

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : Génie Mécanique

OPTION : Construction

THESE DE DOCTORAT D'ETAT

Intitulée :

**ETUDE VISCOELASTIQUE D'UN COMPOSITE
THERMOPLASTIQUE**

PRESENTEE PAR: *HADID MOHAMED*

Le 22 Mars 2005

Devant le jury :

Président	: Mr. N. MESRATI	Pr. ENP
Rapporteur	: Mr. S. RECHAK	Pr. ENP
Examineur	: Mr. S. LEBAILI	Pr. USTHB
	Mr. B. NECIB	Pr. U. Constantine
	Mr. M.A.. BELOUHRANI	MC. EMP
Invité	: Mr. M. OUADJAOUT	Dr. CC. ENP

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à mon encadreur pour sa patience, son support scientifique et pour ces encouragements.

J'adresse mes remerciements à messieurs

Pr. S. LEBAILI

Pr. B. NECIB

Pr. M.A. BELOUHRANI

pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie également Monsieur le Professeur N. MESRATI pour avoir accepté de présider ce jury.

Mes remerciements s'adressent également :

A messieurs Pr. J.F. Agassant et Dr. M. Vincent du centre de mise en forme des matériaux. CNRS Sophia antipolis. France

A monsieur Pr. J.P. Trotignon du département de mécanique de l'école des mines de Paris.

A Monsieur Bo Fisa. Du département de génie mécanique de Montréal. Canada

A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

A notre prophète Aalih Essalem,

A mes parents,

A mon épouse,

A mes enfants,

A ma famille,

A tous mes amis,

A tous les musulmans croyants.

SOMMAIRE

Le procédé de moulage par injection produit des pièces en composite dans lesquelles l'orientation des fibres sur l'épaisseur est fortement anisotropique.

Un moule est conçu, exploitant l'effet orientant de l'écoulement élongationnel sur les fibres en suspension lors de l'écoulement. Une meilleure orientation est obtenue, confirmée par des observations microscopiques et par des essais mécaniques qui montrent une amélioration de rigidité de plus de 40%.

Les composites thermoplastiques étudiés sont le polyamide 66 renforcé à 43% en masse et le polypropylène renforcé à 40% en masse de fibres de verre moulé par injection.

Une modélisation du comportement en fluage du composite est entreprise, le mode de sollicitation étant la flexion. Une approche empirique est utilisée pour dégager un modèle de fluage. Le modèle développé est fortement sensible à la contrainte appliquée indiquant la forte non-linéarité dans le comportement des matériaux. La confrontation entre la déformation réelle et le modèle donne une parfaite corrélation. Par ailleurs, et pour prédire le fluage à très long terme, le principe de superposition contrainte/temps est utilisé. Avec ce principe et en exploitant le modèle développé, la courbe maîtresse est construite, cette dernière confirme la forte non-linéarité du fluage en flexion du composite thermoplastique et met en évidence le fluage tertiaire à très long terme.

Mots clé : composite, thermoplastiques, viscoélasticité, fluage, superposition, orientation des fibres.

الخلاصة

يُعدُّ الشكل بالنفث من أهم أساليب تصنيع القطع من البلاستيك (اللداين) الحاف او من البلاستيك المعززة بجزيئات التعزيز. في الحالة الأخيرة، القطع المنتجة تكون غير متجانسة بحيث أن الجزيئات تتبعثر و تتخذ لها اتجاهات معينة و مختلفة في القطعة الواحدة، وذلك نتيجة لانسياب المعقد للبلاستيك الذائب داخل القالب. المواد المدروسة في هذا العمل هو البولي-أميد 66 (polyamide 66) (نيلون) المعزز بـ 43% وزنا و البولي-بريبلان (le polypropylène) المعزز بـ 43% وزنا بشعيرات زجاجية والمشكل بالنفث. للحصول على انتظام وتمائل في اتجاه الشعيرات الزجاجية قصد الحصول على عينات يمكن اعتبارها متجانسة و من ثمة يسهل التعامل معها ودراسة خصائصها. أستعين بقالب له شكل يستغل خصائص الانسياب التمزيري و الانسياب التسارعي للبلاستيك الذائب ليوجه الشعيرات المعززة. حُقِّق بفضل هذه التقنية تحسين ظاهر في الخصائص الميكانيكية والذي بلغ 40%، كما تم التحقق من هذا التحسن في التوجيه عن طريق الملاحظات المجهرية. لقد تناولت هذه الدراسة التصرف اللزوجي المرن (comportement viscoélastique) و بالذات التشوه الناتج عن الكريب (fluage) حيث تم تطوير نموذج لهذه الخاصية. حالة الشحن المدوس هو التقويس الثلاثي الارتكاز (la flexion trois points). النموذج المتحصل عليه يتميز بأنه جد حساس لمستوى قوة الشحن مبرزا تصرفا غير خطي حاد. المواجه بين التشوه الحقيقي للعينة و نتائج النموذج المطور تعطي توافق ممتاز. من جهة أخرى للتنبأ بالكريب على المدى البعيد، طبق مبدأ تراكب الاجهاد مع الزمن. بهذا المبدأ و باستغلال النموذج التجريبي المطور، تم انشاء المنحنى الرئيسي الذي يعطي الكريب على المدى الجد بعيد. هذا المنحنى الرئيسي دعم الصفة الغير خطية الحادة لكريب النيلون المعزز و أبرز وجود الكريب الثالثي.

كلمات مفتاح : مواد مركبة، ثارموبلاستيك، التصرف اللزوجي المرن، الكريب، تراكب الاجهاد مع الزمن

ABSTRACT

Injection molded objects made from fiber reinforced thermoplastics exhibit strong anisotropy due to flow generated fiber orientation. Moreover, short fiber reinforced thermoplastics are viscoelastic. Few published data concerning this aspect are available.

Materials investigated in this study are neat polyamide 6,6 and 43(wt) % glass fiber reinforced polyamide 6,6 and 40(wt) % glass fiber reinforced polypropylene.

We have designed and built a mold in which elongationnal flow forces fibers to be parallel to the flow. Unidirectional fiber orientation is obtained.

Microscopic observations indicate that an important improvement in fiber orientation has been obtained. Mechanical characterization has revealed important improvement in the modulus of about 40% in comparison with conventional specimens.

The goal of this study, is a viscoelastic characterization of the reinforced thermoplastics composites using creep tests. An empirical approach is used herein to develop a viscoelastic model based on a simple power law with stress dependent parameters. The proposed model demonstrates high stress sensitivity and agrees with experimental data over a wide range of applied stress.

In manner analogues to the time-temperature superposition principle, the stress-time superposition principle approach is used to predict long-term material creep behavior without extensive laboratory test time. The empirical model is used to construct the creep master curve. Excellent superposition of curves is obtained and, at long-term, an important curvature in the master curve is registered.

Keywords : composite, themoplastic, viscoelasticity, creep, superposition, fiber-orientation

TABLE DES MATIERES

Remerciements	ii
Dédicace	iii
Sommaire	iv
الخلاصة	v
Abstract	vi
Table des matières	vii
Liste des figures	xi
Liste des tableaux	xiv
Liste des symboles	xv
Introduction	1

PARTIE 1 :

Description et comportement viscoélastiques des thermoplastiques.

Chapitre I COMPOSITE THERMOPLASTIQUE A FIBRE COURTE

1.1	Généralités	5
1.1.1	Les polymères (les matériaux plastiques)	5
1.1.1.1	Les thermodurcissables	6
1.1.1.2	Les thermoplastiques	6
1.1.1.3	Élastomères (caoutchouc)	6
1.1.2	Cristallisation des polymères	7
1.1.3	Le polyamide 66	8
1.1.5	Les renforts	10
1.1.6	Le moulage par injection	10
1.2	Orientation des particules de renfort (en suspension) dans un polymère fondu en écoulement	12
1.2.1	Suspension des particules dans le polymère fondu	12
1.2.2	Écoulement des suspensions	13
1.1.2.1	Écoulement de cisaillement	13

1.2.2.2	Écoulement élongationnel	15
1.3	Orientation des fibres dans les pièces moulées par injection	18
1.3.1	Mécanisme d'orientation des fibres	18
1.3.2	Fonction d'orientation	21
1.4	Mécanisme de transfert de charge dans les composite à fibres courtes	22
1.4.1	Longueur critique d'une fibre	22
1.4.2	La loi des mélanges	23

Chapitre II LA DEFORMATION ET SES MECANISMES DANS LES THERMOPLASTIQUES

2.1	La déformation dans les polymères	27
2.1.1	Origine thermodynamique de la déformation	27
2.1.2	La déformation des polymères à l'échelle atomique	30
2.1.3	Déformation plastique et viscoélastique des thermoplastiques :	32
2.1.3.1	Mécanisme de déformation plastique des thermoplastiques	32
2.1.3.2	Comportement viscoélastique des thermoplastiques :	33

Chapitre III PRÉSENTATION BIBLIOGRAPHIQUE DES ÉTUDES RÉALISÉES SUR LA VISCOÉLASTICITÉ

3.1	Comportement non linéaire en fluage sous un chargement constant	34
3.2	Modélisation de la réponse viscoélastique pour un chargement variable au court du temps :	43
3.2.1	Principe de superposition de Boltzmann	43
3.2.2	Description phénoménologique de la viscoélasticité en terme de spectres de retard et de relaxation	46
3.3	Comportement viscoélastique non linéaire pour une histoire mécanique complexe	47

PARTIE 2 :
Étude expérimentale.

Chapitre IV MISE EN FORME ET MORPHOLOGIE DES PIÈCES MOULÉES PAR INJECTION

4.1	Les matériaux utilisés	55
4.2	Le moule utilisé	55
4.2.1	Cavité type I:	56
4.2.2	Fondements et considérations dans la conception de la cavité	57
4.3	Orientation des fibres dans les plaques moulées	61
4.3.1	L'orientation dans les plaques type I	62
4.3.2	L'orientation dans les plaques II	63
4.3.3	Discussion	63

Chapitre V ESSAIS MÉCANIQUES À COURT TERME

5.1	Machine d'essai	66
5.2	Préparation, découpage et conditionnement des échantillons:	66
5.3	L'essai de traction	67
5.4	L'essai de flexion	70
5.4.1	Essai de flexion trois points	70
5.4.2	Courbes contrainte-déformation	71
5.4.3	Effet de la vitesse de déformation sur le module	72
5.5	Conclusion sur l'étude de l'orientation	75
5.6	Analyse viscoélastique des essais de flexion à plusieurs vitesses	76

Chapitre VI ESSAIS DE FLUAGE 81

6.1	Fluage du polyamide non-renforcé	83
6.2	Fluage du polyamide renforcé	85
6.3	Fluage du polypropylène renforcé	88
6.4	Courbes isochrones	89

PARTIE 3 :**Modèle proposé et principe de superposition**

Chapitre VII MODÈLE POUR LE FLUAGE DU POLYAMIDE RENFORCÉ DE FIBRES COURTES	91
Chapitre VIII LE PRINCIPE DE SUPERPOSITION TEMPS/CONTRAINTE	101
Chapitre IX LES SURFACES DE RUPTURE DU MATÉRIAU	108
CONCLUSION GENERALE	116
REFERENCES	119

LISTE DES FIGURES

Fig. 1.1.	Variation de la rigidité des thermoplastiques en fonction de la température	7
Fig. 1.2	Structure semi-cristalline des thermoplastiques.	8
Fig. 1.3.	Réaction donnant lieu à un polyamide.	9
Fig. 1.4	Schéma d'une presse à injection	12
Fig. 1.5	Écoulement élongationnel	15
Fig. 1.6	Écoulement dans un capillaire	17
Fig. 1.7	Entrée dans un convergent	17
Fig. 1.8	Effet de la paroi sur l'orientation des fibres dans un écoulement élongationnel	18
Fig. 1.9	Orientation peau/cœur dans les thermoplastiques moulés par injection	19
Fig. 1.10	Champ de vitesse dans l'entrefer d'un moule (Selon Tadmor (28))	20
Fig. 1.11.	Transfert de la charge de la matrice à la fibre.	22
Fig. 1.12	Modèle de Cox	24
Fig. 1.13	Les valeurs du coefficient de Krenchel, η_0 pour quelques arrangements de fibres	26
Fig. 3.1	Courbe de fluage type, faisant apparaître trois stades.	35
Fig. 3.2	Élément de Maxwell	44
Fig. 3.3	Élément de Kelvin-Voigt	44
Fig. 3.4	Principe de superposition de Boltzmann.	45
Fig. 3.5	Différence entre la configuration CIS et TRANS.	49
Fig. 4.1	Plaque type I	57
Fig. 4.2	L'effet de l'angle d'entrée sur l'angle de sortie d'une fibre pour un taux de convergence A/A_0 (Eq 4.1)	58
Fig. 4.3	Effet du taux de convergence sur la fonction de Hermans	59
Fig. 4.4	Effet du taux de convergence sur le coefficient de Krenchel	59
Fig. 4.5	Photo de la pièce (type II)	60
Fig. 4.6	Cavité convergente (type II)	60

Fig. 4.7	Plans de coupes pour les observations microscopiques	62
Fig. 4.8	Orientation des fibres dans les plaques de type I	64
Fig. 4.9	Orientation des fibres dans les plaques de type II	64
Fig. 5.1	Découpe des éprouvettes	67
Fig. 5.2	Courbes de traction comparatives du PA 66 + 43% FV à 23 °C	68
Fig. 5.3	Essai de flexion	70
Fig. 5.4	Courbes contrainte-déformation en flexion PA 66 + 43% FV	71
Fig. 5.5	Effet de la vitesse de déformation sur le module en flexion	73
Fig. 5.6	Effet de la vitesse de déformation sur le module du polymère vierge	75
Fig. 5.7	Module de flexion en fonction du temps (Polymère renforcé)	78
Fig. 5.8	Module de flexion en fonction du temps (polymère vierge)	80
Fig. 6.1	Courbes de fluage du polyamide vierge à T=23 °C	84
Fig. 6.2	Courbes de fluage pour les plaques de type II	86
Fig. 6.3	Représentation du fluage réel par la loi de puissance. Log-Log.	86
Fig. 6.4	Courbes de fluage pour les plaques de type I	87
Fig. 6.5	Représentation du fluage par la loi de puissance pour les plaques de type I.	87
Fig. 6.6	Courbes de fluage du polypropylène renforcé	88
Fig. 6.7	Fluage de 24 heures pour le PP renforcé avec une contrainte de 36.7 Mpa	88
Fig. 6.8	Courbes isochrones pour les éprouvettes de type II	89
Fig. 6.9	Courbes isochrones comparative entre Type I et Type II	90
Fig. 7.1	Variation du coefficient de la loi de puissance en fonction de la contrainte, éprouvette type II	92
Fig. 7.2	Variation de l'indice de la loi de puissance en fonction de la contrainte, éprouvette de type II	94
Fig. 7.3	Confrontation entre le modèle et les résultats expérimentaux de fluage	97
Fig. 7.4	Variation du coefficient de la loi de puissance avec la contrainte de fluage, éprouvette type I	99
Fig. 7.5	Variation du coefficient de la loi de puissance pour le PP renforcé	99

Fig. 7.6	Variation de l'indice de la loi de puissance en fonction de la contrainte, éprouvette de type I	100
Fig. 7.7	Variation de l'indice de la loi de puissance pour le PP renforcé	100
Fig. 8.1	Construction de la courbe maîtresse.	102
Fig. 8.2	Courbe maîtresse pour la contrainte 69 Mpa	104
Fig. 8.3	Évolution du facteur de glissement en fonction de la contrainte	105
Fig. 8.4	Temps de rupture en fluage en fonction de la contrainte appliquée	105
Fig. 8.5	Courbe maîtresse pour le PP renforcé pour la contrainte 36.7 Mpa	106
Fig. 8.6	Confrontation entre le fluage mesuré et prédit par la superposition contrainte/temps	107
Fig. 9.1	Type de rupture T	109
Fig. 9.2	type de rupture L	109
Fig. 9.3	Surfaces de rupture des échantillons du type I	110
Fig. 9.4	Surfaces de rupture des échantillons du type II	111
Fig. 9.5	Surfaces de rupture au centre des échantillons du type I et II	112
Fig. 9.6	État des contraintes dans des essais de flexion et de traction	113
Fig. 9.7	Effet de la contrainte appliquée sur l'état de l'interface fibre-matrice.	114

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3.1	Variation des paramètres de la loi de puissance en fonction de la Contrainte pour un PP renforcé par de fibre de verre.	40
Tableau 4.1	Caractéristiques du Polyamide 6,6 selon le fournisseur.	56
Tableau 5.1	Module de traction mesuré pour les éprouvette de type I et II.	69
Tableau 5.2	Module de flexion mesuré pour les éprouvette de type I et II.	72
Tableau 5.3	Valeurs des constantes C_1 et C_2 de l'équation 5.2	73
Tableau 5.4	Variation du module en fonction de la vitesse pour le polyamide non-renforcé	74
Tableau 5.5	Valeurs des constantes n et C de l'équation	78
Tableau 6.1	Paramètres de la loi de puissance pour le polyamide non-renforcé	84
Tableau 7.1-	Les valeurs des paramètres de la loi de puissance pour le polymère renforcé.	92
Tableau 7.2	Valeurs des constantes du modèle de fluage	95
Tableau 7.3	Les différentes valeurs des paramètres de la loi de puissance pour les trois composites.	100

LISTE DES SYMBOLES

A	section
A_0	section initiale
a, b, c, e	constantes du modèle de fluage
a_{\max}, a_{\min}	dimensions d'une particule
a_n	proportion des fibres orientées à l'angle Θ
a_σ	facteur de glissement en contrainte
a_T	facteur de glissement en température
β	constante
C_0, C_1, C_2	constantes
d	épaisseur de la poutre
D	déflexion de l'éprouvette
E_0	module instantané
E_c	module du composite
E_b	module tangent en flexion
$E_{b,m}$	module tangent en flexion de la matrice
E_f	module élastique de la fibre
E_m	module de la matrice
E_{strain}	module du composite à une vitesse de déformation constante
E_t	module de traction
$E(t)$	module de fluage
E_1, E_2	module des ressorts
ε	déformation
ε_0	déformation initiale
ε_m	déformation du polymère
$\varepsilon(t)$	déformation de fluage
$\dot{\varepsilon}$	taux de déformation
F	la charge

F_r	force de rétraction
$F_{r,e}$	force de rétraction entropique
$F_{r,i}$	force de rétraction enthalpique
f_p	fonction de Hermans
Φ	concentration des fibres
ψ_0, ψ_1	l'angle entre la fibre et l'axe de l'écoulement local, à l'entrée et la sortie resp.
$g_0, g_1, g_2,$	fonction de la non linéarité du matériau
G_m	module du cisaillement de la matrice
Γ	fonction gamma
$\dot{\gamma}$	taux de cisaillement
h	l'espacement latéral moyen entre une particule et sa voisine
$H(t)$	fonction du spectre de temps
I	indice de sommation
$J(t)$	la souplesse du matériau
J_0	la souplesse initiale
ΔJ	la souplesse de transition
k	constante de proportionnalité
k_1, k_2	constantes pour le facteur de glissement
k_3, k_4	constantes pour le temps de rupture
K_E	facteur d'efficacité total du renforcement
L	distance entre appuis
$L()$	fonction de Laplace
l	longueur de la poutre
l_c	longueur critique d'une fibre
m	pente de la courbe charge-déflexion
μ	fonction du rapport de forme
n	indice de la loi de puissance
n'	constante
η	viscosité

η_c	viscosité intrinsèque
η_0	facteur d'efficacité d'orientation
η_l	fonction d'efficacité de la longueur de la fibre
p	rapport de forme d'une particule en suspension
Q, q	chaleur
r	le rayon d'une fibre
r_0	coefficient de la loi de puissance
$\rho()$	densité
S	entropie
s	variable de Laplace
σ	contrainte
σ_c	contrainte dans le composite
σ_f	contrainte dans la fibre
σ_m	contrainte dans la matrice
σ_{\max}	valeur de la contrainte maximale à la fibre externe
t, t'	temps
T, T_1, T_2	température
Tr	coupe transverse
t_p	période de rotation d'une particule
τ	constante de temps
τ_y	contrainte de cisaillement à l'interface
Θ	angle d'orientation de la fibre
U	énergie interne
μ	fonction de forme pour les fibres
V	volume
v_f	fraction volumique du renfort
v_f^{\max}	l'entassement maximal
W	largeur de la poutre

INTRODUCTION

La relation dialectique entre la production de nouveaux matériaux et l'avancé technologique n'a jamais été aussi intense dans l'histoire de l'homme. En effet, de nouvelles technologies imposent l'utilisation de nouveaux matériaux, ces derniers posent à leur tour des défis quant à leur mise en œuvre et leur caractérisation. L'idée centrale est toujours de maîtriser et d'optimiser au maximum les caractéristiques et les performances de ces matériaux, car souvent il y a une compétition entre les différentes propriétés d'un matériau.

La conception d'un matériau composite trouve sa justification et son utilité dans l'association de deux matériaux de caractéristiques complètement et essentiellement différentes qui donne un nouveau matériau avec de nouvelles caractéristiques.

L'association entre ces deux types de matériaux permet donc de répondre à des besoins technologiques dont les matériaux « conventionnel » ne pouvait pas satisfaire. Il reste que cette démarche impose ces défis, entre autre la mise en œuvre et la caractérisation de ces matériaux. Il est évident qu'un matériau dont le comportement n'est pas maîtrisé, donc sans loi de comportement, est d'utilisation n'est ni efficace ni sûre.

Dans un composite thermoplastique, Le renfort est un matériau inorganique dont les propriétés mécaniques sont excellentes mais qui représente une forte fragilité. Cependant, la matrice est une matière organique (un polymère) représente la masse continue dans laquelle est dispersé le renfort. Les matières organiques ont dans l'ensemble des rigidités très médiocre mais ils sont extrêmement ductiles et facilement modelable.

En pratique, il existe plusieurs types de matériaux composites renforcés. Leur mise en œuvre sont très diverses et par conséquent leurs structures et caractéristiques sont très variées. Nous allons nous intéresser à un composite produit par le procédé de moulage par injection.

Le moulage par injection se fait sur une presse à injection en deux étapes : La plastification de la matière dans l'unité d'injection suivie du formage de la pièce dans un moule froid. Lors du remplissage du moule par le polymère fondu un écoulement très complexe se développe. Ce dernier dépend étroitement de la rhéologie du matériau et de la géométrie du moule. Les pièces obtenues par ce procédé ont une structure anisotrope (hétérogène) à travers l'épaisseur ainsi que d'un endroit à un autre de la pièce. Les fibres de verre se trouvent dispersées avec une orientation variable dans la matrice polymérique. Il est généralement admis que dans la peau l'orientation coïncide avec la direction de l'écoulement. Par contre, les couches internes (cœur) ont une orientation essentiellement transversale. Cette structure peau/cœur rend difficile la caractérisation et l'interprétation du comportement mécanique de ces matériaux.

Le comportement mécanique des matériaux peut être compris dans un intervalle allant d'un comportement parfaitement élastique comme un ressort élastique, et un comportement parfaitement visqueux comme un amortisseur de viscosité donnée. Le comportement de n'importe quel matériau se situe entre ces deux cas limites et est fonction des sollicitations imposées et de la température de service.

A des hautes températures, au-delà de $0.4.T_m$ (T_m est la température de fusion), le caractère visqueux devient de plus en plus important dans la réponse du matériau, on parle donc de comportement viscoélastique. En imposant à un matériau une sollicitation quelconque, il ne réagit pas instantanément mais sa réponse dépend du temps. Vu que les polymères ont une température de fusion relativement basse, à leur température d'utilisation déjà, ils sont relativement proche de la fusion et ont donc par conséquent un comportement viscoélastique important. Ce caractère viscoélastique peut se manifester dans la réponse du matériau pour une sollicitation dynamique ou statique. La loi de comportement, donc la relation entre la contrainte et la déformation du matériau inclut le paramètre temps.

La littérature traitant la viscoélasticité des polymères trouve que les théories linéaires sont très limitées et ne suffisent pas à représenter dans la majorité des cas la réponse réelle du matériau. Cette tâche ne peut être que plus ardue pour les composites qui sont constitués par plusieurs phases à savoir : La matrice, le renfort et l'interface. De plus, les formulations théoriques de la viscoélasticité non linéaire sont très complexes d'une part, et les travaux réalisés sur des composites sont relativement très rares d'autre

part. Dans beaucoup de cas des approches empiriques sont utilisés pour proposer des modèles de comportement et surmonter les complexités rencontrées dans les formulations théoriques.

Pour réaliser une caractérisation viscoélastique, plusieurs essais sont possibles. Le choix est porté sur le fluage qui est un essai statique et qui consiste à suivre l'évolution de la déformation au cours du temps d'un matériau sous un chargement constant.

Il faut mentionner que chaque type de sollicitation engendre un champ de contrainte dans le matériau, ce champ influe la réponse enregistrée du matériau. Dans ce travail, le choix est porté sur la flexion trois points qui donne lieu à un champ de contrainte non uniforme dans le matériau. La traction par exemple permet d'avoir une contrainte uniforme sur toute la section d'une éprouvette. Mais en pratique, dans la quasi-majorité des cas, c'est la flexion qui est rencontré dans les structures. De plus, on ne peut pas prédire le comportement en flexion par un essai de traction ou de compression pour plusieurs considérations.

En définitif, il est question d'analyser l'influence de l'écoulement lors du remplissage du moule sur la morphologie de la pièce moulée par injection. Par la suite, produire une orientation unidirectionnelle dans le composite thermoplastique. Cette orientation sera évaluée qualitativement par des observations microscopiques et quantitativement par les essais mécaniques. Ensuite, une caractérisation mécanique suivra pour proposer un modèle viscoélastique pour prédire le comportement du composite en fluage. Il est montré l'influence de la structure du matériau sur le comportement mécanique. L'approche dans la modélisation est de nature empirique et le modèle en question confirme le fort caractère non linéaire en fluage des composites étudiés. L'essai de fluage nécessite un temps laboratoire très important, et peut être très difficile à réaliser ou très onéreux. Il est pertinent d'utiliser des techniques de superposition qui permettent de réduire le temps requis pour le test mais en même temps prédire la déformation à long terme.

Les matériaux étudiés sont le polyamide 66 renforcé à 43% en masse et le polypropylène renforcé à 40% en masse, en plus du polyamide 66 vierge.

L'organisation du présent travail propose trois parties :

La première partie comporte trois chapitres. Le premier chapitre traite essentiellement : quelques généralités, les différents aspects qui lient et expliquent la

relation entre la mise en œuvre (l'écoulement) et la structure obtenue du composite moulé par injection ainsi que l'orientation dans ces composites. Il est passé en revue la littérature traitant du problème de l'orientation des fibres et les théories applicables aux composites à fibres courtes.

Le deuxième chapitre présente et explique les considérations théoriques et la spécificité de la nature de la déformation dans les matériaux polymériques.

Le troisième chapitre qui est une étude bibliographique englobe une présentation de l'état de l'art du problème de la viscoélasticité. Les différents modèles proposés par la littérature sont mis en relief par un survol historique des travaux traitant de la viscoélasticité. Les différentes tentatives pour la modélisation du comportement viscoélastique mettent l'accent sur l'enjeu de ce problème et sur sa complexité, et par là même, la rareté des travaux réalisés sur des composites moulés par injection.

La deuxième partie présente l'étude expérimentale qui est divisée aussi en trois chapitres (4,5 et 6).

Dans le quatrième chapitre est présentée l'influence de la mise en œuvre sur l'orientation, une évaluation de la morphologie (l'orientation des fibres) du composite obtenu est réalisée par des observations microscopiques.

Le chapitre cinq passe en revue les résultats des essais mécaniques à court terme qui sont la traction et la flexion trois points. Ces essais permettent une évaluation quantitative de l'orientation obtenue des fibres d'une part et une analyse viscoélastique de ces essais d'autre part. Le chapitre six présente les résultats des essais de fluage.

La troisième et dernière partie comprend trois chapitres. Un chapitre est consacré au développement du modèle de fluage en flexion du composite à fibre courte. Dans le chapitre huit le modèle développé est utilisé avec le principe de superposition pour prédire le fluage à très long terme.

Le dernier chapitre montre la structure des éprouvettes rompues examinées à l'aide du microscope électronique.

Ce travail s'achève par une conclusion qui rassemble les principaux résultats de ce travail.

PARTIE 1 : Description et comportement viscoélastiques des thermoplastiques.

CHAPITRE I

COMPOSITE THERMOPLASTIQUE A FIBRE COURTE.

1.1 Généralités

1.1.1 Les polymères (les matériaux plastiques)

Le terme polymère désigne des macromolécules constituées par la répétition d'unité moléculaire de base. Cette unité étant le monomère. La réaction de synthèse de polymère à partir de monomère s'appelle polymérisation. La polymérisation peut être par condensation, obtenue par élimination de petites molécules telles que l'eau entre les unités de monomères ou par addition, obtenue par enchaînements successifs et répétés d'unités monomères.

Karl Zeigler [1] et Giulio Natta [2] ont reçu le prix Nobel pour les travaux de leurs groupes respectifs de recherche sur la stéréochimie de la polymérisation. Et depuis 1953, l'utilisation industrielle de la polymérisation ionique s'est développée très rapidement. Les chercheurs ont mis au point des catalyseurs permettant un contrôle stéréochimique de la polymérisation de monomères peu coûteux et facilement accessibles, tel que le propène.

Ces catalyseurs de type Ziegler et Natta sont préparés à partir d'un halogène de métal de transition et d'un agent réducteur et sont des initiateurs très actifs, dont le plus couramment utilisé est $\text{Al}(\text{Et})_3\text{TiCl}_4$. La croissance d'une chaîne se fait par insertion d'une molécule de monomère dans la liaison existante entre l'atome de métal et la chaîne en développement.

Les matériaux plastique peuvent être classés en trois grandes familles selon leurs structures, propriétés et caractéristiques.

1.1.1.1 Les thermodurcissables

Les plastiques thermodurcissables sont obtenus suite à une réaction chimique qui se produit entre les monomères, formant un réseau tridimensionnel de molécule. Dans ce cas, on ne peut pas parler de masse moléculaire, car la limite de la molécule peut être celle de la pièce même. Les thermodurcissables sont amorphes et infusibles. Toutes les liaisons dans les thermodurcissables sont fortes car il s'agit de réticulation entre chaînes. En augmentant la température, ces plastiques ne deviennent pas visqueux et gardent leur rigidité jusqu'à la dégradation ou la combustion.

1.1.1.2 Les thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des polymères obtenues par addition ou par condensation. Dans ce cas les macromolécules enchevêtrées ne sont liées entre elles que par des liaisons faibles de type van der Waals (ou ponts hydrogène). L'augmentation de la température de ces matériaux engendre leur fusion. Après refroidissement le matériau revient à son état initial. Ce comportement étant réversible, il permet la mise en forme et le recyclage des thermoplastiques.

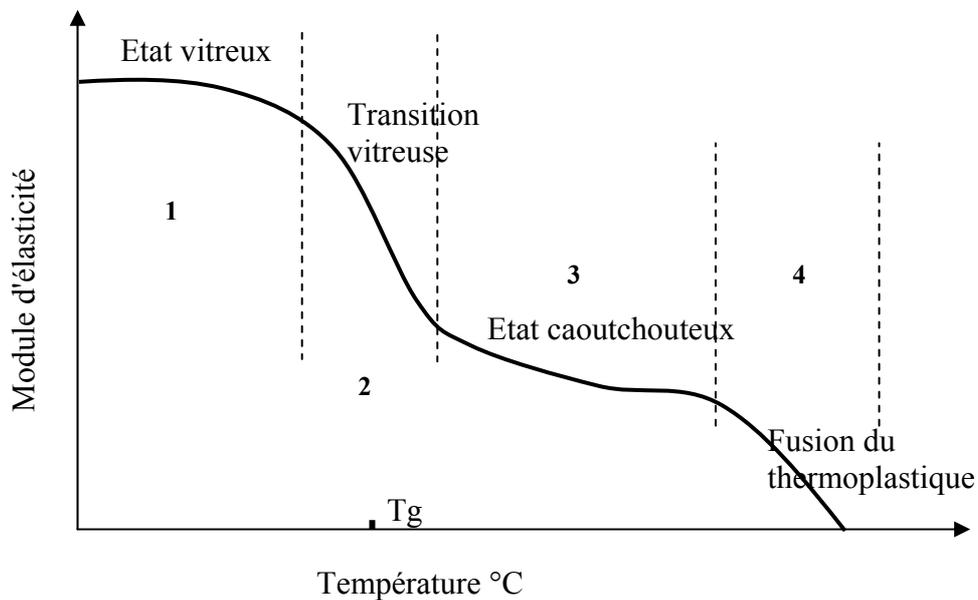
La figure 1.1. donne la variation type du module d'élasticité d'un thermoplastique en fonction de la température. A basse température (zone I), le mouvement des chaînes moléculaires est complètement figé et le polymère est à l'état vitreux dur et relativement fragile. A la température T_g se produit une transition vitreuse qui rend possible le mouvement des segments complets de chaînes à cause de l'agitation thermique. Le polymère passe d'un état vitreux à un état caoutchouteux. Il devient plus souple admettant de grande déformation, il se comporte comme un caoutchouc. Après la zone III (palier caoutchouteux), la rigidité du polymère s'effondre, et son comportement devient comme un liquide visqueux (c'est la fusion).

1.1.1.3 Elastomeres (caoutchouc)

Les élastomères forment une classe de matériaux très particulière avec un coefficient de poisson égale à 0.5, par conséquent, ils se déforment à volume constant. Ce

sont des polymères amorphes de haute masse moléculaire et à chaînes linéaires, et sont utilisés à une température supérieure à leur température de transition vitreuse (T_g). Le déplacement de leur chaînes les unes par rapport aux autres n'est limité que par une légère réticulation entre les chaînes. Leur déformation élastique en tension peut atteindre les 1000% et elle est complètement réversible.

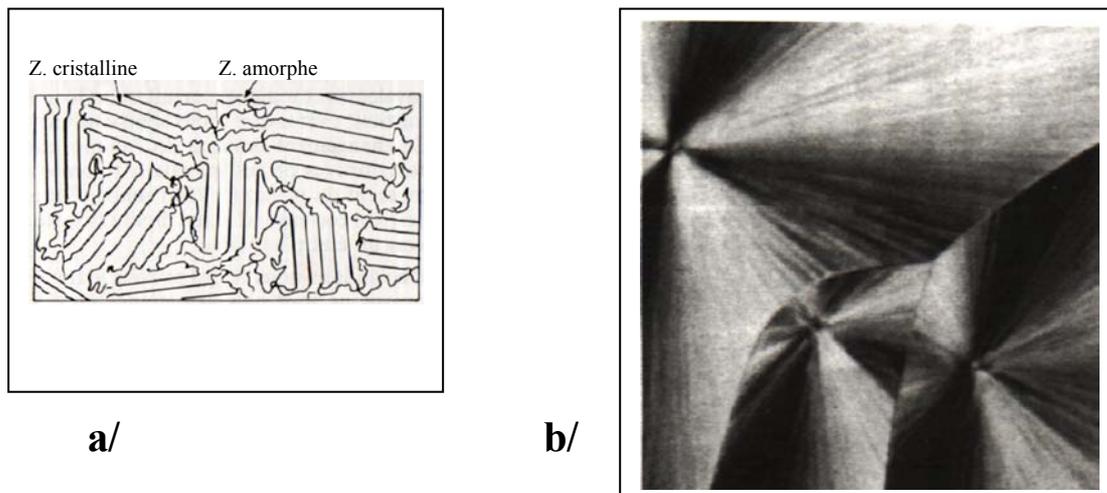
Fig. 1.1. Variation de la rigidité des thermoplastiques en fonction de la température.



1.1.2 Cristallisation des polymères

Un polymère peut être totalement amorphe ou partiellement cristallin, il est dit alors semi-cristallin. La figure 1.2 est une représentation schématique d'un polymère semi-cristallin. On dit semi-cristallin car on ne peut pas obtenir un polymère totalement cristallisé, le degré de cristallisation dépend d'une part de la structure et de la symétrie des chaînes par rapport à leur axe et d'autre part de l'absence de ramification importante ou de réticulation. Un polymère avec des ramifications ou avec des radicaux encombrants ne peut pas se cristalliser et reste amorphe.

Dans les zones cristallisées, les chaînes macromoléculaires se replient sur elles-mêmes pour donner naissance à des cristaux dont la forme géométrique extérieure peut refléter l'arrangement cristallin. L'axe des chaînes est perpendiculaire aux plaquettes et, puisque

Fig. 1.2 Structure semi-cristalline des thermoplastiques.

leur longueur est nettement supérieure à l'épaisseur de ces derniers, on en déduit que ces chaînes sont repliées sur elles-mêmes (figure 2.2.a). En général une chaîne ne prend pas fin dans la zone cristallisée, mais elle se prolonge dans les zones amorphes adjacentes et elle peut même aboutir dans des zones cristallisées voisines. A une échelle plus grande, on retrouve ces zones fortement cristallisées groupées souvent dans des sphérolites (figure 1.2.b), qui sont des globules inclus dans une matrice de structure amorphe.

1.1.3 Le polyamide 66

Ce matériau inventé par Carothers en 1938 est obtenu par la réaction de polymérisation impliquant l'acide adipique et la diamine de l'hexaméthylène en mélange équimoléculaire (figure 1.3). Le mélange est d'abord chauffé à une température de 270°C, sous une pression d'environ 10 atmosphères. Le produit obtenu est ensuite chauffé sous pression réduite pour éliminer les dernières traces d'eau. Le polymère fondu est extrudé sous forme de ruban qui est ultérieurement découpé en pastilles.

Le polyamide plus connu sous le nom de Nylon, est d'abord utilisé dans la fabrication des fibres synthétiques. Depuis une trentaine d'années il est devenu le plastique technique dont la production en volume est la plus importante. Annuellement, au États Unis sont produites 250000 tonnes. Des centaines de type renforcé de fibres de verre, de carbone et/ou chargés de minéraux tels que le talc, le mica ou la wallastonite sont disponibles sur le marché.

Parmi les secteurs d'applications industrielles, on peut citer :

- l'industrie automobile : réservoirs de radiateurs, ventilateurs, poignées d'inclinaison de siège, poignées de portes intérieures et extérieures, rétroviseur, etc.
- applications mécaniques : engrenages, pignons, plateau de pédalier de vélo, ...etc.
- l'électroménager : boîtiers de robots culinaires, éléments de structures, etc.

1.1.5 Les renforts

La rigidité intrinsèque des polymères à l'état vitreux (même à un taux de cristallinité élevé) est relativement basse, par rapport aux matériaux inorganiques. Ils ont, en général, en absence d'une orientation moléculaire prononcée, un module d'Young inférieur à 3.5 GPa.

Des particules inorganiques rigides peuvent être incorporées aux polymères, formant ainsi des composites. Le polymère constitue la matrice qui représente la phase continue, dans laquelle sont dispersées les particules de renfort qui peuvent avoir plusieurs formes (cylindrique, plaquettaire).

Les fibres de verre sont très largement utilisées comme renforts dans les polymères. Elles sont, soit continues (ou longues) soit discontinues (ou courtes). Elles sont produites par le tréfilage; de filaments fins de verre à l'état fondu. Ils sont tirés et refroidis très rapidement, à travers de petits orifices. Pour protéger la fibre de verre contre l'humidité et l'abrasion et pour augmenter son adhérence à la matrice, un traitement de surface (ensimage) est effectué. Il existe plusieurs types de fibres de verre, dont les types 'E' et 'S' sont les plus commercialisées. Le type E est le plus répandu et le moins coûteux. Cette fibre a un module de Young se situant entre 70 et 80 GPa.

1.1.6 Le moulage par injection

Le moulage par injection est un procédé largement utilisé pour la mise en forme des matériaux plastique avec ou sans renfort. Le moulage par injection se fait en deux étapes : Premièrement, la matière est plastifiée dans le pot d'injection. En second lieu, la

pièce est formée dans un moule froid, placé contre la buse qui est fixée sur la sortie du fourreau de la presse. Dans le cylindre d'injection, on trouve une vis similaire à une vis d'extrusion qui plastifie la matière. Cette vis opère aussi comme un piston, poussant la matière fondue à travers un orifice en bout de cylindre (la buse d'injection). Par ce dernier, elle passe du cylindre à la cavité du moule qui a la forme de la pièce désirée. Le moule s'ouvre quand la pièce est suffisamment rigide, pour pouvoir être éjectée. Une presse à injection comporte donc, un pot d'injection (cylindre), une vis d'injection, un dispositif de fermeture, une buse d'injection et un moule.

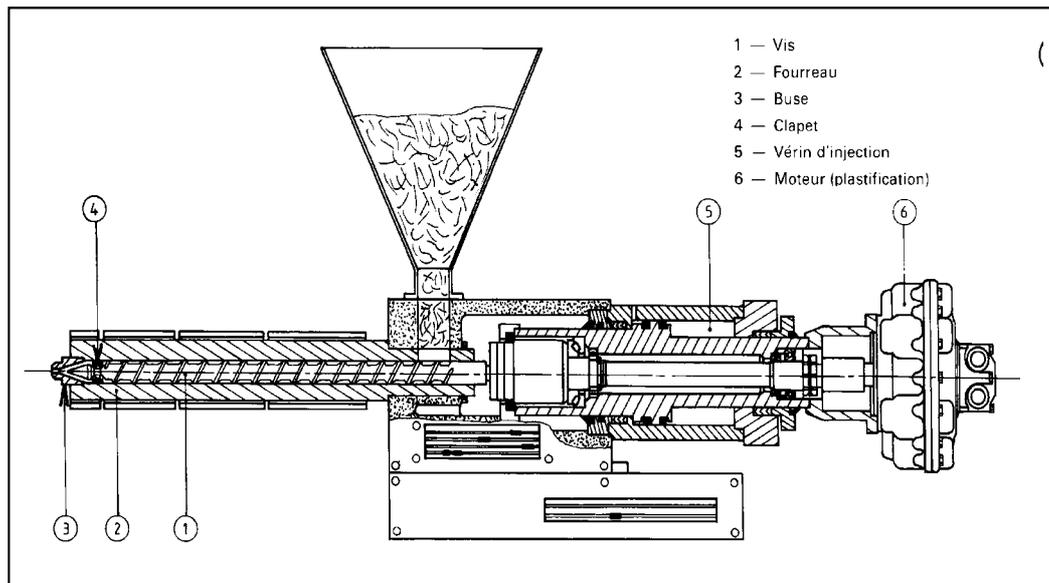
Le pot d'injection est de forme cylindrique en acier traité. Il est chauffé à une température supérieure à celle de ramollissement de la matière. La chaleur est produite par des colliers électriques chauffants entourant le cylindre. Ils sont à commandes indépendantes. Le contrôle de la température se fait par des thermocouples convenablement placés le long du pot. La cavité du cylindre doit être de l'ordre de dix fois le volume de la masse injecté à chaque cycle.

La plastification est assurée par une vis sans fin. La vis est mobile, elle est maintenue par un vérin hydraulique du côté opposé à l'injection. Elle est entraînée en rotation par un accouplement hydraulique. La vis fonctionne alternativement comme piston et comme vis de plastification.

A la fin d'une injection, la vis se trouve dans une position d'avance extrême. Le mouvement de recul s'amorce, il se crée une contre-pression qui pousse la matière vers l'avant tout en la plastifiant par la chaleur d'apport et par friction. Une fois le volume de matière à obtenir est atteint, la vis arrête de tourner. Le vérin hydraulique pousse la vis faisant fonction de piston, injectant la matière à travers la buse et les canaux d'injection. La pression doit être appliquée pendant toute la durée de l'injection et du refroidissement. La buse d'injection est placée à l'avant du pot d'injection. Elle comporte un canal conique facilitant le démoulage. Son design a un impact sur la qualité des pièces moulées. Elle doit présenter une longueur suffisante pour recevoir un collier chauffant distribuant uniformément la chaleur sur toute la surface.

Le moule, pour sa part, donne à la pièce sa forme finale. La matière lui arrive par un ou plusieurs canaux, alimentant la cavité du moule. Il reste verrouillé jusqu'à ce que la pièce soit suffisamment rigide, ensuite, il s'ouvre et la pièce est éjectée.

Fig. 1.4 Schéma d'une presse à injection



1.2 Orientation des particules de renfort (en suspension) dans un polymère fondu en écoulement

1.2.1 Suspension des particules dans le polymère fondu

Bibbo et al [3] ont divisé les suspensions des particules en trois catégories: diluées, semi-concentrées et concentrées. a_{\max} et a_{\min} sont les dimensions maximale et minimale d'une particule, h est l'espacement latéral moyen entre une particule et sa voisine la plus proche. Dans un système de fibres en suspension semi-concentrée ou concentrée ($h < a_{\max}$), une fibre ne peut pivoter librement sans en rencontrer une autre. La concentration maximale est atteinte lorsque h devient de l'ordre de grandeur de a_{\min} ; ainsi la suspension cesse d'être fluide, et son comportement devient celui d'un solide.

Une particule en suspension est définie par son rapport de forme p :

$$p = \frac{a_{\max}}{a_{\min}} \quad (1.1)$$

Pour une concentration donnée de fibres, l'espacement h dépend du rapport de forme p et de leur orientation.

Evans et al [4] ont rapporté que la fraction volumique maximale des fibres (v_f^{\max}) non orientées en suspension est approximativement inversement proportionnelle au rapport de forme des particules :

$$v_f^{\max} \approx k \cdot \frac{a_{\min}}{a_{\max}} \quad (1.2)$$

où a_{\max} Longueur des fibres
 a_{\min} Diamètre des fibres
 k Constante de proportionnalité

Cela veut dire qu'à partir d'une certaine longueur de fibre, la configuration aléatoire en trois dimensions est impossible et les fibres doivent développer un certain degré d'organisation et que les fibres plus courtes auront plus de liberté de mouvement.

1.2.2 Écoulement des suspensions

Pour comprendre l'origine des phénomènes d'orientation des fibres dans les pièces moulées par injection, nous devons considérer et suivre l'orientation des fibres dans les différents types d'écoulement simple lors du remplissage du moule. Il s'agit de l'écoulement de cisaillement et de l'écoulement élongationnel. Quelle est l'influence spécifique de ces écoulements sur l'orientation des fibres ?

1.1.2.1 Écoulement de cisaillement

L'exemple type de l'écoulement de cisaillement est celui de Couette (entre deux cylindres coaxiaux) ou de Poiseuille (entre deux plaques). Lors d'un écoulement de

cisaillement, les minces couches d'un fluide glissent les unes sur les autres. Ce glissement crée un gradient de vitesse et un taux de cisaillement perpendiculaire à l'écoulement. Ces gradients exercent des forces hydrodynamiques sur ces particules. Des fibres se trouvant dans ce champ subissent des pivotements périodiques avec une période de rotation t_p .

Jeffery [5] a prédit les propriétés rhéologiques d'un matériau à partir d'une description détaillée du comportement des éléments qui le composent. Il a fait les suppositions suivantes: le fluide est newtonien et les particules ont une forme sphérique. Goldsmith et Mason [6] ont poursuivi les travaux de Jeffery dans le cas de l'écoulement de cisaillement. Ils ont précisé que la rotation se fait à une vitesse qui dépend de l'angle d'orientation: plus l'orientation d'une fibre est proche de la direction de l'écoulement plus la vitesse de rotation sera faible et vice versa. La période de rotation est donnée par l'équation:

$$t_p = \frac{2 \cdot \pi \cdot (p + p^{-1})}{\dot{\gamma}} \quad (1.3)$$

où $\dot{\gamma}$ représente le taux de cisaillement.

Ils ont de plus observé le mouvement de rotation d'une fibre à l'aide d'un appareil de Couette à cylindres contrarotatifs. Pour faire coïncider les résultats expérimentaux avec les résultats issus des calculs théoriques, il a fallu remplacer, dans l'expression de la période (Eq 1.3) le rapport de forme réel par un rapport de forme hypothétique issu de l'expérience. Cet écart a été expliqué par le fait qu'une fibre n'a pas une forme sphéroïdale (forme utilisée pour élaborer le modèle).

D'autre part, Maeda et al [7] ont suivi par des caméras mobiles des particules dans leurs mouvements dans un fluide newtonien avec une suspension diluée. Ils sont parvenus à mesurer expérimentalement t_p . Leurs mesures correspondaient aux valeurs calculées.

Les polymères étant des fluides non-newtoniens, le comportement de leurs suspensions est plus complexe à cause du champ de cisaillement et de l'interaction des particules [8], ce qui ne s'accorde pas avec les suppositions de Jeffery. Toutefois, même

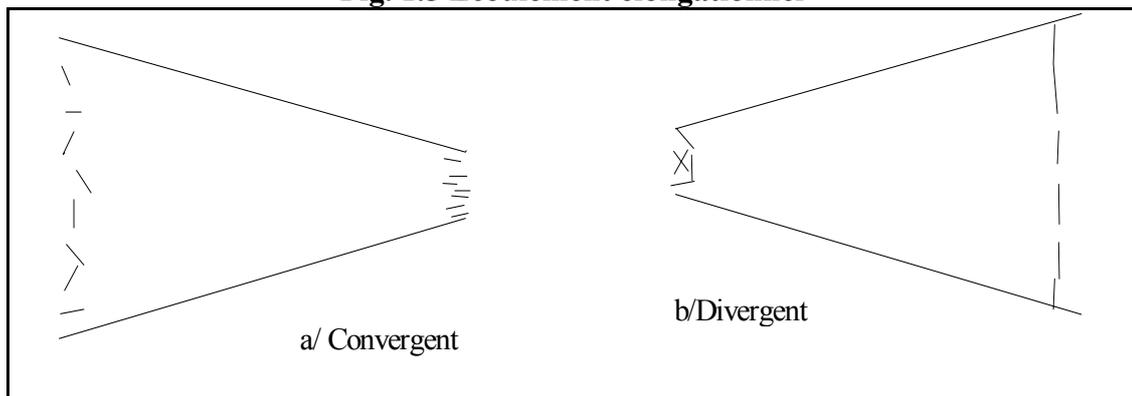
pour les polymères (fluide non newtonien) à suspension diluée, selon certains chercheurs[6,7], lors de l'écoulement, les fibres ont une orientation principalement parallèle au sens de l'écoulement. Elles pivotent en intermittence et rapidement de 180° .

1.2.2.2 Écoulement élongationnel

L'écoulement élongationnel est obtenu dans des entrefers à section variable. L'élongation est positive dans un écoulement convergent (figure 1.5-a), et négative dans un écoulement divergent (figure 1.5-b). L'écoulement du fluide s'y trouve accéléré ou retardé respectivement. Le taux et le gradient d'élongation sont alors dans la direction de l'écoulement. Le taux d'élongation est maximal au centre de la section. Ce type d'écoulement est irrotationnel, par conséquent les fibres prennent une orientation stable (figure 1.5), et s'alignent avec le vecteur contrainte [7,9,10].

Avec une orientation initiale arbitraire, les fibres passent par une période de réarrangement sous l'effet du champ d'élongation. Pour des systèmes hautement chargés, cela peut se faire avec des contraintes importantes déformant les particules. Ceci a été observé dans le polyéthylène de haute densité chargé de mica [11] et dans le polypropylène renforcé par des fibres de verre [12].

Fig. 1.5 Ecoulement élongationnel



Goettler [13] et Crowson et al [14] ont étudié l'orientation à l'entrée d'un capillaire dont la section converge brusquement. Ils ont constaté que les fibres commencent à s'orienter avant l'entrée du capillaire. L'expérience décrite par Crowson et al [14] est réalisée avec un polypropylène fondu contenant des fibres de verre. Ils ont observé le mouvement des fibres pendant l'écoulement successivement dans un capillaire A, puis une plaque rectangulaire B et enfin dans un autre capillaire C (figure 1.6).

Dans le premier capillaire (Figure 1.6-A), les fibres sont le plus souvent alignées dans la direction de l'écoulement, mais elles peuvent subir des rotations de 180° (sous l'effet de l'écoulement de cisaillement). En aval du deuxième capillaire (figure 1.6-B), le fluide s'écoule dans une section plus large. Les fibres subissent alors une rotation de 90° et s'orientent très rapidement, perpendiculairement à la direction de l'écoulement. Trois centimètres avant l'entrée du deuxième capillaire (figure 1.6-C), les fibres se réorientent dans la direction de l'écoulement (sous l'effet de l'écoulement convergent).

Bright et al [15] et Akay [16] ont trouvé que dans la carotte d'un moule (où l'écoulement est divergent), les fibres sont parallèles à l'écoulement dans la zone de peau et plus ou moins perpendiculaires dans la zone de cœur. Notons que la section de la carotte augmente et que ce phénomène peut être attribué à une combinaison de l'écoulement de cisaillement dans la peau et de l'écoulement divergent dans le centre de la carotte.

Dans des zones convergentes avec différents types de fluides, Murty et Modlen [17] travaillant avec du sirop de maïs (newtonien), Nicodemo et al [18] (solution aqueuse du poly(acrylamide)) et Lee et Goerge [19] (résine époxy) ont démontré que les fibres s'orientent dans la direction de l'écoulement. L'orientation commence généralement avant le début de la zone de convergence (figure 1.7).

En considérant un écoulement dans un cône, Harris et Pittman [20] ont trouvé une expression pour une suspension de particules dans un fluide newtonien, cette expression prédise l'alignement des fibres qui dépend des positions initiale et finale de la particule (c'est-à-dire du taux de convergence de la section), mais elle est indépendante de l'angle de convergence, de la vitesse d'écoulement, de la viscosité et du rapport de forme de particule.

Fig. 1.6 Ecoulement dans un capillaire

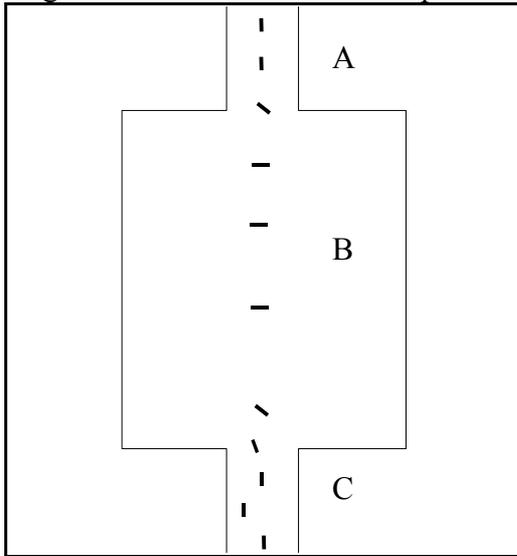
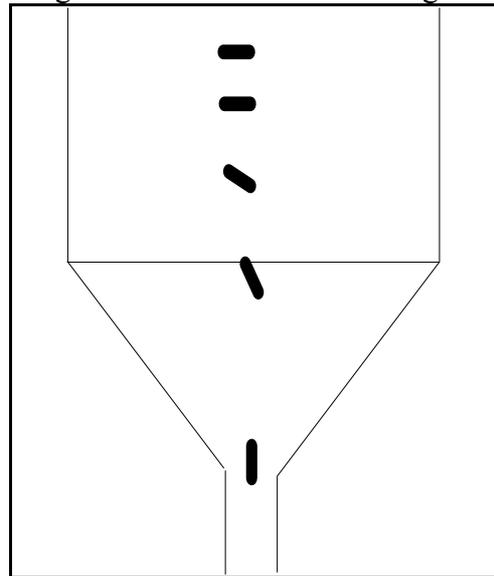


Fig. 1.7 Entrée dans un convergent



Après une série de travaux [9,13,22], Goettler a développé une équation empirique qui prédit l'orientation d'une fibre dans un écoulement convergent. L'équation a la forme suivante:

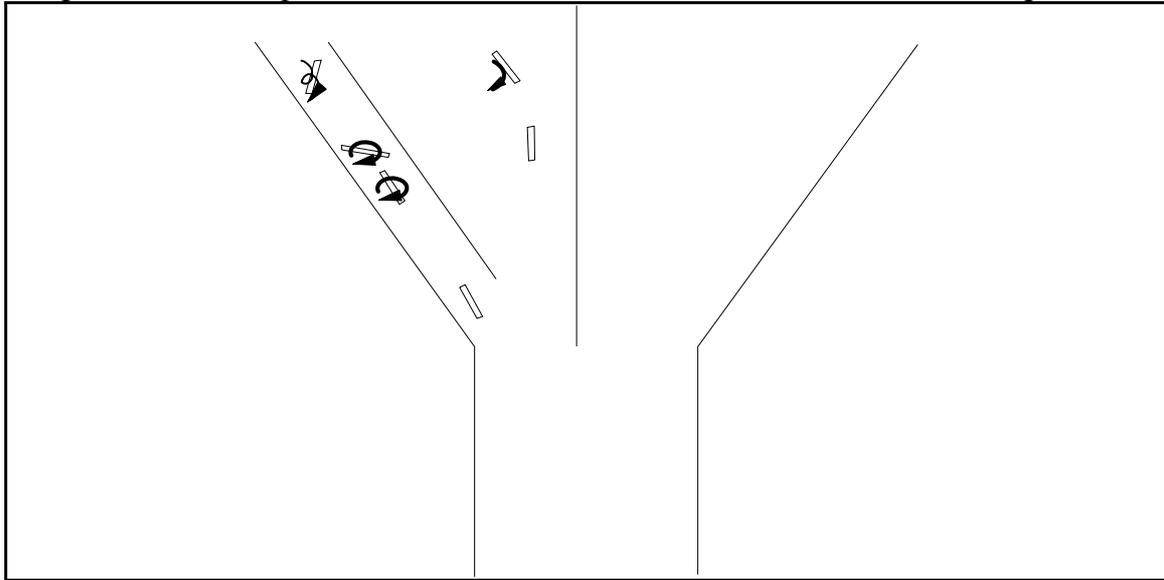
$$\frac{\text{tg} \psi}{\text{tg} \psi_0} = \left(\frac{A}{A_0} \right)^{\frac{3\mu}{2}} \quad (1.4)$$

$$\mu \equiv \frac{p^2 - 1}{p^2 + 1} \quad (1.5)$$

où ψ_0, ψ représentent les angles initial et de sortie qu'une fibre fait avec l'axe de l'écoulement local, tandis que A_0 et A sont les sections d'entrée et de sortie du convergent.

En pratique, on trouve dans un écoulement convergent une combinaison des effets de cisaillement et d'élongation. Vincent et al [10,23] ont constaté qu'au centre de la section où le taux d'élongation est maximal, l'orientation des fibres acquiert un équilibre stable parallèle au sens de l'écoulement (figure 1.8). Elles le sont moins près de la paroi du moule, où le champ de cisaillement est important.

Fig. 1.8 Effet de la paroi sur l'orientation des fibres dans un écoulement élongationnel



1.3 Orientation des fibres dans les pièces moulées par injection

1.3.1 Mécanisme d'orientation des fibres

Nous avons déjà évoqué l'influence spécifique de l'écoulement élongationnel et de cisaillement sur l'orientation des fibres pendant l'écoulement du polymère fondu. Lors du remplissage d'une cavité d'un moule les deux écoulements influencent l'orientation du renfort en même temps. Plusieurs auteurs constatent une structure variable sur l'épaisseur des pièces moulées par injection. Nous rapportons ici quelques exemples de ces travaux. La littérature qui a traité de la morphologie des pièces moulées par injection, trouvent que les chaînes moléculaires sont très orientées près de la paroi du moule [21,24]. Par contre au centre de la cavité elles ont une forme sphéroïdale.

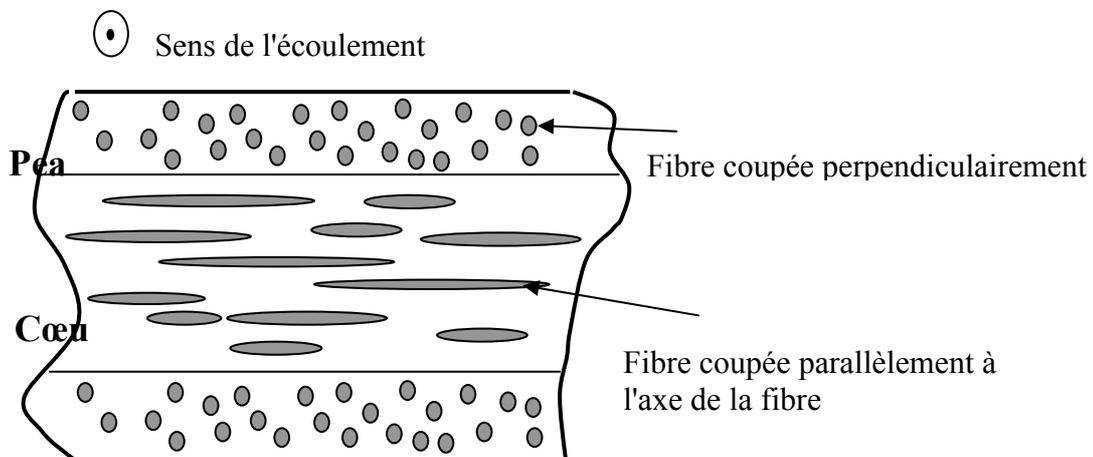
Une situation similaire est observée pour des polymères renforcés: où, près de la paroi (i.e dans la peau), les fibres sont orientées principalement dans le sens de l'écoulement. Au centre (dans le cœur), elles ont une orientation perpendiculaire au sens du remplissage (figure 1.9). Karpov et Kaufman [25], ont été les premiers à observer la structure en couches sur des disques injectés en PA66 renforcé de fibres de verre. La

structure en couches comprend une fine peau d'orientation aléatoire, une couche plus épaisse de fibres parallèles à la direction d'injection, et une couche de cœur d'épaisseur plus faible où les fibres sont globalement perpendiculaires à la direction d'écoulement. Le nombre de couches identifiées par d'autres auteurs est fonction de la finesse de l'observation et dépend de la nature de l'analyse.

Menges et al [26] ont étudié l'orientation des fibres dans une pièce, en polycarbonate contenant 40% de fibres de verre. La cavité a une forme de plaque rectangulaire et ayant un canal de répartition. Ils ont constaté une orientation comme suit:

- en peau, les fibres sont orientées au hasard dans le plan de la plaque,
- sous la peau, les fibres sont principalement orientées dans la direction de l'écoulement,
- au cœur, les fibres sont orientées plus ou moins perpendiculairement à la direction de l'écoulement, pas nécessairement dans le plan de la plaque.

Fig. 1.9 Orientation peau/cœur dans les thermoplastiques moulés par injection



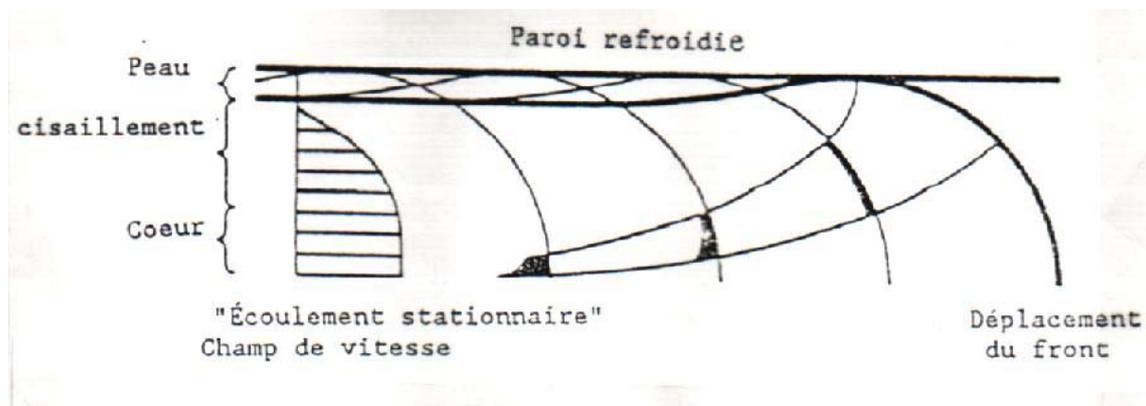
L'orientation des fibres dans un disque en polypropylène renforcé à 20% en poids de fibres de verre, injecté par le centre a été étudié par Wuebcken [27]. Il a mis en évidence quatre couches d'orientation différente:

- en peau, une orientation au hasard dans le plan du disque.
- sous la peau, il trouve une orientation parallèle à l'écoulement,

- zone intermédiaire où l'orientation est au hasard, pas nécessairement dans le plan du disque,
- au coeur l'orientation est perpendiculaire à l'écoulement.

Cette structure en couche des pièces moulées par injection est habituellement interprétée par le modèle de Tadmor [28] qui considère une cavité prismatique en phase de remplissage. Pendant l'avancement du front d'écoulement, celui-ci se gonfle et subit une extension et un étirement et vient se coller à la paroi du moule, il refroidit rapidement au contact. Cette couche est appelée **peau**. L'écoulement qui donne naissance à la peau est appelé l'écoulement en fontaine. Une fois que la matière fondue a passé une certaine section du canal, la peau solide commence à s'épaissir. Le comportement pseudo-plastique de la matière fondue donne un profil de vitesse relativement plat. Le profil de vitesse satisfaisant ces conditions est montré sur la figure 1.10.

Fig. 1.10 Champ de vitesse dans l'entrefer d'un moule (Selon Tadmor [28])



Un cisaillement élevé se produit dans la zone près de l'interface solide/fluide. Cette interface se déplace à cause de la solidification et il se forme ce qu'on appelle '**zone de cisaillement**'. Les dimensions de cette zone sont déterminées par le degré de pseudoplasticité du plastique fondu, et du taux d'avancement de l'interface pendant l'écoulement. Quand l'écoulement cesse, la région centrale reste inchangée, et l'orientation des fibres dans cette zone est celle développée à l'entrée du moule (c'est-à-dire perpendiculairement à l'écoulement) [29], formant ainsi le '**cœur**'.

1.3.2 Fonction d'orientation

Du fait que l'orientation des fibres dans les pièces moulées par injection est non homogène sur l'épaisseur, des auteurs ont mené des travaux pour quantifier cette structure par des fonctions. Fakirov et al [30] ont été les premiers à utiliser des fonctions mathématiques (fonction de Hermans) pour la description directe de l'orientation dans l'épaisseur d'une pièce de poly(téréphtalate de l'éthylène) renforcé à 45% en masse de fibres de verre. Ils déterminent le nombre et les dimensions des couches où l'orientation est uniforme ainsi que les zones de transition entre elles. La fonction de Hermans f_p s'écrit [30,31]:

$$f_p = 2 \langle \cos^2(\theta) \rangle - 1 \quad (1.6)$$

où

$$\langle \cos^2 \theta \rangle = \frac{\sum n_i \cos^2 \theta_i}{\sum n_i} \quad (1.7)$$

n_i : représente le nombre de fibres orientées à l'angle θ_i .

La fonction de Hermans varie de -1 à 1 . Elle est égale à 1 pour un composite à fibre courte avec une orientation unidirectionnelle dans le sens longitudinale. Elle est égale à -1 pour une orientation unidirectionnelle transversale.

Plus récemment, Toll et al [29] ont utilisé l'analyse d'images pour caractériser l'orientation. Leur méthode est intéressante car elle permet de déterminer la disposition spatiale d'une fibre. L'intersection d'une fibre inclinée avec un plan de coupe perpendiculaire à l'écoulement, donne une ellipse, avec la supposition que la fibre a une section parfaitement circulaire. L'orientation de la fibre peut être déterminée à partir de la forme de cette ellipse.

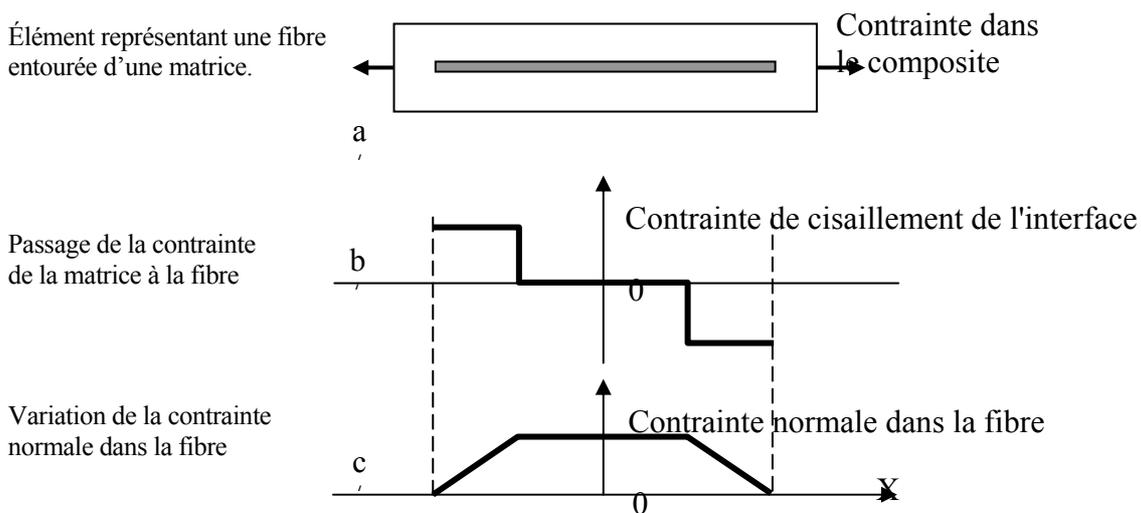
1.4 Mécanisme de transfert de charge dans les composite à fibres courtes

1.4.1 Longueur critique d'une fibre

Considérant une fibre entourée par du polymère (figure 1.11). En appliquant une contrainte sur cet élément l'effort est transmis de la matrice à la fibre par cisaillement de l'interface [32]. La transmission de l'effort dépend de deux paramètres : i/ la qualité de l'adhésion fibre/matrice. ii/ la longueur des fibres.

Le graphe (figure 1.11) donne un aperçu sur la façon de transfert de charge de la matrice à la fibre. De là est née la notion de longueur critique de la fibre. En effet plus le composite est sollicité plus il y a transfert de charge vers la fibre jusqu'à ce que $l = 2d$. Cette longueur est appelée longueur critique.

Fig. 1.11. Transfert de la charge de la matrice à la fibre.



La longueur critique est donnée par l'équation :

$$l_c = \frac{\sigma_{\max} \cdot d}{2 \cdot \tau_y} \quad (1.8)$$

Ou σ_{\max} : la contrainte normale maximale dans la fibre.

τ : la contrainte de cisaillement entre le polymère et la fibre.

Deux cas peuvent se présenter :

a/ Avant la rupture :

La contrainte maximale transmise est inférieure à la contrainte ultime de la fibre.

Les fibres supportent la charge imposée.

$$\sigma_{\max} < \sigma_{\text{rupture fibre}} \quad \text{avec } l > l_c$$

b/ A la rupture :

Deux modes de ruptures sont possibles.

1/ Le composite se rompt avec cassure des fibres :

$$\sigma_{\max} = \sigma_{\text{rupture fibre}} \quad \text{avec } l > l_c \quad \text{dans ce cas la contrainte transmise}$$

atteint la contrainte ultime. Cela est possible car la longueur des fibres est supérieure à la longueur critique, le renforcement est efficace.

2/ Le composite se rompt avec déchaussement des fibres :

$$\sigma_{\max} < \sigma_{\text{rupture fibre}} \quad \text{avec } l < l_c \quad \text{dans ce cas la longueur des fibres est}$$

inférieure à la longueur critique. Donc la longueur de fibre ne permet pas d'atteindre la contrainte de rupture de la fibre. Le renforcement n'est pas parfaitement efficace. Cela entraîne la rupture du composite par déchaussement des fibres de la matrice.

1.4.2 La loi des mélanges

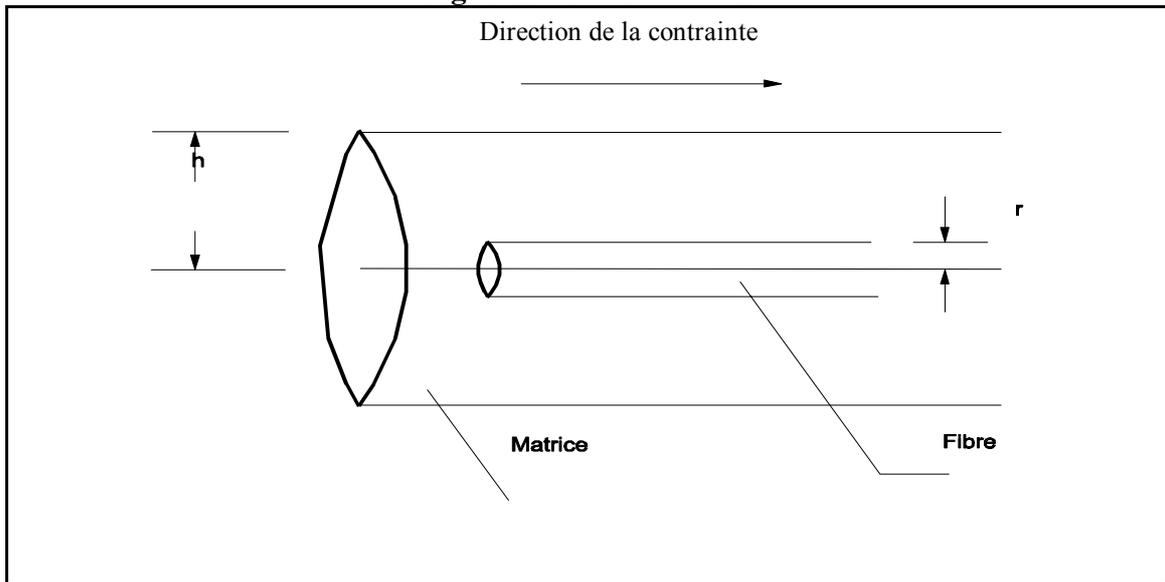
Pour mesurer la rigidité d'un composite à fibres continues, la loi des mélanges est habituellement utilisée. La contrainte σ_c dans un composite à fibres continues unidirectionnel est donnée par:

$$\sigma_c = v_f \sigma_f + (1 - v_f) \sigma_m \quad (1.9)$$

Où σ_c , σ_f , σ_m représentent respectivement la contrainte dans le composite, la fibre et la matrice. v_f est la fraction volumique des fibres dans le composite.

Cette loi doit être modifiée pour qu'elle soit applicable à des composites dont les fibres ne sont pas continues. Cox [33] propose un modèle de transfert de la charge de la matrice à la fibre pour la configuration montrée sur la figure 1.12.

Fig. 1.12 Modèle de Cox



Il propose pour le module E_c d'un composite à fibres courtes unidirectionnelles, l'expression suivante:

$$E_c = \frac{\sigma_c}{\varepsilon} = v_f E_f \frac{1 - \tanh\left(h \frac{\beta l_f}{2}\right)}{\frac{\beta l_f}{2}} + (1 - v_f) E_m \quad (1.10)$$

où l_f la longueur de la fibre, v_f la fraction volumique des fibres, A_f surface externe de la fibre.

avec

$$\beta = \sqrt{\frac{2 \pi G_m}{E_f A_f \ln\left(\frac{h}{r}\right)}} \quad (1.11)$$

h est la distance moyenne entre le centre d'une fibre et sa voisine, r est le rayon d'une fibre. h et r sont liés entre eux par la fraction volumique du renfort. Pour un arrangement hexagonal, on trouve:

$$v_f = \frac{2 \pi r^2}{3^{0.5} h^2} \quad (1.12)$$

Contrairement à un composite à fibres longues, le transfert de contrainte de la matrice à la fibre ne se fait pas en totalité. La valeur de β détermine le taux de dépendance du module E_c sur la longueur des fibres et sur le mode de transfert de la charge de la matrice aux particules. Pour des fibres assez longues, le module s'approche de celui des composites à fibres continues. L'analyse présentée, toutefois suppose que la matrice et les fibres sont tous les deux élastiques.

Comme nous avons vu dans la section précédente, il est rare de trouver des fibres parfaitement alignées. Krenchel [34] a introduit un facteur correcteur η_0 dit d'efficacité d'orientation. Il considère l'effet de l'anisotropie de l'orientation sur la rigidité:

$$E_c = \eta_0 v_f E_f + (1 - v_f) E_m \quad (1.12)$$

Le facteur $\eta_0 = 1$ si la charge est appliquée parallèlement à la direction des fibres, il est nul ($\eta_0 = 0$) si elle est perpendiculaire. Par ailleurs, $\eta_0 = \cos^4(\Theta)$ pour une contrainte qui fait un angle Θ avec l'orientation des fibres (figure 1.13). Nous supposons dans cela que les fibres et la matrice ont la même déformation. Dans un composite à orientation multiple, nous divisons les fibres en fraction de groupes (a_i) de même orientation (Θ) et nous calculons η_0 par l'équation:

$$\eta_0 = \sum a_i \cos^4(\theta_i) \quad (1.13)$$

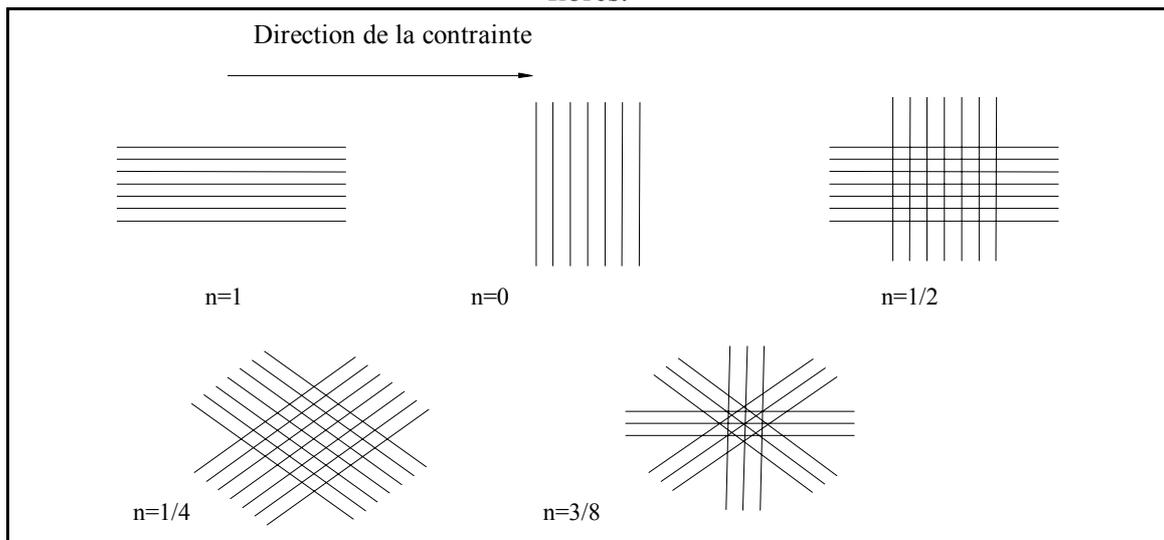
Où $\sum a_i = 1$.

Lorsqu'il s'agit des composites moulés par injection (à fibres courtes et à orientation multiple), le facteur d'efficacité réel est inférieur à η_0 . Le facteur d'efficacité total se calcule dans ce cas par le produit: $K_E = \eta_0 \eta_l$. Où η_l exprime l'efficacité de la longueur de la fibre (Eq 1.12). La loi des mélanges pour les composites moulés par injection devient.

$$E_c = \eta_0 \eta_l v_f E_f + (1 - v_f) E_m \quad (1.14)$$

Cette équation permet une évaluation des coefficients d'efficacité relatifs à l'orientation et à la longueur des fibres dans les composites moulés par injection.

Fig. 1.13 Les valeurs du coefficient de Krenchel, η_0 pour quelques arrangements de fibres.



CHAPITRE II

LA DEFORMATION ET SES MECANISMES DANS LES THERMOPLASTIQUES

2.1 La déformation dans les polymères

2.1.1 Origine thermodynamique de la déformation

Il est question d'établir des relations entre les efforts de déformation et les grandeurs thermodynamiques d'un échantillon considéré comme un système thermodynamique. En Considérant un barreau élastique maintenu à une longueur l supérieur à la longueur initiale l_0 suite à une extension dl . Appliquons à ce système le premier et le second principe de la thermodynamique.

Le premier principe donne la variation de l'énergie interne de la barre :

$$dU = dq + dW \quad (2.1)$$

Ou : dq et dW sont respectivement la quantité de chaleur absorbée et le travail effectué par le système durant la déformation

En supposant que la transformation est réversible le second principe de la thermodynamique donne :

$$dq = T \cdot dS \quad (2.2)$$

Ou : S et T sont respectivement l'entropie et la température absolue du système.

D'un autre coté le travail effectué par le système peut être due à la force de rétraction et à la force de pression hydrostatique.

$$dW = F_r \cdot dl - P \cdot dV \tag{2.3}$$

Ou : F_r est la force de rétraction.

P la pression hydrostatique.

dl et dv représente la variation de la longueur et du volume de l'échantillon respectivement.

L'introduction de l'équation 2.3 dans Eq 3.1 donne ;

$$dU = T \cdot dS + F_r \cdot dl - P \cdot dV \tag{2.4}$$

La fonction de l'énergie libre de Helmholtz est définie comme :

$$A = U - T \cdot S \tag{2.5}$$

La différentiation de cette équation et l'introduction de l'Eq 2.4, conduit à :

$$dA = -S \cdot dT - PdV + F_r \cdot dl \tag{2.6}$$

Si la température et le volume sont considérés constants lors de la déformation, il s'ensuit :

$$dA = F_r \cdot dl \tag{2.7}$$

d'où :

$$F_r = \left(\frac{\partial A}{\partial l} \right)_{T,V} \tag{2.8}$$

Aussi de l'Eq 2.5 :

$$F_r = \left(\frac{\partial A}{\partial l} \right)_{T,V} = \left(\frac{\partial U}{\partial l} \right)_{T,V} - T \cdot \left(\frac{\partial S}{\partial l} \right)_{T,V} \tag{2.9}$$

Qui peut être écrite comme suit :

$$F_r = F_{r,i} + F_{r,e} \quad (2.9\text{bis})$$

On peut conclure que la force de rétraction élastique est égale à l'augmentation de l'énergie libre par unité de longueur. D'un autre côté, ce même résultat permet de décomposer la contrainte élastique en deux contributions (en supposant V et T constant).

$F_{r,i}$ est la force de rétraction interne ou enthalpique (d'origine enthalpique)

$F_{r,e}$ est la force de rétraction dite entropique (d'origine entropique)

L'énergie mécanique apportée au système par une déformation élastique peut être :

i/ Stockée sous forme d'une augmentation de l'énergie interne résultant d'une augmentation des distances interatomique ou des angles de valence.

ii/ Dissipée dans l'environnement sous forme de chaleur avec une diminution correspondante de l'entropie du système qui va de paire avec une augmentation de l'ordre.

Il faut noter que pour tous les matériaux sauf pour les élastomères parfaits, qui se déforme à volume constant, l'extension uni-axial des polymères se fait avec une faible augmentation du volume qui est pratiquement négligeable, donc l'équation plus haut (avec la supposition $dV=0$) reste très valable en première approximation

L'effet de la température :

Reprenant l'expression de l'énergie libre Eq 2.6

$$dA = -S.dT - PdV + F_r.dl \quad (2.10)$$

Et en supposant que la déformation se fait à volume constant $dV=0$, elle devient :

$$dA = -S.dT + F_r.dl \quad (2.11)$$

Etant donné que A est une différentielle totale exacte, on peut écrire

$$\left(\frac{\partial S}{\partial l}\right)_{V,T} = \left(\frac{\partial F_r}{\partial T}\right)_{V,T} \quad (2.12)$$

En reprenant l'Eq 2.9 et en injectant (2.12) dans cette dernière, Finalement F_r est donnée par :

$$F_r = \left(\frac{\partial U}{\partial l}\right)_{T,V} - T \left(\frac{\partial F_r}{\partial T}\right)_{T,V} \quad (2.13)$$

Donc ce résultat mène à considérer deux cas limites de la déformation élastique à savoir le cristal idéal et l'élastomère pure.

Dans le premier cas, la force de rétraction reste quasi-constante et ne varie pas avec la température. Elle a une origine énergétique ou enthalpique.

$$F_r = \frac{\partial U}{\partial l} \quad (2.14)$$

Tandis que dans le second cas la force de rétraction augmente proportionnellement avec la température absolue T. Elle a une origine quasi exclusivement entropique.

$$F_r = T \cdot \left(\frac{\partial S}{\partial l}\right) \quad (2.15)$$

2.1.2 La déformation des polymères à l'échelle atomique

Dans les solides à élasticité enthalpique (métaux, céramique, verres minéraux, polymères thermodurcissable très réticulés) la force de rétraction résulte d'un déplacement minime des atomes du solide de leurs positions d'équilibre. L'énergie de cohésion de ces

solides est très élevée engendrant des forces de rétraction très intense. Ceci donne un module d'élasticité très élevé et un domaine de déformation réversible très limité ($\epsilon=0.5$). La déformation fait varier l'énergie interne (ou avec l'enthalpie) du système. L'entropie n'est pratiquement pas modifiée puisque les atomes s'écartent très peu de leur position d'équilibre et leur arrangement est maintenue.

Les solides à élasticité entropique (élastomère) sont constitués de longues chaînes moléculaires reliées entre elles par des liaisons pondales peu nombreuses (de l'ordre d'une unité pendale pour 100 unités structurales), la cohésion entre les chaînes est très faible. Dans ces solides, la force de rétraction est induite par des mouvements «browniens» qui agitent constamment les segments de chaînes macromoléculaires. Les forces de rétraction engendrées par ces mouvements browniens sont très faibles et augmentent avec la température. Ceci permet d'expliquer pourquoi les élastomères ont un module d'élasticité extrêmement bas (E variant de 1 à 10 MPa) et pourquoi leur déformabilité est très grande.

Les polymères semi-cristallins sont des matériaux ayant des propriétés mécaniques intermédiaires entre celles des verres organiques et celles des caoutchoucs. Si la phase amorphe est vitreuse, leur module d'élasticité est du même ordre de grandeur de celui des verres organiques (E varie de 2 à 3 GPa) si leur phase amorphe est caoutchouteuse, la valeur du module d'élasticité varie entre 0.2 et 2.5 GPa suivant le taux de cristallinité.

Les polymères semi-cristallins constituent donc une classe de matériaux dans laquelle la force de rétraction élastique peut simultanément avoir une composante enthalpique et une composante entropique. Le comportement des polymères semi-cristallins est fréquemment perturbé par des effets viscoélastiques.

2.1.3 Déformation plastique et viscoélastique des thermoplastiques :

2.1.3.1 Mécanisme de déformation plastique des thermoplastiques :

La déformation plastique des thermoplastiques est engendrée par le déplacement et la réorientation des différents éléments structuraux des molécules. Deux cas doivent être considérés à savoir le polymère semi-cristallin et le polymère amorphe.

Dans les polymères semi-cristalin, au premier stade de la déformation, les modifications interviennent quasi exclusivement dans les zones amorphes (caoutchouteux) qui s'étirent. Au deuxième stade, un glissement parallèle à l'axe des chaînes se manifeste dans les lamelles cristallines sous l'action des chaînes amorphes fortement étirées. Au stade trois, on assiste à la fragmentation des lamelles sous l'action des contraintes de cisaillement. Cette fragmentation des lamelles s'accompagne du déroulement de certains segments de chaînes initialement inclus dans les lamelles. Au quatrième stade, les blocs cristallins formés par fragmentation, ainsi que les chaînes amorphes fortement étirées, s'alignent parallèlement à l'axe de traction engendrant une recristallisation du polymère.

Au cours de la déformation, les sphérolites se déforment progressivement et finissent par disparaître. Une fibre se forme ainsi dont la résistance en traction est nettement supérieure à celle du polymère non déformé. La déformation des lamelles sous les contraintes de cisaillement est analogue à celle des métaux.

La déformation plastique par cisaillement intervient également dans les polymères vitreux mais le processus est beaucoup moins bien définie que les matériaux polymérique à l'état caoutchouteux.

2.1.3.2 Comportement viscoélastique des thermoplastiques :

Le comportement viscoélastique des thermoplastiques est négligeable pour des températures inférieures à la température ($T_g - 50^\circ\text{C}$). Ce phénomène devient déjà important à partir de 20° sous la température T_g . Pratiquement la plupart des polymères sont déjà à des hautes températures dans leur température d'utilisation.

Le comportement viscoélastique des polymères dépend fortement de la durée d'application de la contrainte. Si celle-ci est brève, la réponse du matériau est élastique.

Le comportement viscoélastique est en relation avec le coefficient d'auto-diffusion des segments du polymère. Une différence essentielle entre le comportement en fluage des métaux et des polymères se situe au niveau du caractère réversible de la déformation viscoélastique. En raison de la structure caténaire des polymères, des forces d'action à grande distance entraînent une certaine réversibilité de la déformation lorsque l'application de la contrainte cesse.

CHAPITRE III

PRESENTATION BIBLIOGRAPHIQUE DES ETUDES REALISEES SUR LA VISCOELASTICITE

2.1 Comportement non linéaire en fluage sous un chargement constant :

Les premières tentatives dans la modélisation du comportement viscoélastique des matériaux ont porté sur des métaux. Parmi les premiers travaux, on peut citer ceux de Kohlrausch [35] où il donne en 1845 une expression pour la souplesse en fluage:

$$J(t) = J_0 \cdot \exp \left[- \left(\frac{t}{\tau} \right)^\beta \right] \quad (3.1)$$

Avec τ : constante de temps caractéristique.

β : contante comprise entre 0 et 1.

Une loi dont la forme ressemble à la précédente a été proposée par Williams et Watts [36] pour représenter la relaxation diélectrique des matériaux. Au lieu d'utiliser la formulation de Kohlrausch qui est en exponentielle étendue, ils utilisent une forme équivalente avec une distribution de temps de relaxation suivant la relation :

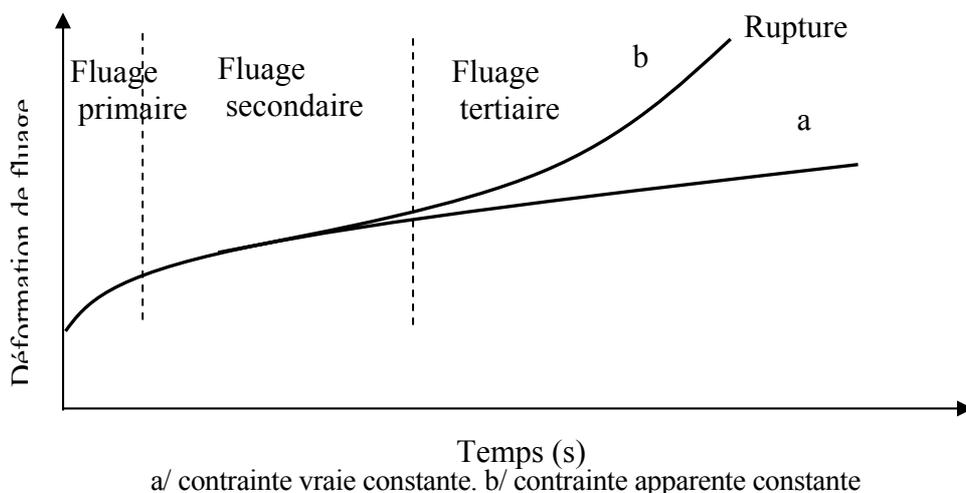
$$J(t) = J_0 \sum_{j=1}^r \exp \left(- \frac{t}{\tau_j} \right) \quad (3.2)$$

Ou τ_j : constante de temps du processus j.

Avec le temps, la prise en compte de caractère non linéaire de la réponse viscoélastique s'est imposée par le fait des limites rencontrées avec les théories linéaires dans la représentation de la réponse réelle des matériaux. En effet, pour des matériaux techniques, avec des niveaux de contrainte élevés ou à des très longues périodes de sollicitation ou encore à des hautes températures apparaît des comportements non linéaires considérables.

Trouton et Rankine [37] d'une part et Phillips [38] d'autre part ont réalisé des travaux sur l'écoulement visqueux des métaux. Sur la base de ces travaux Andrade [39] en 1910 a mené des études pour décrire et modéliser le fluage non-linéaire. Il observe que pour un essai de fluage où la charge est maintenue constante, la courbe allongement en fonction du temps fait apparaître trois stades : un stade primaire caractérisé par une vitesse de déformation décroissante, un stade secondaire caractérisé par une vitesse de déformation stationnaire et un stade tertiaire au cours duquel la vitesse des déformation croit jusqu'à la rupture. Par contre, si l'on maintient la contrainte constante, on obtient à la suite du fluage primaire un écoulement dont la vitesse tend à devenir constante pour les temps longs. Ces observations sont représentées sur la figure 3.1.

Fig. 3.1 Courbe de fluage type, faisant apparaître trois stades.



Cela indique que la manifestation du fluage tertiaire serait simplement due au fait que la contrainte vraie (variable d'Euler) varie au cours du temps lorsque la charge est maintenue constante à cause de la variation de la section de l'échantillon. Ceci veut dire que les conditions expérimentales du fluage sont extrêmement difficiles à respectées. D'autre part la réponse à la question de l'existence d'un fluage tertiaire en contrainte vraie n'a pas reçu de réponse sur le plan expérimental à cause de sa difficulté de réalisation.

Andrade [39] propose une loi empirique sous la forme suivante :

$$l = l_0 \cdot \left(1 + \beta \cdot t^{1/3}\right) \exp(k \cdot t) \quad (3.3)$$

Avec l : longueur de l'éprouvette au temps t

l_0 : extension initiale instantanée lors de l'application de la charge

β : constante

k : constante qui représente la vitesse de déformation.

Il utilise la définition logarithmique de la déformation de Hill donnée par : $\varepsilon = \text{Ln}(V)$

Par définition, en traction unidirectionnelle : $\varepsilon_{11} = l/l_0$

On obtient par l'utilisation de la déformation de Hill:

$$\varepsilon = \ln\left(1 + \beta \cdot t^{1/3}\right) + k \cdot t \quad (3.4)$$

Ou directement par le procédé d'intégration :

$$\varepsilon = \int_0^t \frac{dl(t)}{l(t)} = Cte + \ln(1 + \beta \cdot t^{1/3}) + k \cdot t \quad (3.5)$$

Soit

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \ln(1 + \beta \cdot t^{1/3}) + k \cdot t \quad (3.6)$$

Où ε_0 : Représente la déformation élastique instantanée.

La vitesse de déformation s'écrit alors :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{\beta}{3 \cdot (1 + \beta \cdot t^{1/3}) t^{2/3}} + k \quad (3.7)$$

Andrade [40] appliquait cette loi sur des données expérimentales de certains matériaux métalliques (plomb et cuivre). En 1914, il étudiait le comportement du fer, de l'étain et d'autres alliages.

En 1954, et après des analyses fines de données expérimentales Kovcs [41] a attribué la non linéarité apparente à deux contributions.

i/ La multiplicité des processus de réorganisation interne qui peut se manifester par des effets de mémoire spectaculaires, même si chacun des processus est intrinsèquement linéaire. En négligeant ce caractère, une modélisation peut attribuer la complexité du comportement à d'autres paramètres.

ii/ La non-linéarité intrinsèque qui est souvent considérée à elle seule pour analyser le fluage. C'est pour cela que la modélisation rencontre une certaine complexité.

Van Holde [42] note en 1957 que le fluage de certains matériaux organiques peut être décrit par différentes formes de la loi d'Andrade dans le cas de faibles déformations. Pour rendre compte des expériences de fluage d'un polymère pur faiblement déformé il propose la forme :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \beta' t^{1/3} \quad (3.8)$$

Une autre version modifiée de la loi d'Andrade est proposée par Plazek [43]. Ce dernier constate que la loi d'Andrade représente bien les données expérimentales des polymères et des verres pour les temps courts. Par contre, elle devient limitée aux temps longs. Il apporte une modification sur la forme de la loi pour rendre compte de la

viscoélasticité retardée :

$$\frac{\varepsilon(t)}{\sigma} = J(t) = J_0 + J_g \cdot \psi(t) + \beta \cdot t^{1/3} + \frac{t}{\eta} \quad (3.9)$$

Où J_0 : est la souplesse vitreuse caractérisant la contribution instantanée de la déformation

J_g et β : constantes

η : viscosité.

$\psi(t)$: fonction normalisée représentant l'élasticité retardée ($\psi(t=0)=0$ et $\psi(t=\infty)=1$). Elle décrit la dépendance avec la déformation recouvrable.

Plazek [44] a utilisé cette loi pour représenter des expériences de fluage à différentes températures sur un polymère à base d'une solution de nitrate de cellulose. En 1965, il traite le cas du fluage en torsion sur le polystyrène (amorphe) au voisinage de la température de transition vitreuse 97° ($T_g - 1^\circ\text{C}$) et 160°C , il propose la forme suivante pour la souplesse :

$$J(t) = J_0 + J_e \cdot \psi(t) + \frac{t}{\eta} \quad (3.10)$$

Plazek utilise une représentation en échelle de temps réduit (t/a_T où $a_T = \eta(T)/\eta(T_0)$) pour tenir compte de l'évolution de la température et pour utiliser le principe de superposition temps température pour construire la courbe maîtresse aux températures élevées.

D'autres lois empiriques semblables à la forme d'Andrade sont proposées. Généralement ces lois comportent et superposent trois termes. Le premier terme croît moins vite que le temps, le second proportionnel au temps et le troisième terme croît plus vite que le temps [45]. Parmi ces lois, on peut citer la forme empirique de Graham dont la forme est [45] :

$$\varepsilon(t) = C_1 \cdot \sigma^{\beta_1} \cdot [t \cdot (T' - T)^{-A}]^{\beta_2} + C_2 \cdot \sigma^{\beta_2} \cdot [t \cdot (T' - T)^{-A}]^{\beta_3} + (C_3 \cdot \sigma^{\beta_3} + C_4 \cdot \sigma^{\beta_4}) \cdot [t \cdot (T' - T)^{-A}]^{\beta_4} \quad (3.11)$$

$C_1, C_2, C_3, C_4, \beta_1, \beta_2, \beta_3, \beta_4, \beta_1, T'$ et A sont des constantes ajustables.

Turner [46] a proposé une autre forme qui est donnée par l'équation suivante :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0(\sigma) + f(\sigma) \cdot t^\beta \quad (3.12)$$

La loi de puissance :

La loi de puissance est une forme très utilisée pour décrire le comportement en fluage et en relaxation, elle est appelée aussi la loi de Findley. C'est une loi empirique, elle est simple et comprend peu de paramètres. Elle est utilisée en viscoélasticité linéaire pour décrire le fluage. Elle s'écrit sous la forme :

$$\varepsilon(t) = r_0 \cdot t^n \quad (3.13)$$

Où $\varepsilon(t)$: est la déformation de fluage.

r_0 : le coefficient de la loi de puissance

n : l'exposant de la loi de puissance

C'est une forme très utilisée dans les formulations empiriques. Cependant et pour un matériau dont le comportement est non linéaire la loi de puissance dans sa forme simple

n'est pas adéquate et s'écarte de la réponse réelle du matériau. Dans quelques travaux cette loi est ajustée pour mieux représenter la réponse réelle du matériau. Alors des versions modifiées de cette loi sont proposées. Parmi celle-ci, on peut citer la forme de Nutting [47] :

$$\varepsilon(t) = k \cdot \sigma^{n'} \cdot t^n \quad (3.14)$$

Dans cette forme la contrainte est affectée d'une puissance n' supérieur à **1** engendrant une sensibilité de la souplesse à la contrainte et faisant apparaître le caractère non linéaire dans le comportement du matériau. La réponse du matériau dépend à la fois de la contrainte et du niveau de contrainte. Il faut rappeler que cette représentation ressemble à la forme proposée par Turner [46] plus haut.

Dans un travail présenté par Karien [48], la loi de puissance a été utilisée pour représenter le fluage en sollicitation de flexion du polypropylène renforcé à 30% en masse. Il trouve que pour chaque niveau de contrainte la loi de puissance représente parfaitement la réponse réelle du matériau. Cependant les deux paramètres de la loi de puissance sont fonction de la contrainte appliquée. Les valeurs obtenues sont rapportées sur le tableau 3.1 suivant :

Tableau 3.1 Variation des paramètres de la loi de puissance en fonction de la Contrainte pour un PP renforcé par de fibre de verre.

Contrainte max. (MPa)	Coefficient r_0 de la loi	Exposant n de la loi.
17.31	0.00356	0.0253
19.00	0.00427	0.0575
31.63	0.00827	0.0668
41.37	0.01200	0.0790

Au début des années soixante une autre approche est présentée par Schapery [48]. Elle utilise la théorie de l'irréversibilité thermodynamique des milieux continus. Pour modéliser le comportement viscoélastique non linéaire cette représentation considère que la déformation ou la contrainte sont des variables d'état. Des fonctions du matériau sont introduites pour la prise en compte de la non linéarité du matériau. Ces fonctions sont g_0 , g_1 , g_2 et a_σ et ils ont une origine thermodynamique [49-51].

Lou et al. [52] ont utilisé cette théorie dans la représentation du fluage et la recouvrance d'un composite époxy renforcé avec des fibres de verre. Pour une déformation en fluage l'équation prend la forme :

$$\varepsilon(t) = g_0 \cdot J_0 \cdot \sigma + g_1 \cdot g_2 \cdot \Delta J \cdot \left(\frac{t}{a_\sigma}\right)^n \cdot \sigma \quad (3.15)$$

J_0 : la souplesse initiale

ΔJ : la souplesse transitoire.

Ils trouvent que l'exposant de la loi de puissance n n'est pas sensible au niveau de contrainte ni à l'orientation des fibres. Par contre, les fonctions du matériau sont sensibles à la contrainte. Dans un travail plus récent, Strganac [53] utilise la même forme et à l'aide du principe de superposition temps-contrainte il arrive à prédire le comportement en fluage du matériau en prenant en considération la non linéarité dans la réponse du matériau.

Une autre approche théorique a été proposée par Ayadi [54] dans la quelle il utilise l'outil numérique pour représenter le comportement de fluage/recouvrance de quelques polymères. Il considère un volume élémentaire représentatif du matériau. En imposant à cette cellule une perturbation externe, son comportement est décrit par la réponse d'un ensemble de processus de réorganisation interne dont la cinétique de base est décrite comme une compétition entre mécanismes de déformation et mécanisme de restauration. Ayadi [54] utilise le formalisme proposé par Tisza [55] qui relie la réponse à la

perturbation par le biais de la matrice de stabilité dans le cadre de la thermodynamique de l'équilibre. Le modèle proposé par Ayadi sous forme incrémentale pour les essais de fluage/recouvrance est le suivant :

$$\dot{\varepsilon}(t) = \sum \dot{\varepsilon}_j(t) = \left(J^u \cdot \dot{\sigma} \right) - \sum_{j=1}^r \left[\frac{\varepsilon_j^{tr}(t) - \varepsilon_j^r}{\exp\left(\frac{k(\varepsilon - \varepsilon^r)}{R.T}\right) \tau_j^{u \rightarrow r}} \right] - \sum_{j=1}^r \left[\frac{\varepsilon_j^{tr}(t) - \varepsilon_j^u}{\exp\left(\frac{k(\varepsilon - \varepsilon^u)}{R.T}\right) \tau_j^{u \leftarrow r}} \right] - \sum_{j=1}^r \left[\frac{\varepsilon_j^u - \varepsilon_j^r}{\exp\left(\frac{k(\varepsilon - \varepsilon^r)}{R.T}\right) \tau_j^{u \leftarrow r}} \right] \quad (3.16)$$

j : correspond au j^{ème} processus.

Les indices r, u et tr correspondent à l'état relaxé, non relaxé et transitoire, respectivement.

Dans le cas où les temps de relaxation seraient indépendants du temps (cadre de la TPI linéaire : K=0) ; La forme intégrale a une expression analytique donnée par :

$$\varepsilon(t) = \int_0^t \dot{\varepsilon}(t).dt = \sum_{j=1}^r \varepsilon_j(t) = \varepsilon^* + (\varepsilon^u - \varepsilon^*) \sum_{j=1}^r \left(P_j^o \exp\left(-\frac{t}{\tau_j}\right) \right) - (\varepsilon^* - \varepsilon^r) \sum_{j=1}^r \left(\frac{P_j^o}{\tau_j} \right) t \quad (3.17)$$

Avec
$$\varepsilon^* = \left(\frac{1}{\tau^{u \rightarrow r}} - \frac{1}{\tau^{u \leftarrow r}} \right)^{-1} \left(\frac{\varepsilon^r}{\tau^{u \rightarrow r}} - \frac{\varepsilon^u}{\tau^{u \leftarrow r}} \right)$$

Où

$J^u = 1/ E^u$, $J^r = 1/ E^r$, $\tau_{\max}^{u \rightarrow r}$, $\tau_{\max}^{u \leftarrow r}$ et K sont les cinq paramètres du modèle.

J^u : souplesse relaxée

J^r : souplesse non relaxée

$\tau_{\max}^{u \rightarrow r}$: constante de temps en déformation

$\tau_{\max}^{u \leftarrow r}$: constante de temps en restauration

K_ε : constante de non-linéarité coopérative.

Ayadi [54] trouve que les temps de relaxation observés en régime dynamique sont toujours inférieurs aux temps de retard observés en fluage. La résolution numérique du modèle est stable dans le cas où les effets coopératifs seraient négligeables ($K=0$). Par contre, pour des valeurs de $K \neq 0$, il révèle des difficultés pour obtenir des solutions uniques et stables. Ceci pose le problème de l'identification des mécanismes réactionnels, c'est à dire la prise en compte des non-linéarités intrinsèques et des non-linéarités coopératives, comme il a été annoncé par Kovcs [41].

3.2 Modélisation de la réponse viscoélastique pour un chargement variable au court du temps :

Le premier travail dans la prise en compte de l'effet d'un chargement variable sur la réponse viscoélastique d'un matériau est dû à Boltzmann en 1874 par son principe de superposition [56]. Il donne la fonctionnelle reliant la contrainte à la déformation. D'autres méthodes analogiques schématisent le comportement du milieu par un assemblage d'éléments mécaniques simples à savoir des ressorts et des amortisseurs. Cette méthode est à l'origine des approches spectrales. C'est Alfrey [57] en 1945 qui a tenté d'extraire la forme du spectre à partir de données expérimentales.

Au cours des années 1960-1970, avec l'apport de la thermodynamique des milieux continus et avec l'utilisation des variables internes, les modèles analogiques de type Maxwell (figure 3.2) et de type Kelvin-Voigt (figure 3.3) ont pu être plus cohérents. Comme exemple de ces travaux sont ceux de Mandel [58], Persoz [59], Salençon [60], Lemaitre et Chaboche [61].

Ces modèles linéaires souffrent d'insuffisances notoires. Néanmoins, Ils ont offert la possibilité du recourt au calcul opérationnel. Cette technique de calcul utilise la transformation de Laplace-Carson pour passer au problème élastique équivalent par

changement d'espace. Les méthodes classiques de l'élasticité peuvent être mises en œuvre par la suite. La solution finale décrivant l'évolution temporelle de la structure est obtenue par la transformation inverse. Le travail de Leadermann [62] relève les insuffisances de ces méthodes linéaires et prend en compte la non-linéarité intrinsèque dans la rhéologie des phénomènes de retard.

Fig. 3.2 Élément de Maxwell

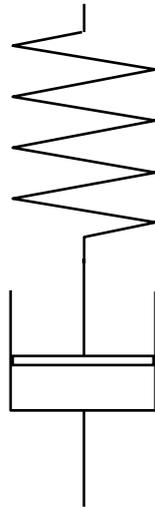
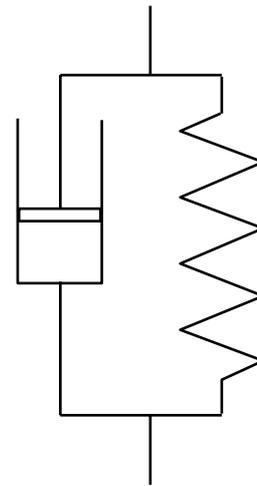


Fig. 3.3 Élément de Kelvin-Voigt



Le ressort est caractérisé par sa rigidité E , l'amortisseur est caractérisé par sa viscosité η

3.2.1 Principe de superposition de BOLTZMANN :

Le principe de superposition Boltzmann stipule que :

La réponse du matériau dépend de toute l'histoire de chargement.

Les déformations sont faibles.

Chaque contrainte contribue d'une façon indépendante.

Et que les déformation engendrées par les chargements s'ajoutent linéairement.

En appliquant des incréments de contrainte $\Delta\sigma_1$, $\Delta\sigma_2$, ... aux temps τ_1 , τ_2 , ... sur un échantillon (figure 3.4), la déformation totale en fluage à l'instant t est donnée par :

$$\varepsilon(t) = \Delta\sigma_1 \cdot J(t - \tau_1) + \Delta\sigma_2 \cdot J(t - \tau_2) + \dots \quad (3.18)$$

Où : $J(t-\tau_i)$: est la souplesse au temps t pour un incrément de contrainte $\Delta\sigma_i$ appliqué au temps τ_i .

Dans le cas d'incrément de contrainte infinitésimaux, la variation de la contrainte est alors continue, ainsi la déformation est exprimée en fonction de l'histoire de la contrainte par la relation :

$$\varepsilon(t) = \int_{-\infty}^t \frac{d\sigma}{d\tau} J(t-\tau) d\tau \quad (3.19)$$

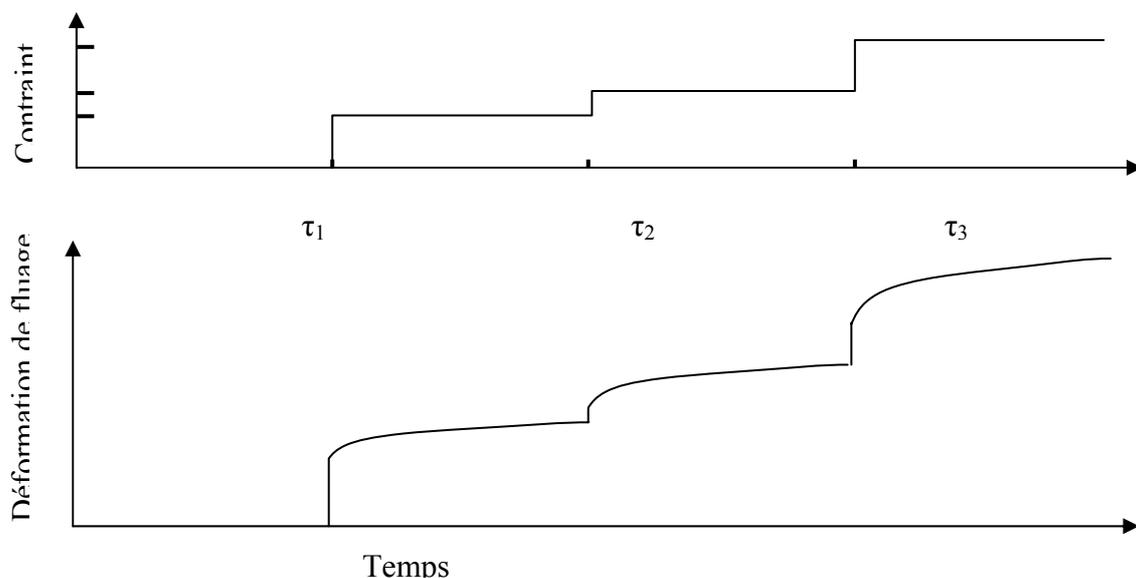
Un essai de relaxation de contrainte est régi par une relation similaire. Elle est exprimée, dans ce cas, en fonction de l'histoire de la déformation :

$$\sigma(t) = \int_{-\infty}^t \frac{d\varepsilon}{d\tau} E(t-\tau) d\tau \quad (3.20)$$

Sur la figure 3.4 sont représentées les conséquences du principe de superposition de Boltzmann (Boltzmann [56], Markovitz[63])

La dépendance en fonction du temps de la souplesse $J(t)$ ou du module $E(t)$ est déterminé expérimentalement à partir de la déformation ou de la contrainte au cours du temps.

Fig. 3.4 Principe de superposition de Boltzmann.



3.2.2 Description phénoménologique de la viscoélasticité en terme de spectres de retard et de relaxation :

L'association d'un nombre infini d'unités de Maxwell (une infinité de mécanismes de relaxation) donne lieu à un spectre continu dans lequel chaque contribution au module est associée à un temps de relaxation τ_i . Le spectre est alors donné par :

$$E(t) = E_e + \int_{-\infty}^{+\infty} H(\tau) \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \cdot d \ln \tau \quad (3.21)$$

Où E_e est le module instantané.

L'association d'un nombre infini d'unités de Kelvin-Voigt (infinité de mécanisme de retard) donne un spectre continu dans lequel chaque contribution à la souplesse est associée à un temps de retard τ_i . La relation définissant le spectre de retard $L(\tau_i)$ est donnée par:

$$J(t) = J_0 + \int_{-\infty}^{+\infty} L(\tau) \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right) \cdot d \ln \tau \quad (3.22)$$

Où J_0 est la souplesse instantanée.

Les deux dernières équations sont des formes intégrales. Elles posent des problèmes quant à la détermination pratique de $H(\tau)$ et $L(\tau)$. D'après Ferry [64] elles posent en particulier des problèmes de convergence et de stabilité à l'erreur. Il faut faire des approximations basées sur le calcul des dérivées graphiques ou numériques pour simplifier leur détermination. Différentes méthodes ont été proposées pour déterminer ces spectres à partir des données expérimentales. Alfrey [65] propose la détermination du spectre de relaxation $H(\tau)$ à partir de données expérimentales portant sur l'évolution temporelle du module $E(t)$. Il propose d'approcher l'expression $\exp(-t/\tau)$ par une fonction échelon unité

qui vaut 1 si $\ln \tau \leq \ln t$ et 0 si $\ln \tau > \ln t$. Ainsi l'équation 3.22 devient :

$$E(t) \cong E_e + \int_{\ln t}^{+\infty} H(\tau) d \ln \tau \quad (3.23)$$

Par différentiation, l'équation devient :

$$H(\tau) \cong \left(- \frac{d[E(t)]}{d[\ln t]} \right)_{t=\tau} \quad (3.24)$$

Cette approximation semble suffisante pour des variations lentes de la fonction $H(\tau)$ avec τ . Schwarzl et al. [66] ont montré qu'on peut améliorer cette approximation en tenant compte des termes de second ordre en écrivant :

$$H(\tau) \cong \left(- \frac{d[E(t)]}{d[\ln t]} + \frac{d^2[E(t)]}{[d[\ln t]]^2} \right)_{t=2\tau} \quad (3.25)$$

D'autres approximations pour la détermination de la fonction $H(\tau)$ ont été proposées par Ferry [67], Andrews [68]. Les mêmes approximations peuvent être utilisées pour déterminer le spectre de retard.

3.3 Comportement viscoélastique non linéaire pour une histoire mécanique complexe :

Les premières tentatives d'élaboration de modèles rendant compte du comportement viscoélastique non linéaire repose sur la modification du principe de superposition de Boltzmann. Leadermann [62] a étudié le fluage/recouvrance des filaments de textile et d'autres hauts polymères, leur comportement n'obéit pas au principe de superposition de Boltzmann, même à basses contraintes. La modification réside dans la considération d'une fonction de la contrainte au lieu de la contrainte dans l'intégrale de

Boltzmann. Il propose alors la forme suivante :

$$\varepsilon(t) = \frac{\sigma}{E} + \int_{-\infty}^t \frac{df(\sigma)}{d\tau} \cdot J(t - \tau) \cdot d\tau \quad (3.26)$$

Où $f(\sigma)$ est une fonction de la contrainte.

Une autre version modifiée de l'intégrale de Boltzmann est proposée par Rabotnov [69]. Au lieu de considérer une fonction en contrainte, c'est l'intégrale de Boltzmann qui en résulte en une fonction de la déformation. Cette forme est représentée par l'équation suivante :

$$f(\varepsilon(t)) = \frac{\sigma}{E} + \int_{-\infty}^t \frac{d\sigma}{d\tau} \cdot J(t - \tau) \cdot d\tau \quad (3.27)$$

Deux années après le modèle de Leadermann, Eyring postule ce qui suit : pour qu'un tronçon de macromolécule passe d'une position à une autre, il faut qu'il surmonte une barrière d'énergie ΔH^+ . L'application d'une contrainte abaisse cette barrière d'énergie. Il propose une loi en sinus hyperbolique de la contrainte pour mieux représenter les données de Leadermann.

$$\dot{\varepsilon}^* = \gamma_0 \cdot \exp\left(\frac{-\Delta H^+}{RT}\right) \cdot \sinh\left(\frac{v^+ \cdot \sigma}{RT}\right) \quad (3.28)$$

Où R : constante des gaz parfaits.

T : température.

σ : contrainte appliquée.

v^+ : facteur de proportionnalité homogène à un volume d'activation.

ΔH^+ : enthalpie d'activation.

γ_0 : glissement correspondant au déplacement de la position 1 à la position 2.

ε : vitesse de déformation.

Selon Rendell et al. [70] le modèle de plasticité proposé par Eyring ne reproduit pas bien les données expérimentales et n'inclut pas certains aspects physiques correspondant aux changements de structures. La théorie d'Eyring a été utilisée et modifiée par d'autres auteurs. Bauwens [71,72], a introduit un facteur entropique supplémentaire pour rendre compte de l'état structural des polymères dans le modèle d'Eyring.

Robertson [73] part de l'hypothèse que l'application d'une contrainte à un polymère vitreux modifie son équilibre thermodynamique et lui confère une structure plus fluide. Il considère que les segments de macromolécules sont distribués statistiquement entre deux configurations stables de rotation : la configuration cis a une énergie plus élevée que la configuration trans (figure 3.5). La configuration d'équilibre correspond au minimum d'énergie, il propose l'équation suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \gamma_0 \exp\left(\frac{-\Delta G^+(T_f)}{R.T}\right) f(\sigma) \quad (3.29)$$

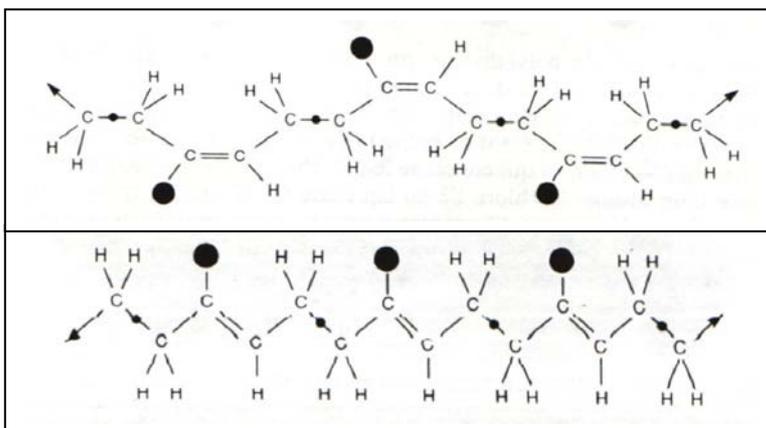


Fig. 3.5 Différence entre la configuration CIS et TRANS.

a/ Configuration Cis

b/ Configuration Trans

En 1969, Schapery [51] généralise l'équation de Leadermann [62] et propose l'équation suivante :

$$\varepsilon(t) = g_0(\sigma) \cdot J_0 \cdot \sigma + g_1(\sigma) \cdot \int_{-\infty}^t \left[\frac{d}{d\tau} [g_2(\sigma) \cdot \sigma] \Delta J(Z(t) - Z(\tau)) \right] d\tau \quad (3.30)$$

Avec :

$$Z(t) = \int_0^t \frac{dt'}{a[\sigma(t')]}$$

Où : $g(\sigma)$, $a(\sigma)$: sont fonctions de la contrainte.

J_0 : souplesse instantanée.

$Z(t)$: temps réduit.

Cette méthode de temps réduit a été utilisée ultérieurement par Narayanaswamy [74] pour décrire les phénomènes de relaxations non-linéaire observés sur diverses propriétés physiques des verres dans le domaine de la transition vitreuse. En effet, Narayanaswamy postule que la viscosité est l'unique qui est à l'origine de la non-linéarité. Pour décrire l'évolution au voisinage de la transition vitreuse, il propose une réduction de l'échelle temps. Cette technique a été reprise par Moynihan et al. [75] et Kovacs et al. [76] pour la modélisation de la recouvrance non linéaire du volume et de l'enthalpie.

Mentionnant que Plazek et al. [77] ont étudié deux grades de PMMA, la modélisation du comportement de fluage/recouvrance en torsion a permis de proposer la forme suivante :

$$J(t) = J_0 + \int_{-\infty}^{+\infty} L \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right) d \ln \tau + \frac{t}{\eta} \quad (3.31)$$

Où : J_0 : souplesse instantanée.

L : spectre de retard.

τ : constante de temps

η : viscosité.

Ngai [78,79] pour sa part propose un modèle de couplage. Ce model a été utilisé pour modéliser le vieillissement physique du polystyrène, du poly(vinyl chloride) (PVC), et le fluage d'autres polymères. Il a été utilisé également pour modéliser l'évolution du temps de relaxation de système complexes avec la température et la pression. Le modèle de couplage de Ngai se présente sous la forme suivante pour une étude de la réponse en contrainte :

$$\sigma(t) = E_R \cdot \varepsilon(t) + \int_0^t \left[\frac{d\varepsilon}{dt} \cdot (E_u - E_R) \cdot \phi(t, t') \right] \cdot dt' \quad (3.32)$$

Avec :

$$\phi(t, t') = \exp \left[- \int_{t'}^t \tau_{\sigma}^{-1}(T_f, \sigma) [\omega_c \cdot (t'' - t')]^{-n[T_f]} \cdot dt'' \right] \quad (3.32a)$$

Où :

$$T_f(t) = T_{f\infty}(\varepsilon) - \int_0^t \frac{dT_{f\infty}(\varepsilon)}{d\varepsilon} \frac{d\varepsilon}{dt'} \phi(t, t') dt' \quad (3.32b)$$

L'Eq de $T_f(t)$ représente la température fictive qui correspond à l'état structural (concentration des défauts).

$T_{f\infty}$: la valeur de cette température à l'équilibre.

t' : temps correspondant à l'application de la perturbation.

ω_c : fréquence critique caractérisant la complexité du système.

$n(T_f)$: paramètre gouvernant la non linéarité.

Au fait, ce modèle représente un cas particulier de l'équation de Schapery qui s'écrit en contrainte comme suit :

$$\sigma(t) = g_0(\varepsilon) \cdot E^u \cdot \varepsilon(t) + g_1(\varepsilon) \cdot \int_{-\infty}^t \left[\frac{d}{d\tau} [g_2(\varepsilon) \cdot \varepsilon] \cdot (E^u - E^r) \cdot (Z(t) - Z(\tau)) \right] \cdot d\tau \quad (3.33)$$

Avec :

$$Z(t) = \int_0^t \frac{dt'}{a[\varepsilon(t')]} \quad (3.33a)$$

Dans laquelle :

$$g_0(\varepsilon) = \frac{E^r}{E^u} \cdots et \cdots g_1(\varepsilon) = 1 \cdots et \cdots g_2(\varepsilon) = 1 \quad (3.33b)$$

Et :

$$Z(t) - Z(\tau) = \phi(t, t') = \exp \left[- \int_{t'}^t \tau_{\sigma}^{-1}(T_f, \sigma) [\omega_c \cdot (t'' - t')]^{-n[T_f]} \cdot dt'' \right] \quad (3.33c)$$

Ainsi la fonction ϕ introduite par Ngai explicite le rôle du temps réduit proposé par Schapery.

D'autres méthodes sont apparues pour rendre compte de la complexité des données expérimentales des matériaux. Certaines ont un caractère mathématique plus prononcé sans dégager véritablement de sens physique clair. Elles ne sont alors bien évidemment performantes que pour des interpolations et doivent être utilisées avec précautions pour tout essai d'extrapolation au-delà du domaine expérimental. Green et Rivlin [80] proposent la technique des intégrations multiples pour décrire des expériences avec des histoires de chargement complexes. La déformation est alors exprimée sous la forme suivante :

$$\varepsilon(t) = \int_{-\infty}^t \frac{d\sigma}{d\tau_1} \cdot J_1(t - \tau_1) \cdot d\tau_1 + \int_{-\infty}^t \int_{-\infty}^t \frac{d\sigma}{d\tau_1} \cdot \frac{d\sigma}{d\tau_2} \cdot J_2(t - \tau_1, t - \tau_2) \cdot d\tau_1 \cdot d\tau_2 + \int_{-\infty}^t \int_{-\infty}^t \int_{-\infty}^t \dots \quad (3.34)$$

Pour faciliter la convergence de cette équation, Pipkin et Rogers font apparaître le couplage entre la contrainte et la souplesse et proposent l'expression suivante [54] :

$$\varepsilon(t) = \int_{-\infty}^t \frac{d\sigma}{d\tau_1} \cdot J_1(t - \tau_1, \sigma(\tau_1)) \cdot d\tau_1 + \dots \quad (3.35)$$

Un autre modèle, baptisé BKZ, a été proposé par Bernstein et al. en 1963 [81] pour décrire le comportement d'un fluide élastique incompressible. Il a été modifié par la suite par McKenna et al. [82] dans le but de modéliser le comportement du poly(méthyl méthacrylate) en traction et en cisaillement.

Historiquement, le modèle BKZ a été développé à partir des théories générales de Green et Rivlin [80] et de Coleman et Noll [83]. Ces théories permettent de décrire les milieux continus. Schématiquement, Green et Rivlin relient les lois de comportement en grandes déformations à des potentiels thermodynamiques exprimés par des développements d'ordre plus au moins élevé en fonction des invariants mécaniques. Coleman et Noll introduisent des fonctionnelles sur la base de concept d'irréversibilité thermodynamique.

L'objet du modèle BKZ permet non seulement de conserver ce cadre général, mais aussi d'y adjoindre quelques hypothèses simplificatrices, sur la base d'expériences afin d'obtenir un «outil» de modélisation véritablement utilisable.

Par opposition aux méthodes intégrales, d'autres travaux utilisent des méthodes fondées sur les dérivées fractionnaires pour la description des lois de comportement. Cette formulation mène à des lois en puissance. Beda et al. [84] propose la formulation suivante pour décrire le comportement des matériaux viscoélastiques :

$$\sigma(t) + \sum_{i=1}^m (a_i D_i^\alpha < \sigma(t) >) = E_0 \cdot \varepsilon(t) + \sum_{j=1}^n (b_j D_j^\beta < \varepsilon(t) >) \quad (3.36)$$

Où : α et β sont des valeurs fractionnaires comprises entre 0 et 1.

$\sigma(t)$ et $\varepsilon(t)$ représente respectivement la contrainte et la déformation.

a_i et b_j sont des constantes.

D^α correspond à l'opérateur de la dérivée

E_0 est le module d'YOUNG.

$\langle \rangle$ est la moyenne.

Sur la base des observations expérimentales, au premier ordre, l'équation ci-dessus donne un modèle à cinq paramètres qui s'écrit :

$$\sigma(t) + aD^\alpha \langle \sigma(t) \rangle = E_0 \cdot \varepsilon(t) + bD^\beta \langle \varepsilon(t) \rangle \quad (3.37)$$

Cette approche a été utilisée également par d'autres auteurs comme Heymans [85] et al. Et Auwens [86] qui visent à dégager un sens physique à ce type d'analyse.

PARTIE 2 : Etude expérimentale

CHAPITRE IV

MISE EN FORME ET MORPHOLOGIE DES PIÈCES MOULÉES PAR INJECTION

4.1 Les matériaux utilisés

Les matériaux considérés dans cette partie de notre travail sont:

i/ le polyamide 66 de marque commerciale **Zython 101L**, fourni par la société **Du Pont Ince** (CANADA),

ii/ le polyamide de marque **Zython 70G43L** est la même résine renforcée à 43 % en masse par des fibres de verre.

Il se présente sous forme de granulés. Dans ce type de matériau, la longueur et le diamètre moyen des fibres sont de l'ordre de 0.5 mm et 12 μm respectivement, ce qui donne un rapport de forme de 40. Les caractéristiques principales du matériau, telles que fournies par le fabricant, sont réunies au tableau 4.1.

Les granules sont séchés dans un four à 100°C pendant 16 heures avant le moulage. La presse à injection utilisée est une presse **BATTENFELD** de type **BAC 750/300 CNC** pourvue d'un système de contrôle en boucle fermée **UNILOG 8000**. Elle a une capacité de dosage de 177 cm³ et une force de fermeture de 80 tonnes. Le rapport L/D de la vis de plastification est de 18, le rapport de compression est de 2, uniformément réparti sur toute la longueur de la vis.

4.2 Le moule utilisé

"Un moule à tiroir" à cavité prismatique interchangeable est utilisé. Il possède un seuil en nappe de 2 mm de profondeur sur toute la largeur de la cavité. Notons que l'orientation des fibres obtenue avec ce type de moule a été étudiée par un grand nombre d'auteurs qui ont travaillé avec du nylon [25,29,89,90] ou du polypropylène renforcé par des fibres de verre [27,87,88,91].

Tableau 4.1 - Caractéristiques du Polyamide 66 selon le fournisseur.

	Normes	Unités	101L		70G43L	
	ASTM		0 %RH	50 %RH	0 %RH	50 %RH
Masse volumique	D 792	g/cm ³	1.14	1.14	1.42	1.42
Absorption d'eau Immersion 24hr (23°C)	D 570	%	1.20	---	0.6	---
Absorption d'eau à la saturation(23°C)	D 570	%	8.50	---	4.7	---
Point de fusion	D 789	°C	255	255	225	---
Coefficient de dilatation linéaire	D 696	m/m/°C	8.1x10 ⁻⁵	---	2.2x10 ⁻⁵	---
Module de flexion (23°C)	D 790	MPa	2827	1207	11032	8274
Résistance en flexion à (23°C)	D 790	MPa			285	---
Résistance en Traction à(23°C)	D 638	MPa	82.7	77.2	206.8	144.8

Cavités utilisées

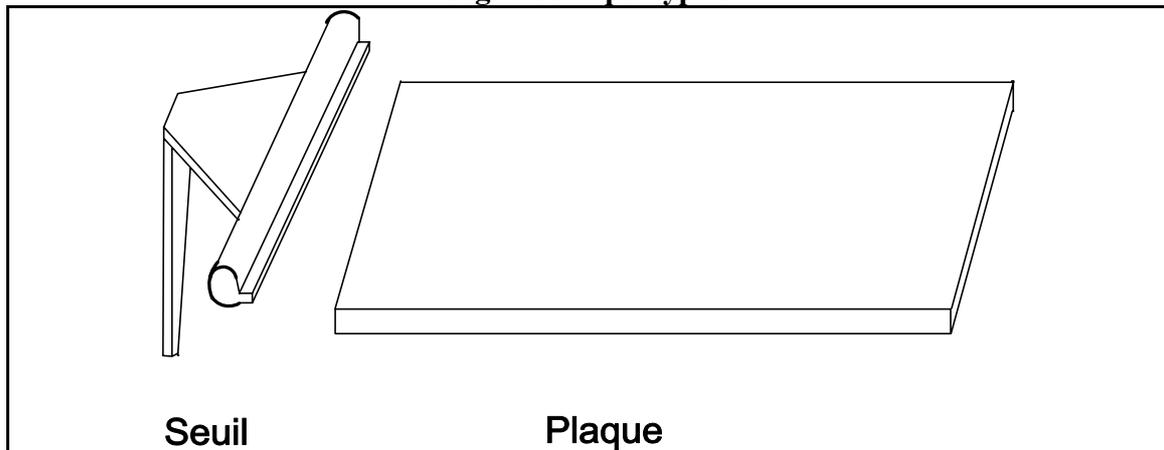
Avec ce moule, deux formes de cavités sont utilisées :

- cavité I, de forme rectangulaire, déjà disponible (figure 4.1),
- cavité II, conçu et réalisée.

4.2.1 Cavité type I:

Cette cavité a une forme rectangulaire 4 x 75 x 125mm (voir figure 3.1). Elle est munie d'un canal d'alimentation en nappe de type divergent. Le seuil est en film, il a 75 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur, alimentant la cavité sur toute sa largeur. Il permet ainsi un écoulement unidirectionnel du polymère fondu. Le canal d'alimentation a une section trapézoïdale, dont l'aire varie de 30 à 50 mm².

Fig. 4.1 Plaque type I



4.2.2 Fondements et considérations dans la conception de la cavité

Nous avons vu dans la section 1.3, que l'orientation des fibres dans les pièces moulées par injection est très complexe. Dans la peau, la contribution de l'écoulement élongationnel prédomine. Dans le cœur, l'orientation acquise par les fibres, lors de la pénétration du plastique fondu dans le moule, est relativement peu affectée ; car les taux de cisaillement sont trop faibles et la distance d'écoulement est trop courte. Plusieurs auteurs [23,29,30,92] ont rapporté que l'écoulement de cisaillement ne joue un rôle notable que dans la couche intermédiaire (entre la peau et le cœur).

Pour donner aux fibres une orientation parallèle à l'écoulement dans le cœur et obtenir ainsi des composites essentiellement unidirectionnels, donc une pièce à orientation homogène sur toute l'épaisseur, nous appliquons les concepts de Goettler [9,13,93] et de Vincent [23]. Il s'agit de l'utilisation de l'écoulement convergent. Pour illustrer le potentiel de cette approche, considérons d'abord un ensemble de 91 fibres, orientées dans un plan à des angles Θ allant de 0 à 90° inclusivement. Cet ensemble peut représenter une orientation aléatoire de fibres dans un plan.

La valeur de la fonction d'orientation de Hermans f_p (section 1.3.2) de cet ensemble serait:

$$f_p = 0$$

Le coefficient de Krenchel η_0 (section 1.4.2) utile pour évaluer l'efficacité du renfort dans le calcul de propriétés mécaniques impliquant la loi des mélanges, sera pour cet ensemble:

$$\eta_0 = 0.375$$

En soumettant une fibre orientée initialement à un angle ψ_0 et en réécrivant l'équation de Goettler (Eq 1.4), l'angle d'orientation ψ de cette fibre à la sortie d'un convergent sera donné par:

$$\psi = \arctan \left\{ \left(\frac{A}{A_0} \right)^{1.5 \mu} \cdot \tan \psi_0 \right\} \quad (4.1)$$

La figure 4.2 illustre l'effet de l'angle d'entrée pour un taux de convergence A/A_0 sur l'angle de sortie d'une fibre. Nous allons montrer que pour des taux de convergence supérieurs à 6, toutes les fibres, sauf celles dont l'orientation initiale est perpendiculaire à l'écoulement ($\psi_0 > 80^\circ$), se trouvent fortement réorientées par l'action de l'écoulement élongationnel convergent.

Fig 4.2 L'effet de l'angle d'entrée sur l'angle de sortie d'une fibre pour un taux de convergence A/A_0 (Eq 4.1)

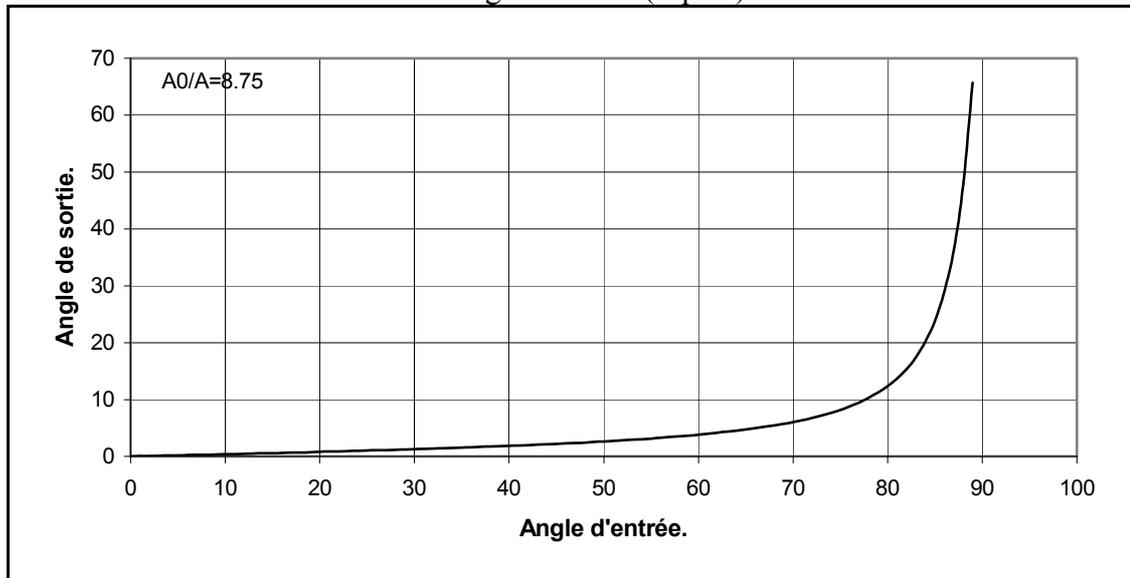


Fig 4.3 Effet du taux de convergence sur la fonction de Hermans

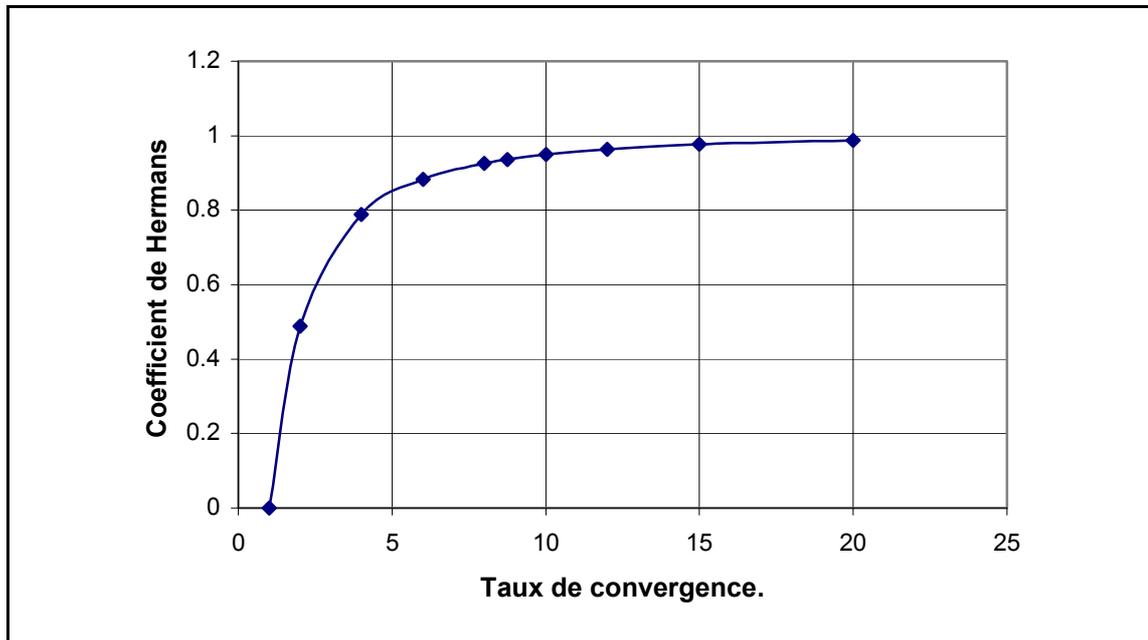
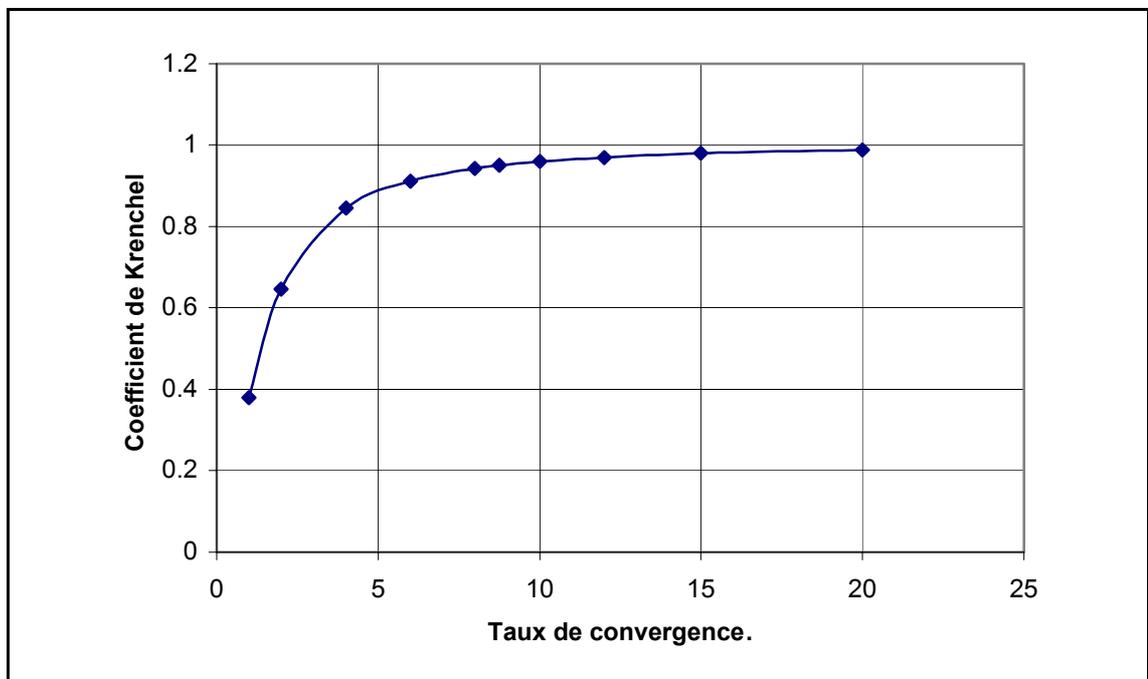


Fig 4.4 Effet du taux de convergence sur le coefficient de Krenchel



En soumettant l'ensemble des 91 fibres mentionné plus haut, dont la distribution de l'orientation simule une orientation aléatoire, à un écoulement convergent, les coefficients

de Hermans et de Krenchel s'avèrent affectés. Les figures 4.3 et 4.4 illustrent l'effet du taux de convergence sur la valeur de ces coefficients.

On peut conclure qu'une cavité de moule que l'on voudrait utiliser pour produire une orientation essentiellement unidirectionnelle, nécessiterait un taux de convergence supérieur à 6.

Fig 4.5 Photo de la pièce (type II)

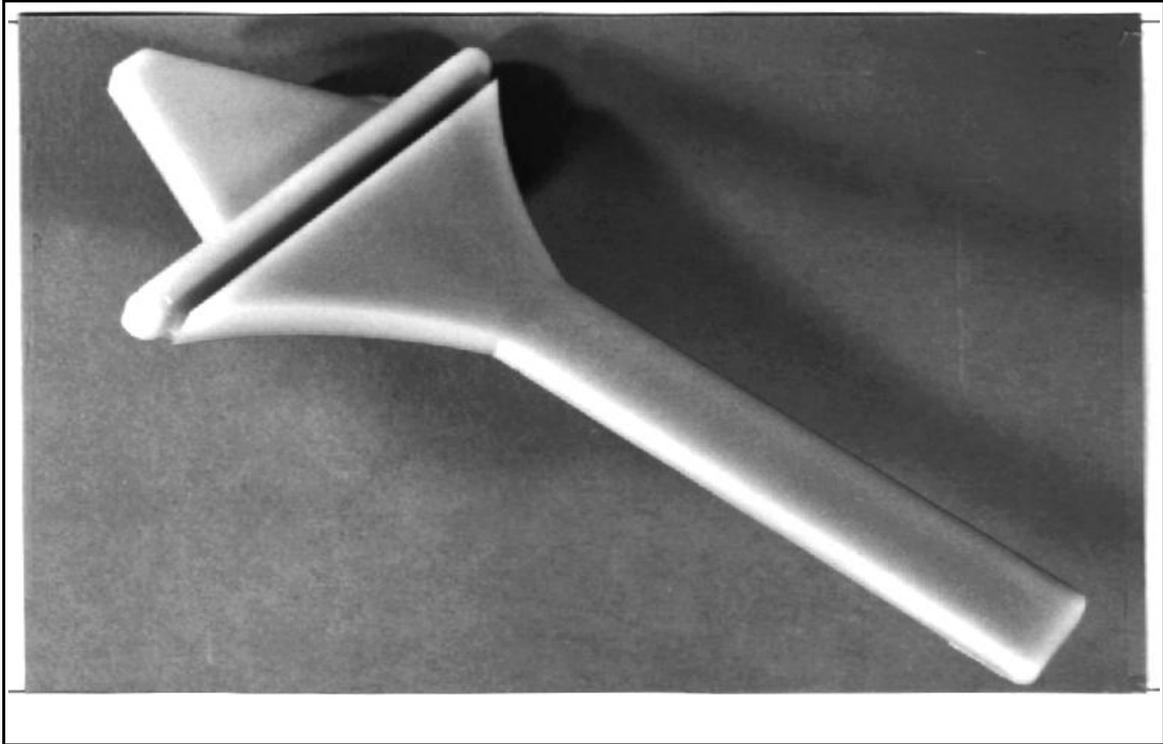
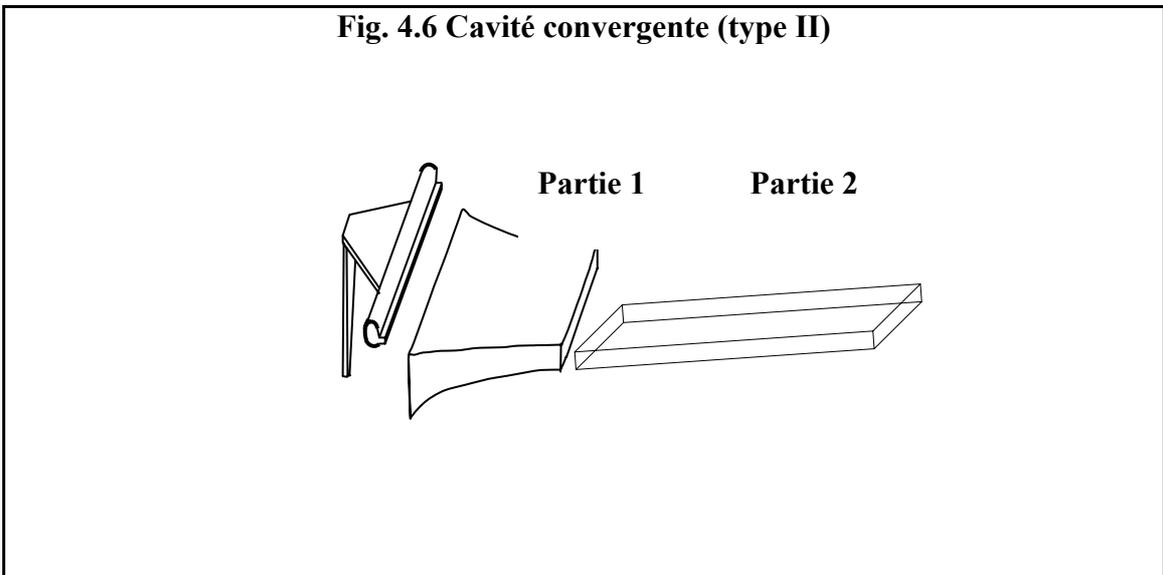


Fig. 4.6 Cavité convergente (type II)



En respectant d'une part les dimensions maximales de la cavité interchangeable et d'autre part la nécessité d'avoir un taux de convergence supérieur au moins à 6, justifiée dans le paragraphe précédent; une cavité a été conçue et illustrée aux figures 4.5 et 4.6 ; les cotes de la cavité sont montrées dans cette dernière.

La cavité en question, est munie d'un canal d'alimentation en nappe de type divergent et d'un seuil en film de 75 mm de largeur et de 2 mm d'épaisseur alimentant la cavité sur toute sa largeur. Le canal d'alimentation a une section trapézoïdale dont l'aire varie de 30 à 50 mm². Le système d'alimentation est donc exactement le même que celui des plaques du type I.

La cavité est composée de deux parties. La première partie développe un écoulement convergent, favorisant ainsi une orientation des fibres dans la direction de l'écoulement. Elle converge en épaisseur d'une façon linéaire de 7 mm à 4 mm dans les deux plans; et en largeur avec une fonction carrée, obtenue par un arc de cercle. Cette largeur part de 75 mm et atteint 15 mm. Le taux de convergence total est de 8.75. La deuxième partie de la cavité a une section constante (4 x 15 mm²), avec une longueur de 90 mm. C'est à partir de cette dernière que les échantillons à tester sont usinés.

Le changement graduel de la section utilisée a été choisi pour permettre une orientation sans perturbations entre la partie convergente et la deuxième partie de la section constante.

L'efficacité de cette approche pourra être évaluée par comparaison avec une cavité ayant la même épaisseur, en observant l'orientation de fibres, mais surtout en étudiant les modules de traction et de flexion des échantillons usinés à partir des pièces moulées.

4.3 Orientation des fibres dans les plaques moulées

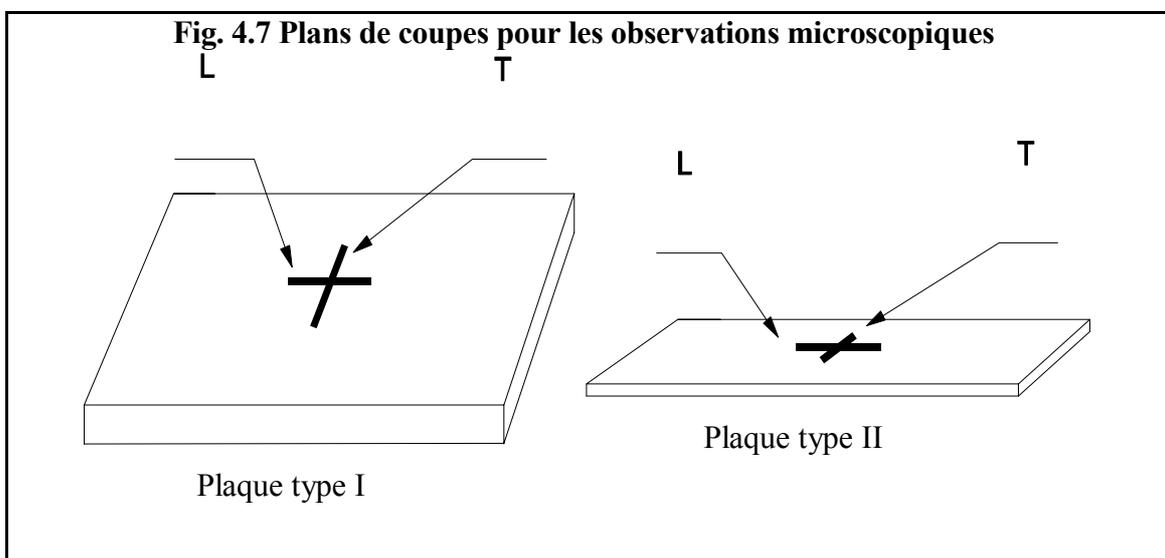
Pour évaluer de l'orientation des fibres dans le composite, des observations sur microscope électronique à balayage ont été effectuées. Des surfaces polies sont préparées.

Des coupes longitudinales **L** (dans le sens du remplissage du moule) et des coupes transversales **T** (dans le sens perpendiculaire) (voir figure 4.7) sont considérées.

4.3.1 L'orientation dans les plaques type I

La figure 4.8-a représente une surface de coupe transversale **T** sur toute l'épaisseur de la plaque type I. Il est évident qu'on peut distinguer au moins deux zones où l'orientation est différente:

- la peau (près de la paroi) où les fibres ont des surfaces de coupe circulaire (indiquant qu'elles sont orientées dans le sens de l'écoulement),
- le coeur (au centre de la plaque), par contre, où la coupe donne plutôt des ellipses allongées, ce qui indique bien que l'orientation est perpendiculaire au sens du remplissage du moule. Ces constatations concordent parfaitement avec les observations rapportées par d'autres études (section 1.3).



Dans la coupe longitudinale **L** (figure 4.8-b), nous constatons que près de la paroi, les fibres sont coupées à leurs axes. Au niveau du cœur qui apparaît maintenant plus épais, les fibres forment avec le plan de coupe des sections circulaires.

4.3.2 L'orientation dans les plaques II

La figure 4.9-a montre l'épaisseur complète de l'échantillon de type II dans une coupe **T** transverse au sens d'injection. Toutes les fibres traversées par le plan de coupe ont une section circulaire indiquant une orientation prononcée dans le sens de l'écoulement et démontrant aussi l'absence de la structure dite peau-cœur.

La coupe longitudinale **L** (figure 4.9-b), indique que sur toute la largeur de l'échantillon, le plan de coupe est essentiellement parallèle à l'axe principal des fibres, donnant ainsi des ellipses allongées.

4.3.3 Discussion

Nous avons observé pour les plaques de type I une structure en couches. Cette dernière est expliquée par le modèle de Tadmor [28] lors de remplissage du moule. L'orientation obtenue dans la peau est le résultat de l'expansion du front d'écoulement et du taux de cisaillement élevé près de la paroi. Le cœur, cependant, est la zone la moins affectée par l'écoulement de cisaillement ; sa structure est formée lors du passage du polymère fondu dans le moule à travers le seuil. Ce dernier coïncide généralement avec une variation importante de l'épaisseur c'est-à-dire d'une épaisseur faible à une autre, plus grande, qui est celle de l'entrefer. Dans ce passage l'écoulement divergent est favorisé. Juste à l'entrée du moule, et à cause de la divergence au seuil, les fibres s'orientent dans le sens transverse. Plus loin, l'orientation par l'avancement du front et par cisaillement prend place comme décrit dans le paragraphe 1.3.1.

Vu que dans un écoulement de cisaillement, le taux de cisaillement élevé se produit près de la paroi, laissant le cœur sans changement (même s'il n'oriente que partiellement la peau). L'écoulement convergent pour sa part, donne un taux d'élongation maximal au centre de la section; là où il le faudra le plus. Les particules soumises à ce champ, sont forcées à s'aligner dans le sens du remplissage du moule.

Fig. 4.8 Orientation des fibres dans les plaques de type I (x30)

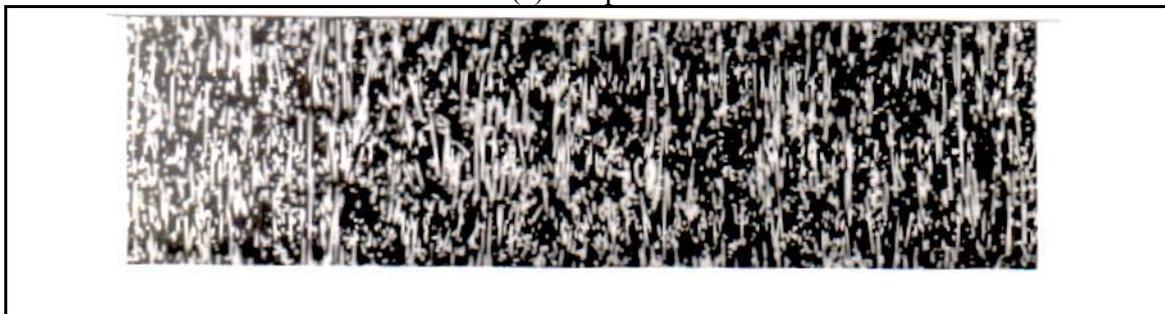
(a) Coupe T



(b) Coupe L

Fig. 4.9 Orientation des fibres dans les plaques de type I (x30)

(a) Coupe T



(b) Coupe L

Pour évaluer le coefficient d'orientation f_p des fibres, à la sortie du convergent de la cavité II (avec un taux de convergence de 8.75), nous avons utilisé le modèle de Goettler (Eq 4.1) pour calculer les angles de sortie. Nous avons supposé que les fibres ont une orientation aléatoire à leur entrée. En utilisant la fonction de Hermans (Eq 1.6), nous avons calculé le coefficient de Hermans à la sortie du convergent. Ceci donne une valeur de:

$$f_p = 0.93$$

Cette technique nous a permis de montrer que le paramètre le plus important à considérer dans l'orientation des thermoplastiques renforcés, moulés par injection est la géométrie (forme) du moule en premier lieu.

Jusqu'à présent, c'est surtout l'écoulement divergent dans un disque injecté par le centre qui a été considéré. Or, dans ce cas, l'élongation et le cisaillement entrent en compétition, car l'écoulement divergent oriente les fibres dans le sens transverse, alors que l'écoulement de cisaillement les oriente dans le sens du remplissage. De plus l'orientation des fibres est radiale, ce qui complique l'obtention d'une éprouvette à tester à cause de l'orientation développée. L'utilisation de la cavité II, a permis d'obtenir un composite essentiellement unidirectionnelle avec l'absence de la structure en couche. Ceci permet d'entreprendre les essais mécaniques avec un matériau plus homogène, moulé par injection.

CHAPITRE V

ESSAIS MECANIQUES A COURT TERME

Suivant l'évaluation de l'orientation par observation sur microscope, nous traitons dans ce chapitre les résultats des essais mécaniques à court terme. Il s'agit des essais de traction et de flexion trois points. Nous présentons d'abord les résultats qui sont ensuite interprétés selon les théories applicables aux composites renforcés de fibres courtes.

5.1 Machine d'essai

Tous les essais mécaniques ont été effectués sur une machine d'essai universelle de marque JJ Instruments M30K, dont la commande est réalisée par plusieurs modules appropriés pour la flexion et la traction.

Un système d'acquisition de données est utilisé pour enregistrer les paramètres mesurés par la machine d'essai à l'aide d'un micro-ordinateur équipé d'une carte d'acquisition Data Translation DT2820. On peut enregistrer avec cette carte la charge en fonction du déplacement pour les essais de traction et de flexion ou le déplacement en fonction du temps pour les essais de fluage. Le programme d'acquisition des données est réalisé en utilisant le logiciel ASYST 3.0 conçu par ASYST Software Technologies Inc.

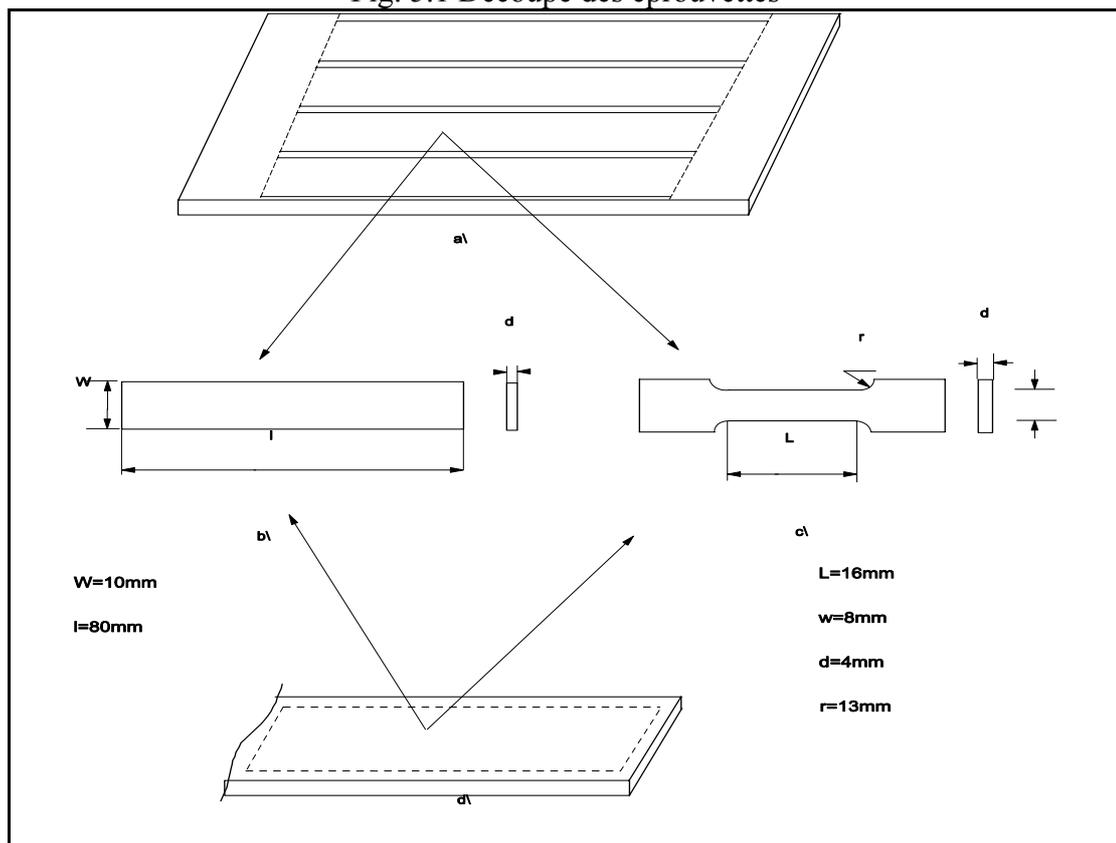
5.2 Préparation, découpage et conditionnement des échantillons:

Toutes les éprouvettes sont découpées dans le sens de l'écoulement (sens longitudinal). Elles ont les dimensions montrées sur la figure 5.1. Les plaques du type I sont assez larges pour donner 4 échantillons par plaque (figure 5.1). Les plaques de type II sont formées de deux parties (figure 4.6), ce n'est que la partie 2, à section constante qui sera utilisée (figure 5.1). On peut usiner une éprouvette par plaque moulée.

L'épaisseur exacte des plaques de type I est de 3.85 mm, celle de type II est de 3.9 mm.

Le Nylon est un polymère qui absorbe l'humidité, il est en équilibre avec l'air qui l'entoure, cette caractéristique est importante à considérer car elle influe sur les propriétés mécaniques de ce matériau. Pour obtenir des éprouvettes avec un taux d'humidité donnée, nous devons les conditionner dans une enceinte fermée à l'intérieur de laquelle l'atmosphère a un taux d'humidité relatif maintenu constant par l'utilisation de solution saturée d'un sel. On a choisi le nitrate de calcium ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) qui donne une humidité relative de 50 % à une température de 23 °C. L'équilibre est atteint entre 3 et 4 jours. Les échantillons ont été conditionnés pendant au moins 4 jours.

Fig. 5.1 Découpe des éprouvettes



5.3 L'essai de traction

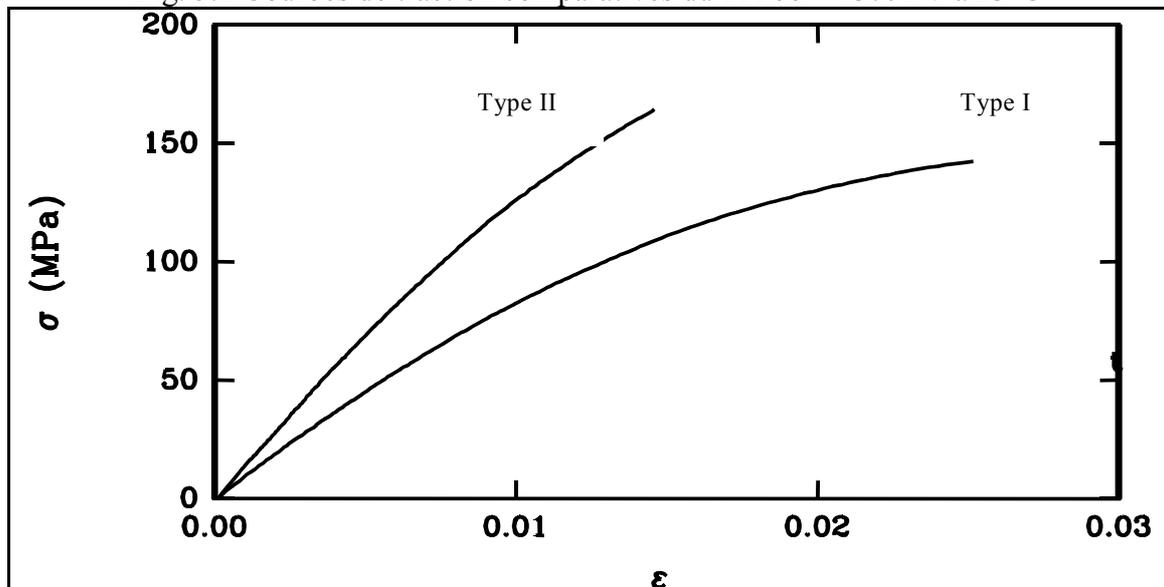
L'essai de traction permet d'avoir une contrainte uniforme sur toute la section d'un échantillon. Pour les plaques de type I qui ont une structure peau/cœur, les informations

obtenues reflètent un comportement moyen de toute l'épaisseur. Nous pouvons ainsi évaluer l'utilité de la cavité convergente en mesurant et en comparant les modules des éprouvettes du type I et du type II respectivement.

Vu l'importance du glissement entre l'éprouvette et les mâchoires de la machine pendant l'essai de traction, l'enregistrement des déformations est effectué à l'aide d'un extensomètre de marque MTS qui permet de mesurer directement la déformation réelle locale. La charge correspondante est donnée par la cellule de la machine. Les conditions d'essai sont;

- la température d'essai de 23°C
- avant les essais, les éprouvettes usinées ont été équilibrées dans une atmosphère dont l'humidité relative est de 50 % (voir section 2.6).
- quatre vitesses de traction des éprouvettes sont utilisées: 0.1, 1, 5, et 10 mm/min.
- tous les échantillons (de type I et II) sont coupés suivant le sens de l'écoulement (figure 5.1).

Fig. 5.2 Courbes de traction comparatives du PA 66 + 43% FV à 23°C



La figure 5.2 montre des courbes de traction contrainte-déformation des différentes éprouvettes. L'échantillon de type I a une courbe de pente plus faible, donc un module plus faible. La courbe de traction de l'échantillon de type II a une pente plus prononcée avec une contrainte ultime nettement plus importante

Nous avons effectué des essais de traction à plusieurs vitesses de déformation et ce pour les deux types d'échantillons. Le tableau 5.1 illustre l'évolution du module de traction en fonction de la vitesse de déformation. Elle montre que la vitesse de déformation n'a pas un effet explicite sur le module de traction.

Par ailleurs, les modules mesurés sur les éprouvettes du type II montrent un module substantiellement plus élevé que celui du type I. L'amélioration est d'environ de 45% (tableau 5.1). Cette amélioration est la conséquence d'une meilleure orientation des fibres rapportées dans la section précédente. Il faut retenir que cette amélioration est mesurée sur toute la section de l'échantillon.

Tableau 5.1 : Module de traction mesuré pour les éprouvettes de type I et de type II.

Vitesse d'étirement mm/min	0.1	1.0	5.0	10.0
Module échantillon type I (10^9 Pa)	7.81	8.92	8.14	9.08
Module échantillon type II (10^9 Pa)	11.25	12.23	12.81	12.03
Amélioration en %.	44.05	37.11	57.37	32.48

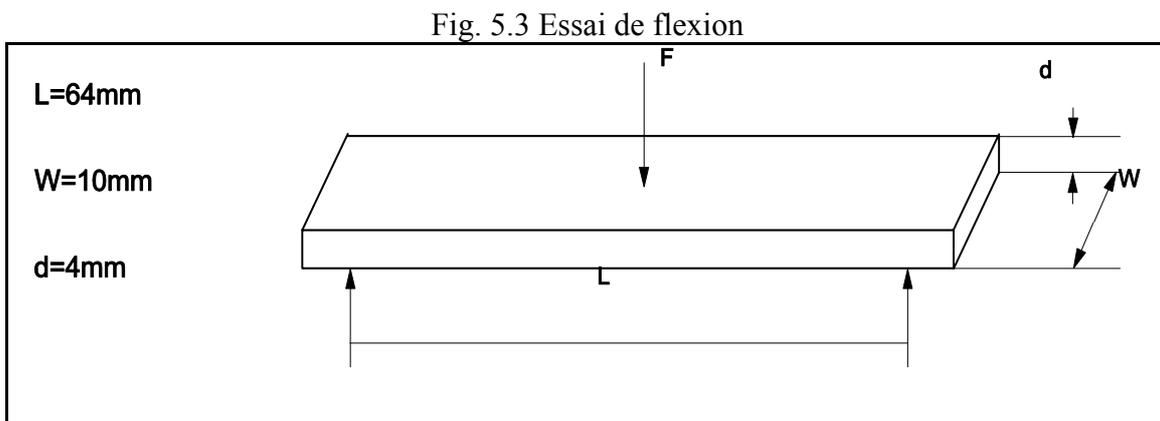
5.4 L'essai de flexion

L'intérêt de l'essai de flexion pour l'étude des matériaux renforcés de fibres courtes, moulés par injection, réside dans le fait qu'il permet d'évaluer les propriétés des couches externes, la contribution du cœur étant moins influente sur les caractéristiques mesurées. L'effet de la géométrie du moule et de la vitesse de déformation sont considérés dans cette section.

5.4.1 Essai de flexion trois points

Les essais de flexion ont été effectués sur les deux types de plaques et sous les conditions suivantes;

- A la température de 23 °C, nous avons fait des essais avec des vitesses de déformation (de la fibre externe) variant de 0.005, 0.025, 0.051 et 0.256 mm/mm.min,



- F Charge appliquée
l,L Longueur totale de l'échantillon et distance entre appui, respectivement.
W,d Largeur et épaisseur respective de l'échantillon.

Les dimensions des éprouvettes et la position des points d'appuis de l'essai de flexion 3 points ont été préparées selon la norme ASTM D790 [98] (figure 5.3) et elles sont fixes pour tous les essais. La préparation des éprouvettes est présentée dans le paragraphe 5.2. Avant l'essai, les échantillons ont séjourné dans une atmosphère à 50% d'humidité relative.

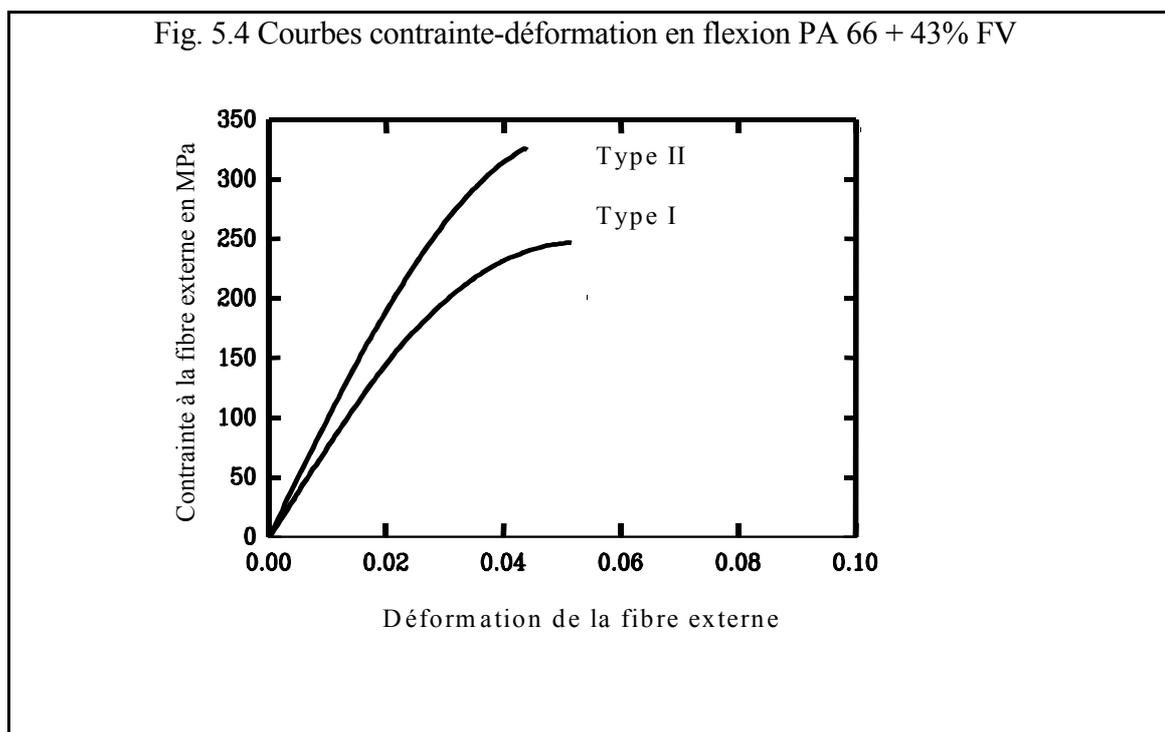
La norme ASTM D790 donne l'équation suivante pour le calcul du module de flexion:

$$E_b = \frac{m L^3}{4 b d^3} \quad (5.1)$$

Où E_b Le module tangent en flexion, d l'épaisseur de l'échantillon, b la largeur de l'échantillon, L la longueur entre appuis et m la pente initiale de la courbe charge-flèche.

5.4.2 Courbes contrainte-déformation

Les courbes contrainte-déformation pour un essai de flexion trois points des échantillons de type I et de type II à 23 °C sont montrées sur la figure 5.4. Bien que chaque courbe commence par une section essentiellement linéaire, une seconde section non linéaire se prolonge jusqu'à la rupture de l'échantillon. Pour cette température le point de rupture se confond avec le seuil d'écoulement (figure 5.4). Il faut rappeler que l'essai de flexion donne un champ de contrainte complexe dans la section de l'échantillon. La partie supérieure étant en compression et la partie inférieure en tension. Ceci influe sur les caractéristiques mesurées et le mode de rupture lui-même. Les observations au microscope des faciès de rupture sont interprétées au chapitre 9.



Le tableau 5.2 donne les valeurs des modules calculés pour les deux types de plaque ainsi que l'amélioration enregistrée. Cette amélioration relative varie de 30% à 35%. Il peut apparaître surprenant qu'une augmentation du module de flexion similaire à celle rapportée (30 à 35%) a été observée pour les échantillons du type II par rapport à ceux du type I. Bien que de nombreux chercheurs rapportent une bonne orientation de fibres dans la peau, pour les pièces moulées par injection. Certains chercheurs ont effectivement mesuré le coefficient de Hermans [31] et ont trouvé une valeur de $f_p = 0,7$ pour une plaque rectangulaire moulée en PA 66 renforcé à 30% en fibres de verre. Ceci indique qu'il y a lieu pour une amélioration de l'orientation, non seulement dans le cœur mais aussi dans la peau, ce qui est en accord avec les observations au microscope (section 4.3).

Tableau 5.2 : Module de flexion mesuré pour les éprouvettes de type I et II.

Vitesse de déformation /min	0.005	0.025	0.051	0.256
Module échantillon type I (10^9 Pa)	8.02	8.50	8.95	8.76
Module échantillon type II (10^9 Pa)	10.76	11.45	11.47	11.82
Amélioration en %.	34.16	34.70	28.16	34.93

5.4.3 Effet de la vitesse de déformation sur le module en flexion

a) Polyamide renforcé

La figure 5.5 montre l'effet de la vitesse de déformation sur le module en flexion pour les deux types d'échantillons. Dans la plage des vitesses de déformation étudiées, nous avons trouvé que le module est une fonction linéaire du logarithme de la vitesse de déformation. Il obéit à la relation:

$$E_b = C_1 + C_2 \ln(\dot{\epsilon}) \quad (5.2)$$

où C_1 est le module à un taux de déformation $\dot{\epsilon}=1$.

et C_2 une constante fixe pour une température.

Fig. 5.5 Effet de la vitesse de déformation sur le module en flexion

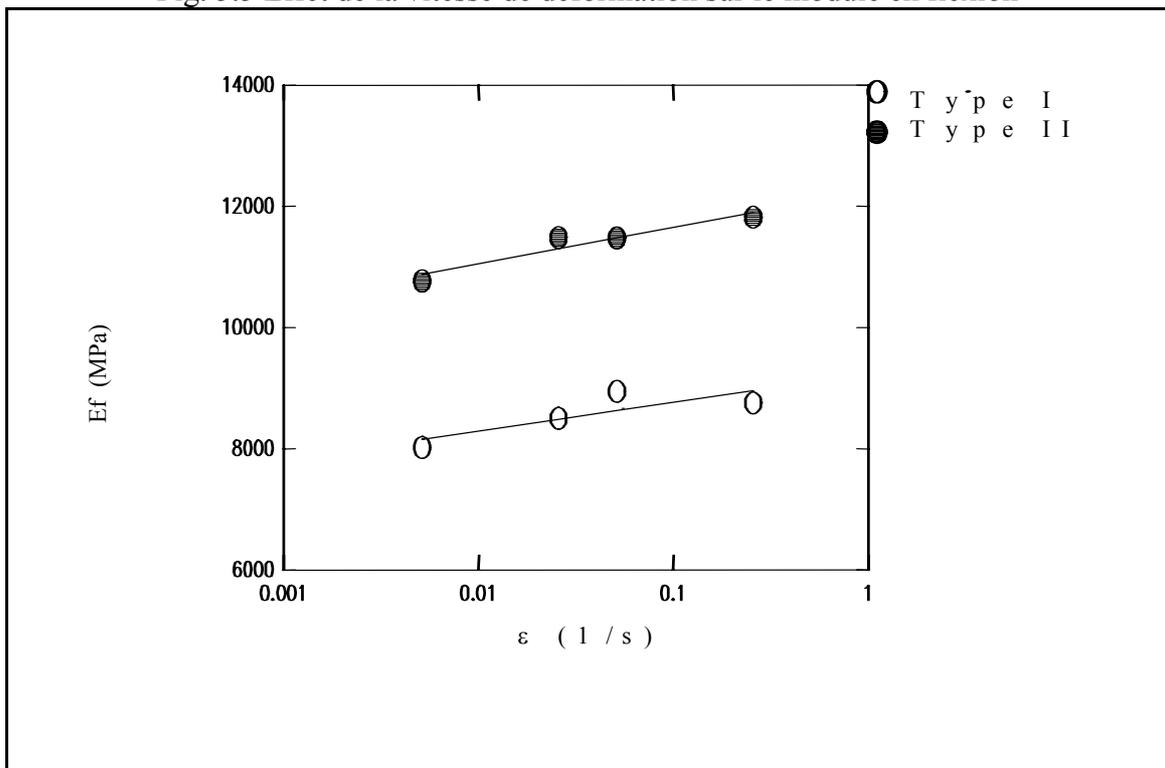


Tableau 5.3 Valeurs des constantes C_1 et C_2 de l'équation 5.2

Constantes	Type I	Type II
C_1 (GPa)	9,23	12,25
C_2 (GPa)	0,203	0,260

La dépendance du module apparent en flexion au taux de déformation est de nature viscoélastique. Chaque vitesse de sollicitation impose au matériau une histoire de chargement différente. Au cours du chargement, il peut y avoir des micro-relaxations de contraintes. Si la sollicitation est rapide, le matériau a moins de temps pour relaxer et il montre une plus grande rigidité. Inversement, si la sollicitation est lente, le composite a plus de temps pour relaxer et montre une plus grande souplesse. La dépendance au temps de l'essai de flexion du PA 66 renforcé est une traduction du caractère viscoélastique dans le comportement de la matrice qui prédomine les caractéristiques mesurés du matériau. D'où la sensibilité du module à la vitesse de déformation.

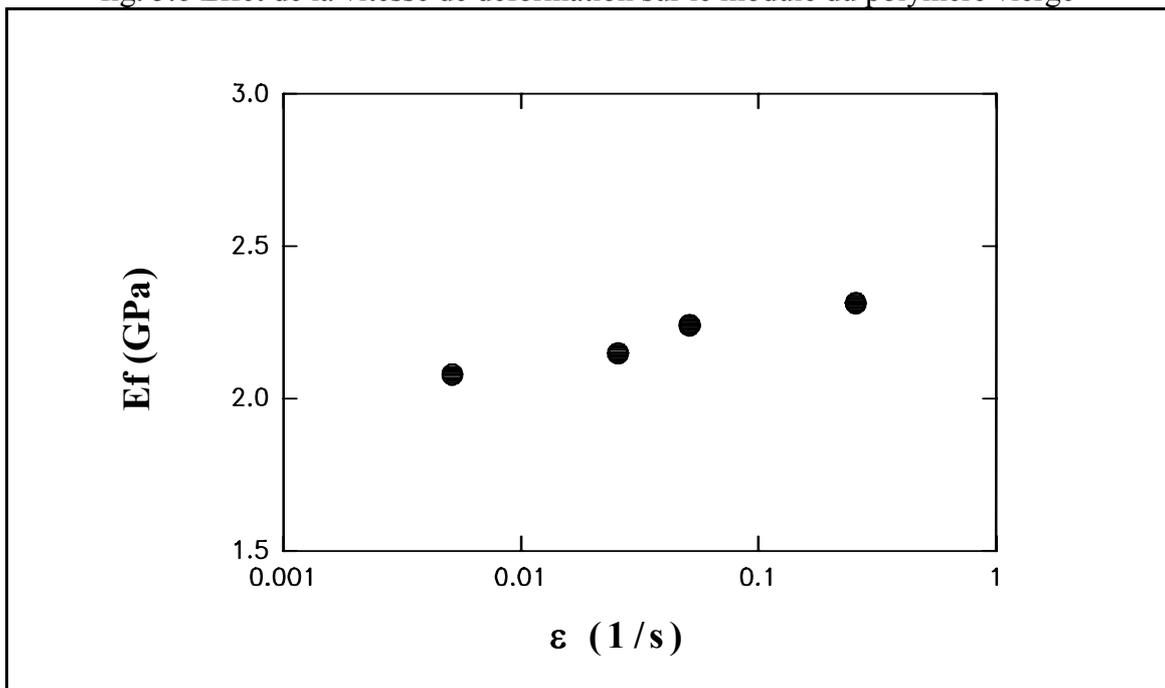
b) Polyamide non-renforcé

Dans ce qui suit, nous calculons le module de flexion du polymère non-renforcé pour les éprouvette type I et du type II pour plusieurs vitesses de déformation (tableau 5.4). La figure 5.6 donne la variation du module en fonction de la vitesse de déformation imposée. Il est trouvé que le module de flexion dépend linéairement du logarithme de la vitesse de déformation.

Tableau 5.4 Variation du module en fonction de la vitesse pour le polyamide non-renforcé

Module (GPa)	V1	V2	V3	V4
Type I	2,10 ± ,03	2,15 ± ,08	2,14 ± ,04	2,23 ± ,02
Type II	2,08 ± ,01	2,15 ± ,03	2,24 ± ,01	2,31 ± ,02

fig. 5.6 Effet de la vitesse de déformation sur le module du polymère vierge



Nous avons trouvé que pour le polymère renforcé l'orientation des fibres dans les plaques de type II est améliorée, même dans la peau. Par contre, pour le polymère non-renforcé, l'épaisseur de la peau et sa qualité d'orientation (des chaînes moléculaires) ne s'est pas améliorée dans les plaques de type II.

5.5 Conclusion sur l'étude de l'orientation

Les valeurs de modules obtenues dans les essais mécaniques des plaques de type II par rapport au type I donnent des améliorations de 30 à 40% (en traction et en flexion). L'amélioration obtenue en flexion ($\approx 30\%$), semble importante. Ce résultat a pour conséquence de mettre en cause la supposition qui attribuait à la peau (la zone de cisaillement) des pièces moulées par injection (plaques rectangulaires) un coefficient de Krenchel ≈ 1 . En effet, les moules de dimensions pratiques, offrent des taux de cisaillement nécessitant de longues distances pour que les fibres puissent s'orienter par cisaillement dans le sens de l'écoulement d'une façon substantielle. Par contre l'écoulement convergent permet d'avoir une orientation plus uniforme avec un moule de dimensions habituelles.

5.6 Analyse viscoélastique des essais de flexion à plusieurs vitesses

L'état de contrainte dans un solide parfaitement élastique n'est fonction que de la vitesse de sollicitation imposée. Par contre, pour un solide viscoélastique, l'état de contrainte dépend à la fois de la déformation et de la vitesse de déformation, c'est le paramètre temps qui entre en ligne de compte. La variation de la vitesse de déformation dans un essai de flexion statique (à court terme) peut être utilisée pour la mise en évidence du comportement viscoélastique d'un matériau. En effet, avec la supposition que le comportement d'un matériau obéit à la loi de puissance:

$$J(t) = J_0 t^n \quad (5.3)$$

où $J(t)$ et J_0 représente respectivement la souplesse en fluage et la souplesse initiale. Williams [38] a montré qu'à partir de la pente de la droite $E = f(1/\dot{\varepsilon})$ nous pouvons estimer la valeur de l'indice de la loi de puissance (n). A partir de l'expression de la souplesse, il déduit l'expression du module de fluage par l'utilisation de l'équation de transformation.

$$L(E(t)) = \frac{1}{s^2 \cdot L(J(t))} \quad (5.4)$$

où $E(t)$ et $J(t)$ représentent respectivement le module et la souplesse de fluage, L la transformée de Laplace, et s la variable de transformation de Laplace.

Pour résoudre cette équation on introduit la fonction Γ [38].

$$E(t) = \frac{E_0 t^{-1}}{\Gamma(1+n) \Gamma(1-n)} \quad (5.5)$$

Après des manipulations adéquates on aboutit à la forme:

$$E(t) = \frac{\sin(n\pi)}{n\pi} E_0 t^{-n} \quad (5.6)$$

Considérons un essai de flexion (à vitesse de déformation constante). Chaque déformation, correspond une contrainte $\sigma(t)$ qui peut être évaluée par l'utilisation de l'intégrale de convolution.

$$\sigma(t) = \frac{\sin(n\pi)}{n\pi} \int_0^t E_0(t-\tau)^{-n} \frac{d\varepsilon}{d\tau} d\tau \quad (5.7)$$

Donc

$$E_{strain} = \frac{\sin(n\pi)}{n\pi} \frac{E_0}{(1-n)} t^{-n} \quad (5.8)$$

Où E_{strain} représente le module à l'instant t , pour un essai à vitesse de déformation constante.

En passant à l'échelle logarithmique, cette équation devient.

$$\log(E_{strain}) = \log \frac{E_0 \sin(n\pi)}{n\pi(1-n)} - n \log t \quad (5.9)$$

t représente le temps de l'essai, il correspond à une déformation donnée. On peut écrire que $t = \varepsilon / \dot{\varepsilon}$.

Cela signifie que le comportement en fluage d'un matériau obéissant à la loi de puissance, peut être prédit en première approximation par des essais de flexion à court terme. En faisant ces essais à plusieurs vitesses de déformation et en traçant la fonction $\text{Log}(E_{strain}) = f(1/\dot{\varepsilon})$, la pente de cette courbe donne la valeur de l'indice de la loi de puissance.

a) Polyamide renforcé

Nous avons évoqué l'intérêt de l'essai de flexion statique à plusieurs vitesses de déformation. En effet, il permet de prédire déjà à priori, le comportement viscoélastique du matériau. Nous appliquons ici les développements de Williams [38] (Eq 5.9). La figure 5.7 montre la courbe $\log E_b$ vs $1/\dot{\varepsilon}$ ($1/\dot{\varepsilon}$ équivalent à t) pour le polyamide renforcé. La régression des points donne une droite dont la pente correspond à la valeur de l'indice de la loi de puissance pour un essai de fluage avec la supposition que le matériau obéit à cette loi. Toutefois, les points expérimentaux obtenus ne s'alignent pas parfaitement sur une droite, mais suivent une courbe dont la tangente augmente avec le temps de l'essai. Cela

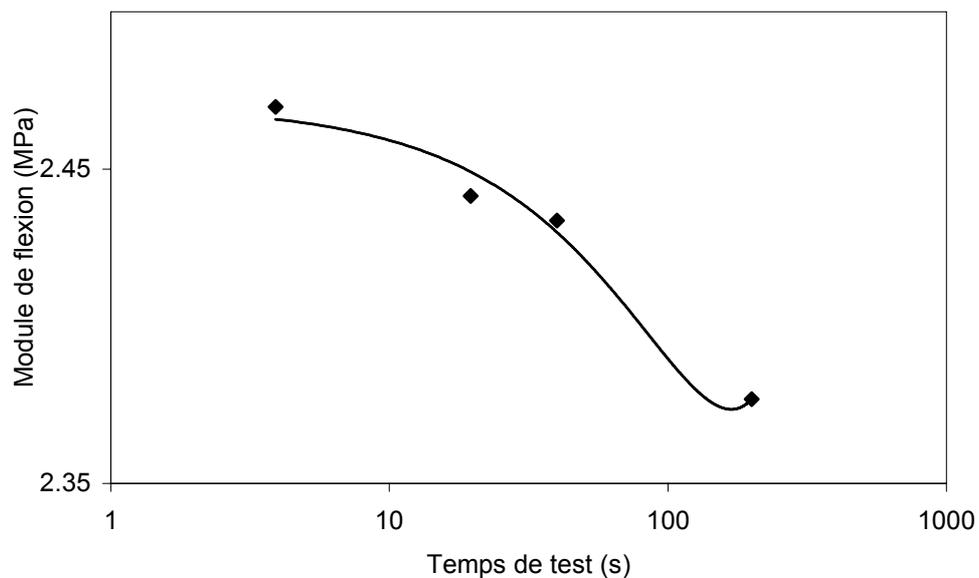
indique que l'indice de la loi de puissance pour le polyamide renforcé n'est pas constant mais varie avec la vitesse de chargement.

Si, quand même, on interpole les points de la figure 5.7 par une droite qui passe par le maximum de points, ceci donne une valeur moyenne de l'indice de la loi de puissance de 0.06 avec une grande dispersion des points. Les paramètres trouvés sont donnés au tableau 5.5.

Tableau 5.5 Valeurs des constantes n et C de l'équation

	n	C
Type I	0,058	2,209
Type II	0,061	2,498

Fig.5.7 Module de flexion en fonction du temps
(Polymère renforcé)



A ce stade, deux conclusions peuvent être avancées:

- d'un côté, la valeur de l'indice de la loi de puissance dans l'équation 3.13 pour un test de fluage est proche de 0,06;

- d'un autre coté, pour le polyamide renforcé, l'indice de cette loi n'est pas constant puisque les points de la figure 5.7 ne s'alignent pas sur une droite. Il est clair que l'équation 5.9 n'est pas adéquate dans ce cas. Il serait pertinent d'appliquer les développements de Williams pour le matériau non-renforcé (objet de la section suivante) pour comparer les comportements respectifs des deux matériaux.

b) Polyamide non-renforcé

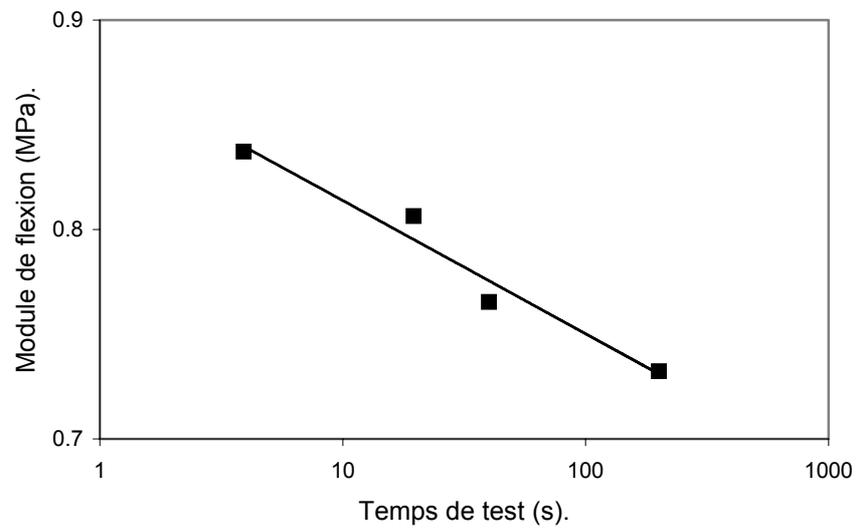
Le logarithme du module en fonction du temps d'essai (inverse de la vitesse de déformation) ne donne pas une droite pour le polyamide chargé, mais plutôt il donne une courbe. Nous avons vérifié la non applicabilité de l'équation 5.9 dans le cas du comportement du polymère renforcé

Le tracé du logarithme du module en fonction du temps d'essai pour le polymère vierge est illustré sur la figure 5.8. Nous constatons que cette fois, la courbe qui interpole les points, est une droite passant par la plupart des points. Le comportement du polymère non-renforcé est donc bien représenté par l'équation 5.9.

Ceci confirme la supposition du gouvernance de son comportement par la loi de puissance simple et confirme son comportement viscoélastique linéaire et la non variation de l'indice de la loi de puissance qui a une valeur de:

$$n = 0.0786$$

Fig.5.8 Module de flexion en fonction du temps
(polymère vierge)



CHAPITRE VI

ESSAIS DE FLUAGE

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des essais de fluage effectués suivant :

Sur des éprouvettes en polyamide 66 renforcé avec 43% de fibres de verre prélevées sur les plaques de type I;

Sur des éprouvettes de polyamide 66 renforcé avec 43% de fibres de verre prélevées sur les plaques de type II;

Sur des éprouvettes en polyamide 66 non renforcé;

Et sur des éprouvettes en Polypropylène renforcé avec 40% de fibres de verre.

Les essais de fluage sont effectués sous sollicitation de flexion trois points, avec plusieurs niveaux de contraintes. Pour atteindre la contrainte de fluage souhaitée, nous imposons une vitesse de déformation constante, jusqu'à atteindre la contrainte désirée. Cette contrainte est par la suite maintenue jusqu'à la fin de l'essai. Les tests effectués sont les suivants;

- Pour le polyamide non renforcé, nous avons fait des essais à 23 °C pour quatre niveaux de contrainte 16, 31, 39 et 44 MPa.. Avec un temps de fluage de 30 minutes.

- Les essais de fluage pour les éprouvettes de type II sont effectués à 23 °C avec des niveaux de contraintes de 69, 132, 164, 196, 227, 240 et 259 MPa. Avec un temps de fluage de 30 minutes.

- Pour les plaques de type I, la température d'essai est de 23 °C. Les niveaux de contraintes appliquées sont 69, 132 et 164 MPa.. Avec un temps de fluage de 30 minutes.

- Pour le polypropylène renforcé avec 40% en fibre de verre, nous avons fait des essais à 23 °C et avec des niveaux de contrainte qui sont 24.2, 36.7, 42.7, 48.9 et 66.5 et 77.3 MPa. Avec un temps de fluage de 2 heures.
- Un autre essai de 24 heures de fluage est effectué pour le polypropylène renforcé avec 40% de fibre de verre avec une contrainte 36.6 MPa.

Il est à noter que les éprouvettes en polypropylène renforcé sont prélevées sur une pièce réelle dont l'orientation des fibres n'est pas particulière, il s'agit d'un accoudoir utilisé par le constructeur automobile Renault. Par conséquent, et par rapport aux matériaux testés nous pouvons les classer selon leur morphologie comme suite;

1/ Un polymère vierge qui est le PA 66.

2/ Un composite thermoplastique avec fibres courtes moulé par injection et dont l'orientation des fibres est essentiellement unidirectionnelle. Il s'agit du PA 66 renforcé de fibre de verre (Les éprouvettes de Type II).

3/ Un composite thermoplastique avec fibres courtes moulé par injection et dont l'orientation des fibres est en couches, obtenu avec un moule plaque. Il s'agit du PA 66 renforcé de fibre de verre (Les éprouvettes de Type I).

4/ Un composite thermoplastique avec fibres courtes moulé par injection et dont l'orientation des fibres est en couches résultant d'un écoulement complexe. Il s'agit du polypropylène renforcé de fibre de verre (prélevé sur un accoudoir).

Le calcul de la contrainte et de la déformation de fluage en flexion est effectué en conformité avec la procédure de la norme ASTM D2990 [98].

La contrainte est donnée par:

$$\sigma = \frac{3 F L}{2 b d^2} \quad (6.1)$$

La déformation maximale de la fibre externe est donnée par:

$$\varepsilon(t) = \frac{6 D(t) d}{L^2} \quad (6.2)$$

- Où
- $r(t)$ déformation de fluage en flexion.
 - $D(t)$ déflection mesurée au centre de la poutre en fonction du temps.
 - d épaisseur de la poutre.
 - L distance entre appuis.

6.1 le fluage du polyamide non-renforcé

Nous avons fait les essais de fluage pour le polyamide 66 non-renforcé à la température ambiante (23 °C). Les courbes sont montrées sur la figure 6.1 et l'interpolation des déformations mesurées expérimentalement par la loi de puissance simple donne une bonne corrélation avec les valeurs expérimentales. Pour chaque courbe, nous avons relevé la valeur de l'indice et la valeur du coefficient de la loi de puissance (tableau 6.1). Nous constatons que l'indice de la loi pour toutes les courbes est pratiquement le même (même à contrainte élevée). Dans la section précédente (au paragraphe 3.4), nous avons pu prédire la valeur de l'indice de la loi de puissance à partir de la pente de la courbe $\text{Log } E_b = f(1/\varepsilon)$. Nous avons effectivement retrouvé des valeurs très proches à celle retrouvée en interpolant directement les courbes de fluage par une fonction puissance. Donc on peut dire que le comportement du matériau non-renforcé est gouverné par la loi de puissance avec un indice constant. La non variation de la valeur de l'indice est confirmé de deux façons. La première est par l'interpolation des courbes de fluage par la fonction puissance. La seconde est par l'utilisation des développements de Williams qui suppose pour le matériau un comportement linéaire gouverné par la loi de puissance avec un indice constant.

Fig. 6.1 Courbes de fluage du polyamide vierge à T=23°C.

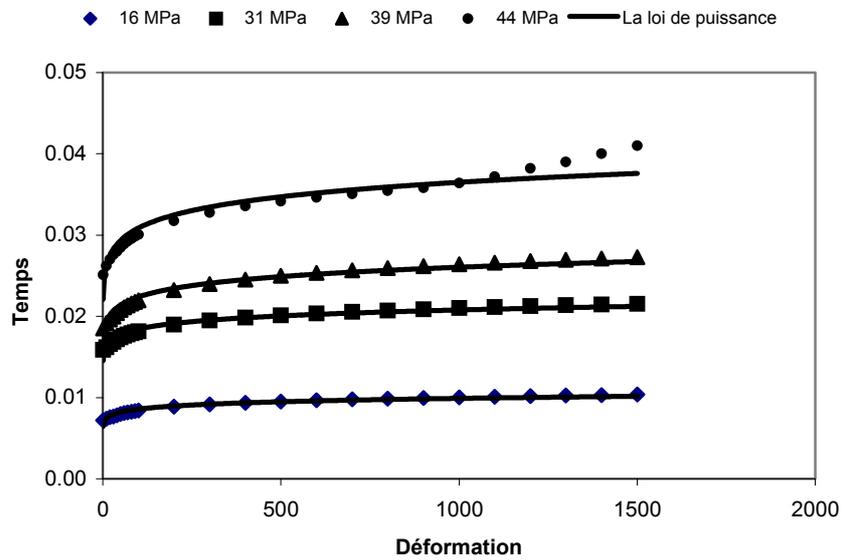


Tableau 6.1 Paramètres de la loi de puissance pour le polyamide non-renforcé

Contrainte MPa	n	r ₀
15,8	0,077	0,0059
31,6	0,063	0,0136
39,1	0,080	0,0152
44,2	0,079	0,0209

6.2 Fluage du polyamide renforcé

La figure 6.2 montre les courbes de fluage des plaques de type II à 23 °C. Nous avons appliqué plusieurs contraintes. Le dernier essai provoque la rupture de l'échantillon avant la fin de l'essai. La figure 6.3 montre les mêmes courbes sur une échelle logarithmique. Les points sont les valeurs expérimentales, et la courbe continue représente l'interpolation des déformations mesurées par la loi de puissance.

D'autre part, les essais de fluage sur des échantillons prélevés sur les plaques de type I sont montrés sur la figure 6.4. La comparaison de ces essais avec les précédents a pour intérêt de mettre en évidence l'influence de l'orientation de fibres sur le comportement en fluage du composite. En effet, il s'agit du même matériau avec une orientation des fibres différentes.

La figure 6.5 montre les mêmes courbes de fluage sur une échelle logarithmique. Les points sont les valeurs expérimentales, et la courbe continue représente l'interpolation des déformations mesurées par la loi de puissance.

Il est très claire que la fonction puissance donne une très bonne représentation du comportement en fluage pour chaque courbe séparément à part un petit écart qui est enregistré au début de l'essai, et un autre à la fin quand la contrainte devient très élevée (près de la rupture).

Pour chaque courbe, l'indice de la fonction puissance prend une valeur différente. Il dépend de la contrainte appliquée. Plus loin nous allons analysé la façon dont les paramètres de la loi de puissance sont affectés par la contrainte. Cette contrainte, comme nous allons le voir, n'a pas d'effet linéaire sur le fluage mais elle a plutôt un effet fortement non-linéaire, surtout à contrainte.

Fig. 6.2 Courbes de fluage pour plaque de type II

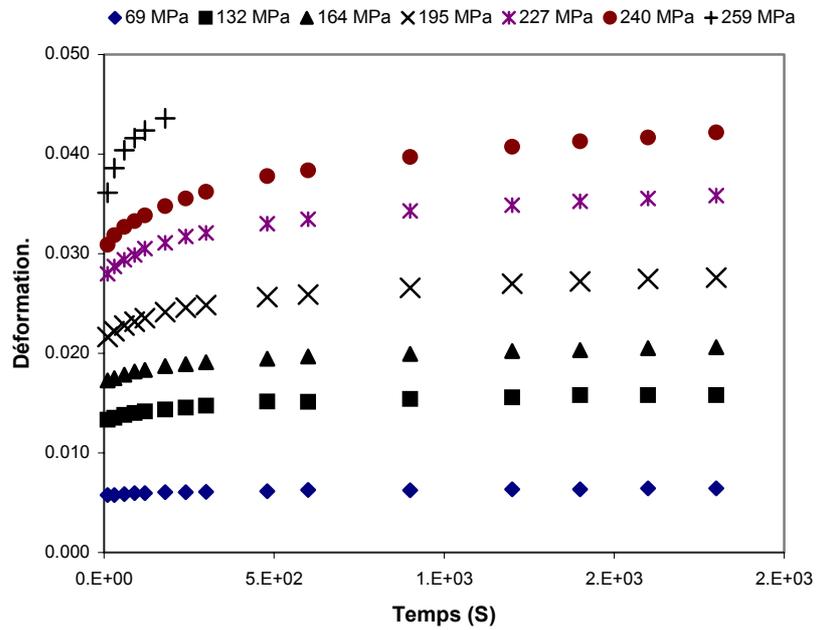


Fig. 6.3 Representation du fluage réel par la loi de puissance. Log-Log

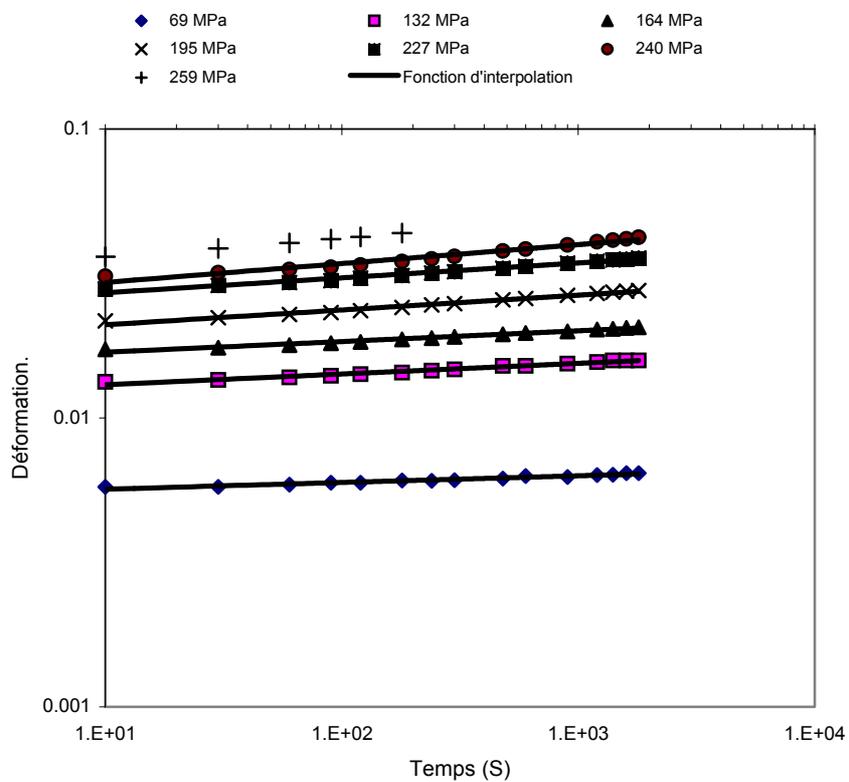


Fig. 6.4 Courbes de fluage pour les plaques de type I

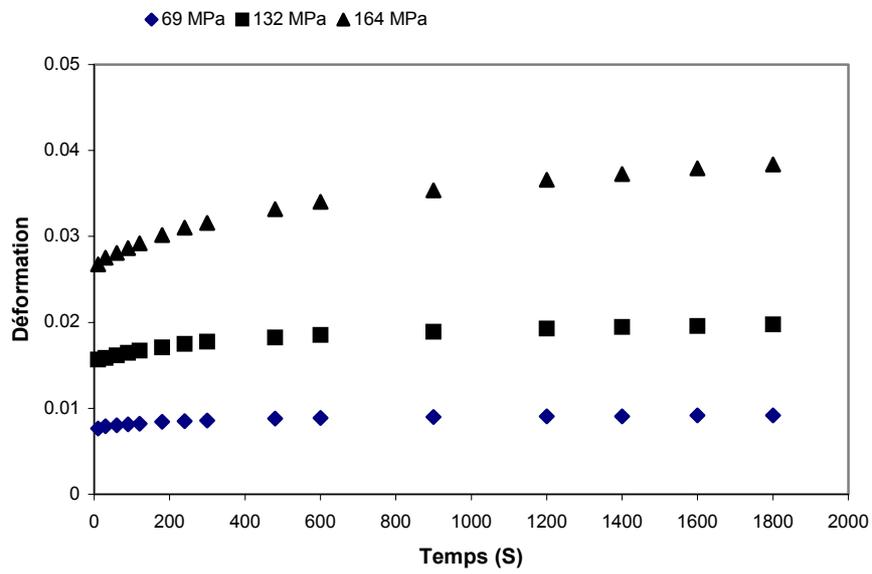


Fig. 6.5 Représentation du fluage par la loi de puissance pour les plaques de type I.

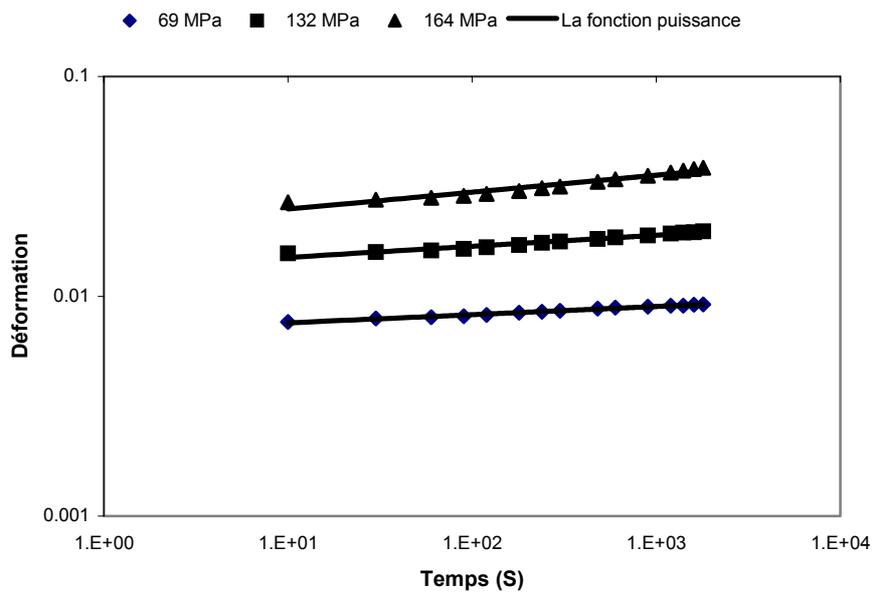
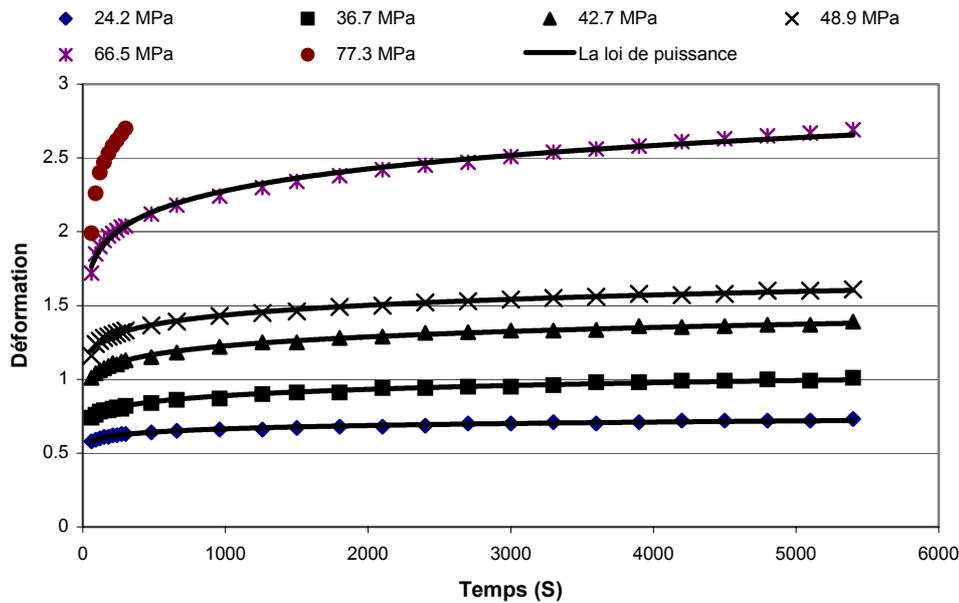


Fig. 6.6 Courbe de fluage du polypropylène renforcé

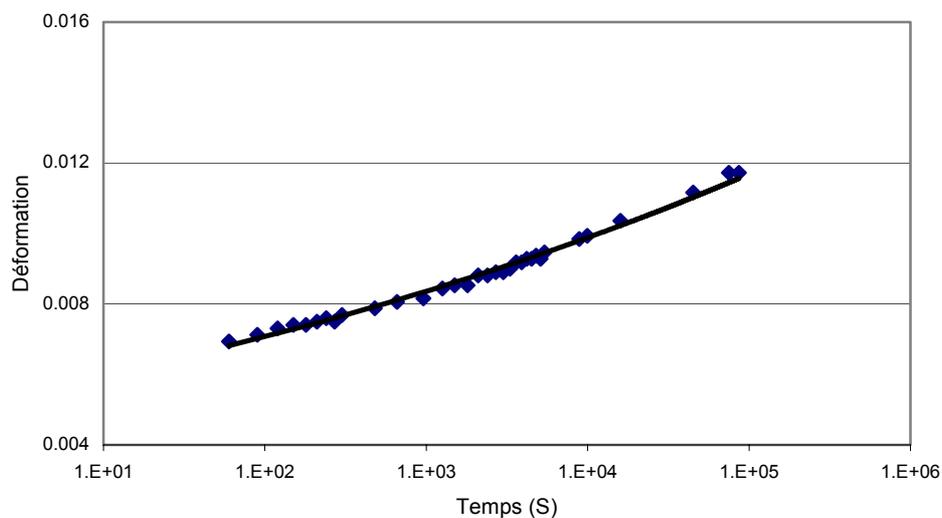


6.3 Fluage du polypropylène renforcé

Sur le graphique 6.6 est illustré les essais de fluage du polypropylène renforcé avec 40% de fibres de verre. Les points sont les valeurs expérimentales, et les courbes continues représentent l'interpolation des déformations mesurées par la loi de puissance.

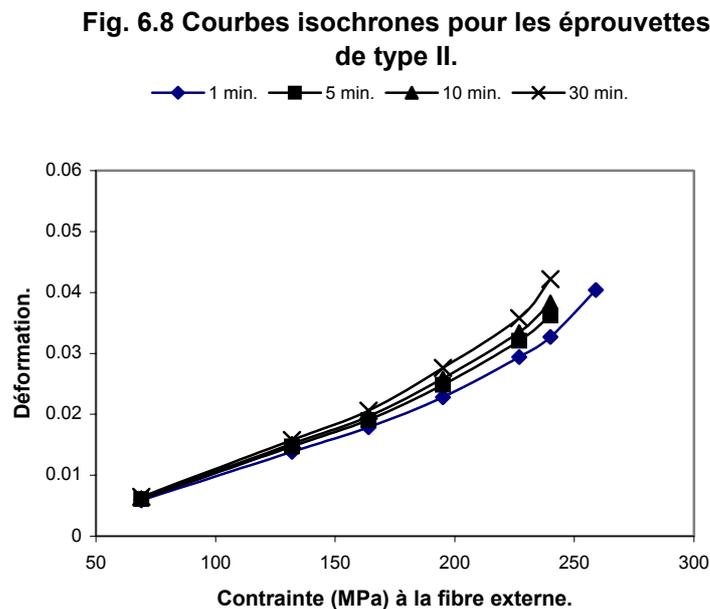
Enfin sur le graphique 6.7 est montré la courbe de fluage du polypropylène renforcé, la contrainte de fluage est 36.7 MPa et avec un temps de 24 heures.

Fig. 6.7 Fluage de 24 heures pour le PP renforcé, avec une contrainte de 36.7 MPa



6.4 Courbes isochrones

L'essai de fluage rappelons-le, consiste à mesurer la déformation d'un échantillon soumis à une charge constante. Ceci implique que la rigidité (le module) d'un matériau viscoélastique varie en fonction du temps. Pour évaluer le module d'un matériau à un temps donné, on construit les courbes isochrones à partir des courbes de fluage à différents niveaux de contrainte (figure 6.2). Nous fixons un temps de fluage et sur chaque courbe de fluage (à une déformation donnée) nous relevons la contrainte correspondante. Cela permet de construire une courbe contrainte-déformation du type essai statique (figure 5.4). Cette courbe est obtenue après un temps de fluage donné. Elle permet d'évaluer le module du matériau pour ce temps. Ces courbes ont un intérêt très pratique dans la prédiction de la rigidité et de la déformation des matériaux à long terme et par conséquent dans le design des pièces produites.

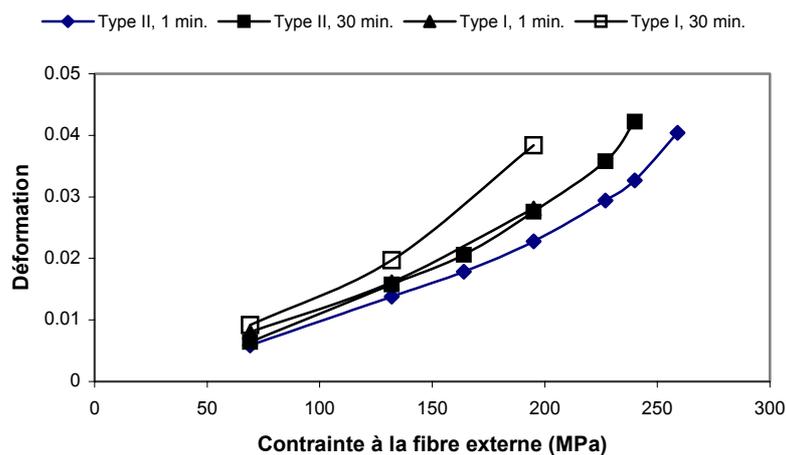


La figure 6.8 rassemble les courbes isochrones à 1, 5, 10 et 30 minutes pour les éprouvettes de type II. Sur ce graphique, on peut constater que le matériau peut supporter des contraintes de fluage allant jusqu'à 250 MPa. Le seuil de déformation est de l'ordre de 4%. Après cette limite la rupture survient.

Un résultat intéressant est montré sur la figure 6.9, elle montre des courbes isochrones comparatives des plaques de type I et de type II, et illustre l'influence de l'orientation des fibres sur le comportement en fluage du composite, les deux échantillons sont préparés avec le même matériau mais dans deux moule différents (comme illustré au chapitre 4). La déformation dans les plaques de type II après 30 minutes de fluage est inférieure à la déformation dans les plaques de type I après seulement une minute de fluage, et ce à n'importe quel niveau de contrainte. A 30 min de fluage, l'éprouvette de type I est déjà près de la rupture (4% de déformation), avec à peine une contrainte de 200 MPa. De plus la courbe isochrone 30 minutes des plaques de type I présente une forte courbure par rapport aux plaques de type II après le même temps de fluage.

Par la construction des courbes isochrones, nous avons montré l'effet de l'orientation des fibres (pour les plaques de type I et II) sur la rigidité à long terme du matériau. En référence à la figure 6.9 il a été montré qu'avec le même matériau et avec une meilleure orientation des fibres, on a obtenu de meilleures performances des caractéristiques viscoélastiques du matériau.

Fig. 6.9 Courbes isochrones comparatives entre Type I et Type II



CHAPITRE VII

LE MODELE POUR LE FLUAGE DU POLYAMIDE RENFORCE DE FIBRE COURTE

Nous avons présenté dans le chapitre précédent les courbes de fluage des différents matériaux testés. Dans le présent chapitre nous allons développer et proposer un modèle empirique pour le fluage en flexion des composites thermoplastiques moulés par injection.

a/ Cas du polyamide 66 renforcé de fibre de verre :

Les courbes de fluage du polyamide 66 vierge ont été interpolées par une fonction puissance (figure 6.1). Cette interpolation donne une très bonne correspondance avec les déformations mesurées expérimentalement. Nous avons trouvé que l'indice de la fonction puissance prenait une valeur moyenne de 0,075 (tableau 6.1) et que sa valeur ne dépendait quasiment pas du niveau de la contrainte. D'autre part, et par l'utilisation de l'intégrale de convolution (section 5.6) et à partir des essais statiques à plusieurs vitesses de déformation nous avons prédit une valeur de l'indice de la loi de puissance pour le polyamide 66 non renforcé très proche de celle mesurée directement.

Pour le cas du polyamide renforcé, nous avons obtenu un comportement très différent;

L'interpolation de chaque courbe de fluage séparément (figures de 6.3, 6.5 et 6.7) montre que la fonction de puissance représente parfaitement le fluage réel du matériau et cela pour toutes les contraintes appliquées (section 6.2). Cependant, à chaque courbe, correspondent deux paramètres: n_0 le coefficient de la loi de puissance et n l'indice de la loi de puissance qui sont rapportés sur le tableau 7.1.

L'exploitation des essais à court terme (section 5.6) dans l'analyse du caractère viscoélastique et dans la prédiction du comportement du composite par l'utilisation des

développements de Williams a prédit une valeur non constante pour l'indice de la loi de puissance, ce qui concorde avec les tests expérimentaux de fluage.

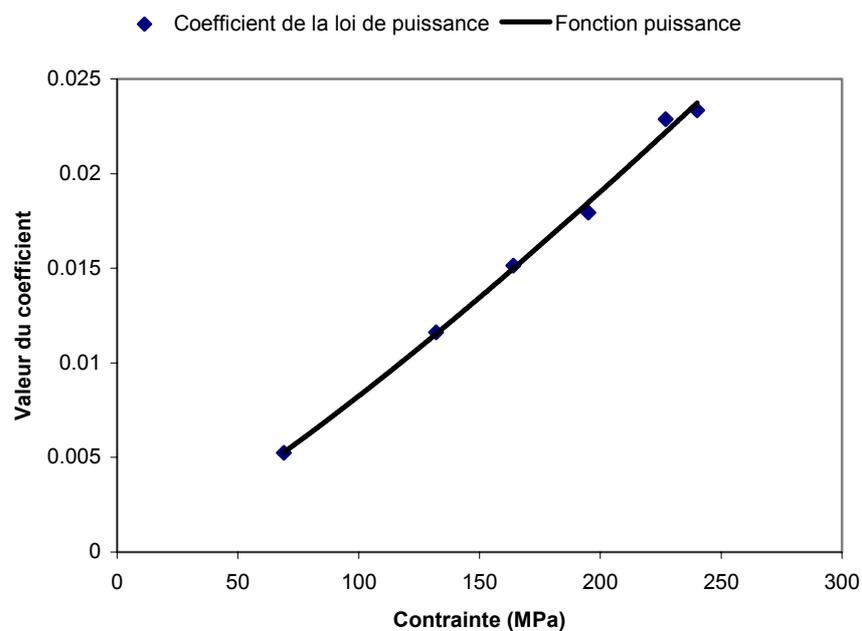
Par conséquent, on peut dire que la loi de puissance dans sa forme simple ne peut pas représenter le fluage du polymère renforcé et suggère l'utilisation d'une autre forme plus appropriée pour ce matériau soumis à ce type de sollicitation.

Dans ce qui suit nous allons rechercher un lien explicite entre la contrainte maximale de fluage et les paramètres de la fonction puissance obtenus suite à l'interpolation des points expérimentaux.

Table 7.1- Les valeurs des paramètres de la loi de puissance pour le polyamide renforcé type II.

contrainte (MPa)	69	132	164	195	227	240
r_0	0.005	0.011	0.014	0.016	0.021	0.022
N	0.027	0.041	0.041	0.057	0.059	0.078

Fig. 7.1 Variation du coefficient de la loi de puissance en fonction de la contrainte, éprouvette type II.



La figure 7.1 illustre la variation du coefficient r_0 de la loi de puissance en fonction de la contrainte appliquée. Elle montre l'existence d'une relation unique entre ce coefficient et la contrainte appliquée correspondante. La meilleure régression qui lie σ et r_0 suit une fonction de type puissance en contrainte dont la forme est:

$$r_0 = a \sigma^b \quad (7.1)$$

où a, b étant des constantes.

Rappelons que très peu de travaux ont traité l'essai de fluage des matériaux moulés par injection et encore moins en sollicitation de flexion. Parmi les rares travaux est celui de Karien [48] qui a utilisé la loi de puissance simple pour représenter le fluage en flexion du polypropylène renforcé à 30% de fibres de verre. Il a trouvé que la loi de puissance donne une bonne corrélation avec les points expérimentaux, mais il n'a pas donné de forme explicite pour représenter le fluage du matériau. Il a trouvé entre autres que l'indice de la loi de puissance varie avec le niveau de contrainte (tableau 3.1). Ce qui concorde bien avec ce que nous trouvons. D'autres travaux ont étudié surtout le fluage des composites à fibres continues. Nous en citons le travail de Ould Brahim [104] qui a trouvé que le matériau étudié (PEEK) a un comportement fortement non linéaire. La même observation a été rapportée par d'autres auteurs [103,105]. Pour prendre en considération cette non linéarité Lou et al. [52] ont introduit des paramètres appelés, "fonctions du matériau" pour caractériser le comportement du matériau. Ces 'fonctions du matériau' sont utilisés pour modifier la loi de puissance (section 2.2.1).

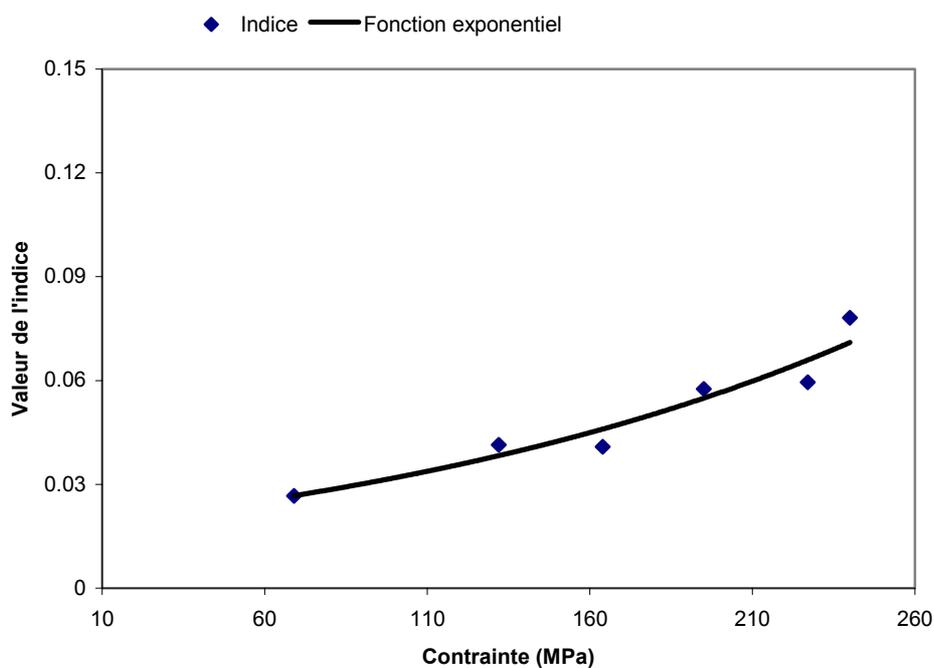
Cette forme trouvée pour r_0 est en bel accord avec ce qui a été proposé par Nutting [47,106]. Ce dernier a apporté une modification sur la forme de la loi de puissance en affectant la contrainte avec un exposant supérieur à 1. Ainsi, il introduit dans sa formulation l'effet du niveau de contrainte (donc de la non-linéarité).

Pour la représentation de la nonlinéarité du fluage d'un époxy renforcé de fibre de verre, Lou et al. [52] ont attribué une fonction sinus hyperbolique pour la quantité $(g_1 g_2 / a_\sigma^n)$

rapportée dans l'équation 3.15 qui correspond par identification à l'équation 3.13 au coefficient de la loi de puissance. Il doit être mentionné que la forme d'une courbe sinus hyperbolique est très proche de celle d'une fonction puissance. Cela confirme que le comportement en fluage du polyamide 6,6 renforcé à 43% en masse n'est pas linéaire en contrainte et dépend du niveau de sollicitation. La contrainte étant affectée par une puissance qui est le paramètre b (dans notre modèle) et qui est supérieure à 1, avec une valeur de **1.213**.

L'étape suivante dans le développement du modèle est la détermination de l'effet du niveau de contrainte sur l'exposant de la loi de puissance. La figure 7.2 montre la fonction qui donne la meilleure régression des valeurs de l'indice de la loi de puissance en fonction de la contrainte imposée (tableau 7.1). Il est noté l'existence d'une relation unique entre la valeur de n et la contrainte correspondante appliquée. La fonction trouvée est une fonction de forme exponentielle telle que montrée sur le graphe.

Fig. 7.2 Variation de l'indice de la loi de puissance en fonction de la contrainte, éprouvette type II.



La fonction exponentielle pour l'indice de la loi de puissance s'écrit.

$$n = c \text{Exp}(e \sigma) \quad (7.2)$$

ou c et e sont des paramètres constants.

Ce résultat est très important, il donne la variation de l'indice de la loi de puissance et signifie que la non linéarité en contrainte dans le comportement viscoélastique du matériau n'est pas exprimée uniquement dans le coefficient de la loi puissance comme trouver plus haut, mais aussi dans l'indice lui même qui est sensible à la contrainte. Ce qui introduit, pour la première fois, un autre aspect de la non linéarité dans la forme modifiée de la loi de puissance..

Si l'expression de l'exposant n et du coefficient r_0 sont substitués dans la loi de puissance décrite dans l'équation 3.13, la loi de fluage du polyamide 6,6 renforcé s'écrit alors sous la forme:

$$\varepsilon_r(t) = a \sigma^b t^c \text{Exp}(e \sigma) \quad (7.3)$$

Les valeurs des paramètres a, b, c et e sont rapportés dans le tableau 7.2.

Cette forme est la loi de comportement que nous proposons pour représenter le fluage du polyamide 6,6 renforcé à 43% de fibres de verre moulé par injection. Elle a fait l'objet d'une publication dans le journal 'POLYMER COMPOSITE' [107]. Elle met en évidence l'influence du niveau de contrainte sur le fluage du matériau, et donne une forme explicite de lien entre la contrainte et la déformation de fluage du matériau sous sollicitation de flexion.

Tableau 7.2 Valeurs des constantes du modèle de fluage

Facteurs	a	b	c	e
Valeurs	0,000031	1,2131	0,01794	0,005728

Discussion :

La prédiction du fluage par l'utilisation du modèle (Eq 7.3) est confrontée aux valeurs expérimentales dans la figure 7.3. Cette figure démontre une très bonne représentation de la déformation de fluage sur une large plage de contrainte. Il est à noter que la dernière contrainte (240Mpa) est très proche de la contrainte ultime de rupture. En effet, pour une contrainte de 259 MPa, L'échantillon testé cède après trois minutes et 30 seconds de fluage. A l'exception des vingt premières secondes de fluage (qui représente apparemment le fluage primaire section 2.2.1), l'écart calculé entre le fluage prédit par le modèle et le fluage mesuré du matériau ne dépasse pas les 4%.

L'analyse du comportement viscoélastique non linéaire est un problème difficile pour les matériaux homogène comme les polymères homogènes. L'étude de ce comportement devient plus complexe pour des matériaux composites à cause de leur morphologie à phase multiple. La non linéarité dans le comportement décrit par l'équation. 7.3 peut être attribué simultanément à plusieurs facteurs :

- i/ La multiplicité des phénomènes de réorganisation interne due à la 'mémoire' du matériau [54,114].
- ii/ La non linéarité intrinsèque du matériau.
- iii/ Le test de flexion lui-même.

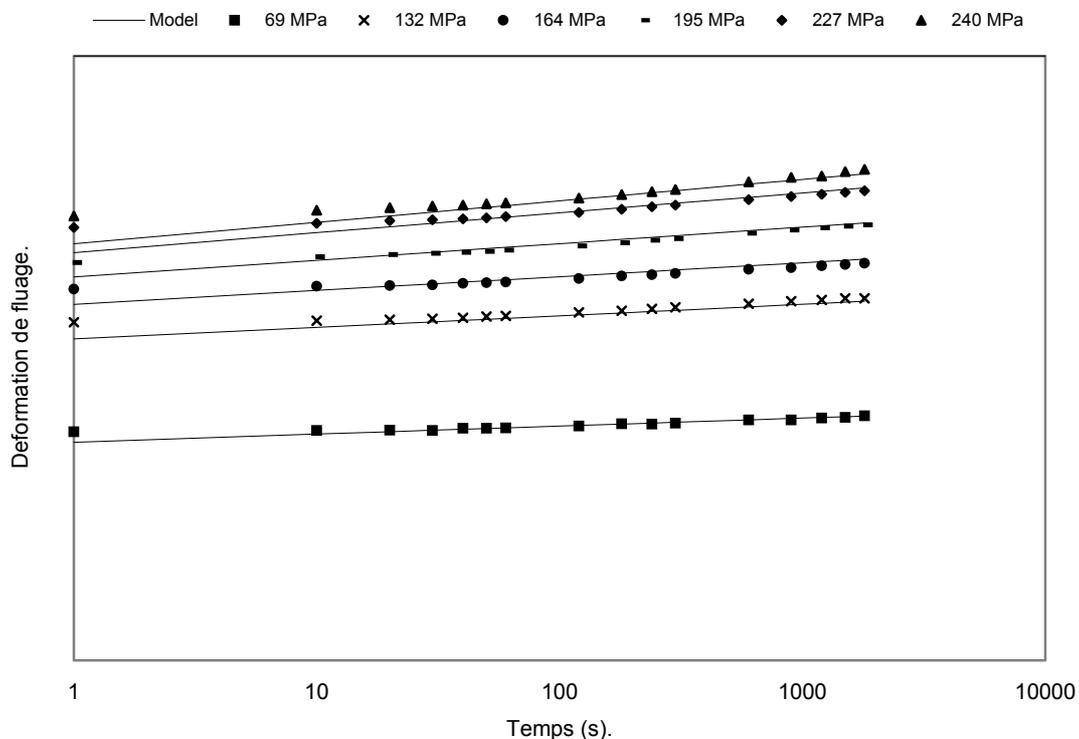
A cause de la nature du teste de flexion, dans lequel un coté de l'éprouvette testé est en compression et l'autre est en tension ce qui donne un champ de contrainte complexe dans l'échantillon. Si le renfort joue un rôle important dans la partie en tension, le comportement de la matrice joue un rôle primordial dans le coté en compression de l'éprouvette, donc sur les caractéristiques globales mesurées [54,76]. Pour la même raison, Hadid [108] trouve, par observation sur microscope électronique, un mode de rupture complexe des échantillons rompus en flexion. Le coté en tension montre un mode de rupture par cassure des fibres, cependant dans le coté en compression on observe une rupture par déchaussement des fibres. Le mode de rupture et son interprétation sera présenté dans le chapitre 9.

Tous Cela explique la variation de l'exposant de la loi de puissance variant de 0.026 pour

la contrainte la plus faible à 0.07 pour les contraintes élevées. Il est à remarquer que la valeur ultime de (0.07) pour l'exposant de la loi de puissance est très proche de l'exposant de la loi de puissance pour le matériau vierge.

De la discussion précédente, on peut conclure que le modèle de l'équation 7.3 est un outil performant dans la représentation du comportement d'un composite thermoplastique en sollicitation de flexion. Cette sollicitation est la plus répandue en pratique puisque la majorité des pièces en service sont soumises à la flexion. De plus, les essais statiques et de fluage obtenu pour le polymère Viège montre que le modèle proposé prédit un comportement linéaire par l'utilisation de la loi de Findley et les développements de Williams. Cependant, Les données expérimentales du polyamide renforcé démontrent la supériorité du modèle proposé dans la prédiction du comportement viscoélastique non linéaire du composite thermoplastique par la prise en compte de la sensibilité des deux paramètres de la loi au niveau de la contrainte.

Fig. 7.3 Confrontation entre le model et les résultats expérimentaux de fluage.



b/ Cas du polyamide 66 renforcé (type I) et du polypropylène renforcé.

Avant de commencer la modélisation du fluage du polyamide 66 renforcé, un effort a été consacré dans la production d'un composite à fibres courtes homogène moulé par injection (chapitre 4). L'objectif de produire et de traiter un matériau homogène est d'éliminer l'effet probable et non maîtrisable d'une orientation complexe des fibres sur les quantités physiques mesurées. En effet, il est préférable et mieux de travailler et de modéliser le comportement d'un matériau homogène. Par la suite, le modèle trouvé pour le matériau homogène peut être vérifié et adapté à des matériaux plus ordinaires et moins homogènes et qui sont obtenus dans la pratique.

En utilisant cette démarche, et après la modélisation du fluage du polyamide 66 renforcé unidirectionnel, nous avons considéré le fluage du polyamide 66 renforcé de type I obtenu par le moule plaque et avec une orientation en couche. Nous avons aussi considéré le fluage d'éprouvettes de polypropylène renforcé prélevées sur une pièce réelle et avec une orientation des fibres non particulière.

Les deux graphiques 7.4 et 7.5 représentent respectivement la variation en fonction de la contrainte de la valeur du coefficient de la loi de puissance des éprouvettes de type I du polyamide 66 renforcé et du polypropylène renforcé. Dans les deux cas la fonction puissance représente parfaitement cette variation et montre que l'orientation des fibres dans un composite affecte les valeurs du modèle proposé et non pas la forme générale du modèle trouvé.

D'autre part, et sur les graphiques 7.6 et 7.7 est représenté respectivement la variation en fonction de la contrainte de la valeur de l'indice de la loi de puissance pour les éprouvettes de type I du polyamide 66 renforcé et du polypropylène renforcé.

Ici aussi on peut dire que la fonction exponentielle représente parfaitement cette variation. Il est montré que l'orientation des fibres dans un composite, ou le type du composite thermoplastique lui-même n'affecte que les valeurs du modèle proposé et non pas la forme générale du modèle trouvé.

Sur le tableau 7.3 est reporté les différentes valeurs des paramètres du modèle pour chaque matériau. Cette partie nous a permis de vérifier et valider le modèle trouvé sur deux autres systèmes.

Fig. 7.4 Variation du coefficient de la loi de puissance avec la contrainte de fluage, éprouvette type I.

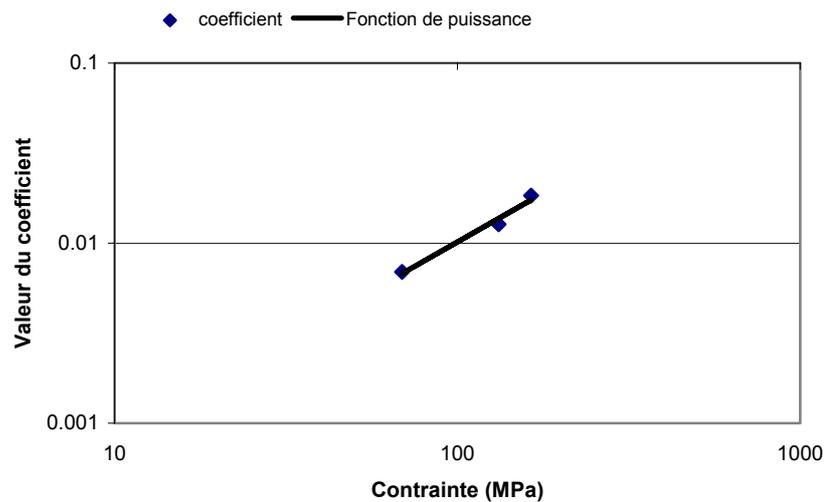


Fig. 7.5 Variation du coefficient de la loi de puissance pour le PP renforcé

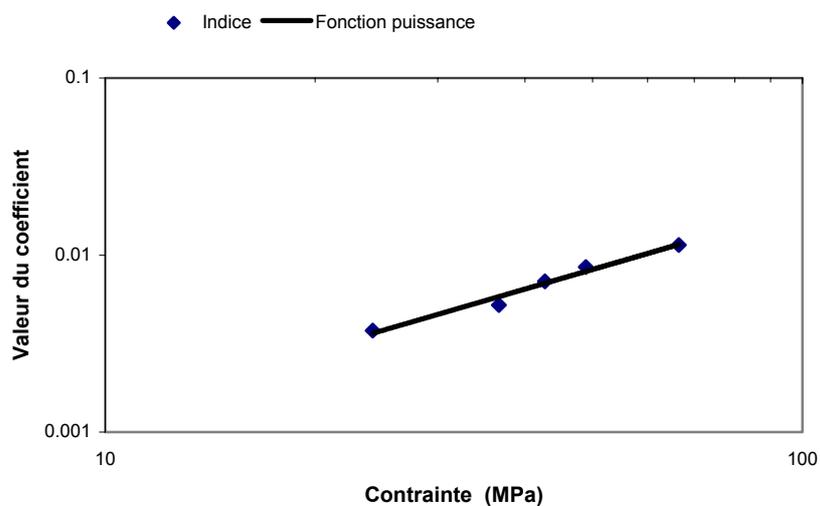


Fig. 7.6 Variation de l'indice de la loi de puissance en fonction de la contrainte, éprouvette type I.

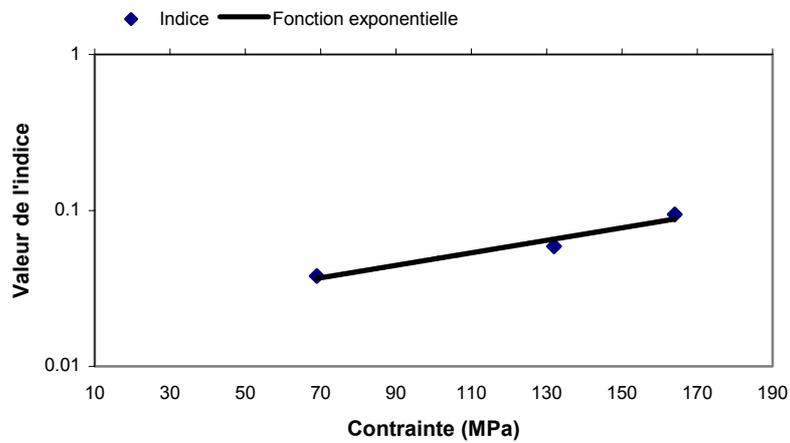


Fig. 7.7 Variation de l'indice de la loi de puissance pour le PP renforcé

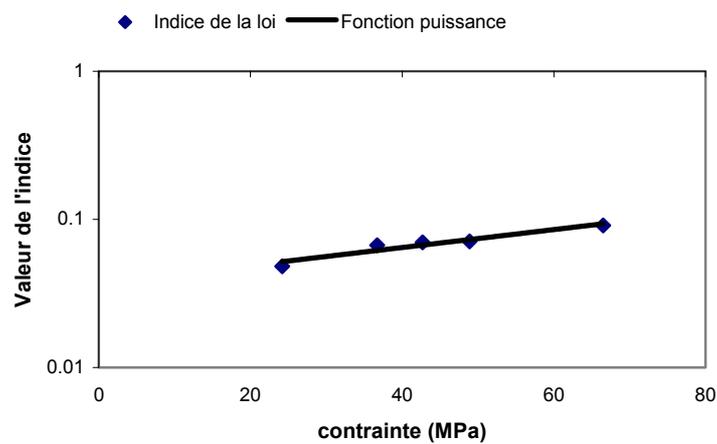


Table 7.3- Les différentes valeurs des paramètres de la loi de puissance pour les trois composites.

Matériau	PA 66 Type II		PA 66 Type I		PP	
r₀ a et b	<i>0.00005</i>	<i>1.207</i>	<i>0.00007</i>	<i>1.085</i>	<i>0.00009</i>	<i>1.1432</i>
n c et e	<i>0.018</i>	<i>0.0057</i>	<i>.019</i>	<i>0.0092</i>	<i>0.037</i>	<i>0.0139</i>

CHAPITRE VIII

LE PRINCIPE DE SUPERPOSITION TEMPS/CONTRAINTE

La nature de l'essai de fluage impose un temps de laboratoire important. La prédiction du comportement du matériau à très long terme peut devenir impraticable ou à la limite très onéreuse. Pour surmonter cette difficulté, on a recouru au principe de superposition pour la prédiction du fluage à long terme à partir de tests effectués avec un temps d'essai raisonnable.

Initialement le principe de superposition a été utilisé pour la prédiction du comportement viscoélastique d'un matériau à une échelle de temps très longue en faisant correspondre le temps et la température. En effectuant des essais de fluage pour plusieurs températures, graphiquement on peut observer qu'une translation horizontale d'une courbe de fluage à une température résulte à une parfaite superposition avec une autre courbe de fluage mesuré à une autre température comme le montre la figure 8.1. Ceci offre une extension de la courbe mesurée à la deuxième température. Donc la mesure du fluage à des différentes températures et pour des temps relativement courts permet de construire une courbe maîtresse par des glissements respectifs de ces courbes. Ainsi une courbe complète de fluage pour un temps très long est obtenue à une température de référence donnée. Cette idée peut être exprimée mathématiquement par l'équation suivante :

$$\mathcal{E}(T_1, t) = \mathcal{E}(T_2, t/a_T) \quad (8.1)$$

Ou T_1 T_2 Sont des températures d'essai.
et a_T facteur de glissement (temperature shift factor).

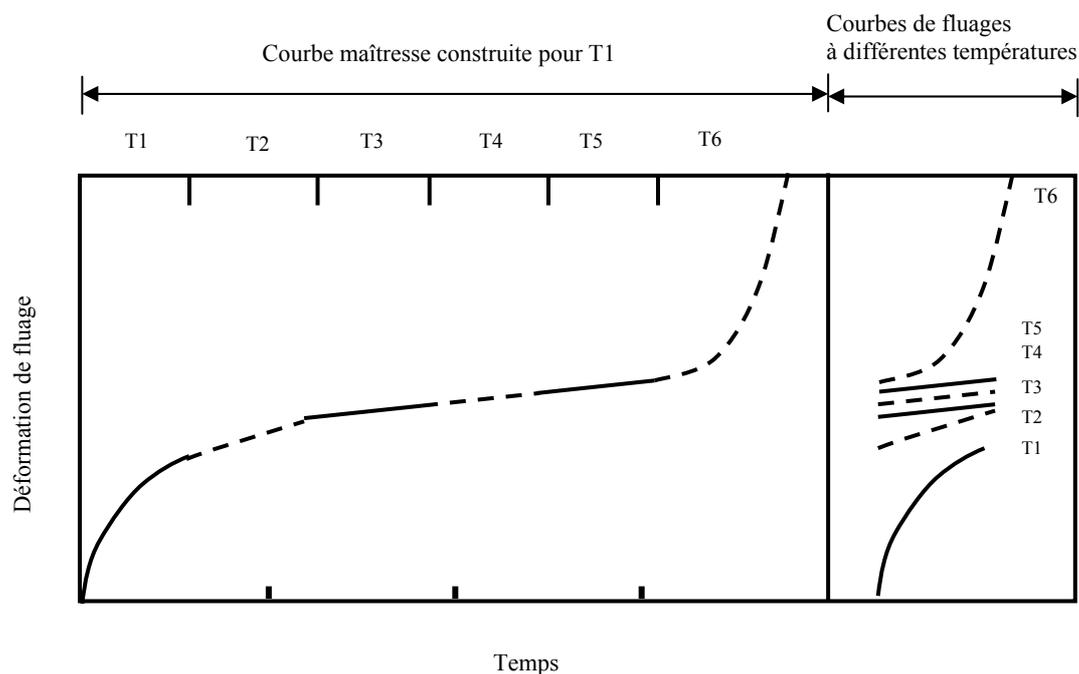
Malgré l'efficacité de cette technique; Plazek [43] a constaté que cette procédure

est limitée pour certaines plages de temps-température. De plus cette technique n'est pas fiablement utilisable pour des polymères multi-phase ou des polymères semi-cristalin. En effet, le changement de la température d'essai conduit forcément à la variation du volume du matériau. Cette variation du volume à son tour conduit à un changement de la densité. Toutes ces considérations imposent une correction dans la technique de construction de la courbe maîtresse. Tobolsky [109] a proposé une expression pour la prise en considération de la variation de la densité par l'ajout en plus de la translation horizontale, d'un léger glissement vertical de la courbe de fluage. Ceci conduit au model suivant :

$$\frac{\varepsilon(T_1, t)}{\rho(T_1) T_1} = \frac{\varepsilon(T_2, t/a_T)}{\rho(T_2) T_2} \quad (8.2)$$

Ou ρ : est la densité.

Fig. 8.1 Construction de la courbe maîtresse.



D'une manière analogue au principe de superposition temps-température, une approche de superposition temps-contrainte est utilisée pour la construction de la courbe maîtresse. Cette dernière est construite pour une contrainte de référence pour un temps très long. Cette correspondance temps-contrainte peut être exprimée mathématiquement

comme suite :

$$\mathcal{E}(\sigma_1, t) = \mathcal{E}(\sigma_2, t / a_\sigma) \quad (8.3)$$

Ou σ_1 σ_2 sont deux contraintes de fluage.
 a_σ le facteur de glissement en contrainte.

Sur la figure 8.2 nous avons pu construire la courbe maîtresse pour les essais effectués sur les plaques de type II à partir des données expérimentales des courbes de fluage de la figure 6.2. Deux aspects sont à signaler concernant la courbe obtenue;

- i/ Une très bonne superposition des points expérimentaux.
- ii/ L'apparition d'une courbature importante à la fin de la courbe maîtresse.

Cette courbature peut être assimilée au fluage tertiaire décrit par Andrade [39]. D'un autre côté, il faut signaler que l'utilisation du modèle développé (Eq 7.3) est une contribution originale dans la construction de la courbe maîtresse. Il est à rappeler que le principe de superposition prévoit des glissements horizontaux et verticaux dans la construction de la courbe maîtresse. Cependant, dans l'équation 7.3 l'exposant de la loi de puissance est sensible au niveau de contrainte et les courbes représentées sur la figure 6.2 n'ont pas la même pente. Et pour cause justement de ce changement de la pente, la courbe maîtresse dans ce cas n'est pas obtenue par des simples glissements horizontaux des courbes respectives comme expliquer dans le paragraphe précédent. Les résultats obtenus montre que la courbe maîtresse résulte d'un glissement horizontal et d'une légère rotation de chaque courbe par rapport à la courbe suivante. Les modèles énumérés dans la section 3.1, ne permettent pas cette rotation car ils utilisent un exposant constant dans la loi de puissance modifiée. Cette courbature démontre et confirme aussi le fort caractère non linéaire dans le comportement du matériau. Ce résultat original a fait l'objet d'une publication [110] dans le journal 'Materials Science and Engineering'

La figure 8.3 montre la variation de la valeur du facteur de glissement en fonction de la contrainte appliquée dans une échelle log-log. Les points (data) sur le graphe représentent le paramètre de glissement résultant de la translation des courbes de la figure 6.2 pour la construction de la courbe maîtresse dans la figure 8.2. La meilleure régression pour ces points donne une relation liant le facteur de glissement à la

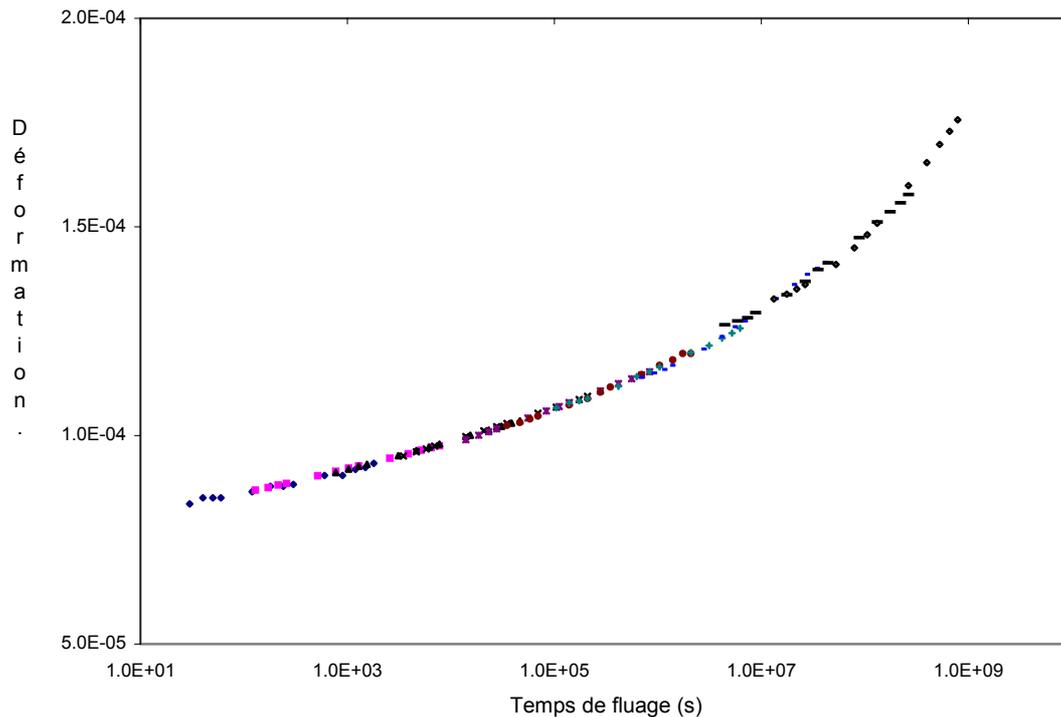
contrainte appliquée correspondante, cette relation suit une fonction puissance de la forme.

$$a_{\sigma} = k_1 \cdot \exp(k_2 \cdot \sigma) \quad (8.4)$$

ou : a_{σ} : est le facteur de glissement

et k_1 k_2 : constantes

Fig.8.2 Courbe maitresse pour la contrainte 69MPa.



Strganac et al. [111] ont effectivement trouvé une courbe ayant une tendance similaire reliant la contrainte et le facteur de glissement. Le matériau étudié est un film technique utilisé dans des ballons scientifiques pour de très hautes altitudes.

De plus avec l'utilisation du principe de superposition, le temps de rupture en fluage peut être prédit. La figure 8.4 montre la variation du temps de rupture en fluage en fonction de la contrainte appliquée dans une échelle log-log. La ligne continue représente une régression de type fonction puissance. Cette régression donne la tendance de la courbe du temps de rupture en fluage en fonction de la contrainte de fluage. Fisher et al. [112,113] ont utilisé une analyse viscoélasto-plastique dans l'étude d'une poutre en composite sous un chargement de flexion, ils trouvent que le logarithme du temps de rupture varie linéairement avec la contrainte apparente de fluage, ce qui

concorde parfaitement avec le résultat montré sur la figure 8.4. Le temps de rupture est donné par l'équation :

$$t_r = g_1 \sigma^{-g_2} \quad (8.5)$$

ou : t_r : temps de rupture

g_1 g_2 : constantes

Fig. 8.3 Evolution du facteur de glissement en fonction de la contrainte.

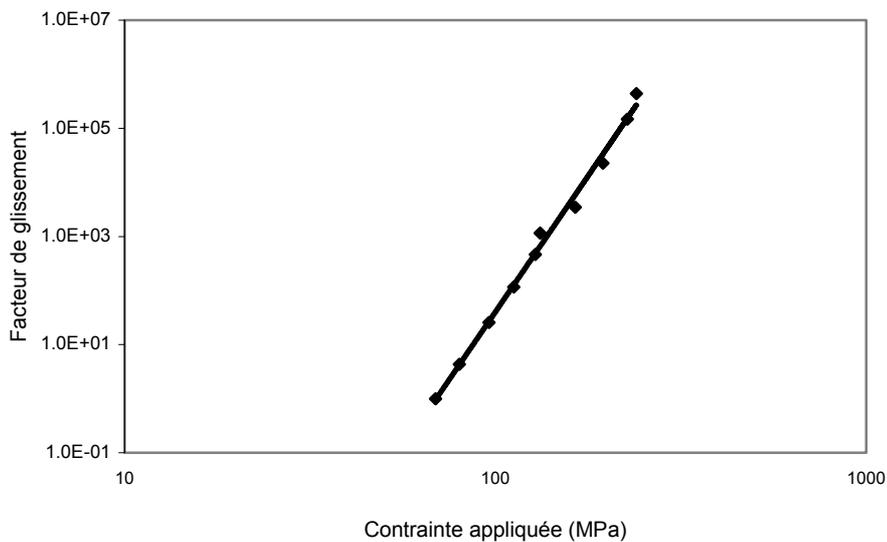
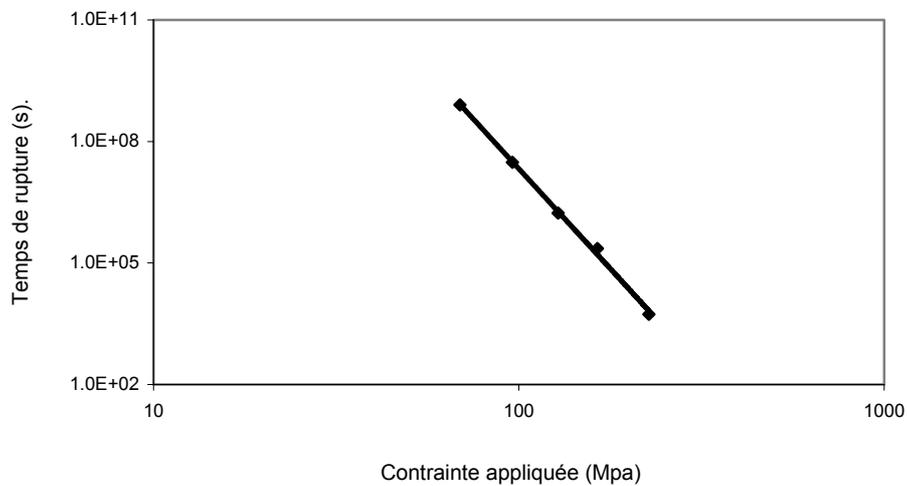


Fig. 8.4 Temps de rupture en fluage en fonction de la contrainte appliquée.



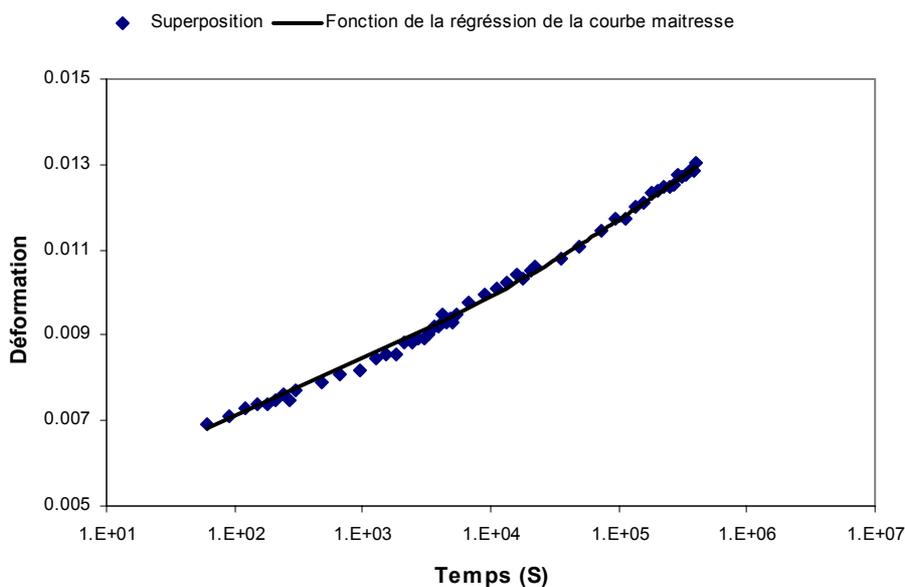
Le cas du polypropylène renforcé

Dans ce paragraphe, et en utilisant les résultats obtenus pour le polyamide 66 renforcé, nous allons vérifier et démontrer la pertinence de l'utilisation du principe de superposition contrainte/temps dans le cas du polypropylène.

À partir des courbes de fluage du polypropylène renforcé de la figure 6.6 est construite la courbe maîtresse pour la contrainte de référence de 36.7 MPa montrée sur la figure 8.5.

Nous allons parler de deux aspects concernant cette dernière courbe. La courbature obtenue sur la courbe maîtresse d'une part et la vérification de la fiabilité de la prédiction du fluage par la construction de la courbe maîtresse d'autre part.

Fig. 8.5 Courbe maîtresse pour le PP renforcé pour la contrainte 36.7 MPa



i/ L'apparition d'une courbature importante dans la courbe maîtresse de la figure 8.2, comme il a été expliqué, est la conséquence de la rotation de chaque courbe de fluage par rapport à la courbe précédente.

Nous avons effectué pour le polypropylène renforcé un essai de fluage de deux heures et un autre essai de fluage de 24 heures avec la même contrainte. Dans les deux cas nous

avons relevé les valeurs des paramètres de la loi de puissance pour chaque courbe de fluage. Un résultat intéressant est obtenu, il s'agit de la variation de la valeur de l'indice de la loi de puissance avec le temps de fluage. Pour l'essai de deux heures l'indice a une valeur de 0.068 contre une valeur de 0.072 pour un essai de 24 heures. Ceci concorde avec le modèle développé qui prévoit des pentes variables pour les courbes de fluage d'une part et avec la forme de la courbe maîtresse du principe de superposition d'autre part.

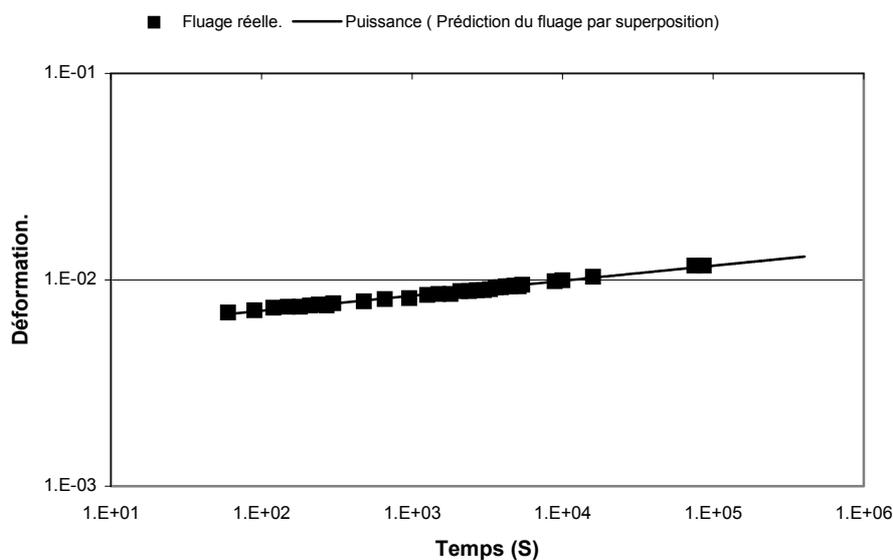
ii/ Le second aspect est déduit à partir des figures 8.5 et 8.6. En utilisant la courbe maîtresse du graphique 8.5 nous avons recherché la meilleure régression de la courbe maîtresse obtenue pour polypropylène. Cette régression est donnée par la fonction.

$$\varepsilon(t) = 0.0051 \cdot t^{0.0727}$$

La régression obtenue pour la courbe maîtresse est confrontée à la courbe expérimentale de fluage du polypropylène renforcé d'une durée de 24 heures. Il est à noter l'excellente prédiction du fluage réel par la tendance de la courbes maîtresse de la figure 6.7.

Ce résultat valide parfaitement le principe de superposition dans la prédiction du fluage à long terme d'un composites dont le comportement est fortement non linéaire.

Fig. 8.6 Confrontation entre fluage mesuré et prédit par la superposition containte/temps.



CHAPITRE IX

LES SURFACES DE RUPTURE DU MATERIAU.

Dans ce chapitre, il est question d'observer les faciès des échantillons d'essai rompus et de discuter le mode de rupture du matériau et l'effet du mode de chargement.

Les composites moulés par injection ont en général, une distribution de l'orientation des fibres variable sur leur épaisseur (section 1.3), donnant ainsi une morphologie complexe. Ceci engendre des mécanismes de rupture divers. Ces mécanismes sont différents de ceux des matériaux homogènes. Dans la littérature, deux types de ruptures de composites sont proposés [29,114]:

La rupture **L**,

et la rupture **Tr**

La rupture **Tr** est illustrée dans la figure 9.1. Les fibres sont orientées parallèlement au plan de rupture, la contrainte normale est perpendiculaire aux fibres. La fissure se développe par décohésion fibre-matrice sous l'effet de la contrainte normale. L'initiation de la fissure se fait en bout des fibres (figure 9.1).

Dans la rupture **L** (figure 9.2), l'orientation des fibres est transverse au front d'avancement de la fissure. Elle entraîne des modes de fissuration variés: par décohésion fibre-matrice (due cette fois à une contrainte de cisaillement); Et par déchaussement des fibres qui est suivie d'une rupture par un mécanisme d'initiation de la fissure et une concentration de contrainte au bout des fibres.

Fig. 9.1 Type de rupture Tr

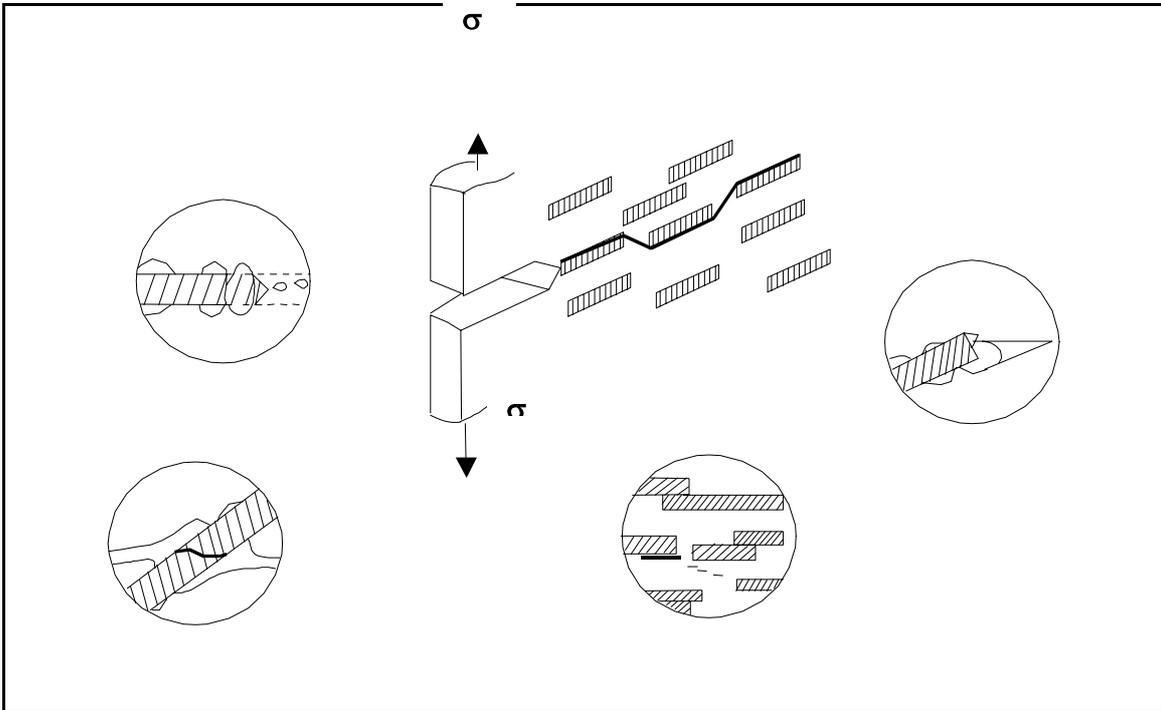


Fig. 9.2 Type de rupture L

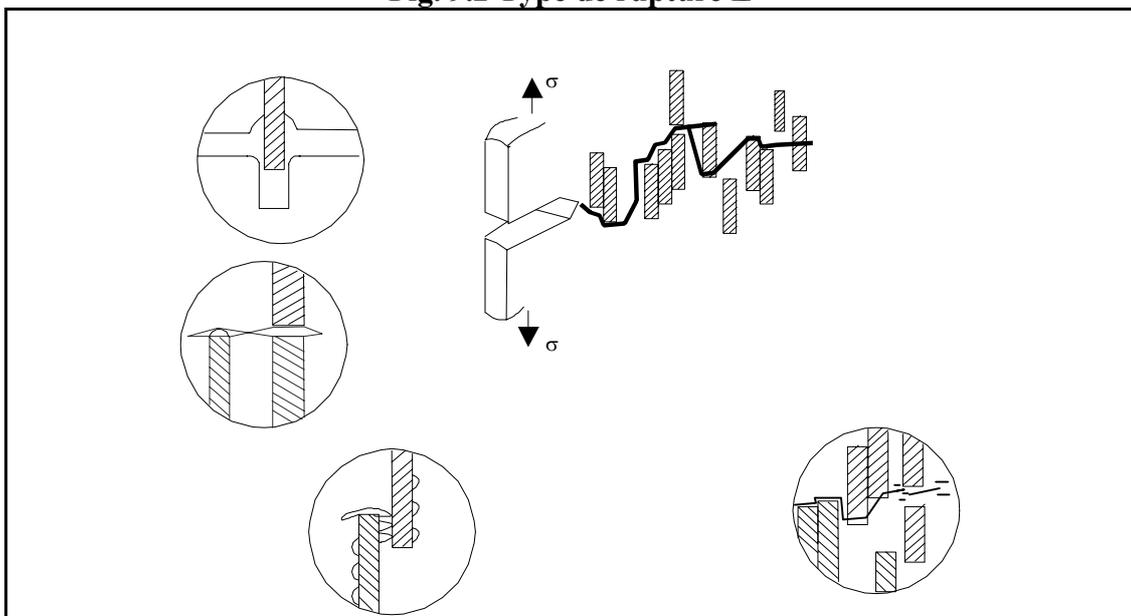
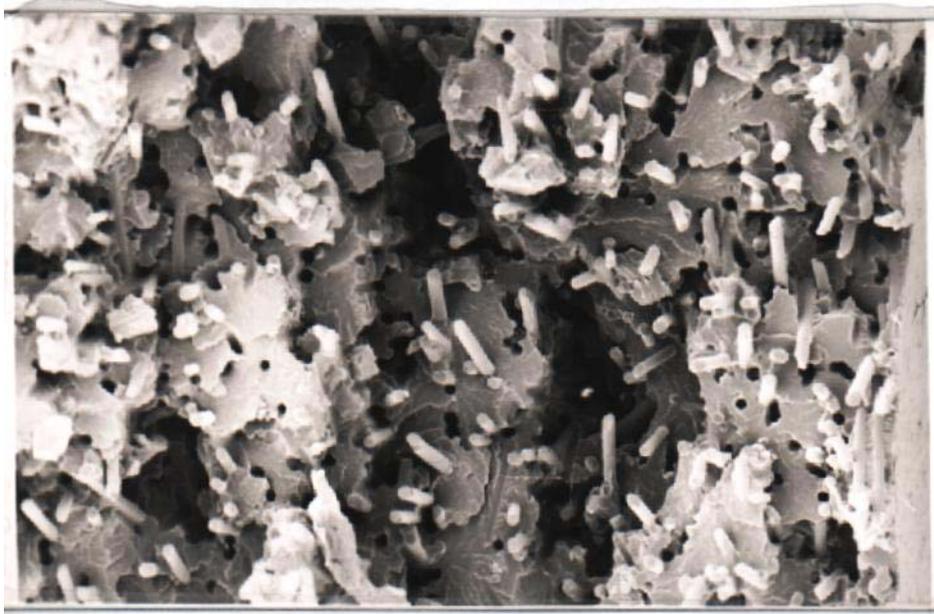
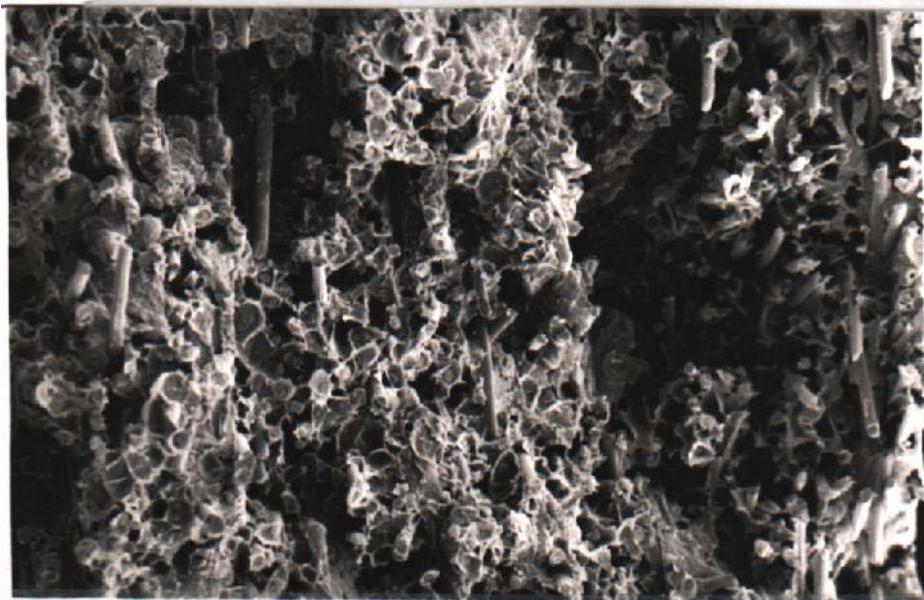


Fig. 9.3 Surfaces de rupture des échantillons du type I



(a) Coté en compression

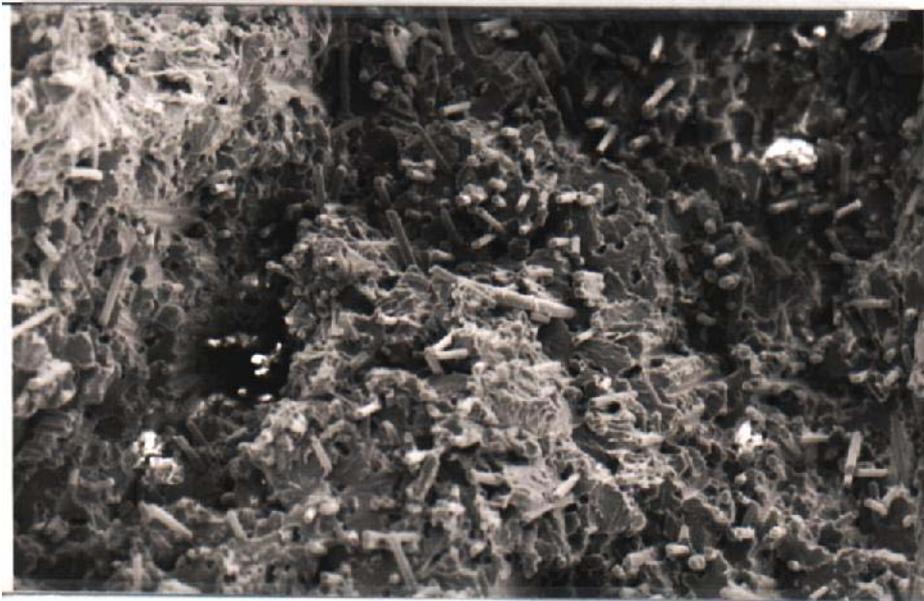
15 KV X150



(b) Coté en tension

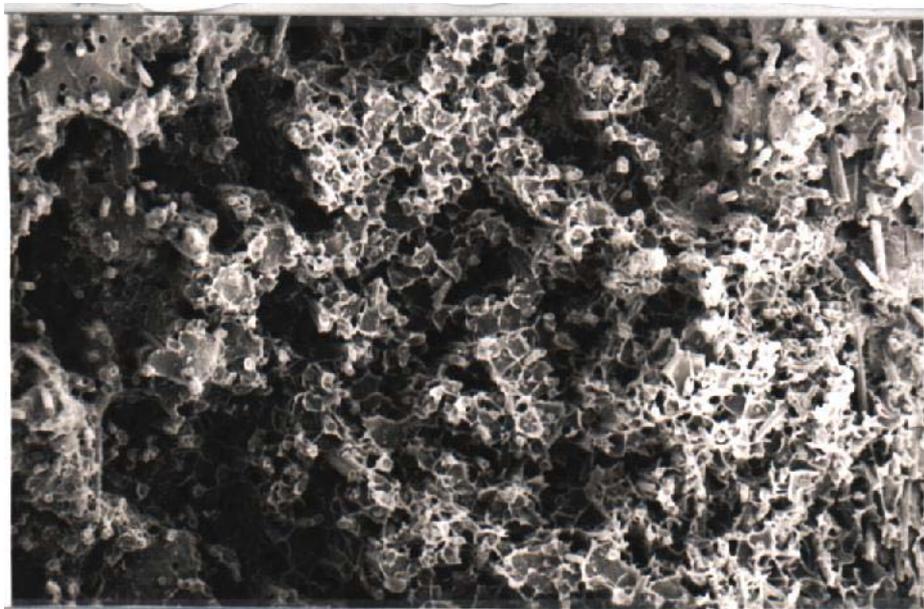
15 KV X150

Fig. 9.4 Surfaces de rupture des échantillons du type II



(a) Coté en compression

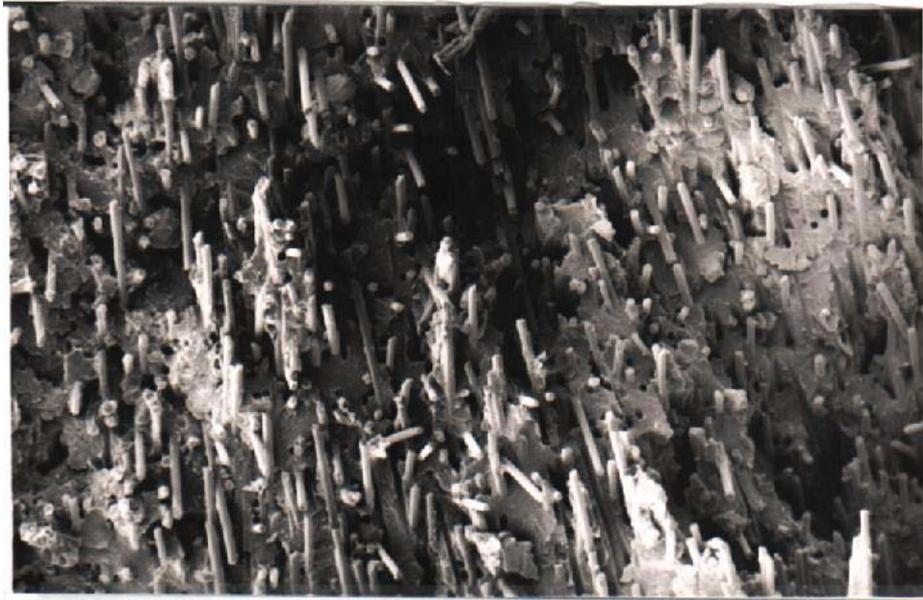
15 KV X150



(b) Coté en tension

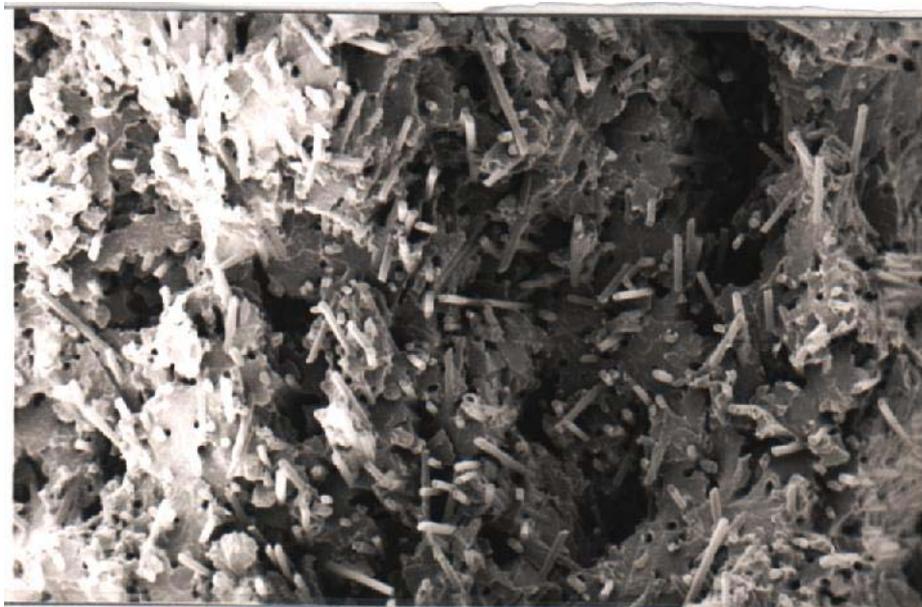
15 KV X150

Fig. 9.5 Surfaces de rupture au centre des échantillons du type I et I



(a) cœur

15 KV X150



(b) cœur

15 KV X150

Les figures 9.3 à 9.5 illustrent les photos prises sur des faciès de rupture obtenues à l'aide du microscope électronique à balayage. On peut identifier des zones où les types de ruptures sont différents :

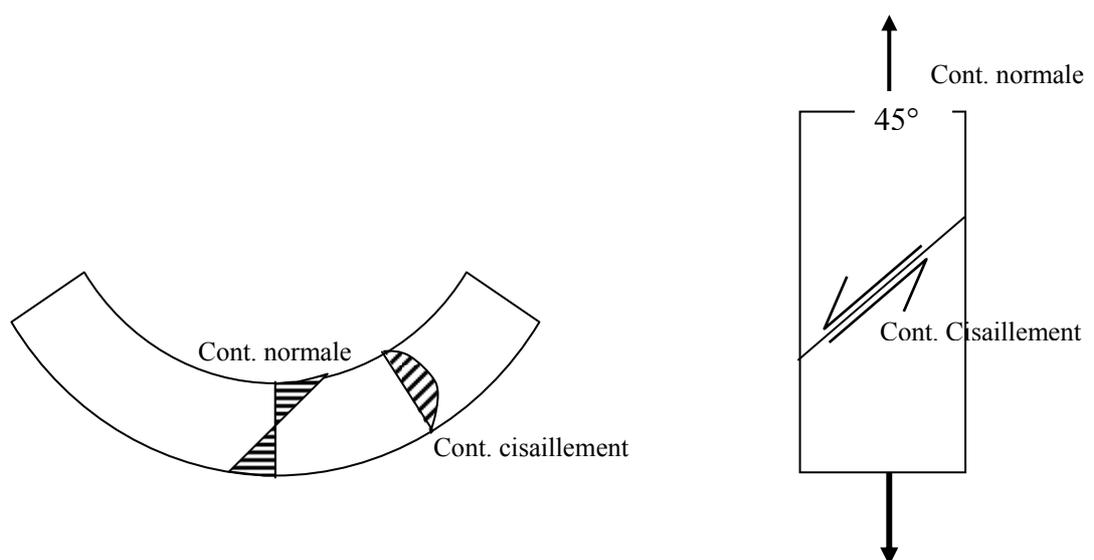
- la première zone concerne le côté en compression de l'échantillon rompu en flexion (figures 9.3-a et 9.4-a), on peut voir que la rupture du matériau se fait essentiellement par déchaussement des fibres de la matrice.

- le côté en tension de l'échantillon présente quant à lui un mode de rupture par cassure des fibres, tel que montré sur les figures 9.3-b et 9.4-b, on observe bien qu'autour de la section brisée de la fibre, une matrice déchirée sous forme de lamelles.

- au centre de l'échantillon, le mode de rupture opérant est par décohésion fibre-matrice. Il est aussi visible que dans les échantillons de type I les fibres sont orientées transversalement alors que pour les échantillons de type II, cette orientation transverse est absente.

Pour comprendre et expliquer ces observations, il est rapporté sur la figure 9.6 l'état de contrainte dans un essai de flexion et dans un essai de traction (ou compression).

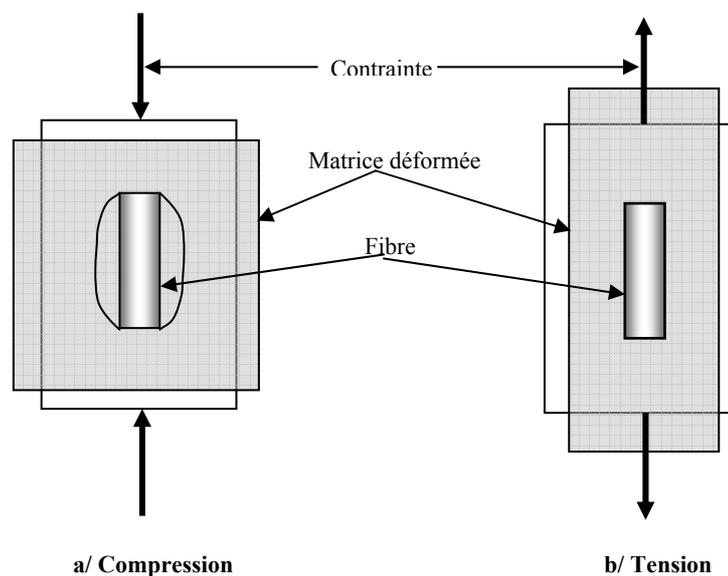
Fig. 9.6 État des contraintes dans des essais de flexion et de traction



Dans un essai de flexion, la contrainte normale est maximale dans la couche externe, tandis que le cisaillement atteint son maximum à l'axe neutre. Par contre dans un essai de traction ou de compression une contrainte normale uniforme sollicite toute la section transversale. De plus, sur le cercle de Mohr, une contrainte normale est équivalente à un cisaillement pur maximal dans un plan de 45° par rapport à la direction de la contrainte appliquée.

Considérant maintenant un élément constitué par une fibre entouré par une enveloppe de polymère et sollicité par une contrainte normale de traction ou de compression. Sous une contrainte de tension (figure 9.7-b) le polymère entourant la fibre vient se coller sur elle et augmenter ainsi l'adhérence fibre-matrice. La tension améliore donc le transfert de la charge, ainsi que la longueur critique à la rupture comme expliqué au paragraphe 1.4.1 se trouve réduite. Par contre, en compression (figure 9.7-a) la matrice a une tendance à se détacher de la surface de la fibre. L'adhérence s'y trouve réduite.

Fig. 9.7 Effet de la contrainte appliquée sur l'état de l'interface fibre-matrice.



A présent, nous pouvons dire que :

Dans le cœur, une rupture par décohésion fibre-matrice est obtenue. Cela est essentiellement dû au taux de cisaillement élevé près de l'axe neutre de la poutre en flexion. Cette contrainte cisaille l'interface et favorise le déchaussement de la fibre.

Dans la zone de compression, le mode de rupture est essentiellement dû au déchaussement des fibres de la matrice (pull-out). Lors de la flexion et sous l'effet de la compression, la matrice se décolle de la fibre comme illustré sur la figure 9.7-a. Donc, pendant l'essai de flexion et avant la rupture de l'échantillon, la matière se décolle continuellement de la fibre (le flambement des fibres peut contribuer à ce phénomène), jusqu'à ce que la contrainte de tension atteigne la valeur ultime dans la zone en tension où le matériau se rompt toujours en tension, après quoi la zone de compression cède.

La zone en tension de l'échantillon, par ailleurs, montre un mode de rupture par cassure des fibres : autour de la section de la fibre cassée il reste des lamelles de polyamide déchirées. Sous une contrainte de tension, la fibre adhère plus à la matrice qui vient se coller sur elle. Ceci favorise ainsi davantage la cohésion et renforce le transfert de la contrainte de la matrice à la fibre. De plus, cette zone est faiblement sollicitée en cisaillement. En outre, la longueur critique de la fibre est réduite sous l'effet de ces deux paramètres rassemblés. L'efficacité du renfort est renforcée dans cette zone

Enfin, Les faciès de rupture des échantillons de traction ont un mode de rupture essentiellement par déchaussement fibre-matrice, sans doute à cause du plan de cisaillement maximum à 45° .

CONCLUSION GENERALE

L'objectif arrêté pour ce travail est la modélisation du fluage d'un composite thermoplastique sous sollicitation de flexion et sa prédiction à très long terme. La sollicitation en flexion est précisément considérée car c'est la configuration la plus rencontrée dans les pièces techniques en service.

Les composites thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes qui sont considérés dans ce travail sont le polyamide 66 renforcé à 43% en masse et le polypropylène renforcé à 40% en masse, en plus du polyamide 66 vierge. Le choix de ces matériaux est motivé par le fait qu'ils constituent les polymères techniques les plus utilisés dans le monde. Ils représentent d'excellentes caractéristiques et sont souvent utilisés pour produire des pièces techniques fortement sollicitées.

Le procédé de mise en œuvre de ces composites est le moulage par injection. Ce procédé produit une orientation non homogène des fibres dans les pièces en composites. Ce qui représente une difficulté supplémentaire dans la caractérisation et l'étude de ces matériaux.

Avant d'entreprendre les tests mécaniques et la modélisation du comportement viscoélastique, un effort est consenti pour produire des éprouvettes avec une orientation des fibres homogène et essentiellement unidirectionnelle. Pour atteindre cet objectif un moule dans lequel les fibres s'orientent dans la direction du remplissage par l'effet de l'écoulement convergent est réalisée. Pour évaluer l'orientation obtenue, la cavité conçue (de type II) est comparée à une cavité de forme rectangulaire munie d'un même système d'alimentation et ayant la même épaisseur (de type I).

- L'observation sur microscope des surfaces polies montre une structure en couche pour les échantillons du type I, alors que les échantillons du type II ont une meilleure orientation des fibres, uniforme sur toute leur épaisseur. L'orientation dans le cœur se trouve la plus affectée par la cavité conçue, de plus, une amélioration de l'orientation est observée même dans la peau de la pièce.

- Les essais mécaniques donnent les résultats suivants : En traction, le module des échantillons du type II a augmenté de plus de 40% par rapport au type I. En flexion, nous avons obtenu une amélioration de 30%, cela confirme bien qu'une meilleure orientation est obtenue sur toute l'épaisseur de la pièce.

En l'exploitant les essais mécaniques à court terme pour la caractérisation viscoélastique du matériau nous avons prédit pour le polyamide renforcé en fluage, un comportement non linéaire contrairement à celui du polyamide viège.

Des essais de fluage ont été effectués pour plusieurs niveaux de contrainte sur des éprouvettes en polyamide 66 vierge, des éprouvettes en polyamide 66 renforcé de type I, des éprouvettes en polyamide 66 renforcé de type II et des éprouvettes en polypropylène 66 renforcé.

Notre tentative de modélisation du fluage en flexion utilise initialement la loi de puissance simple. Ensuite un modèle plus performant est proposé.

Il a été trouvé que la loi de puissance simple interpole parfaitement chaque courbe expérimentale de fluage. Cependant, le coefficient et la puissance de cette loi sont très sensibles aux niveaux de contraintes appliquées.

Une approche empirique est utilisée pour trouver une relation entre les paramètres de la loi de puissance et la contrainte de fluage imposée. Cette tentative est achevée avec plein succès par la proposition d'un modèle de fluage. Le modèle en question est utilisé avec succès pour prédire la déformation expérimentale réelle du fluage sur une large plage de contrainte même près de la rupture.

Le remarquable dans ce modèle empirique qui est dérivé de la loi de puissance simple est la variation de l'exposant de la loi. Si l'exposant de la loi de puissance pour le polymère non renforcé est constant, l'exposant de la loi pour le matériau renforcé pour sa part suit une forme exponentielle en contrainte. Par ailleurs, le coefficient de la loi a une forme en puissance. Ce résultat vient combler un besoin de données de ce genre surtout pour des composites chargés et moulés par injection.

D'autre part, pour prédire la déformation de fluage à long terme le principe de superposition temps/contrainte a été utilisé. Ce principe nous a permis de construire graphiquement la courbe maîtresse qui prédit la déformation de fluage à des temps très longs. L'utilisation du modèle de fluage trouvé dans la construction de la courbe maîtresse est originale; En plus des glissements horizontaux des courbes de fluage respectives, le modèle prévoit de légères rotations respectives des courbes de fluage l'une par rapport à la précédente. La construction de la courbe maîtresse est obtenue avec une très bonne superposition des courbes de fluage et avec une très faible dispersion des points expérimentaux. De plus une importante courbature est enregistrée à la fin de cette courbe due à la variation de la valeur de l'exposant de la loi de puissance par rapport au niveau de contrainte. Ceci confirme la forte non linéaire du fluage en flexion du composite à très long terme.

Un mode de rupture complexe est observé sur les éprouvettes rompues en flexion. Sur le côté en tension la rupture du composite se fait par cassure des fibres. Dans la zone en compression, la rupture a lieu par déchaussement des fibres.

Avec cette approche un pas est réalisé dans le traitement d'une problématique délicate et pratique et peu exploré dans le comportement des composites thermoplastiques à fibre courte. Il reste que beaucoup de travaux restent à réaliser dans ce sens.

REFERENCES

- 1 ZIEGLER Karl, né en 1898 à kassel, Allemagne, Université de Heidelberg et institut Max Planck de recherche sur le charbon, à Muelhelm (Ruhr). Prix Nobel 1963.
- 2 NATTA Giulio, né en 1903 à Impéria, Italie, Universités de Rome et Turin, Institut polytechnique de Milan. Prix Nobel 1963.
- 3 BIBBO M.A. and ARMSTRONG R.C., 1988 "Rheology of Semi-Concentrated Fiber Suspensions in Newtonien and non-Newtonian Fluids", Proceeding of Manufacturing International, Atlanta, USA, 1, 105.
- 4 EVANS K.E. and GIBSON A.G., 1986 "Prediction of the Maximum Packing Fraction Achievable in Randomly Oriented Short-Fiber Composite", Compos. Sci. Technol., 25, 149.
- 5 JEFFERY G.B., 1922, Proc. Roy. Soc., A102, 161.
- 6 GOLDSMITH H.L. and MASON S.G., 1967, In 'Rheology', F.R. Eirich ed, 4, Academic Press, NewYork.
- 7 MAEDA H. and COHEN C., 1987 "Flow Visualization of Short Fiber Orientation", SPE ANTEC, 33, 524.
- 8 UTRACKI L.A., 1986 "Flow and Flow Orientation of Composites Containing Anisometric Particles", Polym. Compos., 7, 274.
- 9 GOETTLER L.A., 1984 "Mechanical Property Enhancement in Short-Fiber Composites Through the Control of Fiber Orientation During Fabrication", Polym. Compos., 5, 60.

- 10 VINCENT M. and AGASSANT J.F., 1984 "A Study of Glass Fiber Orientation in Flows of Polymer Composites, Interrelations Between Processing Structure and Properties of Polymeric Materials", ed J.C. seferis and P.S Theocaris, 241.
- 11 UTRACKI L.A., (1983) 'The Shear and Elongationnel flow of Polymer Melts Containing Anisometric filler Particules', *Rubb. Chem. Technol.*, 57, 507.
- 12 KAMAL M.R., MUTEL A.T. and UTRACKI L.A., 1984, *Polym. Compos.*, 5, 289.
- 13 GOETTLER L.A., 1970 " Controlling Flow Orientation in Molding of Short-Fiber Compounds", *Modern Plast.*, 47, 140.
- 14 CROUSEN R.J., FOLKES M.J. and BRIGHT P.F., 1980, *Polym. Eng. Sci.*, 20, 925.
- 15 BRIGHT P.F., CROWSON R.J. and FOLKES M.J., 1978 "A Study of the Effect of Injection Speed on Fiber Orientation in Simple Mouldings of Short Glass Fiber-Filled Polypropylene", *J. Mat. Sci.*, 13, 2497.
- 16 AKAY G., 1982, *Congres IUPAC Athenes*, 19, 82.
- 17 MURTY K.N. and MODLEN G.F., 1977, *Polym. Eng. Sci.*, 17, 848.
- 18 NICODEMO L., NICOLAIS L. and ACIERNO D., 1973, *Ing. Chem. Ital.*, 9, 113.
- 19 LEE W.K. and GOERGE H.H., 1978, *Polym. Eng. Sci.*, 18, 146.
- 20 HARRIS J.B. and PITTMAN J.F.T., 1977, *Trans. Inst. Chem. Eng.*, 54, 73.
- 21 ROSE W., 1961, *Nature*, 191, 242.
- 22 GOETTLER L.A., LEIB R.I and LAMBRIGHT A.J., 1979 " Short Fiber Reinforced Hose-A New Concept in Production and Performance" , *Rubb. Chem. Techn.*, 52, 838.
- 23 VINCENT M., 1984, Dr. Eng. Thesis, L'Ecole National Supérieur des Mines de Paris, Sophia Antipolis, France.
- 24 FOLGAR F. and TUCKER C.L. III, 1984, *J. Reinf. Plast. Compos.*, 3, 98.
- 25 KARPOV V. and KAUFMAN M., 1965, "Injection Molding of Glass Reinforced Nylon 66", *Brit. plas.*, 38, 498.

- 26 MENGES G. and GEISBUSCH P., 1982, *Colloid Polym. Sci.*, 22, 260.
- 27 WOEBCKEN W., 1981, *KUNSTSTOFFE*, 71.
- 28 TADMOR Z., 1974 "Molecular Orientation in Injection Molding", *J. Appl. Polym. Sci.*, 18, 1753.
- 29 TOLL S. and ANDERSSON P.O., 1991, The Royal Institute of Technology Stockholm, Sweden, Report N91-8, 24.
- 30 FAKIROV S. and FAKIROVA C., 1985 "Direct Determination of the Orientation of Short Glass Fibers in an Injection-Molded Poly(ethelene terephthalate) System", *Polym. Compos.*, 6, 41.
- 31 HERMANS P.H., 1946 "Contributions to the Physics of Cellulose Fiber, Elsevier, Amsterdam.
- 32 DORLOT J.M. , BAILON J.P., MASOUNAVE J., 1986 "Des matériaux", Ed. école polytechnique de Montréal. Canada
- 33 COX L., 1952 "The Elasticity and Strengh of Paper and Other Fibrous Materials", *Brit. J. Appl. Phys.*,3, 72.
- 34 KRENCHER H., 1964 "Fiber Reinforcement", Akademisk Forlag, Copenhagen.
- 35 KOHLRAUSCH R. *Pogg. Ann. Physik*, IV-91, 56, (1854), 179.
- 36 WILLIAMS G. WATT D.C., 'Non symmetrical dielectric relaxation behaviour avising from simple empirical decay function', *Trans. Faraday Soc.*, 66, (1970), 80.
- 37 TROUTON & RANKINE A.O., ' On the stretching and torsion of leads wires beyond the elastic limit', *Phil. Mag.*, 8, (1904), 539.
- 38 PHILLIPS P., 'The slow strech in indiarubber, glass and metal wires when subjected to a constant pull', *Phil. Mag.*, 9, (1905), 513.
- 39 ANDRADE E. N. da C., 'On the viscous flow in métals and allied phenomena', *Proc. Roy. Soc., London*, A84, (1910), 1.
- 40 ANDRADE E.N. da C. 'The flow of metals under large constant stresses', *Proc.*

- Roy. Soc. London, A90, (1914), 329.
- 41 KOVACS A.J. 'Contribution à l'étude de l'évolution isotherme des hauts polymères'. Thèse de la faculté des sciences de l'université de Paris, 1954.
- 42 VAN HOLDE K. 'A study of the creep of nitrocellulose', J. Polym. Sci., 24, (1957), 417.
- 43 PLAZEK D.J. 'Dynamic mechanical and creep properties of a 23% cellulose nitrate solution undrade creep in polymeric systems', J. Colloid. Sci., 15, (1960), 50.
- 44 PLAZEK D.J. 'Temperature dependance of the viscoelastic behavior of the polystyrene', J. Phy. Chem., 69, 10, (1965), 3480.
- 45 KENNEDY A.J. 'Processes of creep and fatigue in metals', Ed. Oliver & Boyd, London (1962).
- 46 TURNER S. 'The strain response of plastics to complex stress histories' Polym. Eng. Sci., (1966), 306-316.
- 47 NUTTING P., 1921, Proc. ASTM, 21, 1162.
- 48 KARIEN H. G., 46th conf. SPI , S 9-B (1991)
- 49 SCHAPERLY R. A., 'Application of thermodynamics to thermomechanical, fracture, and birefringent phenomena in viscoelastic media., J. Appl. Phys., 35, 1451 (1964)
- 50 SCHAPERLY R. A., Int. Solids Structures, 2, 407 (1966)
- 51 SCHAPERLY R. A., 'A theory of non linear thermoviscoelasticity based on irreversible thermodynamique', Proc. 5th U.S. Nat. Congr. Appl. Mech., University of Minnesota (1966)
- 52 LOU Y. C. and SCHAPERLY R. A., J. Comp. Mat., 5, 208 (1971)
- 53 STRGANAC T. W. and GOLDEN H. J., Int. J. Solids Structures, 33, 4561 (1996)
- 54 AYADI Z. 'Contribution à la modélisation du comportement mécanique de

- polymères à partir d'une approche thermodynamique de la relaxation des milieux continues. Application aux expériences de fluage/recouvrance. Thèse I.N.P. de Lorraine, (1995).
- 55 TISZA L. 'Generalized thermodynamics, The M.I.T. Press, (1966).
- 56 BOLTZMANN L., Sitzungsber. Kaiserlich Akad. Wiss., Math. Naturwiss, 70, Wien, 275 (1874)
- 57 ALFREY T. and DOTY P., J. Applied Phys., 16, 700 (1945)
- 58 MANDEL J., 'Propriétés mécaniques des matériaux', Ed. Eyrolles, Paris (1978)
- 59 PERSOZ B., 'Introduction à l'étude de la rhéologie', Ed. Dunod, Paris (1960)
- 60 SALENCON J., Viscoélasticité, Ed. Presses E. N. Pont et Chaussés, Paris (1983)
- 61 LEMAITRE J. et CHABOCHE J. L., Ed. Bordas, Paris (1988)
- 62 LEDERMANN H., 'Elastic and creep properties of filamentous materials and other high polymers', The Textile Foundation, Washington D. C., (1943)
- 63 MARKOVITZ H., 'Boltzmann and the beginnings of linear viscoelasticity', Trans. Soc. Rheo., 21, 381 ((1977)
- 64 FERRY J. D., 'Viscoelastic properties of polymers', John Wiley et Sons Inc. (1961)
- 65 ALFREY T. and DOTY P., J. Applied Phys., 16, 700 (1945)
- 66 SCHWARZL F. and STAVERMAN A. J., Appl. Sci. Research, A4, 127 (1953)
- 67 FERRY J. D. and WILLIAMS M. L., J. Colloid Sci., 7, 347 (1952)
- 68 ANDREWS R. D., 'Correlation of dynamic and static measurements on rubberlike materials', Ind. & Eng. Chem., 44, 707 (1952)
- 69 RABOTNOV Y.N., 1980 " Elements of Hereditary Solid Mechanics", Mir Publishers, Mosco.
- 70 RENDELL R. W., GNAI K. L., FONG G. R., YEE A. F. and BANKERTT R. J., 'Non linear viscoelasticity and yield: Application of a coupling model', Polym.

- Eng. Sci., 27, 2, (1987)
- 71 BAUWENS J. C., BAUWENS-CROWET C. and HOMES G., 'Tensile yield-stress behavior of poly(vinyl chloride) and polycarbonate in the glass transition region', J. Polym. Sci., Part A2, 7, 1745 (1969)
- 72 BAUWENS J. C., 'Relation between the compression yield stress and the mechanical loss peak of bisphenol-A-polycarbonate in the transition range', J. Mat. Sci., 7, 577 (1972)
- 73 ROBERTSON R. E., 'Theory for the plasticity of glassy polymers', J. Chem. Phys., 44, 3950 (1966)
- 74 NARAYANASWAMY O. S., 'A model of structural relaxation in glass', J. Ame. Cer. Soc., 54, 491 (1971)
- 75 MOYNIHAN C. T., MACEDO P. B., MONTROSE C. J. and CUPTA P. K., 'Structural relaxation in vitreous materials', Annals New York Academy of Science, 15, 279 (1976)
- 76 KOVACS A. J., AKLONIS J. J., HUTCHINSON J. M. and RAMOS A. R., 'Isobaric volume and enthalpy recovery of glasses. A transparent multiparameter theory', J. Polym. Sci., 17, 1097 (1979)
- 77 PLAZEK D. J., TAN V. and O'ROURKE V. M., 'The creep behavior of ideally atactic and commercial polymethylmethacrylate' Rheol. Acta, 13, 875 (1974)
- 78 NGAI K. L., 'Universality of low-frequency fluctuation, dissipation and relaxation properties of condensed matter. I.', Comments Solid State Phys., 9, 127 (1979)
- 79 NGAI K. L., 'Universality of low-frequency fluctuation, dissipation and relaxation properties of condensed matter. II.', Comments Solid State Phys., 9, 141 (1980)
- 80 GREEN A.E. and RIVLIN R.S., 'The mechanics of non-linear materials with memory', Part I, Arch. Rational Mech. Anal., 1, 1 (1957)
- 81 BERNSTEIN B., KEARSLEY E. A., ZAPAS L. J., 'A study of stress relaxation

- with finite strain', *Tra. Soc. Rheo.*, VII, 391 (1963)
- 82 McKENNA G. B., ZAPAS J., Nonlinear viscoelastic behavior of poly(methylmethacrylate) in torsion', *J. Rheo.*, 24, 368 (1980)
- 83 COLEMAN B. D., and NOLL W., 'Foundation of linear viscoelasticity', *Rev. Mod. Phys.*, 33, 239 (1961)
- 84 BEDA T., VINH T., 'Technique d'identification des paramètres rhéologique du modèle à dérivées fractionnaires des matériaux viscoélastiques', *Méc. Mat. Elec.*, 3, 441 (1991)
- 85 HEYMANS N. et BAUWENS J. C., 'Fractal rheological models and fractional differential equations for viscoelastic behaviour', *Physique des matériaux de synthèse 1984*, U.L.B., 1050 Bruxelles, Belgium
- 86 AUWENS J. C., 'Two nearly equivalent approaches for describing the non-linear behavior of glassy polymers', *Colloid Polym. Sci.*, 270, 537 (1992)
- 87 FISA B., Mechanical degradation of glass fibers during compounding with polypropylene, *polym. Compos.*, 6, 232 (1985)
- 88 AVEROUS L., Etude par analyse d'images de la microtexture d'un polypropylène chargé de fibres de verre broyées, thèse Doctorat. (1995)
- 89 VIGNERON D., "Mécanique du renforcement et mécanismes de rupture dans les polyamides renforcés par des fibres courtes", Université de technologie de Compiègne, thèse Doctorat. (1983)
- 90 MEDDAD A., 1992, Thèse de maîtrise, Ecole Polytechnique de Montréal, génie mécanique.
- 91 THIERY M., 1991, Thèse de maîtrise, Ecole Polytechnique de Montréal, génie mécanique.
- 92 TOLL S. and ANDERSSON P.O., 1991, The Royal Institute of Technologie Stockholm, Sweden, Report N 91-8, 47.

- 93 GOETTLER L.A., LEIB R.I. and LAMBRIGHT A.J., 1979, *Rubb. Chem. Technol.*, 52, 834.
- 94 FISA B., 1990 "Composite Materials Technology", P.K. Mallick S. Newman Eds, Hanser publishers, 265.
- 95 ASTM D638, 1992 Test Method for Tensile Properties of Plastics, Annual Book of ASTM, Vol. 08.01
- 96 DARLINGTON M.W. and MCGINLD P.L., 1975 "Fiber Orientation Distribution in Short Fibre Reinforced Plastics", *J. Mat. Sci.*, 10, 906.
- 97 SANSCHAGRIN B., FISA B. and FAVIS B., 1983, *SPE ANTEC*, 29.
- 98 Standard Test Methods For Flexural Propierties of Unreinforced and Reinforced Plastics, 1990, D790M-86, 282.
- 99 BLUMENTRITT B.F., VU B.T. and COOPER S.L., 1974 "The Mechanical Properties of Oriented Discontinuous Fiber-Reinforced Thermoplastics. I Unidirectional Fiber Orientation", *Polym. Eng. Sci.*, 14, 633.
- 100 BLUMENTRITT B.F., VU B.T. and COOPER S.L., 1975 "The Mechanical Properties of Oriented Discontinuous Fiber-Reinforced Thermoplastics. II Random-in-Plan Fiber Orientation", *Polym. Eng. Sci.*, 15, 428.
- 101 WILLIAMS J.G., 1973 "Stress Analysis of Polymers", Longman Group, London.
- 102 AKLONIS J.J., MacKNIGHT W.J. and SHEN M., 1972 "Introduction to Polymer Viscoelasticity", Wiley-Interscience, NewYork.
- 103 XINRAN X., 1987, Ph.D. thesis, Free University of Brussels, Faculty of Applied Science.
- 104 OULD BRAHIM H., 1990, Thèse de maîtrise, Ecole Polytechnique de Montréal, génie mécanique.
- 105 MARTIROSYAN M.M., 1965, *Polym. Mech.*, 1, 38.

- 106 NEILSEN L.E., 1974 " Mechanical Properties of Polymers and Composites", V1 et V2, MARCEL and DEKKER, NewYork.
- 107 HADID M., RECHAK S., ZOUANI A., 2002,'Empirical Nonlinear Viscoelastic Model for Injection Molded Thermoplastic Composite', Polym. Comp., **23**, 771.
- 108 HADID M., 1993, Thèse de Master, « Caractérisation du PA66 renforcé de fibres de verre orienté, moulé par injection », Ecole Polytechnique de Montréal, génie mécanique.
- 109 TOBOLSKY A.V., McLOUGHLIN J.R., 1952, J.Polym. Sci., **8** , 543.
- 110 HADID M., RECHAK S., TATI A., 2004, "Long-term bending creep behavior prediction of injection molded composite using stress-time correspondence principle", J. Mater. Sci. Eng. A., **385**, 54.
- 111 STRGANAC T.W., GOLDEN H.J., 1996, Int. J. Solids Structures, **33** , 4561.
- 112 FISCHER S. and MAROM G., 1984 "A Complete Elastic-Plastic Analysis of Aramid Fiber Composites", Fiber Sci. Technol, 20, 91.
- 113 FISCHER S. and ROMAN I., 1986 "A Viscoelastic-Plastic Analysis of an Aramid Composite Beam in Flexure: Rate of Testing Effects, Stress Relaxation and Creep", Mat. Sci. Eng., **84**, 97.
- 114 SANSCHAGRIN B., FISA B. and FAVIS B., 1983, SPE ANTEC, 29.
- 114 KOVACS A.J., I.N.P. Lorraine.

الخلاصة:

يُعدّ الشكل بالنفث من أهم أساليب تصنيع القطع من البلاستيك (اللدائن) الحاف او من البلاستيك المعززة بجزيئات التعزيز. في الحالة الأخيرة، القطع المنتجة تكون غير متجانسة بحيث أن الجزيئات تتبعر وتنتخذ لها اتجاهات معينة و مختلفة في القطعة الواحدة، وذلك نتيجة للاسباب المعقد للبلاستيك الذائب داخل القالب. المواد المدروسة في هذا العمل هو البولي-أميد 66 (polyamide 66) (تيلون) المعزز بـ 43% وزنا و البولي-بروبيلان (le polypropylène) المعزز بـ 43% وزنا بشعيرات زجاجية والمشكل بالنفث. للحصول على انتظام وتمائل في اتجاه الشعيرات الزجاجية قصد الحصول على عينات يمكن اعتبارها متجانسة و من ثمة يسهل التعامل معها ودراسة خصائصها. أستعين بقالب له شكل يستغل خصائص الانسياب التمرقي و الانسياب التسارعي للبلاستيك الذائب ليوجه الشعيرات المعززة. حقق بفضل هذه التقنية تحسين ظاهر في الخصائص الميكانيكية والذي بلغ 40%، كما تم التحقق من هذا التحسن في التوجيه عن طريق الملاحظات المجهرية. لقد تناولت هذه الدراسة التصرف اللزوي المرن (comportement viscoélastique) و بالذات التشوه الناتج عن الكريب (fluage) حيث تم تطوير نموذج لهذه الخاصية. حالة الشحن المدوس هو التقويس السلاثي الارتكاز (la flexion trois points). النموذج المتحصل عليه يتميز بأنه جد حساس لمستوى قوة الشحن مبرزا تصرفا غير خطي حاد. المواجه بين التشوه الحقيقي للعينة و نتائج النموذج المطور تعطي توافق ممتاز. من جهة أخرى للنتبأ بالكريب على المدى البعيد، طبق مبدأ تراكم الاجهاد مع الزمن. بهذا المبدأ و باستغلال النموذج التجريبي المطور، تم انشاء المنحنى الرئيسي الذي يعطي الكريب على المدى الجد بعيد. هذا المنحنى الرئيسي دعم الصفة الغير خطية الحادة لكريب التيلون المعزز و أبرز وجود الكريب الثالثي.

كلمات مفتاح: مواد مركبة، تارموبلاستيك، التصرف اللزوي المرن، الكريب، تراكم الاجهاد مع الزمن

RESUME

Le procédé de moulage par injection produit des pièces en composite dans lesquelles l'orientation des fibres sur l'épaisseur est fortement anisotrope.

Un moule est conçu, exploitant l'effet orientant de l'écoulement élongationnel sur les fibres en suspension lors de l'écoulement. Une meilleure orientation est obtenue, confirmée par des observations microscopiques et par des essais mécaniques qui montrent une amélioration de rigidité de plus de 40%.

Les composites thermoplastiques étudiés sont le polyamide 66 renforcé à 43% en masse et le polypropylène renforcé à 40% en masse de fibres de verre moulé par injection.

Une modélisation du comportement en fluage du composite est entreprise, le mode de sollicitation étant la flexion. Une approche empirique est utilisée pour dégager un modèle de fluage. Le modèle développé est fortement sensible à la contrainte appliquée indiquant la forte non-linéarité dans le comportement des matériaux. La confrontation entre la déformation réelle et le modèle donne une parfaite corrélation. Par ailleurs, et pour prédire le fluage à très long terme, le principe de superposition contrainte/temps est utilisé. Avec ce principe et en exploitant le modèle développé, la courbe maîtresse est construite, cette dernière confirme la forte non-linéarité du fluage en flexion du composite thermoplastique et met en évidence le fluage tertiaire à très long terme.

Mots clé : composite, thermoplastiques, viscoélasticité, fluage, superposition.

ABSTRACT

Injection molded objects made from fiber reinforced thermoplastics exhibit strong anisotropy due to flow generated fiber orientation. Moreover, short fiber reinforced thermoplastics are viscoelastic. Few published data concerning this aspect are available.

Materials investigated in this study are neat polyamide 6,6 and 43(wt) % glass fiber reinforced polyamide 6,6 and 40(wt) % glass fiber reinforced polypropylene.

We have designed and built a mold in which elongationnal flow forces fibers to be parallel to the flow. Unidirectional fiber orientation is obtained.

Microscopic observations indicate that an important improvement in fiber orientation has been obtained. Mechanical characterization has revealed important improvement in the modulus of about 40% in comparison with conventional specimens.

The goal of this study, is a viscoelastic characterization of the reinforced thermoplastics composites using creep tests. An empirical approach is used herein to develop a viscoelastic model based on a simple power law with stress dependent parameters. The proposed model demonstrates high stress sensitivity and agrees with experimental data over a wide range of applied stress. In manner analogues to the time-temperature superposition principle, the stress-time superposition principle approach is used to predict long-term material creep behavior without extensive laboratory test time. The empirical model is used to construct the creep master curve. Excellent superposition of curves is obtained and, at long-term, an important curvature in the master curve is registered.

Keywords : composite, themoplastic, viscoelasticity, creep, superposition