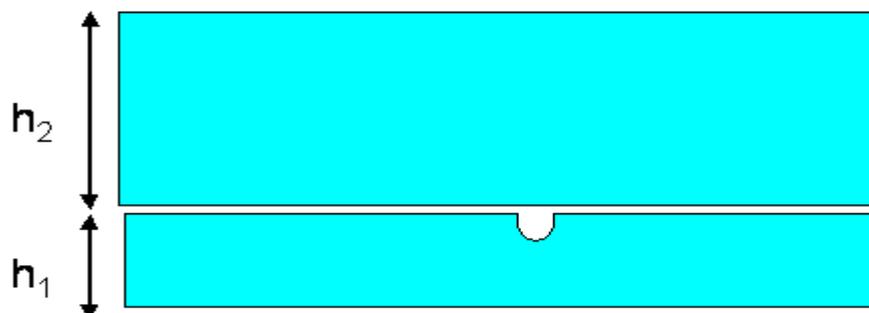


**Figure II.5:** Schémas d'assemblage

Deux séries d'éprouvettes ont été réalisées :

- **- Première série d'éprouvettes**

Du fait de la difficulté de maintenir en position la fibre lors de la phase de compression à chaud, une rainure par laser à été aménagée sur la plaquette d'épaisseur  $h_1=h_2/2$  (figure II.6).



**Figure II.6:** Forme des plaques avant assemblage

La rainure a été réalisée au pole laser du Creusot et la figure II.7 donne les caractéristiques d'une rainure type.



**Figure II.7:** Micrographie d'une rainure type

La fabrication des éprouvettes est réalisée à deux températures  $T=400^{\circ}\text{C}$  et  $T=475^{\circ}\text{C}$  et pour différent taux d'écrasement  $\Delta e$  variant de 0.4 à 1.57 mm. Les températures et les taux d'écrasement ont été choisis du fait qu'ils se rapprochent des conditions du Co-filage.

Les résultats relevés sont rassemblés dans les tableaux ci-dessous.

- **A la température  $T=475^{\circ}\text{C}$**

<b>Echantillons</b>	<b><math>\Delta e</math> initial (mm)</b>	<b><math>\Delta e</math> final (mm)</b>	<b>Etat de la fibre après compression</b>
Eprouvette 1	2.4	1.03	cassée
Eprouvette 2	2.4	1.00	cassée
Eprouvette 3	2.4	1.57	Pas droite (éventuellement cassure)
Eprouvette 4	2.4	0.40	Bon

**Tableau II.2:** Résultats des essais à température  $T=475^{\circ}\text{C}$

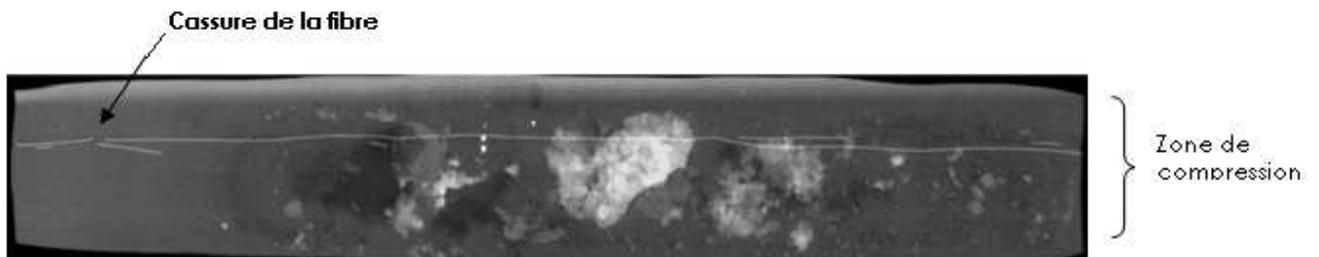
• **A la température T=400°C**

<b>Echantillons</b>	$\Delta e$ initial (mm)	$\Delta e$ final (mm)	<b>Etat de la fibre après compression</b>
Eprouvette 6	2.4	0.40	Plaque décollée
Eprouvette7	2.4	1.67	-
Eprouvette 8	2.4	1.03	-

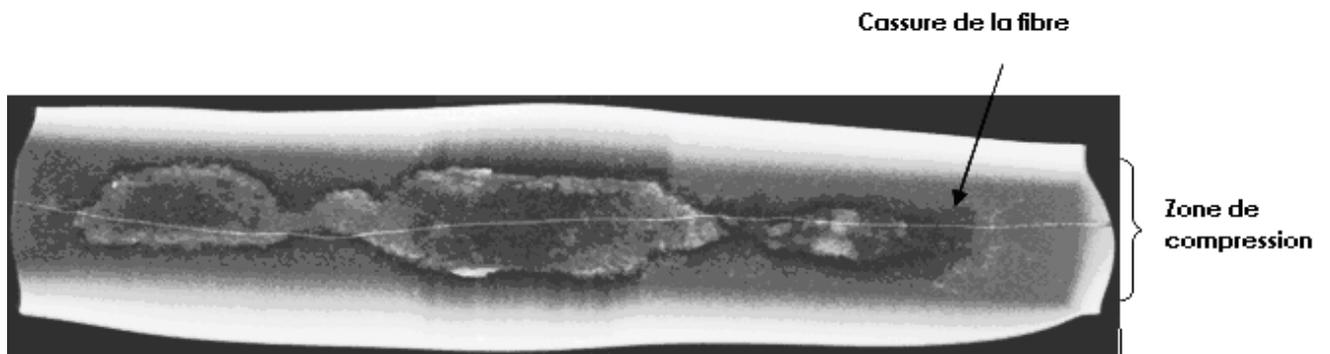
**Tableau II.3:** Résultats des essais à température T=400°C

• **Observation par radiographie de l'état de fibres**

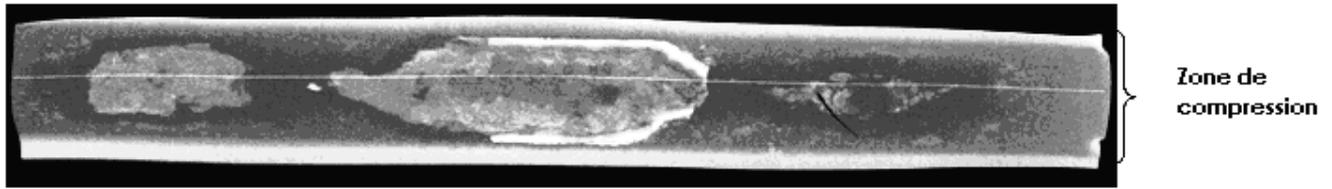
Une radiographie a été effectuée sur les éprouvettes pour observer l'état des fibres



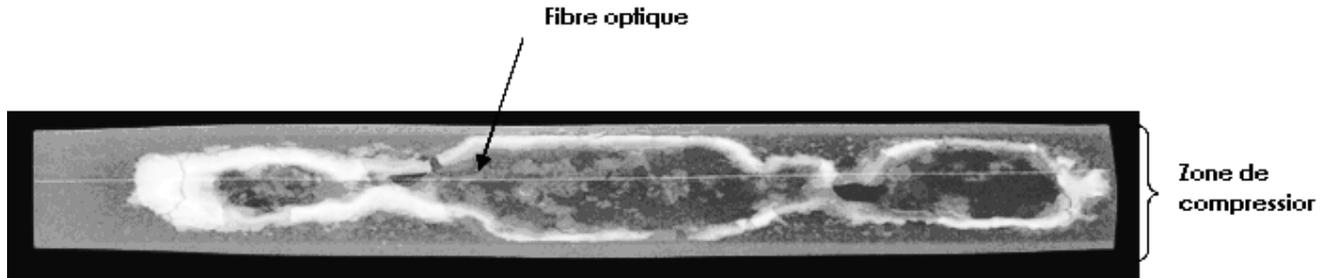
**Figure II.8.1:** Radiographie de l'éprouvette 1



**Figure II.8.2:** Radiographie de l'éprouvette 2



**Figure II.8.3:** Radiographie de l'éprouvette 3



**Figure II.8.4:** Radiographie de l'éprouvette 4

A partir des données obtenues, on constate que pour la température de  $T= 400^{\circ}\text{C}$  le collage des plaques d'aluminium n'est pas satisfaisant ; en revanche pour une température de  $T=475^{\circ}\text{C}$  il n'y a pas de décohésion des plaquettes d'alliages d'aluminium après fabrication et ce même pour les faibles taux de déformation.

Néanmoins seule la déformation la plus faible permet d'obtenir une fibre intacte après compression.

- - **Seconde série d'éprouvettes**

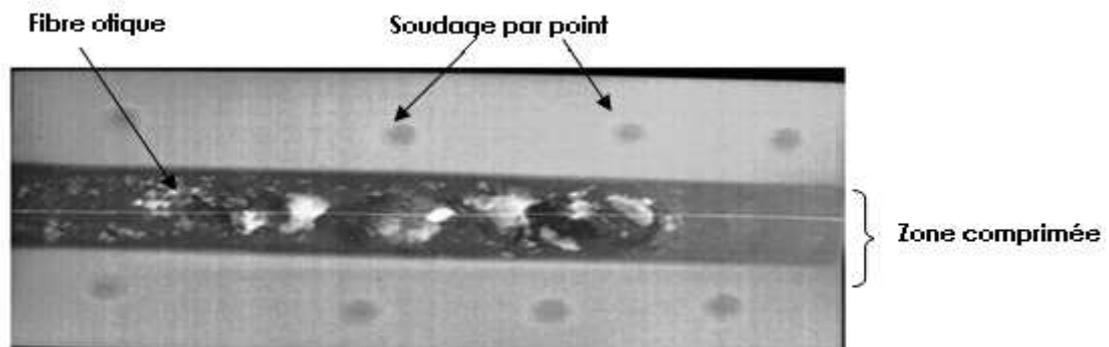
D'après ces premiers résultats, il semble que la fibre placée dans la rainure et collée initialement sorte de son logement au moment du positionnement dans le four (dégradation de la colle) et elle est cisailée au bord de celle-ci. La rainure semble jouer un rôle négatif.

Afin de résoudre le problème de rupture de la fibre on a utilisé des plaques sans rainure. Pour qu'il n'y ait pas de problème de rectitude de la fibre on a procédé à un soudage par points des plaques après positionnement de la fibre par collage. Dans ce cas les deux plaques sont de même épaisseur (épaisseur total  $\Delta e=3,2\text{mm}$ ) La température est de  $T=475^{\circ}\text{C}$  afin que l'adhésion entre les deux plaquettes soit de bonne qualité.

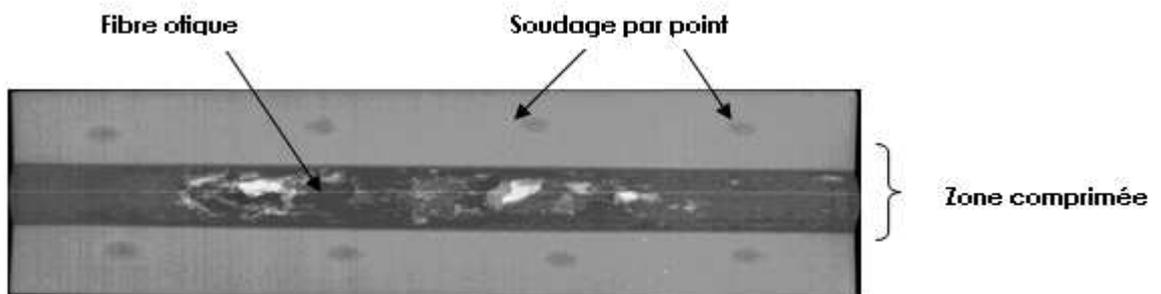
Les résultats sont repris sur le tableau ci-après accompagné par les radiographies :

<b>Echantillons</b>	$\Delta e$ initial (mm)	$\Delta e$ final (mm)	<b>Etat de la fibre après compression</b>
Eprouvette A	3.2	0.80	bon
Eprouvette B	3.2	0.60	bon
Eprouvette C	3.2	1.00	bon

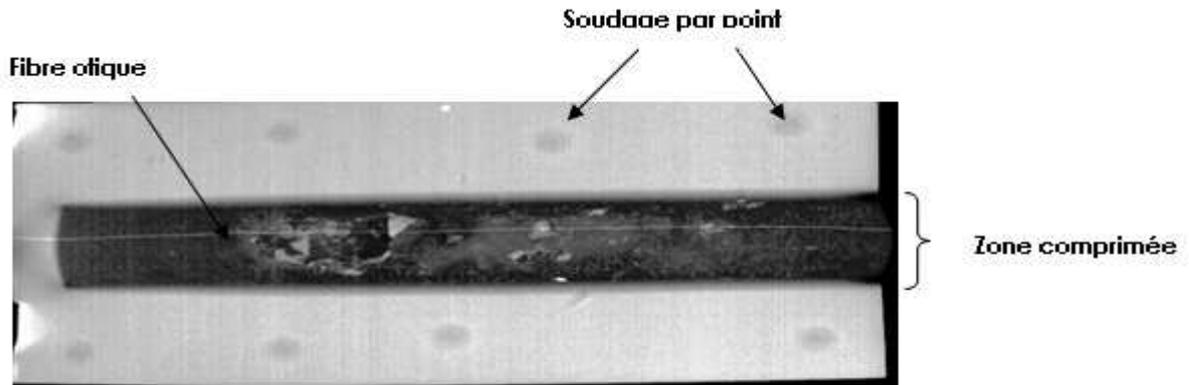
**Tableau II.4:** Résultats des essais d'assemblage de deux plaques sans rainure à T=475°C



**Figure II.9.1:** Radiographie de l'éprouvette A



**Figure II.9.2:** Radiographie de l'éprouvette B



**Figure II.9.3:** Radiographie de l'éprouvette C

Les résultats relevés sont satisfaisants compte tenu de l'état de la fibre et, même si les fibres sont légèrement ondulées.

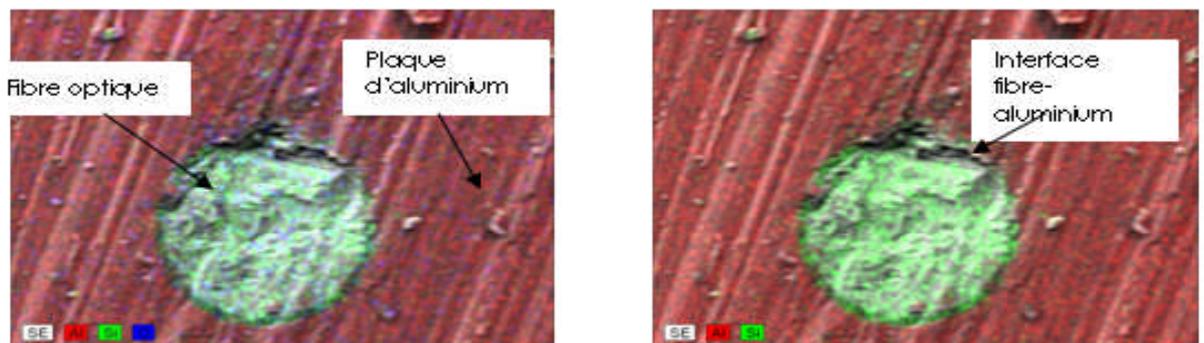
#### II.4 Caractérisation de l'interface (fibre-matrice)

L'interface a été caractérisée par microscopie électronique à balayage et indentation.

##### II.4.1 Caractérisation par MEB

La caractérisation à l'aide du microscope électronique permet d'observer l'état de l'interface fibre-aluminium.

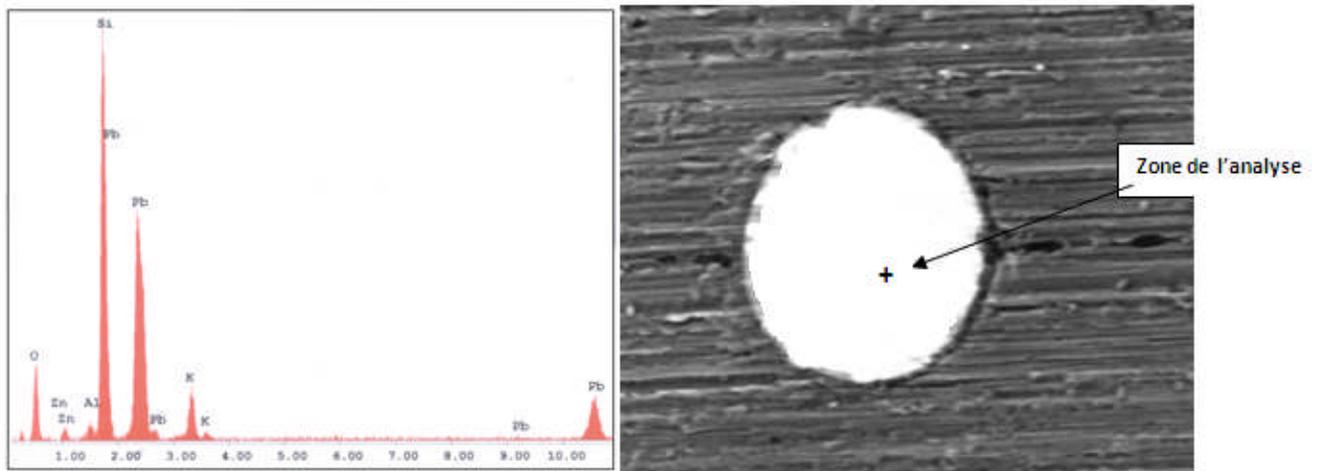
Les clichés obtenus sont repris ci-après (figure II.10a)



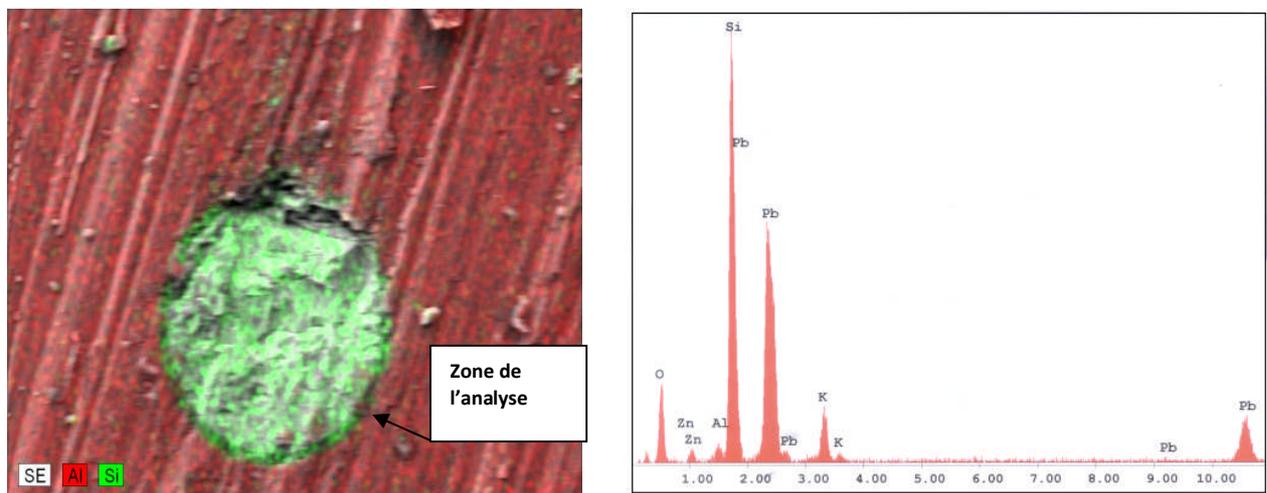
**Figure II.10a:** Micrographie électronique d'un composite.

Ces photos mettent en évidence une interface correcte entre la fibre et l'alliage d'aluminium. En outre une analyse chimique ainsi qu'une image en mode rétro diffusé met en évidence les différentes zones de la fibre (cœur-gaine) à base de silice.

En particulier, dans le cœur on note la présence du Pb dont l'indice doit être supérieur à celui de la gaine (figure II.11a et II.11b).

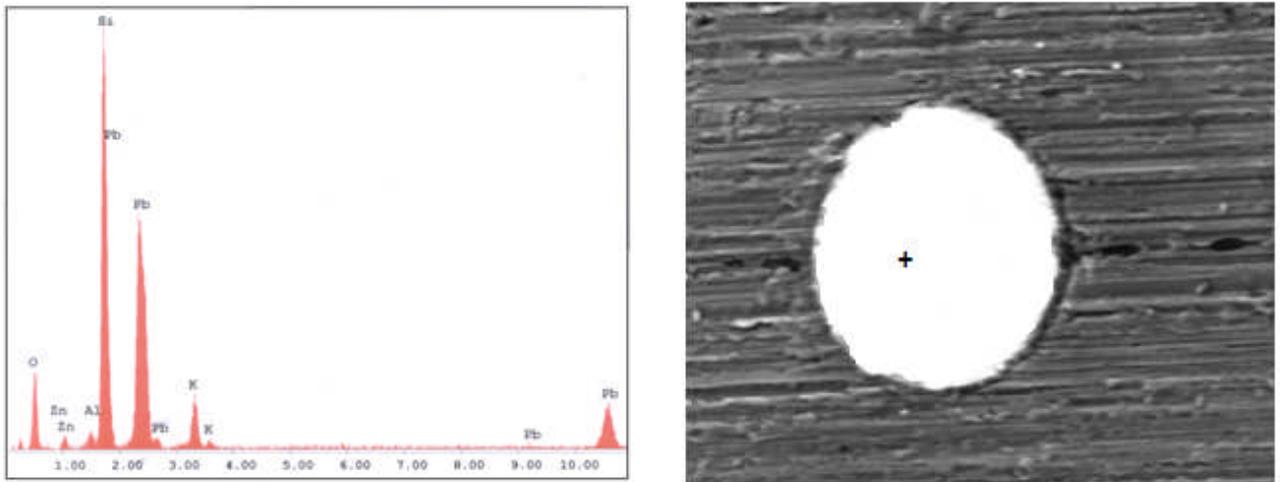


**Figure II.11.a:** Spectre au cœur de la fibre nue

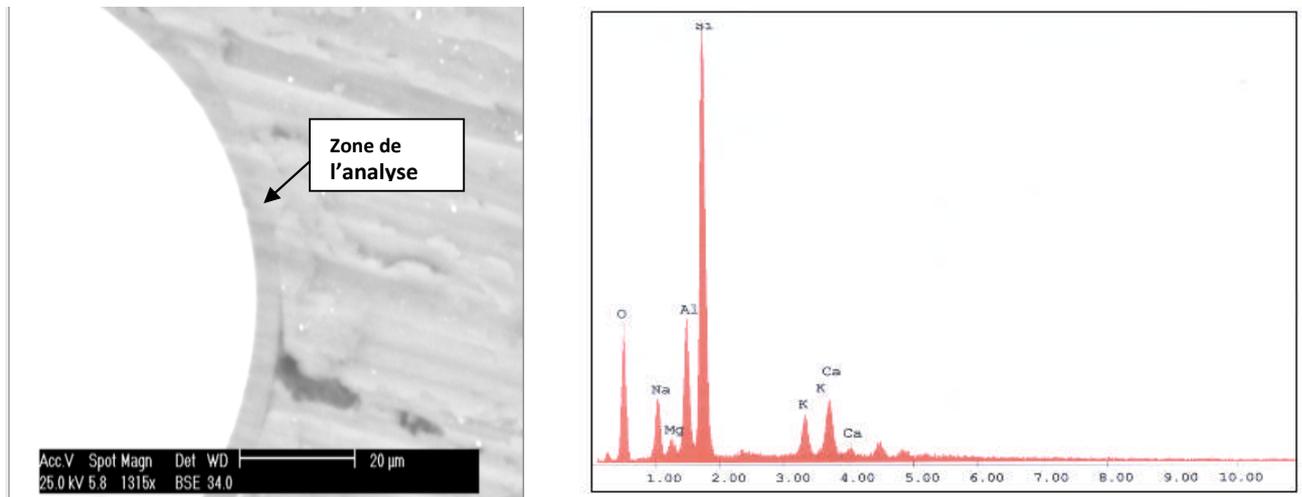


**Figure II. 11. b:** Spectre dans la couronne de la fibre nue

Dans le cas des fibres revêtues, on n'observe pas de modification ; la gaine se dégrade totalement. En conséquence, sa présence ne devrait pas être problématique lors des fabrications industrielles. Néanmoins, il faut préciser que la série d'éprouvettes réalisées sans soudure par points (problème de machine) et le collage entre plaques d'aluminium n'ont pas été complètement satisfaisants. On note sur l'éprouvette analysée au MEB un début de décohésion (figure II.12a et II.12b).



**Figure II.12.a:** Spectre au cœur de la fibre revêtue



**Figure II.12b:** Spectre dans la couronne de la fibre revêtue

## II.4.2 Test d'indentation

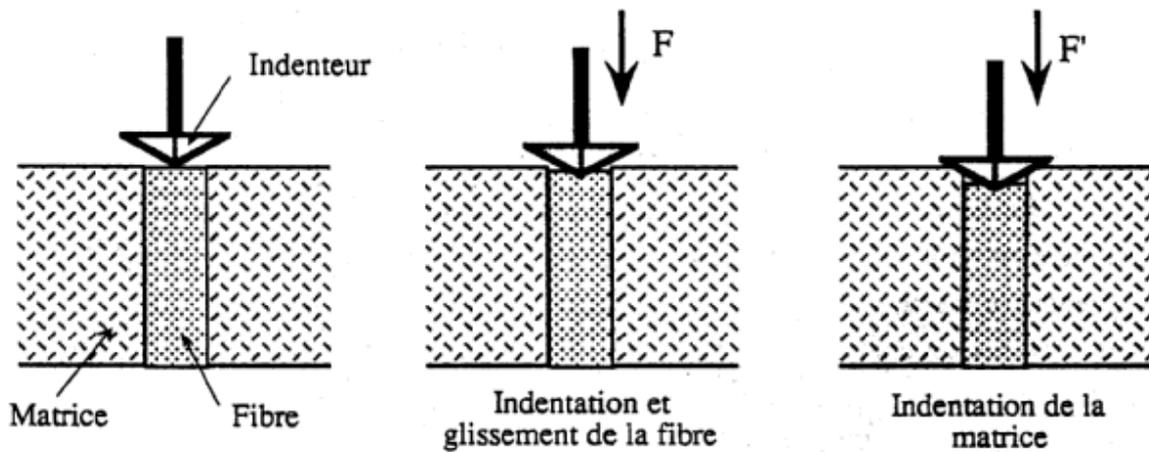
### II.4.2.1 Principe et appareillage

L'essai de micro-indentation, dans sa forme « classique », consiste à enfoncer à l'aide d'un indenteur une fibre unitaire, perpendiculairement à la surface polie d'un échantillon composite. Le but recherché est le glissement de la fibre par rapport à sa gaine (loge) de matrice d'aluminium, en vue d'accéder à une caractéristique de l'interface fibre/matrice.

Les étapes classiques d'un tel test sont indiquées ci après et l'accostage final de l'indenteur dans la matrice environnante constituant un critère d'arrêt de l'essai.

Ce test se fait suivant deux variantes : l'essai d'indentation sur échantillon mince, communément appelé « push-through » ou « push-out ».

Dans le cas de cet essai, l'échantillon utilisé est mince et il est posé sur un support percé en son centre. Ceci modifie en particulier l'état de contraintes de la fibre indentée (diminution des contraintes de compression) qui peut alors par application d'une charge suffisante, glisser sur toute l'épaisseur de l'échantillon.



**Figure II.13:** Etapes classiques d'un test d'indentation

#### II.4.2.2 Interprétation classique des essais : cas d'une interface non liée :

Historiquement, l'essai de micro indentation a été introduit pour caractériser l'interface fibre/matrice dans des composites céramique/céramique [27]. Dans de tels composites, on considère qu'il n'y a pas de liaison chimique à l'interface. Le déroulement d'un test d'indentation est décrit par la figure II.13.

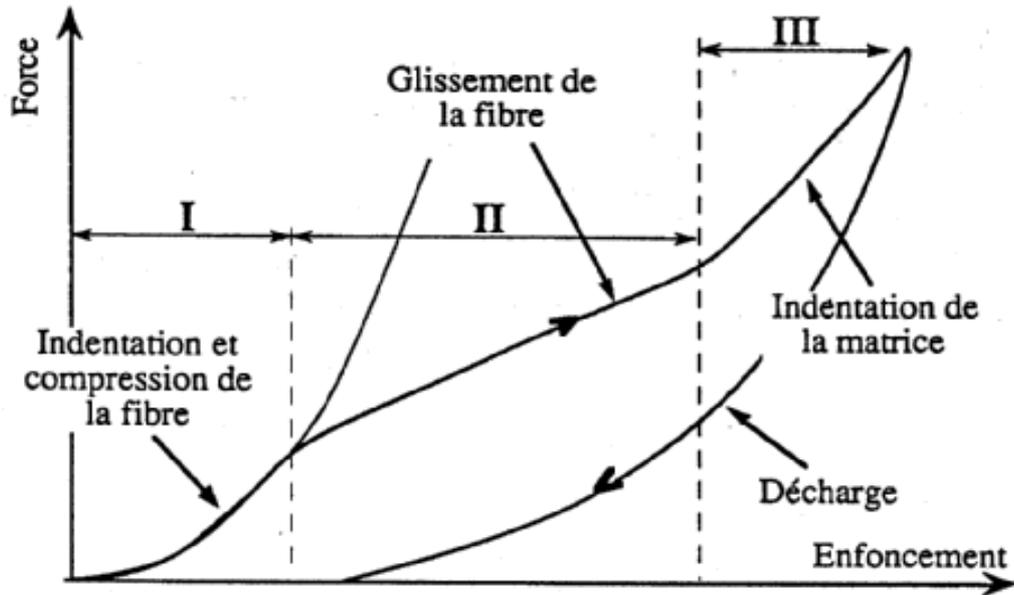
Le phénomène dominant est le frottement existant entre la fibre et la matrice au niveau de l'interface, quand la fibre est sollicitée.

La figure II.14 montre une courbe d'indentation associée à ce type de mécanisme, telle qu'on peut en obtenir sur un SiC/LAS [28].

Après une première phase d'indentation et de compression de la fibre, suivie de l'accostage de l'indenteur dans la matrice plusieurs approches tentent de rendre compte de ces phénomènes. L'analyse la plus simple consiste à considérer que la contrainte interrassiale de cisaillement  $\tau$  est constante le long de l'interface, sur une certaine profondeur. Cette hypothèse impose la linéarité des profils de contrainte et déformation dans la fibre. L'expression de  $\tau$  [27] est alors la suivante:

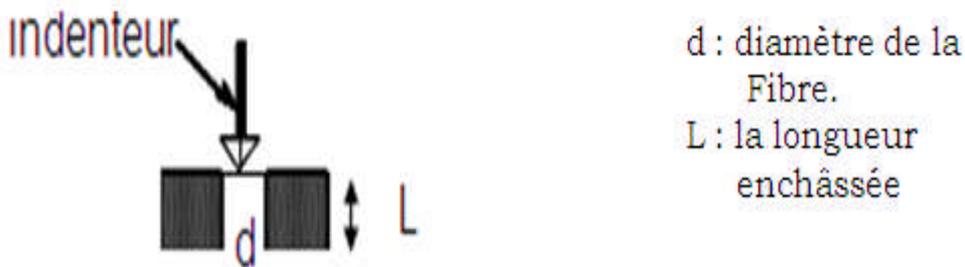
$$\tau \equiv \frac{F^2}{4 \pi^2 r^3 E_f u}$$

Où F est la charge appliquée, r le rayon de la fibre indentée,  $E_f$  le module de Young et u le déplacement de la fibre par rapport à la matrice.



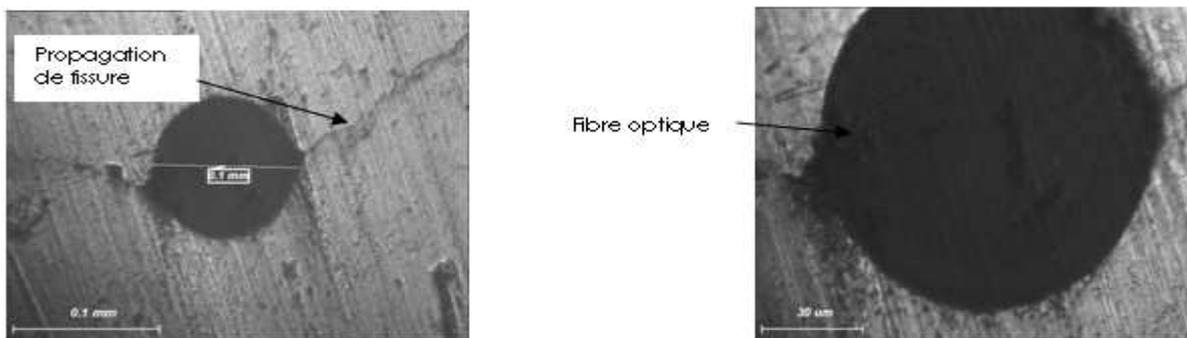
**Figure II.14:** Courbe « classique » d'indentation

Un échantillon de 1mm d'épaisseur ( $L$ ) a été découpé transversalement à partir d'une éprouvette (éprouvette 4) et a subi un polissage. Des charges ont été appliquées graduellement par un indenteur de type pyramide jusqu'à la rupture de l'interface fibre-matrice (figure II.15)



**Figure II.15:** Schémas d'indentation

Le résultat obtenu est représenté sur la figure II.17.



**Figure II.16:** Micrographie optique du composite avant indentation

Courbe de microindentation

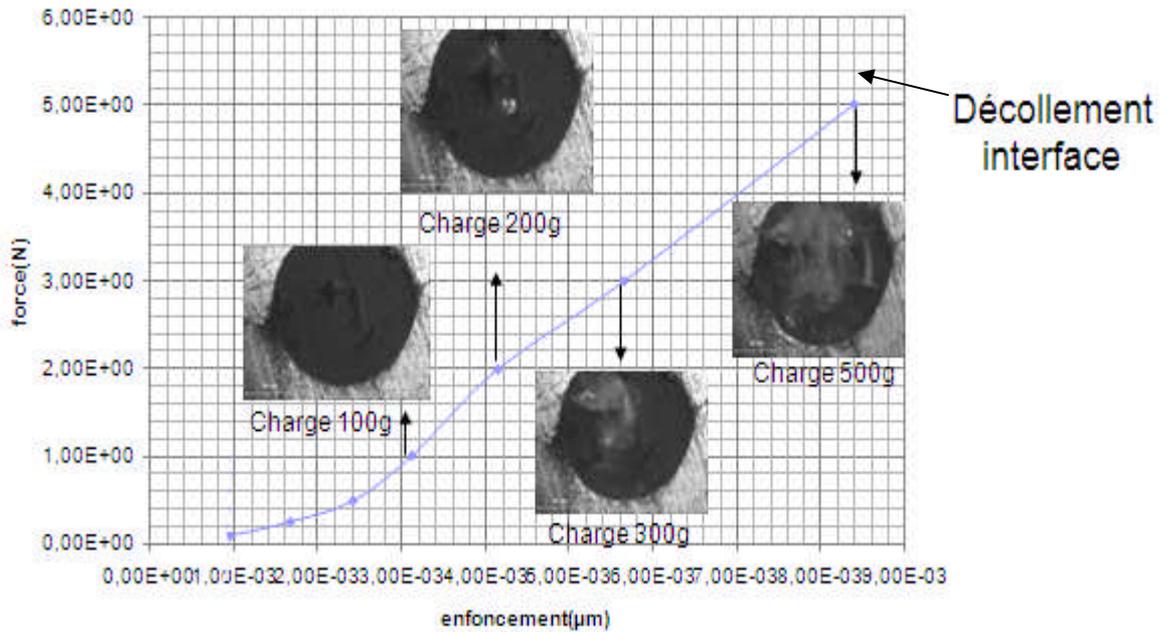


Figure II.17: Courbe d'indentation du composite

A partir de la courbe d'indentation, on constate que pour les petites charges on ne relève aucun changement. En revanche, à partir d'une charge de 300 g on remarque un début de propagation de fissures. Pour une charge de 500g, on observe une décohésion fibre –aluminium, confirmée par une visualisation au MEB en mode rétrodiffusé (figure II.18).

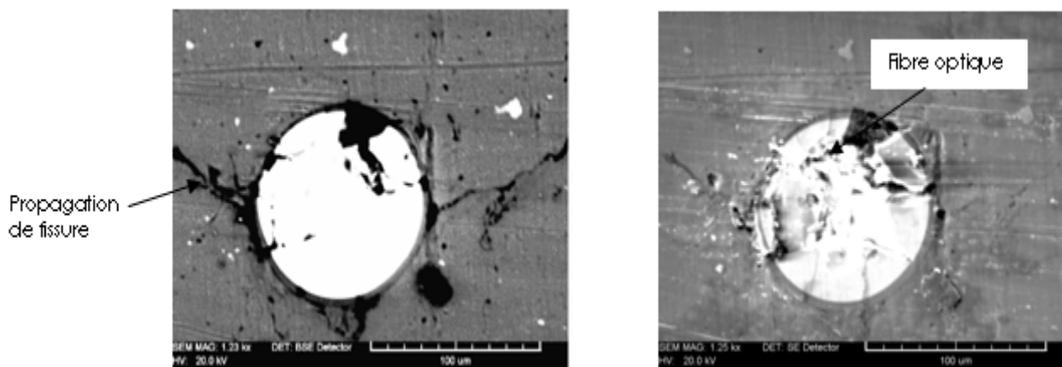


Figure II.18: Micrographie électronique du composite après indentation

La contrainte de cisaillement interfaciale ( $\tau_i$ ) peut être évaluée en première approximation par la relation :

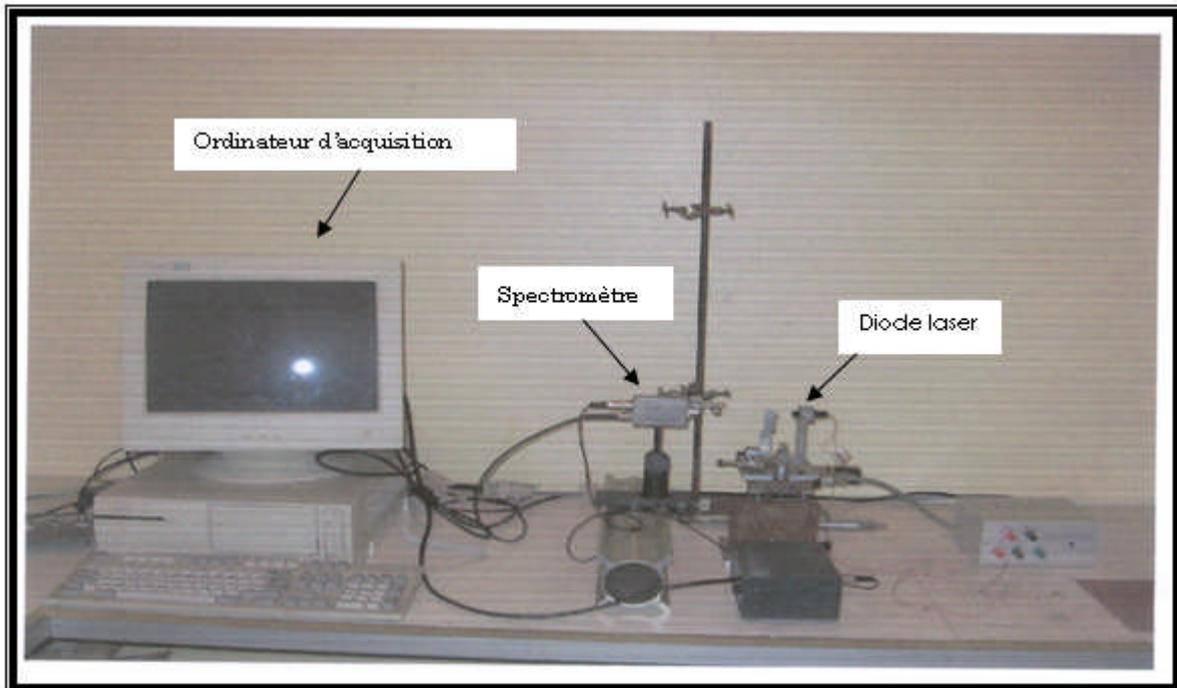
$$\tau_i = \frac{F_p}{\pi dL} = 15 \text{ MPa}$$

Ce qui doit permettre un transfert de charge correct.

## II.5 Evaluation du composite sensible par analyse optique

### II.5.1 Description du système

En vue de s'assurer que les composites aluminium-fibre optique laissent passer des signaux lumineux, on a procédé à une caractérisation optique en utilisant le dispositif de guide d'onde suivant (figure II.19).



**Figure II.19:** Dispositif de guide d'onde

Le système de guide d'onde permet d'effectuer aussi bien la mesure de l'intensité de la lumière que la mesure de l'ouverture numérique O.N qui correspond à l'angle maximum que peut faire le rayon guidé avec l'axe de la fibre. C'est ce qui permet une connexion et aussi un alignement avec la source de lumière.

Ce dispositif est constitué par:

- Une diode laser émettant un rayon de longueur d'onde de  $675\mu\text{m}$

- Un spectromètre
- Un ordinateur d'acquisition équipé d'un logiciel spécifique pour ce type de manipulation.

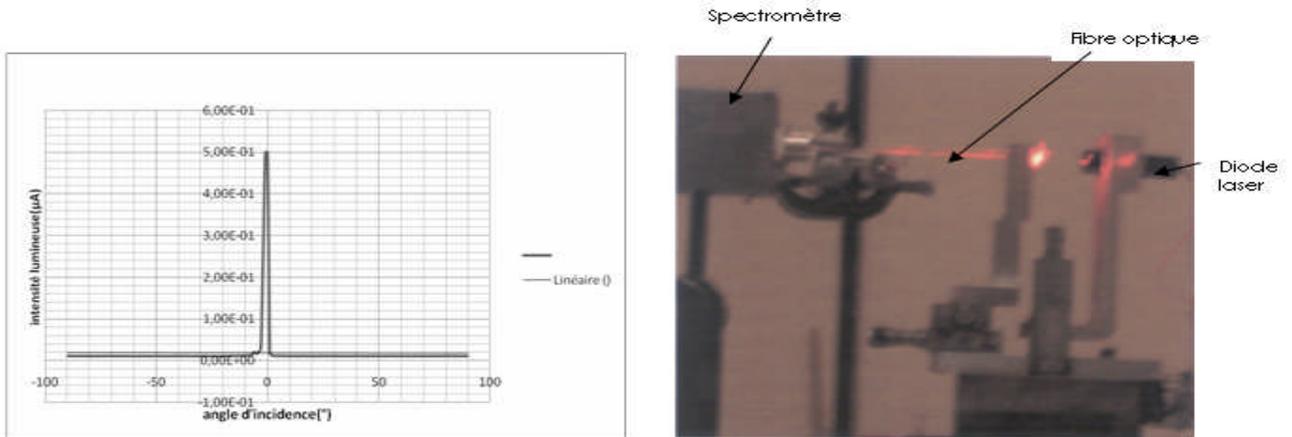
### II.5.2 Essais optiques

En premier et dans le but d'avoir une échelle de comparaison, on a effectué un essai sur fibres nue (où l'une des fibres a subit un chauffage à  $T=500^{\circ}\text{C}$ ) et ensuite à des essais sur éprouvettes composites dont les résultats sont repris ci-après.

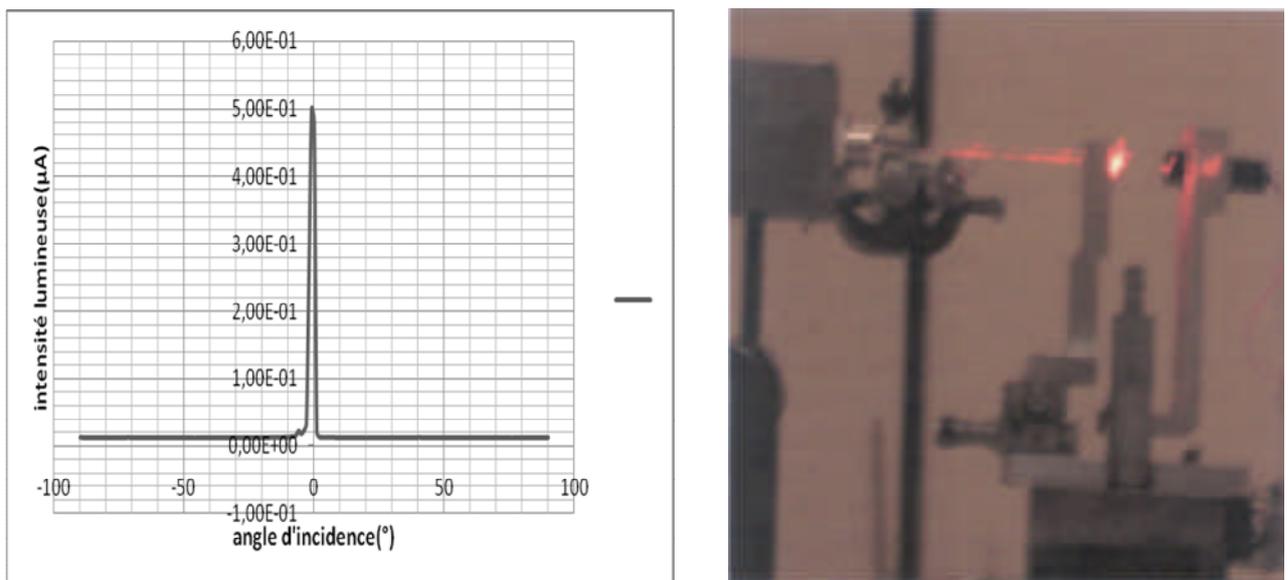
Avant le lancement de l'essai la fibre a subi un polissage grâce a un papier spécial, ainsi que les éprouvettes par un polissage de finition.

Les résultats obtenus sont présentés sous forme de graphes représentant l'intensité lumineuse ( $\mu\text{A}^{\circ}$ ) en fonction des angles de dispersions  $I(\mu\text{A}^{\circ})=f(\theta)$ .

#### • Essais sur fibre nue



**Figure II.20a:** Courbe d'intensité lumineuse en fonction de l'angle d'incidence de la fibre nue à  $T=25^{\circ}\text{C}$



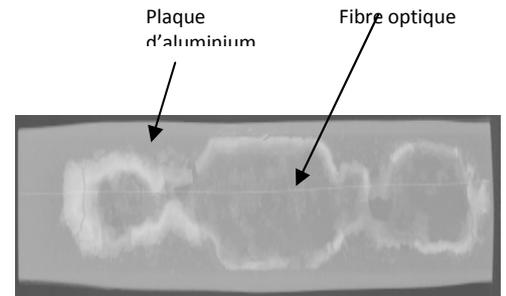
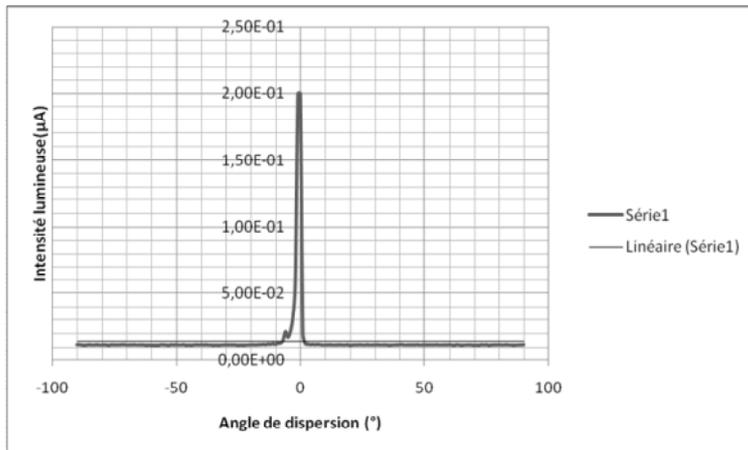
**Figure II.20b:** Courbe d'intensité lumineuse en fonction de l'angle d'incidence de la fibre nue à  $T=500^{\circ}\text{C}$

A partir des deux courbes, on constate qu'un passage à la température de  $T=500^{\circ}\text{C}$  pendant 45 minutes n'a pas d'influence sur les propriétés optiques des fibres.

• **Essais sur les composites**

**Epruvettes avec rainure**

Les résultats des essais sont représentés sur les figures ci-après :

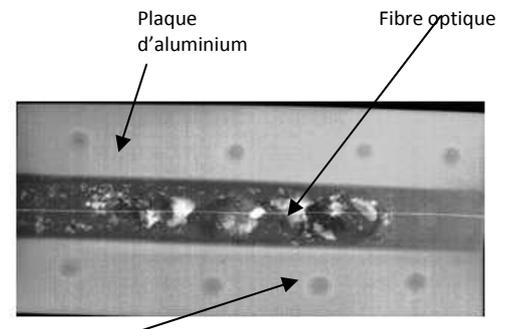
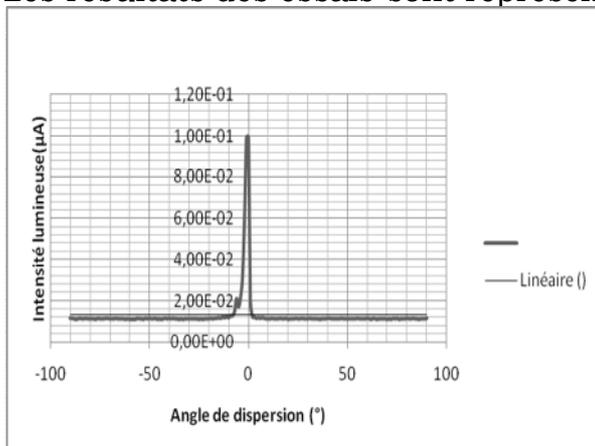


**Eprouvette 4**

**Figure III.21:** Courbe d'intensité lumineuse en fonction de l'angle d'incidence de l'éprouvette avec rainure

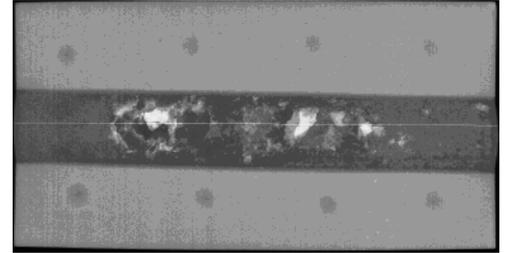
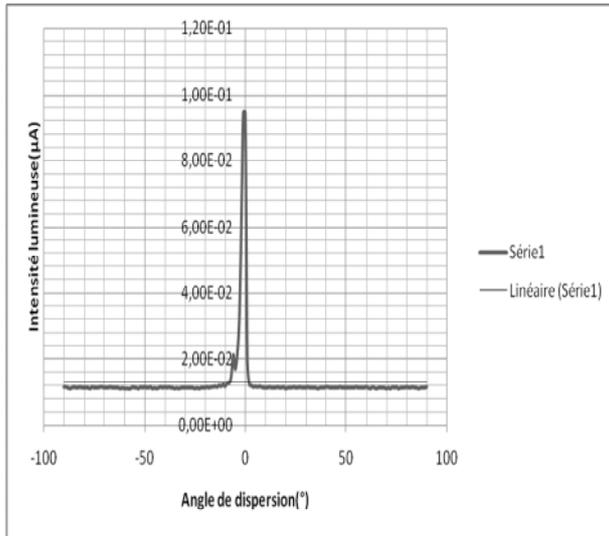
**Epruvettes sans rainure**

Les résultats des essais sont représentés sur les figures ci-après :

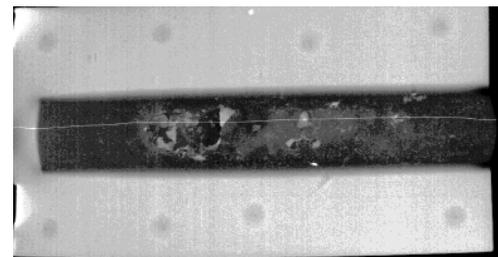
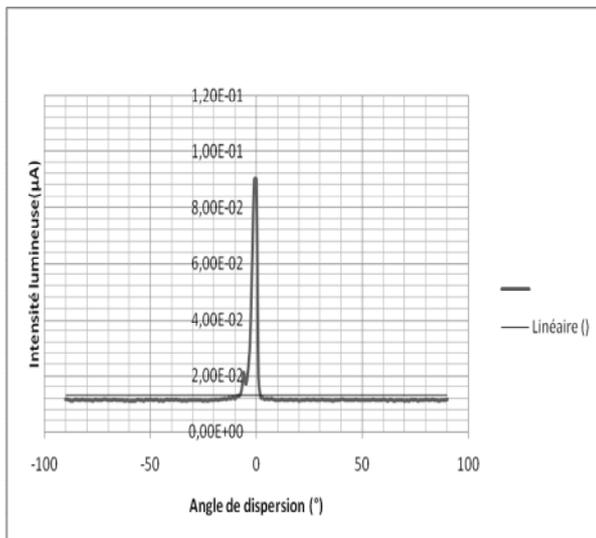


Soudage par point

**Figure III.22:** Courbe d'intensité lumineuse en fonction de l'angle d'incidence de l'éprouvette A sans rainure



**Figure II.23:** Courbe d'intensité lumineuse en fonction de l'angle d'incidence de l'éprouvette B sans rainure



**Figure III.24:** Courbe d'intensité lumineuse en fonction de l'angle d'incidence de l'éprouvette C sans rainure

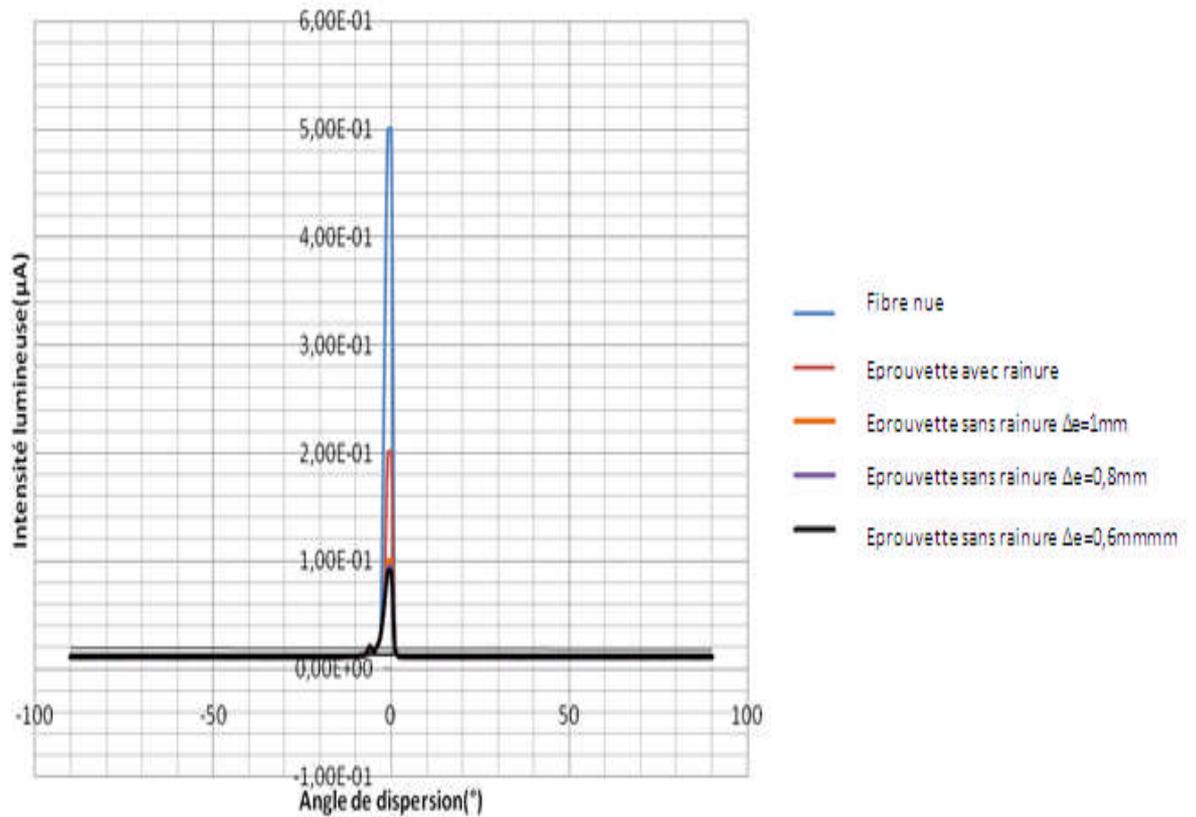
Ces essais mettent en évidence une différence du niveau de l'intensité lumineuse entre les éprouvettes. Ce qui peut-être du à la fibre, différente dans chaque cas (variation éventuelle d'indice, de diamètre), mais plus probablement de l'ondulation de la fibre.

En effet, une différence de nouveau de l'intensité entre les composites avec des plaques d'aluminium sans rainure et ceux avec rainure.

$I_{\text{fibres sans rainure}} < I_{\text{fibre avec rainure}}$ . Et cela est en partie du à l'ondulation de la fibre.

La rainure permet d'obtenir des fibres droites, si la fibre reste dans son logement. Dans les autres cas, les fibres sont plus ondulées, ce qui diminue l'intensité lumineuse. Ce point n'est cependant pas une difficulté pour l'utilisation en tant que capteur, car on travaille par comparaison à partir de la valeur initiale.

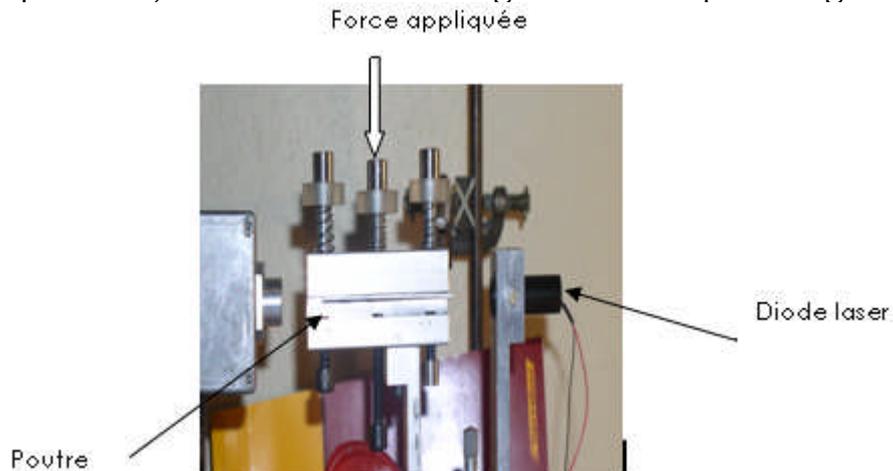
La figure II.25 représente les courbes de l'intensité lumineuse, pour le besoin d'une comparaison.



**Figure II.25:** Comparaison des intensités lumineuses

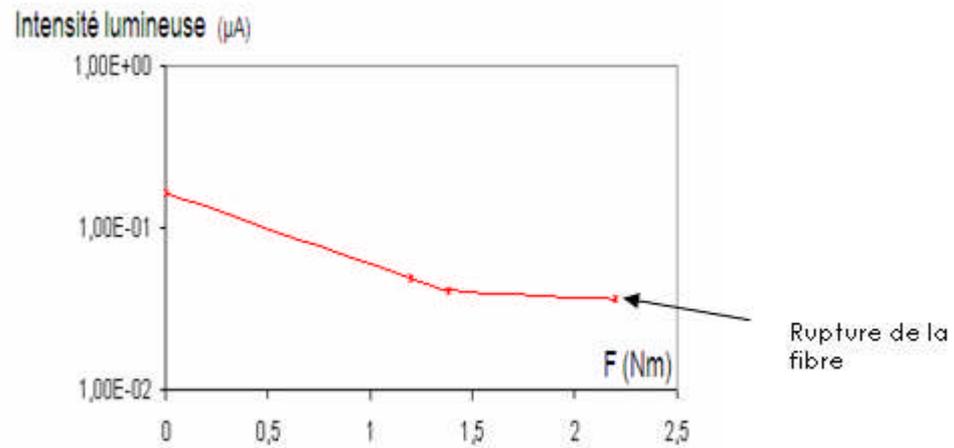
## II.6 Evolution du système sensible sous sollicitation mécanique

Dans cette phase, nous avons mis en évidence l'efficacité du capteur intégré à un effort de compression, le schéma du montage est donné par la figure II.26.



**Figure II.26:** Installation optique de compression

On applique une force grâce à une clef dynamométrique. Le résultat obtenu est représenté par le graphe  $I (\mu A) = f(F (Nm))$ .



**Figure II.27:** Influence de la compression

A partir du graphe II.27, on remarque que plus la force augmente plus l'intensité lumineuse diminue jusqu'à une valeur de  $F=2,4Nm$  au-delà de laquelle on observe une absence de signal due à la rupture de la fibre.

**Chapitre III :**  
**Comportement de la fibre**

## CHAPITRE III : COMPORTEMENT DE LA FIBRE

Dans ce chapitre nous analysons le comportement de la fibre soumise à des sollicitations importantes de température et de déformation et par la suite faire une caractérisation de cette fibre.

Ces essais sont consacrés à l'analyse du comportement mécanique du matériau constituant la fibre.

Différents types d'essais ont été menés : essais de traction monotone, analyse mécanique dynamique et fluage et cela dans la gamme de température ambiante qui est la gamme de température du cofilage.

### III.1 Détermination de la contrainte à rupture des fibres optiques :

#### III.1.1 Introduction :

La propriété mécanique la plus typique des fibres de verre est sa fragilité (figure III.1). A cet égard la théorie de GRIFITH rend bien compte de la résistance à la rupture ; à travers la relation donnant la contrainte critique de rupture :

$$\sigma_r = \sqrt{\frac{2E \cdot \gamma_{sv}}{\pi l_f}}$$

$\sigma_r$  : Contrainte critique de rupture

$E$  : Module de Young

$\gamma_{sv}$  : Énergie de surface

$l_f$  : Longueur de la fissure préexistante et

dont la propagation conduit à la rupture.

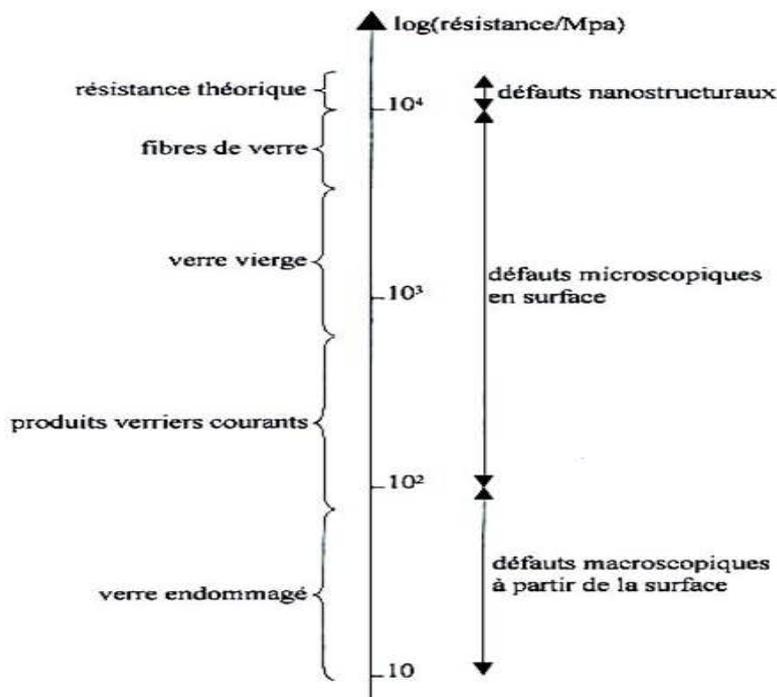


Figure III.1 : Niveaux de contrainte de rupture de différents types de verres.

La contrainte critique à rupture dépend donc de la possibilité de rencontrer un défaut critique (fissure).

Le rôle déterminant joué par la présence de fissures dans la fibre constitue un aspect aléatoire de la rupture. Aussi procède-t-on à une approche statistique consistant à représenter la probabilité de rupture  $P_r$  en fonction du niveau de contrainte  $\sigma_r$  pour lequel il y a rupture de fibre. Weibull a ainsi proposé l'expression (III.1) pour une fibre de longueur  $L$ .

$$P_r = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma_r}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad \text{(III.1)}$$

Le paramètre  $m$  (module de weibull) est caractéristique de la dispersion (plus  $m$  est grand plus la dispersion est faible).

La détermination de  $m$ ,  $\sigma_0$ ,  $\sigma_r$  se fait par des essais (au moins 8 essais sur des filaments).

$P_r$  est calculée par la formule des rangs médians (III.2)

$$P_r = \frac{i}{n+1} \quad \text{(III.2)}$$

Où :  $i$  : classement de la durée de vie dans le tableau des contraintes à rupture classées par ordre croissant.

$n$  : nombre d'échantillons testés à ce niveau de déformation.

Et la relation (III.3) peut s'écrire :

$$\log(-\ln(1 - P_r)) = m \log(\sigma) - m \log(\sigma_0) \quad \text{(III.4)}$$

La pente de la droite donne  $m$  et permet de déduire  $\sigma_r$  pour une probabilité de rupture donnée ( $P_r=0,5$ ).

### III.1.2 DETERMINATION DE LA CONTRAINTE DE RUPTURE ( $\sigma_r$ ) :

L'essai en traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé pour caractériser un matériau. Une machine de traction est constituée d'un bâti rigide qui comprend une traverse fixe à laquelle est fixée l'une des têtes de l'éprouvette, l'autre extrémité est fixée à une traverse mobile. Le test consiste à solliciter de façon unidirectionnelle des éprouvettes à une vitesse donnée d'allongement relatif.

Dans notre étude, les fibres ont été soumises à des tests de traction sur deux systèmes à l'aide d'une machine de traction appelé INSTRON pour des fibres optiques longues et le DMA50N (expliqué ci après) pour des fibres courtes.

Les essais ont (dans les deux cas) été réalisés à la température ambiante et à la température de 450°C.

Dans le cas de la machine de traction le chauffage est réalisé à l'aide d'un four circulaire relié à un régulateur de température placé autour de la fibre.

Les résultats sont représentés sur les figures (III.2) et (III.3) respectivement pour  $T=25^\circ\text{C}$  et  $T=450^\circ\text{C}$

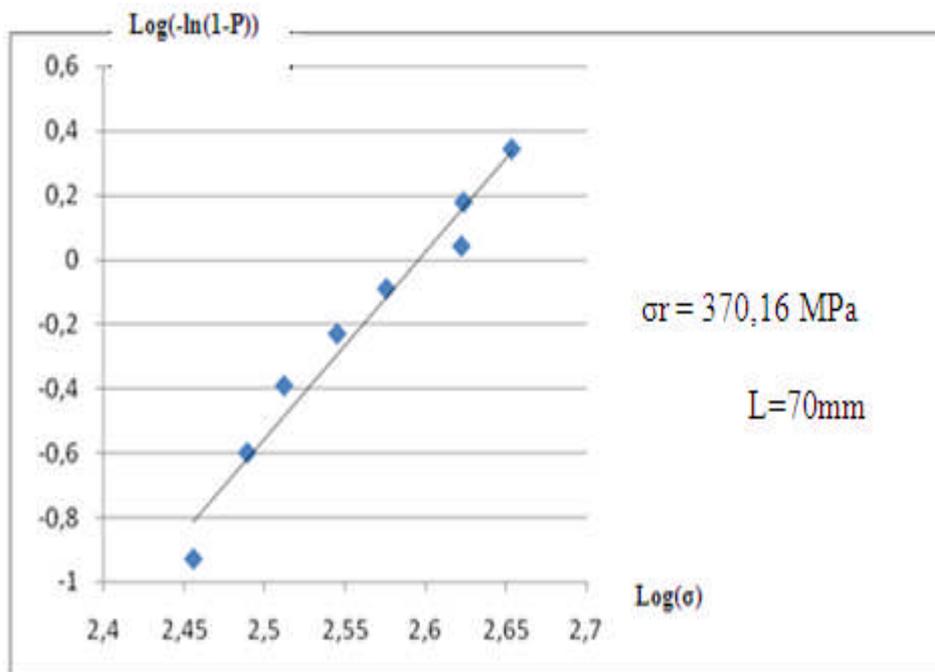


Figure III.2 : courbe d'analyse weibull pour  $T=25^\circ\text{C}$ .

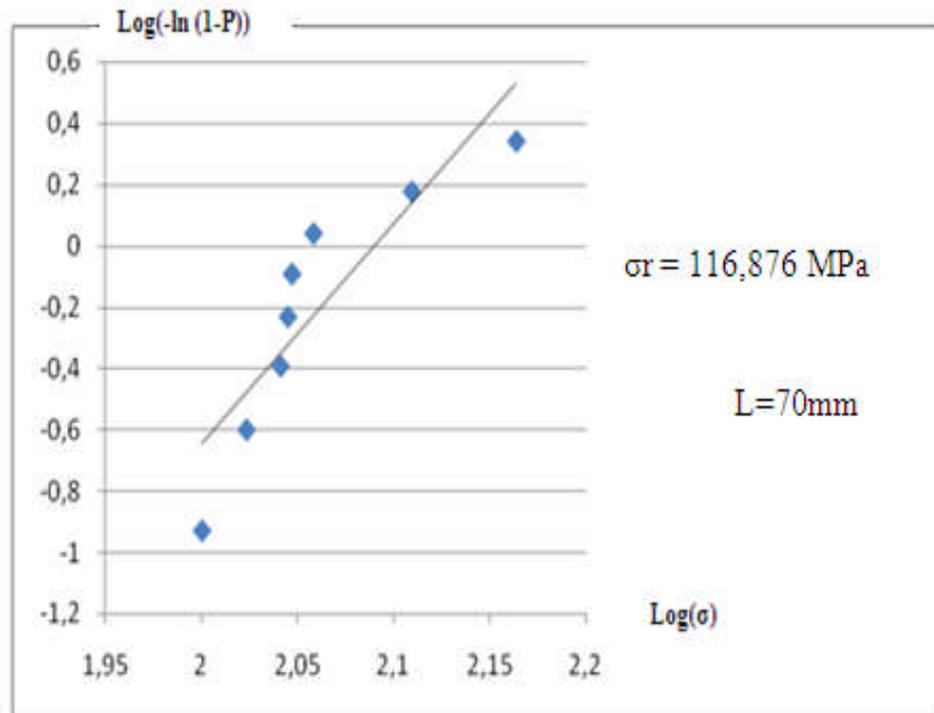


Figure III.3 : courbe d'analyse weibull pour  $T=450^{\circ}\text{C}$ .

En revanche dans le cas du DMA50N les résultats sont représentés par les figures (III.4) (III.5) respectivement pour  $T=25^{\circ}\text{C}$  et  $T=450^{\circ}\text{C}$

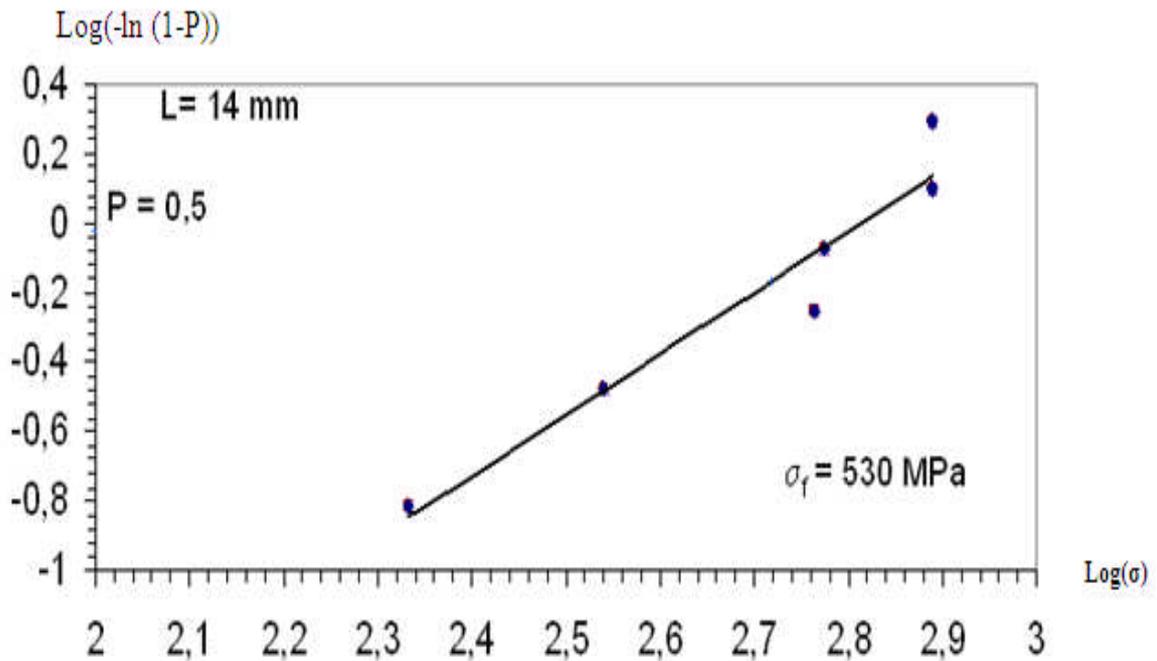


Figure III.4 : courbe d'analyse weibull pour  $T=25^{\circ}\text{C}$ .

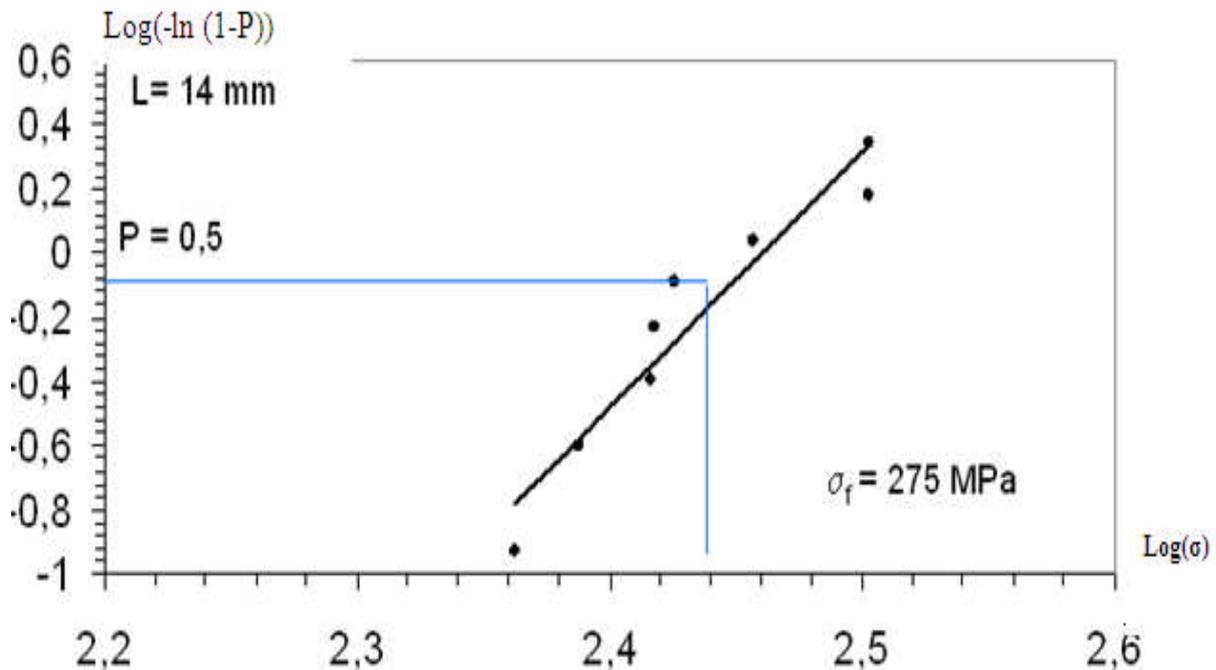


Figure III.5 : courbe d'analyse weibull pour  $T=450^\circ\text{C}$ .

A partir des résultats obtenus on constate pour une température donnée une diminution de la contrainte de rupture  $\sigma_r$  avec le volume sollicité.

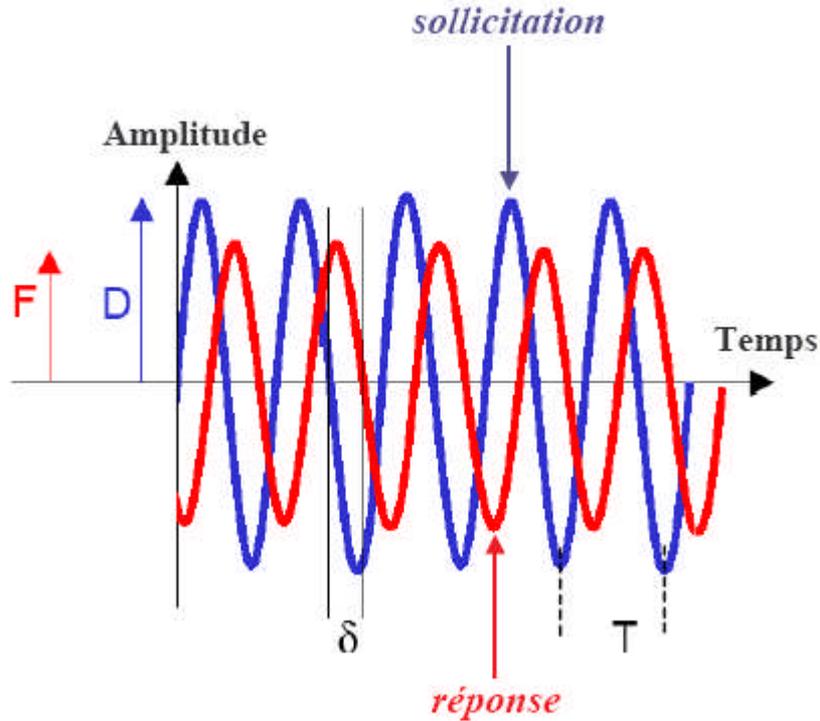
## III.2 ESSAIS EN SPECTROSCOPIE DYNAMIQUE :

### III.2.1 Présentation générale :

La spectrométrie mécanique est une technique qui permet la caractérisation du comportement viscoélastique d'un matériau. Elle donne accès à l'évolution du module complexe en fonction de la température (essais isothermes) et permet l'étude de relaxation moléculaire. De nombreuses informations peuvent être obtenues à partir de ce type d'essais comme par exemple la détermination des températures de traction mécanique.

Dans les essais isochrones, il s'agit de chauffer ou de refroidir le matériau à une vitesse constante en appliquant une déformation périodique de fréquence constante.

L'échantillon peut être sollicité sous différents modes (traction, cisaillement, etc. .). La sollicitation est de type sinusoïdal, et on mesure la réponse (figure III.6).



D= amplitude de la sollicitation (déformation périodique)

F= amplitude de la réponse (contrainte)

T= période d'excitation (= 1/f ; f= fréquence d'excitation)

$\delta$  est le déphasage entre les deux signaux, il est appelé angle de perte du matériau

**Figure III.6** : Schéma de sollicitation/ réponse d'un échantillon [29]

On définit la raideur (K) d'un échantillon comme étant le rapport entre l'amplitude (F) de la réponse et l'amplitude (D) de la sollicitation. La raideur est représentative de l'échantillon, elle dépend de sa géométrie et de ses dimensions.

$$K=F/D$$

Le module complexe  $M^*$  du matériau est alors calculé à partir de la raideur mesurée de l'échantillon; de la géométrie et des dimensions de l'échantillon :

$$M^*=Sf \cdot K^*$$

Où Sf est le facteur de forme de l'échantillon

$$M^*=M'+iM''$$

$M'$  : partie réelle du module et  $M''$  : partie imaginaire du module

$$\text{Avec } \tan\delta= M'' / M'$$

Pour une excitation en traction ;  $M^*$  est le module d'Young :  $E^*$ .  
Pour une excitation en cisaillement ;  $M^*$  est le module de cisaillement :  $G^*$ .  
La partie réelle ( $E'$  ou  $G'$ ) appelée module de stockage qui est le module en phase représente la composante élastique.

La partie imaginaire ( $E''$  ou  $G''$ ) appelée module de perte qui est le module en quadrature représente la composante visqueuse.

Avec ;  $\tan \delta = E''/E'$  ou  $\tan \delta = G''/G'$ .  $\tan \delta$  représente la tangente de l'angle de perte. Elle est aussi appelée facteur de perte frottement interne ou amortissement.

### **III.2.2 Influence de la fréquence :**

Plus la fréquence de sollicitation est faible (donc plus le temps d'observation est long), plus la probabilité de « voir » les phénomènes de relaxation moléculaire est grande. Par conséquent, une diminution de la fréquence conduit en pratique à une augmentation de l'amplitude des pics de relaxations (dans la courbe de  $\tan \delta$ ), ainsi qu'à leur décalage vers les basses températures. En outre, le module en phase augmente avec la fréquence [30,31].

### **III.2.3 Influence de la vitesse de montée en température :**

Les vitesses de chauffe fixés par l'appareillage doivent être suffisamment faibles (au vu des dimensions d'échantillons utilisés) pour pouvoir considérer que la température est uniforme dans tout le volume de l'éprouvette (pas de gradient thermique).

Il est bien connu que la transition vitreuse des verres, et donc par conséquent la transition mécanique qui lui est associée, présentent des effets cinétiques, tributaires de la vitesse de chauffe.

### **III.2.4 Matériel utilisé :**

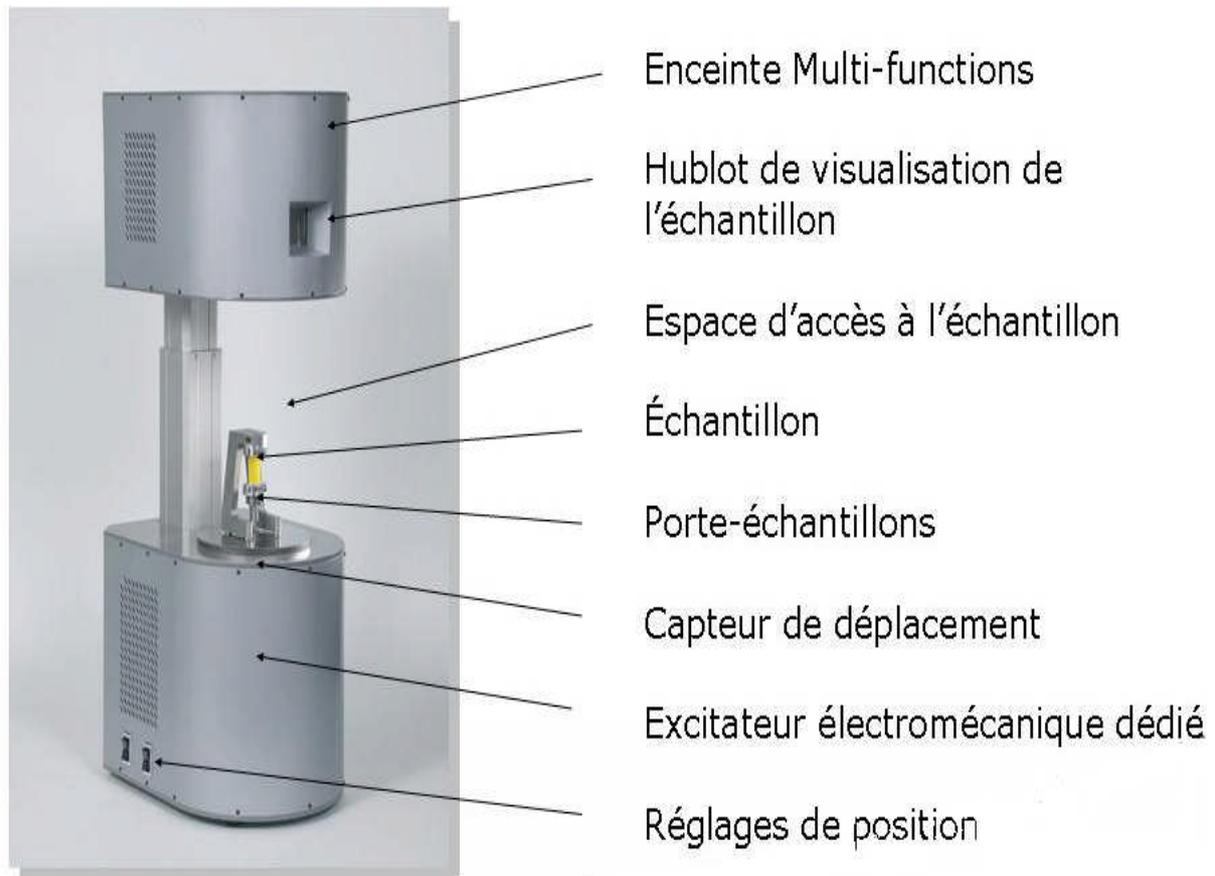
Le matériel utilisé est le DMA50N de METRAVIB. Il s'agit d'un dispositif unique et original qui se révèle être, dans le domaine des appareillages, le mieux adapté à l'étude des propriétés viscoélastiques des fibres de faibles dimensions.

Les possibilités de cet appareil à haute résolution sont très larges et diversifiées :

- \*- Propriétés viscoélastiques (dynamiques, fluage, relaxation de contrainte)
- \*- Détermination précise de la transition vitreuse et autres transitions secondaires
- \*- Caractérisation des propriétés morphologiques et/ou de propriétés en corrélation avec des performances recherchées (résistance à l'impact, domaine de température d'utilisation, fusion, degré de réticulation, vieillissement...)

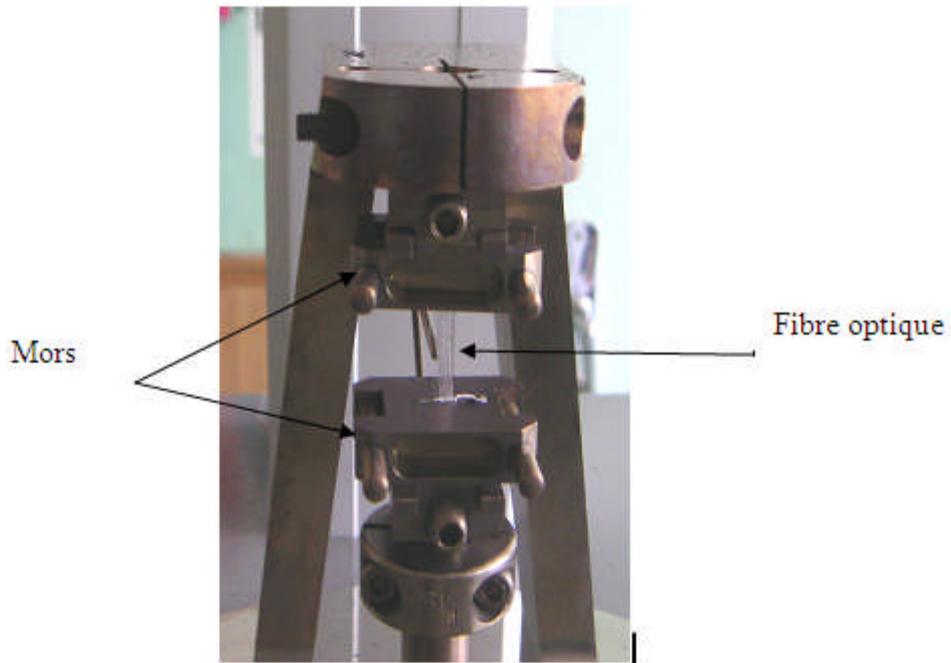
- \*- Détermination de l'impact d'un changement de formulation, de mélange, ou d'un changement de processus de transformation sur les performances finales du produit
- \*- Détermination de la stabilité chimique ou thermique (avec possibilité d'atmosphère particulière)

La figure (III. 7) donne un schéma de base du DMA50N



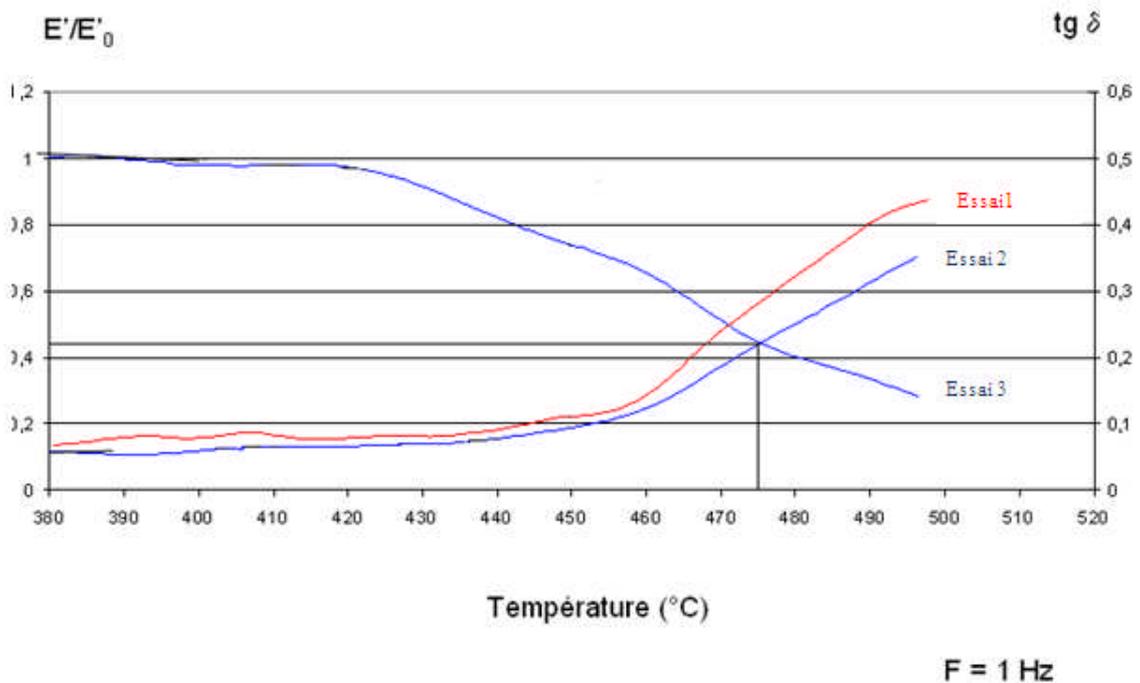
**Figure III.7 :** machine DMA50N

Les essais ont été menés en traction/compression à une fréquence de 1 hertz sur un faisceau de fibres de longueur ( $L=14\text{mm}$ ) avec une amplitude de sollicitation constante ( $\pm 3\mu\text{m}$ ) sous une température variante entre  $300^{\circ}\text{C}$  et  $500^{\circ}\text{C}$ . (Figure III.8)



**Figure III.8** : essais viscoélastique sur la machine DMA50N

Le module de Young réel ainsi que  $\text{tg}\delta$  sont Les spectres viscoélastiques de la fibre représentés sur la figure(III.9)



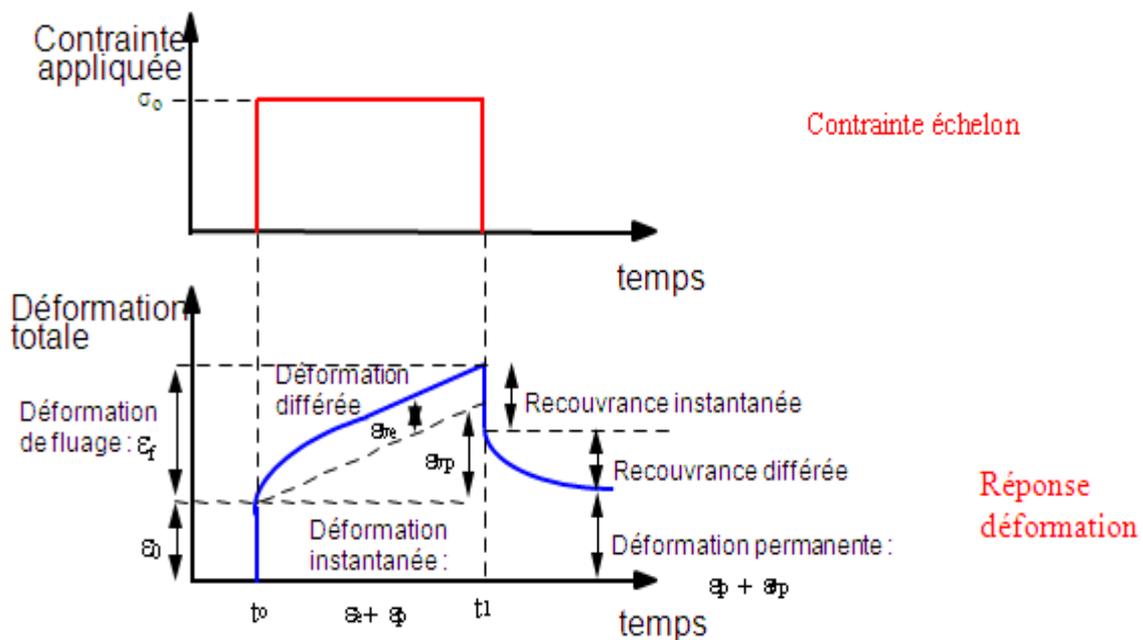
**Figure III.9** : spectres viscoélastiques de la fibre

A partir de la température  $T=430^{\circ}\text{C}$ , on constate une légère diminution du module (1/2 décade à  $500^{\circ}\text{C}$ ) associé à une augmentation du facteur de perte.

Les essais de cofilage sont réalisés aux alentours de  $450^{\circ}\text{C}$ . Les essais DMA mettent en évidence une augmentation de  $\text{tg}\delta$  dans cette zone, c'est la raison pour laquelle des essais de fluage ont été réalisés dans un second temps.

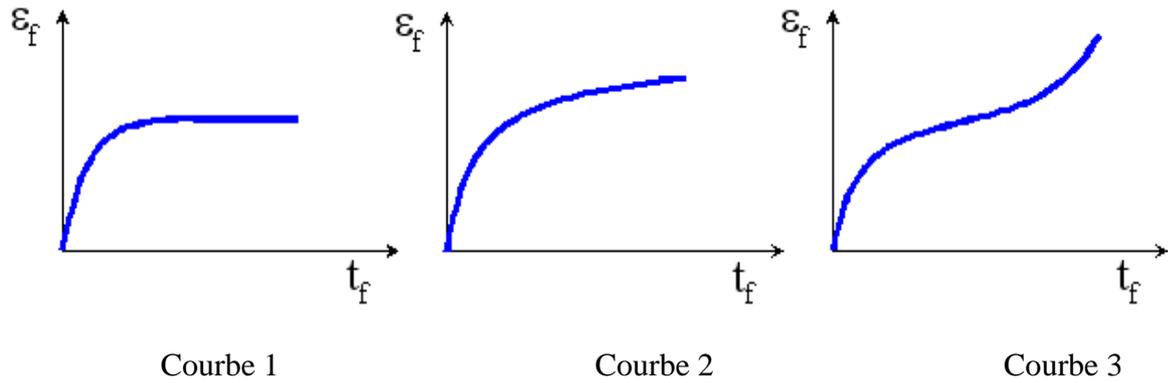
### III.3 ESSAI POUR REPONSE A UNE FONCTION ECHELON (ESSAIS DE FLUAGE):

On appelle fluage l'évolution de la déformation au cours du temps notée  $\varepsilon(t)$ , d'un matériau soumis à l'application instantanée d'une contrainte  $\sigma_0$  maintenue constante par la suite et qui correspond une fonction dite "échelon". Les polymères, et par conséquent les matériaux composites à matrice organique, présentent dans pareil cas un comportement dépendant du temps (figure III.10)[30].



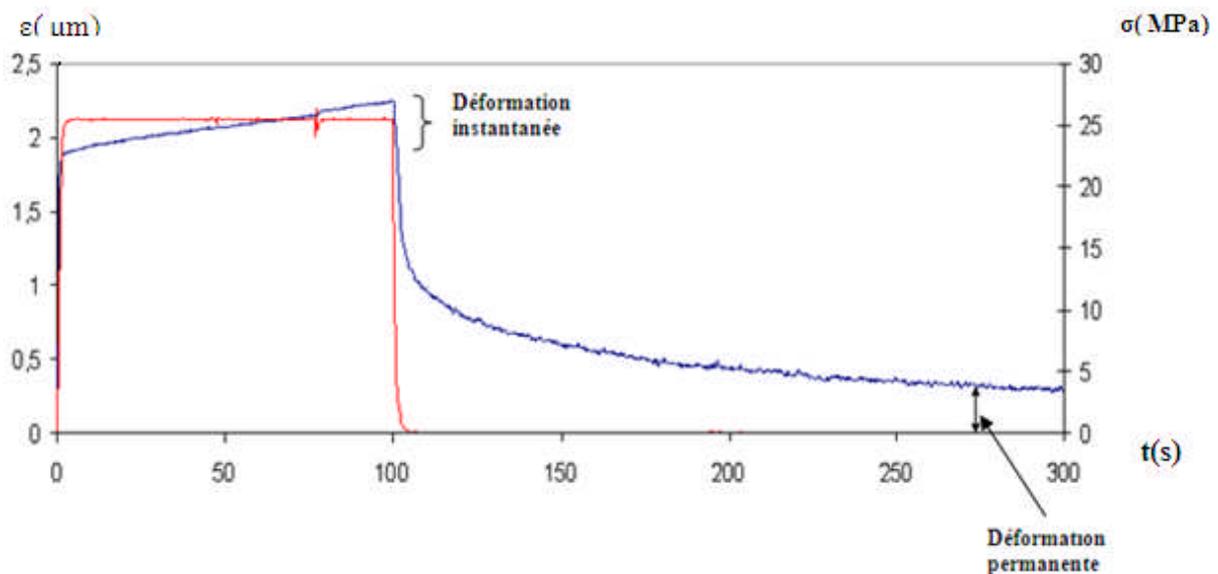
**Figure III.10** : l'allure générale des courbes fluage-recouvrement

En appliquant des conditions thermomécaniques de sollicitation différentes et suivant l'orientation des fibres, on peut distinguer trois types de courbes expérimentales de la vitesse de fluage.



1. Fluage asymptotique ou primaire : il existe un temps caractéristique à partir duquel la vitesse de fluage tend vers une valeur nulle qui correspond à une réorganisation au niveau moléculaire et mésoscopique (courbe1).
2. Fluage stationnaire : il existe un temps caractéristique à partir duquel la vitesse de fluage tend vers une valeur constante et minimale; Du point de vue physique complexe : niveaux moléculaire (évolutions des chaînes) et mésoscopique (endommagements) (courbe 2).
3. Fluage accéléré ou tertiaire : il existe un temps caractéristique, au-delà de la zone de fluage stationnaire, pour lequel la vitesse de déformation augmente de façon continue ce qui correspond à l'endommagement macroscopique (courbe3).

Les essais ont été mené dans ce cas sur une seule fibre pour une contrainte ( $\sigma=25\text{MPa}$ ) à la température de  $450^\circ\text{C}$  (proche des conditions du cofilage).



**Figure III.11** : courbe de fluage d'une fibre de verre à  $T=450^\circ\text{C}$

A partir de la figure ci-dessus (figure III.11) on constate que celle-ci est classiquement observée en fluage stationnaire avec une vitesse de fluage constante une déformation permanente.

Il est donc probable que la réponse de la fibre sera différente de la réponse après sollicitation cette température, cependant comme il a été dit précédemment après un maintien à  $T=500^{\circ}\text{C}$  la fibre garde ses propriétés de guide d'onde.

**Chapitre IV :**  
**Conclusion générale**

## Chapitre IV : Conclusion générale

Le concept de structure « active » fait aujourd'hui l'objet de recherches intenses au niveau international. Si l'activité des laboratoires est plus directement connue, de grandes firmes technologiques y consacrent désormais des moyens non négligeables. Les enjeux sont en effet importants. Bien que les progrès dans la conception et le contrôle des matériaux et des structures soient constants, il apparaît que certains objectifs de performance et de fiabilité (amortissement des vibrations de structure, ralentissement de la croissance d'un endommagement éventuel...) ne seront pas atteints par les voies classiques.

Leur réalisation nécessite l'usage du concept de matériaux dits « intelligents », « sensibles » ou « adaptables ». Ce concept ambitieux implique naturellement la multifonctionnalité (présence conjointe de propriétés structurales et fonctionnelles) souvent obtenue grâce à la réalisation de matériaux-système.

A travers la présente étude de faisabilité, les enseignements tirés montrent qu'il est possible d'obtenir des structures intelligentes constituées par l'association d'alliages d'aluminium (al-si) et la fibre optique, à travers la lecture de l'intensité du faisceau lumineux.

Les outils essentiels utilisés dans cette étude sont la machine d'assemblage SERVOTEST, la machine DMA50N, la machine de traction et le Microscope électronique à balayage (MEB).

Les principales idées à retenir et qui se dégagent des résultats sont les suivantes :

- Afin d'avoir une bonne association entre les plaques d'aluminium et les fibres optiques il faudrait avoir un bon procédé d'élaboration. Les essais menés ont permis de conclure que l'élaboration d'éprouvettes à l'aide de plaques sans rainure est la mieux adaptée pour ce genre d'essais d'assemblage effectué sous une température  $T=475^{\circ}\text{C}$  pour répondre à différentes déformations.
- Pour réussir cet assemblage il faudrait l'accompagner en premier par un soudage par points des plaques avant déformation afin de permettre un bon positionnement de la fibre et de faire en sorte que la fibre soit plus droite possible.

- Les essais optiques ont permis de constater que les composites permettent la transmission lumineuse et de ce fait que les fibres optiques peuvent être utilisées comme des capteurs. En effet, on remarque une modification du niveau d'intensité lumineuse transmise avec une sollicitation mécanique appliquée à l'éprouvette. Plus la déformation augmente plus l'intensité lumineuse diminue.

- Les observations à l'aide du microscope MEB ont permis de montrer la bonne association entre fibre et matrice. La fibre n'a pas subi de grand changement après déformation et a gardé sa forme circulaire.

Ce résultat est conforté par les résultats obtenus par les essais de microindentation.

- De plus, Pour une meilleure manipulation des fibres, vu leur grande fragilité et vu qu'elles vont être soumises à de fortes déformations, il est nécessaire de les revêtir par deep coating. On a montré que ce type de résine n'influe pas sur la qualité de l'interface, le dépôt se dégrade en hautes températures (température du cofilage).

- Les essais viscoélastiques, mettent en évidence une légère diminution du module  $E'$  associé à une légère augmentation de  $tg\delta$  dans la gamme de températures des mises en œuvre par cofilage.

Néanmoins, des essais de fluage mettent en évidence une déformation permanente après suppression de la charge.

En conséquence, la fibre choisie doit convenir en tant que capteur, elle devra néanmoins être revêtue par une résine pour une meilleure manipulation, flexibilité, amélioration de l'état de surface pour une contrainte de rupture suffisante.

**Chapitre V :**  
**Références bibliographiques**

## Chapitre V : Références bibliographiques

- [1] **P.F. Gobin, J.Odorico**, « Matériaux intelligent », Lettres de programmes interdisciplinaires de recherche du CNRS, PIRMAT, novembre 1991.
- [2] **C.A. Rogers, C. Ling. and D.K. Barker**, « Smart materials, Structures and mathematical issues” (Technomic Publishing Co. Inc., Lancaster, PA, USA, 1989) pp. 39-62.
- [3] **T. Takagi**, “A concept of intelligent materials, Journal of intelligent material systems and structures”Vol. 1 (Technomic Publishing Co. Inc., Lancaster, PA, USA, 1990).
- [4] **Science and Technology Agency** (Government of Japan),” The concept of intelligent Materials and the Guidelines on R& D Promotion” (Tokyo, Japan, 1989).
- [5] **F. Garnier**, « Functionalized conducting polymers: towards intelligent materials », *Angewandte Chemie* 101 (1989) 529-523.
- [6] **B. Sillon, J-C. Dubois, P.-F. Gobin, M. Sixou**,”Matériaux actifs et systèmes adaptatifs”, *Cahiers de synthèse du CNRS en Science et Génie des matériaux* (1997) pp. 65-106.
- [7] **J.-P. Eloundou, J.-F. Gérard, G. Boiteux**,” Microdielectrometry study of epoxy-amine systems: Relationships between kinetics, dielectric and rheological parameters”, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* 263(1998) 57.
- [8] **N.Saint-Pierre, Y. Jayet, P. Guy**, « Ultrasonic evaluation of dispersive polymers by the piezoelectric embedded element method: modeling and experimental validation”, *Ultrasonics* 36 (1998) 783-788.
- [9] **G. Fernando, F.T. Liu, P.Crosby, A.Martin**, “A multi-purpose optical fibre sensor design for fiber reinforced composite materials”, *Measurement Science and technology* 8(1997) 1065-1079.
- [10] **J.S.Leng and A. Asundi** , “ Real-time cure monitoring of smart composite materials using extrinsic Fabry-Perot interferometer and fiber Bragg grating sensors, *Smart Materials and structures* 200(11) 249-255.

- [11] **E. Chailleux, M. Salvia, N. Jaffrezic**, “ In situ study of epoxy cure process using a fiber optic sensor”, *Smart Materials and structures* 10(2001) 1-9.
- [12] **P.A.Crosby, G.R.Powell, G.F.Fernando**, « A comparative study of optical fiber cure monitoring methods”, *SPIE*, vol. 3042 (1997) 141-153.
- [13] **K. Schulte, C. Baron**, « Load and failure analysis of CFRP laminates by means of electrical resistivity measurements”, *Composites Science and Technology* 36 (1989) 63-68.
- [14] **O. Ceysson, M. Salvia, L. Vincent**, « Damage mechanisms characterisation of carbon epoxy fibre/epoxy composite laminates by both electrical resistance measurements and acoustic emission », *Scripta Materialia* 38 (1996) 1273-1280.
- [15] **Muto N., Y. Arai, S. G. Shin, H. Matsubara, H. Yanagida, M. Sugita and T. Nakatsuji** “Hybrid composites with self-diagnosing function for preventing fatal fracture”, *Composites Science and Technology*, 2001, 61, 6, pp 875-883.
- [16] **Shimamoto A., H. Ohkawara, F. Nogata**, “Enhancement of Mechanical Strength by Shape Memory Effect in TiNi Fiber Reinforced Composite”, *Advances in Fracture and Damage Mechanics II*, Edited by M. Guagliano and M. H. Aliabadi, 2001, pp. 343-348,
- [17] **White S.R., N.R.Sottos, P.H. Geubelle, J.S. Moore, M.R. Kessler, S.R. Sriram, E.N. Brownand, S. Viswanathan**, “Autonomic healing of polymer composites”, *Nature*, 2001, 409, pp. 794-797.
- [18] **Lau K. T., L. M. Zhou and X. M. Tao**, “Control of natural frequencies of a clamped-clamped composite beam with embedded shape memory alloy wires”, *Composite Structures*, , 2002, 58, pp. 39-47.
- [19] **G. Fernando, F.T. Liu, P.Crosby, A.Martin**, “A multi-purpose optical fibre sensor design for fiber reinforced composite materials”, *Measurement Science and technology* 8(1997) 1065-1079.

- [20] **E. Chailleux, M. Salvia, N. Jaffrezic**, “ In situ study of epoxy cure process using a fiber optic sensor”, *Smart Materials and structures* 10(2001) 1-9.
- [21] **R. M. Measures**, *Fiber optic sensor: Overview*, in « *Fiber optic smart structures* », E. Udd Ed., Wiley Series in Pure and Applied Optics, 1995, pp. 155-170.
- [22] **L. Maurin, J. Boussoir**, « *Instrumentation de bogie composite par Capteurs à Fibres Optiques à réseaux de Bragg* », 20èmes Journées Nationales d’Optique Guidée, 20-22 nov. 2000, Toulouse, France.
- [23] **J.E. Hatch**. “Aluminium: Properties and Physical Metallurgy”. American Society for Metals, 1984.
- [24] **A. Heinz, A. Haszler**, “Recent development in aluminium for aerospace applications”. *Materials Science and Engineering A*, 280(1):102–107, 2000.
- [25] **E. Sarrazin**. « Modélisation du soudage d’alliages d’aluminium ». PhD thesis, Ecole Polytechnique, 1995.
- [26] **M. Baur and J.G. Blauel**. « Application of fracture mechanics to the assessment of aluminium weldments ». pages 423–435. Miami, FL 33126, USA; American Welding Society, 3–5 Apr. 1995.
- [27] **NETRAVALI A.N.**, « Continuous microindenter push-through technique for measuring shear strength of fiber composite”.
- [28] **PERES P., RITTI M.H.** «Caractérisation mécanique de l’interface fibre-matrice dans les composites céramique par l’essai d’indentation instrumentée». *Comptes-rendus des JNC7*, lyon, 1990, pp.49-59
- [29] **BAURIER, H.**, «Introduction to dynamic mechanical analysis”, Metravib RDS, technical note, VA11-2002.

- [30] RISSON, T.** «Comportement en fluage de composites à renfort carbone et matrices époxydes et PEEK ». Rapport de thèse, Ecole centrale de Lyon, 1998 ;
- [31] KAUSCH, DECROLY, P.** «Traité des matériaux, vol 14; Matériaux polymers: propriétés mécaniques et physiques. Principe de mise en œuvre ». Presses polytechniques et universitaires romandes, 2001.

## **Annexes**

## Annexe I :

### Résultats expérimentaux des essais

#### I.1 Résultats d'indentation :

d	d2	k	H	Résultats (Kg-f)
6,70E-03	4,49E-05	1,854	9,57E-04	9,56E-02
1,17E-02	1,37E-04	1,854	1,67E-03	2,52E-01
1,70E-02	2,87E-04	1,854	2,42E-03	4,93E-01
2,19E-02	4,77E-04	1,854	3,12E-03	1,00E+00
2,90E-02	8,42E-04	1,854	4,14E-03	1,99E+00
3,96E-02	1,56E-03	1,854	5,65E-03	3,00E+00
5,88E-02	3,45E-03	1,854	8,39E-03	5,01E+00

#### I.2 Résultats de l'analyse de weibull :

##### a) Pour de longues fibres :

##### A T=25°C

sigma	Ncroissant	i	P(N)	log10(sigma)	log10(-ln(1-p))
308 2802	285 3503	1	0,125	2,45537833	-0,874416622
419 1083	308 2802	2	0,1	2,48894563	-0,977322113
420 382	324 9785	3	0,0909	2,51185463	-1,02090628
450 4672	350 6731	4	0,0833	2,54490245	-1,060605493
285 3503	376 3245	5	0,0769	2,57556249	-1,096813893
350 6731	419 1083	6	0,0714	2,62232626	-1,130315422
324 9785	420 382	7	0,0666	2,62364411	-1,161645623
376 3245	450 4672	8	0,0625	2,65366317	-1,19018099

Sigma pour P(0,5) **370,1600**

##### A T=450°C

sigma	Ncroissant	i	P(N)	log10(sigma)	log10(-ln(1-p))
100	100	1	0,11111	2	-0,928921866
145 7143	105 4768	2	0,2222	2,02315695	-0,599831953
114 2857	109 8654	3	0,3333	2,04086094	-0,39210007
110 828	110 828	4	0,4444	2,0446495	-0,230839382
128 571	111 3632	5	0,5555	2,0467417	-0,091083462
109 8654	114 2857	6	0,6666	2,05799189	0,040765391
111 3632	128 571	7	0,7777	2,10914302	0,17716913
105 4768	145 7143	8	0,8888	2,16350217	0,341716358

Sigma pour (0,5) 116,8760

**b) Pour des fibres courtes :**

**\* A T= 450°C**

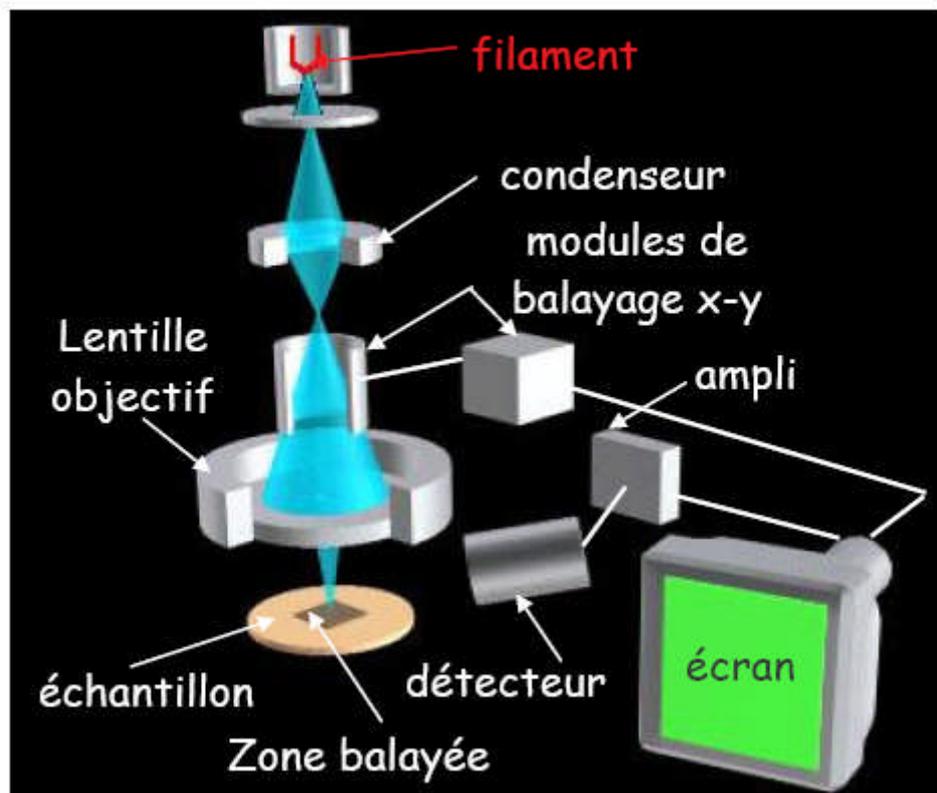
sigma	Ncroissant	i	P(N)	log10(sigma)	log10(-ln(1-p))
774,511615	215,177483	1	0,14285714	2,33279682	-0,812054556
579,323993	346,321156	2	0,28571429	2,53947902	-0,473050765
595,876107	579,323993	3	0,42857143	2,76292152	-0,252110042
346,321156	595,876107	4	0,57142857	2,77515597	-0,07196389
215,177483	774,511615	5	0,71428571	2,88902794	0,097868907
470	774,511615	6	0,85714286	2,88902794	0,289122783

Sigma pour P(0,5) 529,0245

## Annexe II :

### Principe de fonctionnement du microscope à balayage

Dans un MEB, un faisceau d'électrons primaires, d'un diamètre pouvant varier de quelques nanomètres à un micromètre environ est focalisé sur l'échantillon à l'aide de lentilles électromagnétiques. L'intensité des électrons réémis dépend de l'orientation et de la composition de la surface. Ces électrons sont collectés par un détecteur et le signal est amplifié. Des bobines de balayage permettent au faisceau incident de couvrir ligne par ligne. Le MEB est 100fois supérieure à celle d'un microscope optique ce qui permet d'obtenir des surfaces présentant des reliefs, telles que les surfaces de rupture.



**Figure A** : représentation schématique du microscope Electronique à Balayage

## Annexe III :

### Principe de fonctionnement des colliers chauffants

Les colliers chauffants sont destinés au chauffage par conduction de pièces cylindriques. Utilisés dans de nombreux processus de fabrication tels que l'injection, l'extrusion, moulage... ou application spécifique comme le chauffage de cuve, on les retrouve dans de nombreux secteurs d'activité tant plasturgie, automobile, chimie, alimentaire...

Fabriqués avec des isolateurs mica ou céramique, des circuits blindés nus ou surmoulés aluminium, ils peuvent aussi être étanches ou équipés d'un calorifuge.

Dans notre étude on a utilisée un **Collier étanche (de buse)** de diamètre (38 mm) et de longueur ( $l=50\text{mm}$ ) et à une température de chauffage qui peut atteindre  $T=520^{\circ}\text{C}$  (figure 5).



**Figure 5** : représentation schématique d'un collier chauffant

Le collier chauffant est relié à un régulateur de température équipé d'un thermocouple.