

ANALYSE DE LA RÉPONSE MÉCANIQUE D'UN STRATIFIÉ (VERRE/EPOXYDE) SOUMIS À L'ACTION CONJUGUÉE DE SOLLICITATIONS MÉCANIQUE, THERMIQUE ET HYGROSCOPIQUE

A. Nacéri & A. Vautrin¹

Université de M'sila, BP 166 Ichbilia, 28000, M'sila, Algérie

¹ Ecole Nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne, 158 Cours Fauriel, 42023,
Saint-Etienne, France

abdelghani_nacéri@yahoo.fr

(Received 9 June 2003 - Accepted 12 March 2005)

RESUME

Cet article présente l'analyse expérimentale du comportement mécanique d'un stratifié constitué de 12 plis de tissus de verre E / résine époxyde soumis à l'action conjuguée de sollicitations d'origine mécanique, thermique et hygroscopique. L'analyse du comportement mécanique des éprouvettes conditionnées en milieu humide à différents taux d'humidité relative 0, 60 et 96% RH à 60 °C, testées en traction uniaxiale jusqu'à rupture dans les trois directions choisies, chaîne, trame et 45° à vitesse de déplacement imposée constante a permis de montrer que l'influence de la concentration en eau sur les caractéristiques mécaniques dans le sens chaîne et trame devient significative pour les échantillons conditionnés à 96% RH. Cette influence est particulièrement marquée pour les éprouvettes orientées à 45° et se manifeste sur le module de cisaillement, le glissement et la contrainte de cisaillement.

Mots clés : réponse mécanique, effet de l'humidité, composites tissus, matrice polymère

ABSTRACT

This paper considers the experimental analysis of mechanical response of a laminate constituted of 12 layers of glass fiber/ epoxy resin subjected to the combined action of mechanical, thermal and hygroscopic loading. The analysis of the mechanical behaviour of the specimens, conditioned at different relative humidities 0, 60 and 96% RH at 60°C, tested in uniaxial tension until the failure in the three choosen directions warp, weft and 45° at constant imposed displacement rates, has permitted to show that the influence of the moisture concentration on the response characteristics in the sens warp and weft enough important for the specimens conditioned at 96% RH. This effect is particulary observed for the specimens oriented at 45° through the evolutions of the shear modulus, the shear strain and the shear stress.

Keywords : mechanical response, moisture effects, woven fabric composites, polymer matrix

INTRODUCTION

On sait qu'au cours d'un vieillissement hygrothermique, la présence de molécules d'eau dans un matériau composite à matrice polymère peut notamment dégrader les liaisons à l'interface renfort-matrice et entraîner ainsi une dégradation irréversible des propriétés du composite (Verpoest et Springer, 1988).

La présence d'eau au sein des composites fibres/polymère provoque une détérioration des propriétés mécaniques (Bonniau et Bunsell, 1994). Ceci souligne la nécessité d'étudier l'effet de l'environnement, caractérisé par les paramètres suivants : température, humidité relative, ou rayonnement ultra-violet, vis-à-vis de la stabilité à moyen et à long terme des structures composites (Chateaminois *et al.*, 1998).

L'absorption d'eau (Foulc *et al.*, 2002) par un composite à matrice organique dépend de plusieurs paramètres tels que :

- la nature des fibres et de la résine,
- la disposition des fibres par rapport à la direction de diffusion,
- l'écart de concentration en eau entre le composite et le milieu environnant.

Néanmoins, il est nécessaire de préciser que, malgré le développement d'applications avancées, subsiste un manque de connaissance important et de nombreux problèmes scientifiques et technologiques (Colombini *et al.*, 2003) qui limitent et freinent leur pénétration industrielle : sensibilité à la température, au temps et à l'environnement.

L'objet de ce papier est la caractérisation d'un certain nombre de traits spécifiques marquant le comportement mécanique d'un stratifié à matrice polymère renforcé par fibres. Le fil directeur du présent article sera la distinction entre les deux composantes intervenant dans la réponse mécanique d'un matériau composite stratifié soumis à l'action conjuguée de sollicitations d'origine mécanique thermique et hygroscopique :

- une composante matérielle qui consiste à caractériser la monocouche considérée comme matériau homogène et anisotrope. Le phénomène essentiel intervenant à ce niveau est la possibilité d'écoulement plastique en cisaillement le long des fibres. La modélisation simple de ce comportement, s'accorde de manière satisfaisante aux résultats expérimentaux.
- Une composante hygroscopique qui consiste à suivre la reprise de poids du composite à renfort tissu en déterminant les deux paramètres principaux de la cinétique d'absorption d'eau du stratifié (le taux maximal de saturation en eau M_m et le coefficient de diffusion D) dans le cadre du modèle d'absorption de Fick.

MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES

L'étude porte sur un composite constitué de 12 couches (937/EP/ES67) de tissus à armure taffetas ou toile (le fil de chaîne et de trame s'entrecroisent alternativement) de fibres de verre E noyé dans une résine époxyde. Il est délivré sous forme de plaques planes de dimensions moyennes : 300 (sens trame) x 300 (sens chaîne) x 3,2 mm³.

La fraction volumique des fibres a été déterminée selon la méthode de calcination et trouvée égale à $V_f = 55\%$. La technique de mesure utilisée pour la détermination de la masse volumique du composite tissu est la méthode picnométrique ($\rho_c = 1,94 \text{ g/cm}^3$).

Il s'agit d'un composite tissu équilibré ($K = 0,5$) et sa composition pondérale est égale à 50% dans chaque direction de renforcement fibreux (sens chaîne et trame).

La cinétique d'absorption d'eau a été suivie par la méthode gravimétrique (reprise de poids mesurée à l'aide d'une balance sartorius 2842 avec une étendue de pesée de 160 g et une précision de 0,1 mg) afin de contrôler le gain en poids du matériau conditionné en fonction de la durée de conditionnement.

Le choix des conditions d'environnement à température et aux taux d'humidité constants est essentiellement justifié par les deux considérations suivantes :

- au delà de 60°C, les échantillons pouvaient être endommagés,
- la température choisie de 60°C est largement suffisante pour accélérer la reprise en eau et obtenir un palier de saturation en un temps raisonnable.

Le calcul du coefficient de diffusion D et l'estimation de la quantité maximale d'eau retenue à la saturation M_m du composite sont effectués à partir de la courbe maîtresse présentant l'évolution de la quantité d'eau absorbée M en fonction de la racine carrée du temps (\sqrt{t}).

Le taux maximal de saturation du matériau a été atteint pour une durée de conditionnement moyenne de l'ordre de six mois.

Les résultats de la cinétique d'absorption d'eau (la quantité maximale d'eau retenue à la saturation M_m et le coefficient de diffusion D) du matériau composite testé sont présentés dans le Tableau 1.

TABLEAU 1

Valeurs Obtenues de M_m et D du Composite (Verre E/Epoxyde) Etudié à Différents Taux d'Humidité Relative à 60°C

| Humidité relative RH en % | M_m en % | D en $\text{cm}^2/\text{s} \cdot 10^{-8}$ |
|------------------------------|---------------|--|
| 60 | 0,180 | 1,200 |
| 96 | 1,100 | 0,210 |

L'essai mécanique consiste à soumettre les échantillons à une rampe monotone en traction uniaxiale et analyser l'effet du conditionnement en humidité sur la réponse mécanique.

Le choix de l'essai de traction uniaxiale monotone comme essai de caractérisation mécanique est justifié par le fait qu'il reste d'interprétation relativement aisée pour les matériaux composites.

L'essai est mené sur des éprouvettes normalisées de formes parallélépipédiques de dimensions moyennes $200 \times 30 \times 3,2 \text{ mm}^3$ selon les recommandations de la norme ASTM D3039.

Les échantillons équipés de jauges de déformation et de talons ont été soumis à un essai de traction uniaxiale sur une machine de traction servo-hydraulique de type MST 810 de capacité $\pm 100 \text{ KN}$ (équipée de mors auto-serrants), contrôlé en vitesse de déplacement imposé constante ($V = 0,66 \text{ mm/min}$).

CINETIQUE D'ABSORPTION D'EAU

La Figure 1 donne l'allure schématique de l'évolution du gain de masse du matériau avec la racine carrée du temps. On note qu'initialement la courbe de reprise de poids est une droite.

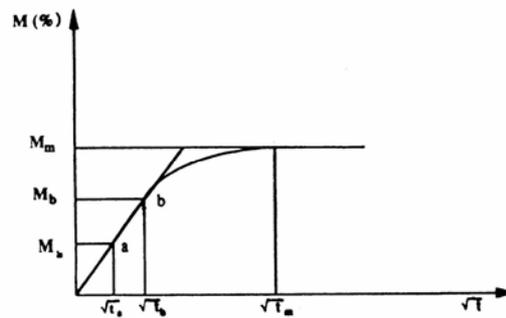


Figure 1. Courbe d'absorption d'eau M en % en fonction de \sqrt{t} .

Le gain en poids M dépend principalement de trois paramètres t, M_m et D.

$$M(\%) = \frac{W - W_0}{W_0} 100 \quad (1)$$

où :

M : gain en poids (quantité d'eau absorbée),
 W : poids à l'instant t ,
 W_0 : poids à l'état sec (initial).

Le calcul de la diffusivité D peut être effectué très simplement à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe de reprise de poids (Figure 1) et de la valeur asymptotique M_m et l'on a :

$$D = \pi [(h / 4) \cdot M_m]^2 \cdot [(M_b - M_a) / (\sqrt{t_b} - \sqrt{t_a})]^2 \quad (2)$$

avec :

D : coefficient de diffusion,
 M_m : gain en poids maximum ou quantité maximale d'eau retenue à la saturation,
 h : épaisseur du matériau.

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Absorption d'eau

Le Tableau 1 présente les valeurs des paramètres caractéristiques de la cinétique d'absorption d'eau (la quantité maximale d'eau retenue à la saturation M_m et le coefficient de diffusion D) obtenues par l'essai de conditionnement hygrothermique réalisé au laboratoire, celui-ci confirme clairement les remarques principales observées :

- le coefficient de diffusion D dépend non seulement de la température mais aussi de l'humidité relative,
- et la quantité maximale d'eau retenue M_m à la saturation dépend fortement du taux d'humidité relative.

Les résultats de la cinétique d'absorption d'eau (Tableau 2) obtenues par Loos et Springer (1985) du composite polyester/verre E (SMC-30EA) vont dans le même sens que nos valeurs expérimentales d'absorption d'eau (M_m et D). Cette comparaison nous permet de dire que les deux paramètres principaux de diffusion (M_m et D) dépendent non seulement de la température et du taux d'humidité relative mais aussi très fortement de la nature du matériau (type de résine, fibres, etc ...).

Essais mécaniques

L'analyse des résultats expérimentaux obtenus du composite tissu de verre E / résine époxyde conditionné en milieu vapeur (Tableaux 3 et 4) a permis de tirer les conclusions suivantes :

TABLEAU 2

Paramètres Caractéristiques de la Cinétique d'Absorption d'Eau du composite (Verre E/polyester) à Différents Taux d'Humidité Relative à 65°C (Loss et Springer, 1985)

| Humidité relative (RH) en % | M _m en % | D en cm ² /s . 10 ⁻⁸ |
|-----------------------------|---------------------|--|
| 60 | 0,45 | 23,0 |
| 100 | 2,75 | 3,80 |

TABLEAU 3

Résultats Expérimentaux dans le sens Chaîne et Trame à Différents Taux d'Humidité Relative à 60°C

| RH (%) à 60 °C | | E _t (GPa) | σ _{rup} (MPa) | ε _{rup} (%) |
|------------------------|----------------------------|----------------------|------------------------|----------------------|
| Chaîne (0% RH) | <i>Valeur moyenne</i> | 27,82 | 549 | 2,28 |
| | <i>Ecart-type</i> | 0,674 | 8,28 | 0,067 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (9) | (9) | (9) |
| Chaîne (60% RH) | <i>Valeur moyenne</i> | 27,45 | 510 | 2,33 |
| | <i>Ecart-type</i> | 0,268 | 12,99 | 0,210 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (9) | (9) | (9) |
| Chaîne (96% RH) | <i>Valeur moyenne</i> | 26,57 | 311 | 1,28 |
| | <i>Ecart-type</i> | 0,473 | 7,37 | 0,044 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (9) | (9) | (9) |
| Trame (0% RH) | <i>Valeur moyenne</i> | 27,37 | 513 | 2,42 |
| | <i>Ecart-type</i> | 0,155 | 29,70 | 0,127 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (6) | (6) | (6) |
| Trame (60% RH) | <i>Valeur moyenne</i> | 27,14 | 456 | 2,31 |
| | <i>Ecart-type</i> | 0,245 | 25,03 | 0,187 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (9) | (9) | (9) |
| Trame (96% RH) | <i>Valeur moyenne</i> | 25,97 | 288 | 1,31 |
| | <i>Ecart-type</i> | 0,530 | 10,77 | 0,062 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (9) | (9) | (9) |

TABLEAU 4

Résultats Mécaniques en Cisaillement à Différents Taux d'Humidité relative à 60°C

| RH (%) à 60 °C | | 0% RH (Sec) | 60% RH (Humide) | 96% RH (Humide) |
|--------------------------------------|----------------------------|------------------------|----------------------------|----------------------------|
| G₆ (GPa) | <i>Valeur moyenne</i> | 6,08 | 5,55 | 3,49 |
| | <i>Ecart-type</i> | 0,106 | 0,205 | 0,395 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (9) | (9) | (9) |
| σ_{6ultime} (MPa) | <i>Valeur moyenne</i> | 145 | 128 | 100 |
| | <i>Ecart-type</i> | 8,18 | 10,52 | 5,80 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (9) | (9) | (9) |
| ε_{6ultime} (%) | <i>Valeur moyenne</i> | 15,83 | 10,65 | 9,70 |
| | <i>Ecart-type</i> | 0,186 | 0,643 | 0,306 |
| | <i>Nombre d'éprouvette</i> | (9) | (9) | (9) |

Dans les sens chaîne et trame

* Influence négligeable de la concentration en eau sur les modules tangents axiaux (E_t) de l'ordre de 1,3% pour 60% RH à 4,5% pour 96% RH dans le sens chaîne et de 0,8% pour 60% RH à 5% pour 96% RH dans le sens trame avec une diminution marquante de l'ordre de 43% en moyenne de la déformation longitudinale de rupture (ϵ_{TUP}) des échantillons conditionnés à 96% d'humidité relative dans le sens chaîne et trame.

* Chute significative des caractéristiques ultimes (allongement longitudinal ϵ_{TUP} et contrainte axiale de rupture σ_{TUP}) de l'ordre de 43% environ pour les quantités importantes d'eau absorbées (à 96% d'humidité relative dans le sens chaîne et trame).

Le module tangent axial est presque identique à celui d'un stratifié [0,90]_{2S} verre E / résine époxyde 913 pour $V_f = 55 \pm 1\%$ (Surrel et Vautrin, 1999), ce qui montre que le phénomène de décroissance ne peut pas être attribué a priori à un effet d'entrelacement de la chaîne et de la trame.

Dans les sens chaîne et trame orientées à 45 degrés

* L'évolution du module tangent de cisaillement présente une légère croissance à la fin de l'essai pour un niveau de glissement supérieur à 4,5 % qui (Figure 2) qui représente un comportement différent par rapport à celui d'un stratifié $\pm 45^\circ$, ce phénomène peut être dû aux frottements de fibres tissées entre la chaîne et la trame.

* Réduction importante et significative de l'ordre de 9%, 33% et 12% à 60% RH et de 43%, 38% et 31% à 96% RH respectivement pour le module de cisaillement tangent (G_6),

le glissement ($\varepsilon_{6ultime}$) et la contrainte de cisaillement ($\sigma_{6ultime}$) avec la variation de la quantité d'eau absorbée.

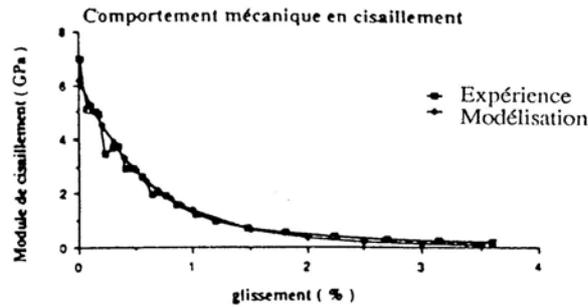


Figure 2. Evolution du module tangent de cisaillement en fonction du glissement (réponses expérimentale et modélisée).

La non-linéarité de la réponse mécanique de cisaillement observée lors de l'essai de traction uniaxiale des éprouvettes testées "essai à $\pm 45^\circ$ " dans différentes conditions d'environnement est de nature "plastique" car elle est liée principalement à l'état cinématique du matériau caractérisé par la déformation de cisaillement.

La loi de décroissance exponentielle proposée du module de cisaillement tangent permet de prendre en compte l'influence de la concentration en eau sur la réponse mécanique en cisaillement et de l'état de déformation de glissement du matériau testé.

$$\frac{G_6 - G_1}{G_{06} - G_1} = \exp\left(-\frac{\gamma_6}{\gamma_{06}}\right) \quad (3)$$

où :

- G_{06} : module initial tangent de cisaillement en GPa,
- G_1 : valeur asymptotique de la fonction exponentielle décroissante en GPa,
- G_6 : module de cisaillement en GPa,
- γ_{06} : glissement caractéristique en %,
- γ_6 : déformation de cisaillement en %.

$$G_6 = \frac{d\sigma_6}{d\gamma_6} \quad (4)$$

$$\gamma_6 = (\varepsilon_x - \varepsilon_y) \sin 2\alpha + (2\varepsilon_q - \varepsilon_x - \varepsilon_y) \cos 2\alpha \quad (5)$$

avec :

- ε_x : déformation longitudinale mesurée à 0° ,
- ε_y : déformation transversale mesurée à 90° ,
- ε_q : déformation mesurée à 45° .

$$\sigma_6 = \sigma_x \frac{\sin 2 \alpha}{2} \quad (6)$$

$$G_6 = \frac{\sigma_x}{2(\varepsilon_x - \varepsilon_y)} + (2\varepsilon_q - \varepsilon_x - \varepsilon_y) \cdot (\cos \alpha - \operatorname{tg} \alpha) \quad (7)$$

avec :

α_6 : contrainte de cisaillement.

$$\alpha = \frac{1}{2} \operatorname{atg} \frac{2\varepsilon_q - \varepsilon_x - \varepsilon_y}{\varepsilon_x - \varepsilon_y} \quad (8)$$

où :

α : angle d'orientation du tenseur de déformation entre la direction principale de déformation maximale et l'axe de l'éprouvette.

L'identification des paramètres matériels de la réponse mécanique en cisaillement qui confirme le bien-fondé du modèle proposé consiste à déterminer les valeurs de G_{06} et de γ_{06} (Tableau 4).

CONCLUSION

L'analyse du comportement mécanique des éprouvettes conditionnées en milieu humide à différents taux d'humidité relative 0, 60 et 96% RH à 60°C , testées en traction uniaxiale en rampe monotone jusqu'à la rupture à vitesse de déplacement imposée constante dans les trois directions choisies, chaîne, trame et 45° a permis de montrer que l'influence de la concentration en eau sur les caractéristiques dans le sens chaîne et trame devient significative pour les échantillons conditionnés à 96% RH. Cette influence est particulièrement marquée pour les éprouvettes orientées à 45° et se manifeste sur le module de cisaillement tangent, le glissement et la contrainte de cisaillement avec la variation de la quantité d'eau absorbée.

Les résultats présentés permettent de conclure quand à la question posée : la réponse de ce composite ne peut pas s'expliquer dans le cadre de la visco-élasticité dans le domaine de déformation considéré. Le mot «linéaire» a été omis dans cette conclusion car nous pensons que les différences observées sur l'aspect des courbes représentées en fonction du temps ne peuvent pas être considérées comme étant du premier ordre (comme il le faudrait dans le cas de la viscoélasticité non-linéaire), mais que bien plus fondamentalement elles

découlent du fait que le temps n'est pas la bonne variable à faire intervenir. Le fait qu'une description en fonction d'une variable cinématique (donc liée à l'état du matériau) semble mieux adaptée amène à la conclusion que la plasticité est le phénomène prépondérant qui gouverne la réponse en cisaillement des composites à matrice polymère.

REFERENCES

- Verpoest, I., Springer, G.S. 1988. Moisture absorption characteristics of aramid epoxy composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 17 : 2-32.
- Bonnaïu, P., Bunsell, A.R. 1994. A comparative study of water absorption theories applied to glass epoxy composites. Environmental Effects on Composite Materials. *Technomic Lancaster* : 209-229.
- Chateauminois, A., Chabert, B., Soulier, J.P., Vincent, L. 1998. Hygrothermal ageing effects on the static fatigue of glass/epoxy composites. *Composites*, 24 (7) : 547-555.
- Foulc, M.P., Bergeret, A., Ferry, L., Crespy, A. 2002. Etude du vieillissement hygrothermique de matériau composites polyéthylène téréphtalate-fibres de verre. *Journées d'Etudes des Polymères*, France.
- Colombini, D., Martinez-Vega, J.J., Merle, G. 2003. Influence of hygrothermal ageing and thermal treatments on the viscoelastic behaviour of DGEBA-MCDEA epoxy resin. *Polymer*, 43 : 1983-1992.
- Loos, A.C., Springer, G.S. 1985. Moisture absorption of polyester glass composites. Environmental Effects on Composite Materials. *Technomic Westport* : 51-62.
- Surrel, Y., Vautrin, A. 1999. On a modeling of the plastic response of FRP under monotonic loading. *Journal of Composite Materials*, 23 : 232-250.