UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DES STRUCTURES SANDWICHS UTILISÉES COMME EXTENSION D'AVANT-DIRECTRICES DES TURBINES HYDROÉLECTRIQUES

RIM OUADDAY

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION

DU DIPLÔME DE PHILOSOPIAE DOCTOR

(GÉNIE MÉCANIQUE)

DÉCEMBRE 2018

© Rim Ouadday, 2018.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée :

CARACTÉRISATION MÉCANIQUE DES STRUCTURES SANDWICHS UTILISÉES COMME EXTENSION D'AVANT-DIRECTRICES DES TURBINES HYDROÉLECTRIQUES

présentée par : OUADDAY Rim

en vue de l'obtention du diplôme de : Philosophiae Doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

M. BALAZINSKI Marek, Docteur ès Sciences, président

M. BOUKHILI Rachid, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. VADEAN Aurelian, Doctorat, membre et codirecteur de recherche

M. TROCHU François, Ph. D., membre

M. BOUZID Hakim, Ph. D., membre externe

DÉDICACE

À mes parents, mes frères et ma sœur

À tous mes amis

À Mehrez et Adam

Vous avez été à mes côtés sans faille, toujours

Merci infiniment…

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à exprimer ma reconnaissance et ma profonde gratitude à mon directeur de recherche, Monsieur Rachid Boukhili, professeur à l'École Polytechnique de Montréal, pour ses conseils, son encouragement, sa patience et son soutien précieux pour surmonter les nombreux obstacles que j'ai rencontré au cours de mes recherches. Je suis également reconnaissante à mon co-directeur, Monsieur Aurelian, Vadean, professeur à l'École Polytechnique de Montréal, pour ses critiques extrêmement constructives et ses conseils avisés au cours des travaux.

Mes sincères remerciements vont également aux membres du jury, Messieurs Marek Balazinski et François Trochu, professeurs à l'École Polytechnique de Montréal, et l'examinateur externe Monsieur Hakim Bouzid, professeur à l'École de technologie supérieure. Merci pour cet honneur.

J'adresse mes remerciements à tous mes amis et mes collègues ainsi que le personnel du département de génie mécanique, section Design et Fabrication de l'École Polytechnique de Montréal. Je tiens également à exprimer officiellement mon sentiment de gratitude envers tous ceux qui, directement ou indirectement, ont participé à cette aventure.

Enfin, je remercie très sincèrement ma famille. Les mots ne peuvent pas exprimer à quel point je suis reconnaissante envers mes parents et mon mari pour tous les sacrifices qu'ils ont faits pour moi et pour m'avoir apporté un soutien indéfectible et des encouragements continus tout au long du parcours doctoral.

RÉSUMÉ

Les matériaux composites, utilisés jusqu'à présent principalement dans les applications aérospatiales et marines, sont de plus en plus utilisés pour le renouvellement des infrastructures civiles, allant de la modernisation parasismique des colonnes de ponts jusqu'au renforcement des dalles de plancher dans les nouvelles structures de pont. Leur résistance à la corrosion, leur durabilité globale potentiellement élevée, leur adaptabilité et leurs caractéristiques de performances spécifiques élevées permettent leur utilisation dans des applications où l'utilisation de matériaux conventionnels pourrait être limitée en raison de la durabilité, du poids ou du manque de flexibilité de la conception.

Des travaux de recherche réalisés par la compagnie Alstom, qui est le partenaire industriel de ce projet, ont prouvé que la modification de la forme et de la géométrie du bord d'attaque des avant-directrices augmente le rendement des turbines ce qui permet de réaliser d'importants gains. Le projet de recherche présenté se situe dans le cadre de la réhabilitation des turbines hydroélectriques existantes et déjà opérationnelles. Sphériquement, il s'agit de modifier l'écoulement d'eau en rajoutant une extension en matériaux composites aux avant-directrices. L'objectif de cette recherche est de proposer une structure sandwich performante et durable en matériau composite capable de remplir le rôle d'une extension d'avant-directrice de turbine hydraulique. Cette structure est d'environ deux mètres de haut et de section en U. La section est d'environ 20 cm de largeur et 60 cm de profondeur. Le matériau composite formant la peau (coque) du sandwich est un stratifié verre/époxy ou verre/vinylester fabriqué par la méthode d'infusion. Le matériau formant l'âme est soit une coulée d'époxy, soit un mousse polymère, soit une combinaison des deux. Les peaux doivent être fabriquées â l'extérieur du site où sont implantées les avant-directrices qui doivent être modifiées. L'assemblage peau/âme se fait directement sur les avant-directrices du site puisque ces dernières ne peuvent pas être bougées de leur socle. Afin de répondre à l'objectif ultime de ce projet, les études suivantes ont été entreprises :

- Étude des matériaux constituant l'âme.
- Étude des matériaux constituant la peau.
- Étude des sandwichs peau/âme.
- Effet de l'absorption d'eau sur les propriétés mécaniques

- Comportement du sandwich au choc mécanique.

Dans un premier temps, les effets de la taille des particules et de la fraction massique de trihydrate d'alumine (ATH) sur les propriétés physiques et mécaniques d'une résine époxy, destinée à être utilisée comme coulée pour l'extension de l'avant-directrice, ont été étudiés. À cet effet, cinq tailles différentes de particules d'ATH ont été utilisées : 2, 4, 6, 8 et 12 µm et pour chaque taille, des échantillons avec des fractions massiques allant de 10 à 60% ont été fabriqués. Les résultats obtenus montrent clairement que le pic exothermique, le temps de polymérisation, la viscosité du mélange et les propriétés en flexion sont fortement influencés par la taille des particules et la fraction massique des charges d'ATH. Cette étude a été effectuée pour mieux comprendre l'influence des charges sur le comportement de la résine époxy et ses propriétés et pouvoir ainsi choisir la taille des particules et le taux d'ATH qui sont les mieux adaptés à notre application industrielle qui est l'extension de l'avant-directrice.

Dans un deuxième temps, une étude qui porte sur la caractérisation expérimentale et la modélisation du comportement à l'impact d'un panneau sandwich à âmes multiples conçu pour la réhabilitation de turbines hydroélectriques, a été menée. Le panneau sandwich étudié est constitué de deux peaux en époxy renforcé de fibre de verre NCF et d'une âme double, composée de deux couches d'époxy chargé de 60% de trihydrate d'alumine (ATH / époxy) séparées au centre par une mousse de polystyrène extrudé (XPS). Des essais d'impact à basse vitesse ont été effectués à différentes énergies d'impact pour tenir compte de la présence de débris dans le flux d'eau. Un modèle numérique 3D a été développé pour simuler les tests d'impact et en particulier la distribution d'énergie au sein des constituants du sandwich. Une bonne corrélation est obtenue entre les données expérimentales et les prédictions numériques. Les résultats expérimentaux montrent que, pour la plage d'énergie testée, le panneau sandwich absorbe environ 50% de l'énergie d'impact. Bien que la peau supérieure et l'âme en époxy chargé d'ATH contrôlent le comportement initial au choc, la déformation en compression de l'âme en mousse XPS constitue le principal mécanisme d'absorption d'énergie. Cette conclusion est bien confirmée par la simulation numérique.

Dans un troisième temps, les effets de l'humidité sur les propriétés physiques et mécaniques de six différentes configurations de stratifiés ont été étudiés afin de pouvoir choisir la meilleure formulation pour la coque de l'extension de l'avant-directrice. Cette étude nous a permis de mieux

comprendre l'influence des différents paramètres, tels que la température de l'eau, la nature de la résine et le type de tissage sur le processus de diffusion de l'humidité dans les matériaux composites. De plus, les effets de l'humidité sur les propriétés physiques et mécaniques des stratifiés ont été étudiés. Les résultats obtenus ont démontré que l'absorption de l'humidité cause la diminution de la température de transition vitreuse et le gonflement de la matrice ainsi que la dégradation des propriétés mécaniques. Par ailleurs, un modèle analytique a été utilisé pour simuler la diffusion de l'humidité dans un matériau composite. Ce modèle nous a permis de suivre en continu au cours du temps de vieillissement, l'évolution de l'humidité en chaque point de l'échantillon et ainsi l'évolution des profils d'eau dans le matériau. Le taux d'humidité en un point particulier et le temps nécessaire pour atteindre l'état de saturation sont des paramètres qui ont été aussi déterminés.

Finalement, l'effet de l'humidité sur les propriétés à l'impact des structures en composite, a été étudié. Les résultats obtenus permettent de conclure que la force de contact maximale diminue avec l'augmentation du taux d'humidité dans le sandwich, tandis que la déflexion maximale augmente en raison du comportement des échantillons vieillis qui est plus élastique. Dans l'ensemble, la profondeur de l'empreinte résiduelle et la taille des dommages sont relativement faibles même pour une énergie d'impact de 100 J.

ABSTRACT

Composite materials have a significant advantage for their application in engineering structures, which is derived from their high strength-to-weight ratio, resistance to corrosion and high durability. They are being increasingly utilized for the development of many civil infrastructures such as seismic modernization of bridge columns and the reinforcement of the floor slabs in the new bridge structures.

The research carried out by the Alstom Company, the industrial partner of this project, has shown that the modification of the shape and geometry of the leading edge of the stay vane increases the efficiency of the turbines, which makes it possible to achieve significant gains. The current research project is about the rehabilitation of existing and already operational hydroelectric turbines. The objective of the current research work is to develop an efficient and durable sandwich structure made of composite materials capable of fulfilling the role of an extension of a hydraulic turbine stay vane. The shape of this structure is a U-section of two meters high. This section is about 20 cm wide and 60 cm deep. The composite material forming the skin (shell) of the sandwich is a glass/epoxy laminate or glass/vinylester manufactured by vacuum infusion. The core material is an epoxy casting, polymer foam, or a combination of both. The skin/core assembly is made in-site over the stay vane, because they cannot be moved from their base. In order to meet the ultimate objective of this project, the following studies were undertaken :

- Study of the materials constituting the core.
- Study of the materials constituting the skin.
- Study of the sandwich skin/core.
- Effect of water absorption on mechanical properties
- Impact behavior of a composite sandwich panel.

In the first step, the effects of the particle size and the mass fraction of ATH on the physical and mechanical properties of an epoxy resin, used as a casting for the stay vane extensions, were studied. For this purpose, five different sizes of ATH particles were used: 2, 4, 6, 8, and 12 μm, and for each size, samples with mass fractions ranging from 10 to 60% were manufactured. The results showed that the exothermic peak, the curing time, the viscosity of the mixture and the flexural properties are significantly influenced by particle size and the mass fraction of ATH fillers.

This study was carried out to better understand the influence of the fillers on the behavior of the epoxy resin and its properties. This enables us to choose the size of the particles and the rate of ATH that are best adapted to our industrial application.

The second phase introduces the experimental characterization and modelling of the impact behavior of a multi-core sandwich panel, which was designed for the rehabilitation of hydroelectric turbines. The sandwich panel was made up of two fiberglass-reinforced epoxy skins and a double core. The latter consists of two layers of epoxy filled with 60% alumina trihydrate (ATH/epoxy) which is separated by an extruded polystyrene foam (XPS). Low-speed impact tests were carried out at different impact energies to take into account the presence of debris in the water stream. A 3D numerical model has been developed to simulate an impact test and particularly the distribution of energy within the sandwich constituents. A good correlation was obtained between experimental data and numerical predictions. For the tested energy range, the experimental results show that the sandwich panel absorbs about 50% of the impact energy. Although the upper skin and the ATH/epoxy core controlled the initial shock behavior, the compression distortion of the XPS foam core is the main energy absorption mechanism. This conclusion is well confirmed by the numerical simulation.

In the third step, the effects of moisture on the physical and mechanical properties of six different laminate configurations were studied in order to be able to choose the best formulation for the hull of the extension of the stay vane. The objective of this study was to better understand the influence of different parameters, such as water temperature, the nature of the resin and the type of weaving on the diffusion of the moisture in the composite materials. In addition, the effect of moisture on the physical and mechanical properties of laminates was investigated. The results showed that the absorption of moisture reduces the glass transition temperature and the swelling of the matrix as well as the degradation of the mechanical properties. In addition, a numerical model was used to simulate the diffusion of moisture in a composite material. This model allowed us to follow continuously the evolution of the humidity in each point of the sample during the aging time, and thus the progress of the water profiles in the material. The level of humidity at a particular point and the time required to reach the saturation state are parameters that have been determined as well.

Finally, the effect of moisture on the impact properties of composite structures was studied. The results indicated that the maximum contact strength decreases with the increase of moisture rate in

the sandwich, while the maximum deflection increases due to the behavior of the aged samples, which becomes less rigid. Overall, the depth of the residual footprint and the size of the damage are relatively low even for an impact energy of 100 J.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE III

REMERCIEMENTS IV

RÉSUMÉ V

ABSTRACT VIII

TABLE DES MATIÈRES XI

LISTE DES TABLEAUX XV

LISTE DES FIGURES XVI

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XXIII

LISTE DES ANNEXES XXVI

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

1.1 Mise en contexte générale de la recherche 1

1.2 Cadre industriel de la thèse 1

1.3 Rôle de l'avant-directrice 2

1.4 Objectifs de la thèse 3

1.5 Originalité 4

1.6 Organisation de la thèse 4

CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE 8

2.1 Les matériaux composites à matrice polymère 8

2.1.1 Généralités 8

2.1.2 La matrice 9

2.1.3 Le renfort 10

2.1.4 Charges et additifs 12

2.2 Les structures sandwichs 12

2.3 Différents modes de défaillance d'une structure sandwich 13

2.4 Le vieillissement hygrothermique 15

2.4.1 Mécanismes de pénétration de l'eau 15

2.4.2 Paramètres influençant la cinétique de diffusion 18

2.4.3 Effets de l'eau sur les constituants des composites 25

2.4.4 Effets de l'eau sur les propriétés mécaniques du composite 29

CHAPITRE 3 PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES 31

3.1 Matériaux utilisés 31

3.1.1 Stratifiés 31

3.1.2 Panneaux sandwichs 35

3.2 Caractérisation physique et thermique 37

3.2.1 Caractérisation par DMA 37

3.2.2 Mesure du taux volumique de renfort 37

3.2.3 Mesure de la densité 38

3.4 Procédure de vieillissement 40

3.4.1 Température de conditionnement 40

3.4.2 Mise en place des bains de vieillissement 41

3.4.3 Préparation des échantillons 43

3.4.4 Mesure de l'absorption d'humidité 44

3.5 Essais mécaniques 47

3.5.1 Tests statiques 47

3.5.2 Test d'impact à basse vitesse 49

CHAPITRE 4 EFFETS DU TRIHYDRATE D'ALUMINE SUR LES CARACTÉRISTIQUES DE LA COULÉE 51

4.1 Effets des particules d'ATH sur la cinétique de polymérisation 52

4.1.1 Pic exothermique 53

4.1.2 Temps de polymérisation 54

4.2 Effets des particules d'ATH sur le taux de retrait 55

4.3 Effets des particules d'ATH sur la viscosité du mélange 56

4.4 Effets des particules d'ATH sur les propriétés en flexion 61

4.5 Conclusion 64

CHAPITRE 5 ÉTUDES DU COMPORTEMENT AU CHOC DES STRUCTURES SANDWICH À DOUBLE ÂME 67

5.1 Caractéristiques des différents composants du sandwich 68

5.1.1 Mousse de polystyrène extrudé 68

5.1.2 Âme en époxy chargé d'ATH 69

5.1.3 Peaux verre/époxy 70

5.2 Résultats expérimentaux des tests d'impact 70

5.3 Simulation numérique 75

5.3.1 Description du modèle numérique 75

5.3.2 Modélisation des dommages au niveau des différents composants du sandwich 76

5.3.3 Résultats et discussion sur la simulation numérique 79

5.4 Conclusion 86

CHAPITRE 6 ANALYSE DU COMPORTEMENT DES STRATIFIÉS FACE AU VIEILLISSEMENT 87

6.1 Mesures d'absorption d'humidité 88

6.1.1 Influence de la température du milieu sur la cinétique d'absorption 88

6.1.2 Influence du type de tissu sur la cinétique d'absorption 92

6.1.3 Influence de la nature de la résine sur la cinétique d'absorption 93

6.1.4 Influence du voile de surface sur la cinétique d'absorption 94

6.2 Effets de l'humidité sur les propriétés physiques 96

6.2.1 Effet de l'humidité sur la température de transition vitreuse 96

6.2.2 Variation dimensionnelle 98

6.3 Effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques 100

6.4 Simulations de diffusion 105

6.5 Prédiction de la réponse en traction à long terme 112

6.6 Conclusion 119

CHAPITRE 7 PROPRIÉTÉS À L'IMPACT À BASSE VITESSE DES STRUCTURES SANDWICH PLAT ET AVEC COURBURE 120

7.1 Effets de l'ajout du modificateur à la formulation de l'âme sur les propriétés à l'impact des structures sandwich 121

7.2 Effets de la courbure sur les propriétés à l'impact des structures sandwich 130

7.3 Effets du vieillissement sur les propriétés à l'impact des structures sandwich 139

7.4 Conclusion 146

CHAPITRE 8 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS 148

8.1 Conclusions 148

8.2 Recommandations et perspectives et de l'étude 151

BIBLIOGRAPHIE 152

ANNEXES 167

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1: Propriétés des résines époxy et vinylester à 23°C [8, 10] 10

Tableau 2.2: Propriétés mécaniques et physiques des principaux types de renforts à 23 °C [8, 10] 11

Tableau 3.1: Caractéristiques des deux résines utilisées dans la fabrication des stratifiés 31

Tableau 3.2: Caractéristiques des deux tissus utilisés dans la fabrication des stratifiés 33

Tableau 3.3: les six configurations de stratifiés fabriquées 34

Tableau 3.4: Pourcentages de renfort, de voile de surface et de vide des stratifiés étudiés.....40

Tableau 4.1: Valeurs des capacités maximales $Ø_{max}$ pour différentes tailles des particules.....59

Tableau 5.1: Propriétés mécaniques de l'âme ATH / Époxy 70

Tableau 5.2: Caractéristiques d'impact des panneaux sandwich pour différentes énergies d'impact 72

Tableau 5.3: Propriétés mécaniques de la peau NCF / époxy utilisées dans l'analyse par éléments finis.....77

Tableau 6.1: Taux de saturation (M_m) et coefficient de diffusion D_x pour différentes températures de vieillissement.....90

Tableau 6.2: Temps de vieillissement requis pour atteindre la saturation 110

Tableau 6.3: Relation linéaire entre la résistance en traction et le temps pour les échantillons vieillis en immersion dans l'eau à 40 °C 114

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: L'extension de l'avant-directrice 2

Figure 1.2: Turbine hydroélectrique : a) Vue en coupe verticale, b) Vue en coupe horizontale 3

Figure 2.1: Les principaux modes de défaillance des sandwichs soumis en flexion [28] 13

Figure 2.2: Les modes de défaillance des poutres sandwich soumises en compression : (a) flambage d'Euler; (b) flambage de l'âme; (c) microflambage des fibres et (d) flambage localisé de la peau [29] 14

Figure 2.3: Les différents modes de rupture des structures sandwichs à âme en mousse, soumises à l'impact 15

Figure 2.4: Courbe caractéristique de la prise en eau en fonction de $\sqrt{t}$ [40] 18

Figure 2.5: Courbes d'absorption de l'eau d'un échantillon en époxy (*Tg*=79 °C), à différentes températures [42] 20

Figure 2.6: Les cinétiques d'absorption de l'humidité dans les matériaux composites [35] 20

Figure 2.7: Niveau de saturation en eau de divers matériaux composites en fonction du degré d'humidité *RH%* [49] 21

Figure 2.8: Courbes d'absorption de l'humidité du composite verre/ époxy à différents taux d'humidité et différentes températures [55] 22

Figure 2.9: (a) courbes d'absorption de l'humidité; (b) coefficients de diffusion pour les stratifiés avec différents taux volumique de la matrice [41] 23

Figure 2.10: Effets de l'orientation des fibres sur : (a) les courbes d'absorption d'humidité; et (b) des coefficients de diffusion [41] 24

Figure 2.11: Effets du taux de vide sur : (a) les courbes d'absorption d'humidité; et (b) les coefficients de diffusion [41] 25

Figure 2.12: Variation de la Tg en fonction du taux d'humidité [59] 26

Figure 2.13: Effets de l'humidité sur la propriété des fibres de verre S et de verre E [62] 27

Figure 2.14: Schéma récapitulatif de l'endommagement physique dû au vieillissement hygrothermique sur les matériaux composites [35] 29

Figure 3.1: Architecture interne du renfort NCF.....32

Figure 3.2: Voile de surface : (a) image macroscopique, (b) image de microscope sous grossissement de 30×, (c) image de microscope sous grossissement de 300× 33

Figure 3.3: Les différents composants utilisés pour fabriquer les stratifiés.....34

Figure 3.4: Différents types et formes de structures sandwich étudiées 36

Figure 3.5: Fabrication par infusion : a) panneau stratifié; b) coque pour la structure avec courbure 36

Figure 3.6: Coque infusée : a) vue de côté et b) vue de face 37

Figure 3.7: Principales étapes de l'essai de pyrolyse.....38

Figure 3.8: Courbe de variation de *E'* en fonction de la température lors d'un test de DMA 41

Figure 3.9: Configuration des bains de vieillissement 43

Figure 3.10: Préparation des échantillons 44

Figure 3.11: Les différents types d'échantillon conditionnés 44

Figure 3.12: Échantillons témoins pour mesurer l'absorption (1 x1 po) 46

Figure 3.13: Bains de vieillissement : (a) à température ambiante (*T. amb*); (b) vieillissement accéléré à *T*=40°C 46

Figure 3.14: Mesure des déformations longitudinales par un extensomètre.....47

Figure 3.15: Montage type ASTM D 695 modifié par Boeing 48

Figure 3.16: Dimensions des éprouvettes de compression, selon la norme ASTM D695 Boeing modifié 48

Figure 3.17: Tour d'impact Dynatup 8250.....50

Figure 3.18: Montage de fixation des échantillons 50

Figure 4.1: Courbe typique de l'évolution de la température au cours de polymérisation d'un échantillon d'époxy chargé de 10% d'ATH.....52

Figure 4.2: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur le pic exothermique 54

Figure 4.3: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur le temps de polymérisation 55

Figure 4.4: Courbes d'évolution du retrait en fonction de la fraction massique d'ATH pour différentes tailles de particules 56

Figure 4.5: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur la viscosité du mélange ATH/époxy 57

Figure 4.6: Comparaison entre la viscosité mesurée et celles calculées avec divers modèles.....60

Figure 4.7: Courbes contrainte-déformation enregistrées lors des essais de flexion pour des échantillons d'époxy chargés par différentes fractions massiques d'ATH de diamètre 8 µm 61

Figure 4.8: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur le module en flexion.....62

Figure 4.9: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur la résistance en flexion trois points.....62

Figure 4.10: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur la déformation à la rupture 63

Figure 5.1: Schéma du panneau sandwich 67

Figure 5.2: Courbe contrainte-déformation de la mousse de polystyrène extrudé testée en compression à plat 68

Figure 5.3: a) Courbes force-déplacement de trois échantillons ATH/époxy testés en compression à plat; b) Comportement en flexion de l'époxy pur et chargé d'ATH 69

Figure 5.4: Modes de rupture des échantillons testés : a) en traction; b) en compression.....70

Figure 5.5: Courbes force-temps du panneau sandwich testé à différentes énergies d'impact 71

Figure 5.6: Courbe typique "énergie-temps" du panneau sandwich sous impact 73

Figure 5.7: Courbes énergie-temps du panneau sandwich pour différentes énergies d'impact.....74

Figure 5.8: Énergie absorbée par rapport à l'énergie d'impact 74

Figure 5.9: Modèle par éléments finis pour analyser les tests d'impact 75

Figure 5.10: Plan de rupture en chargement de compression 77

Figure 5.11: Relations entre la résistance en compression et la déformation de l'âme en ATH/époxy 78

Figure 5.12: Comparaison entre les courbes force-temps expérimentales et numériques 80

Figure 5.13: Réponse à l'impact des trois panneaux sandwich sous une énergie d'impact de 24J.82

Figure 5.14: Comparaison entre les courbes énergie-temps expérimentales et numériques.....83

Figure 5.15: Énergies absorbées expérimentales et numériques en fonction de l'énergie d'impact 84

Figure 5.16: Simulation numérique de la distribution de l'énergie dans les constituants du sandwich sous une énergie d'impact de 24 J 84

Figure 5.17: Zone de dommage dans le sandwich sous les énergies d'impact de 14, 18 et 24J 85

Figure 6.1: Courbes d'absorption des stratifiés en immersion dans l'eau à 23 et 40°C.....89

Figure 6.2: Linéarisation de la loi d'Arrhenius pour déterminer l'énergie d'activation des composites dans les deux cas suivants : a) matrice époxy; b) matrice vinylester.....91

Figure 6.3: Effet du type de tissu sur la cinétique d'absorption d'eau.....92

Figure 6.4: Effet de la nature de la résine sur la cinétique d'absorption d'eau.....93

Figure 6.5: Effet du voile de surface sur la cinétique d'absorption d'eau 95

Figure 6.6: Variation de la température de transition vitreuse des composites à matrice époxy et des composites à matrice vinylester en fonction du taux d'humidité 97

Figure 6.7: Évolution de variation dimensionnelle en fonction du temps de vieillissement en immersion à 40°C.....99

Figure 6.8: Évolution de la résistance en traction au cours du vieillissement 101

Figure 6.9: Évolution du module au cours du vieillissement.....101

Figure 6.10: Évolution de la déformation à la rupture au cours du vieillissement 101

Figure 6.11: Courbes contrainte-déformation des échantillons ESV à différents temps de vieillissement.....102

Figure 6.12: Variation des propriétés relatives en traction après 1100 jours en immersion dans l'eau à 40°C.....103

Figure 6.13: Changement de l'aspect visuel des matériaux étudiés après un vieillissement en immersion à 23 et 40°C.....104

Figure 6.14: Mode de défaillance typique des stratifiés testés en traction avant et après un vieillissement hygrothermique à 40 °C.....105

Figure 6.15: Paramètres intervenant dans le calcul de diffusion 1D (unidirectionnelle).....106

Figure 6.16: Courbes théoriques et expérimentales d'absorption des stratifiés en immersion dans l'eau à 23 et 40°C.....108

Figure 6.17: Carte de variation de l'humidité *M* en tout point de l'épaisseur d'un échantillon ENV à différentes durées de vieillissement.....109

Figure 6.18: Carte de variation de l'humidité *M* en tout point de l'épaisseur d'un échantillon VNV à différentes durées de vieillissement.....109

Figure 6.19: Profils d'eau à travers l'épaisseur de l'échantillon pour différentes durées de vieillissement.....110

Figure 6.20: Temps de vieillissement requis pour atteindre la saturation en humidité en fonction de l'épaisseur pour différentes températures.....111

Figure 6.21: Courbes d'Arrhenius pour la diminution du taux de rétention de la résistance en traction pour les différents stratifiés étudiés.....113

Figure 6.22: Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites de la résistance en traction pour des échantillons immergés dans l'eau à 40 °C.....115

Figure 6.23: Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites du module en traction pour des échantillons immergés dans l'eau à 40 °C.....116

Figure 6.24: Évolution de la résistance en traction au cours du temps d'immersion dans l'eau à différentes températures.....118

Figure 7.1: Courbes force-temps pour différentes énergies d'impact.....123

Figure 7.2: Courbes force-déplacement pour différentes énergies d'impact.....124

Figure 7.3: Courbes énergie-temps pour différentes énergies d'impact.....126

Figure 7.4: Évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact.....127

Figure 7.5: Évolution de la force de contact maximale en fonction de l'énergie d'impact 128

Figure 7.6: Évolution de la déformation permanente en fonction l'énergie d'impact 128

Figure 7.7: Comparaison entre les dommages sur la face supérieure des sandwichs à âme avec et sans modificateur, testés à différentes énergies d'impact.....129

Figure 7.8: Courbes d'évolution de la charge en fonction du temps des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact.....131

Figure 7.9: Courbes d'évolution de la charge en fonction du déplacement des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact.....133

Figure 7.10: Courbes d'évolution de l'énergie en fonction du temps des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact.....134

Figure 7.11: Effet de la courbure sur l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact.....135

Figure 7.12: Effet de la courbure sur l'évolution de la force maximale de contact en fonction de l'énergie d'impact 136

Figure 7.13: Effet de la courbure sur l'évolution de la profondeur de l'indentation permanente en fonction de l'énergie d'impact 137

Figure 7.14: Effet de la courbure sur la zone de dommage (cas d'une âme sans modificateur)..138

Figure 7.15: Effet de la courbure sur la zone de dommage (cas d'une âme avec modificateur) .138

Figure 7.16: Effet du vieillissement sur les courbes d'évolution de la charge en fonction du temps des sandwichs testés à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur).....140

Figure 7.17: Effet du vieillissement sur les courbes charge-déplacement des sandwichs testés à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur).....141

Figure 7.18: Effet du vieillissement sur les courbes d'évolution de l'énergie en fonction du temps des sandwichs testés à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur).....142

Figure 7.19: Effet du vieillissement sur l'évolution de la force maximale de contact en fonction de l'énergie d'impact (sandwich plat avec une âme sans modificateur).....143

Figure 7.20: Effet du vieillissement sur l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact (sandwich plat avec une âme sans modificateur).....144

Figure 7.21: Effet du vieillissement sur l'évolution de la déflexion totale en fonction de l'énergie d'impact (sandwich plat avec une âme sans modificateur).....145

Figure 7.22: Effet du vieillissement sur la zone de dommage des sandwichs plats (cas d'une âme sans modificateur) 146

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

ASTM	American Society for Testing Materials
ATH	Trihydrate d'alumine
b	Largeur de l'éprouvette
C	Concentration du solvant au sein du milieu
D	Coefficient de diffusion
D_0	Coefficient de diffusion pour une température finie
d_c	Paramètre d'endommagement
DMA	Dynamic Mechanical Analysis
E	Module d'élasticité
E_a	Énergie d'activation de diffusion
E_{imp}	Énergie d'impact
F_i	Force de pic initial
F_m	Force de contact maximale
G	Module de cisaillement
h	Épaisseur de l'échantillon
$HR\%$	Degré d'humidité du milieu
K_0	Rigidité structurelle
L	Longueur entre les appuis
m	Pente de la portion linéaire de la courbe charge-déplacement
m_{air}	Masse d'un échantillon dans l'air
m_e	Masse initiale de l'échantillon (avant pyrolyse)
m'_{e+cr}	Masse de l'échantillon et du creuset après le pyrolyse
m_{e+cr}	Masse de l'échantillon et du creuset avant le pyrolyse

m_{eau}	Masse d’un échantillon dans l’eau distillée
M_f	Taux massique du renfort
m_i	Masse de l’échantillon sec (avant immersion)
m_{imp}	Masse de l'impacteur
M_m	Taux d’humidité dans le matériau lorsqu'il est complètement saturé
Ms	Niveau de saturation
m_t	Masse de l’échantillon à l'instant t
M_t	Taux d’humidité absorbée par les échantillons à l'instant t
NCF	Non-Crimp Fabrics
P_{max}	Charge maximale
Q	Débit d'un écoulement
R	Constante des gaz parfaits
r	Rayon du capillaire
S	Résistance au cisaillement
T	Température du milieu
$T.\ amb$	Température ambiante
t_c	Durée de contact
Tg	Température de transition vitreuse
t_i	Temps correspondant à la force de pic initial
t_m	Temps correspondant à la force de contact maximale
T_{max}	Température maximale mesurée au cours du durcissement
t_p	Temps de polymérisation
V_f	Taux volumique du renfort
$V_{matrice}$	Taux volumique de la matrice

V_{voile}	Taux volumique du voile de surface
V_v	Taux de vide
XPS	Mousse de polystyrène extrudé
Yc	Résistance en compression
Yt	Résistance en traction
$\emptyset_{max}$	Fraction volumique maximale du solide
$\emptyset_s$	Fraction volumique en espèces solides
δ	Déplacement lors du test mécanique
ε_{Fu}	Déformation en flexion trois points
μ	Viscosité dynamique du mélange
μ_0	Viscosité dynamique du fluide
ν	Coefficient de Poisson
$\rho_{calculée}$	Densité théorique de l'échantillon
ρ_f	Densité de fibres de verre
ρ_m	Densité de la résine
$\rho_{mesurée}$	Densité mesurée de l'échantillon
ρ_{voile}	Densité de voile de surface
σ_{Fu}	Résistance en flexion trois points

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A – ABSORPTION D'HUMIDITÉ DANS DIVERSES ÉTUDES 167

ANNEXE B – EFFETS DE L'AJOUT DU MODIFICATEUR À L'ÉPOXY CHARGÉ D'ATH 169

ANNEXE C – COMPARAISON ENTRE LES COURBES DES ESSAIS DE CHOC EFFECTUÉS SUR DES STRUCTURES PLATES ET AVEC COURBURE AYANT UNE ÂME AVEC MODIFICATEUR.....171

ANNEXE D – EFFETS DU VIEILLISSEMENT SUR LE COMPORTEMENT À L'IMPACT DES STRUCTURES EN COMPOSITE.....174

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

Dans ce chapitre d'introduction, nous présentons d'abord le cadre de la recherche et nous précisons le domaine d'application et le contexte industriel dans lequel s'inscrit notre sujet de recherche. Ensuite nous définissons la problématique et les objectifs de notre étude ainsi que la genèse de ce projet. Et la dernière partie de ce chapitre est consacrée à la présentation du plan de la thèse.

1.1 Mise en contexte générale de la recherche

L'hydroélectricité est une source d'énergie propre et renouvelable basée essentiellement sur l'exploitation de la force motrice des cours d'eau pour la production de l'électrique. Dans le monde, l'hydroélectrique représente environ 90% de la production d'énergie électrique d'origine renouvelable. Au Canada, elle est la principale source d'électricité. En effet, en 2016, 64 % de la production électrique provient des centrales hydroélectrique [1]. L'ensemble des installations produit annuellement environ 380 TWh [1, 2], ce qui positionne le Canada au troisième rang mondial en termes de production, derrière la Chine et le Brésil, avec environ 9,3% de la production mondiale [1]. La production de l'hydroélectricité est donc un enjeu économique très important au Canada [3, 4]. Ceci rend le rendement des centrales un facteur clé pour l'augmentation des gains de l'industrie de production de l'énergie hydroélectrique.

Le Canada produit l'hydroélectricité depuis environ 130 ans, alors que, la durée de vie des installations est en moyenne de 50 à 60 ans. La prolongation de la durée de vie des centrales hydroélectriques est possible en effectuant des maintenances régulièrement. Cependant, après un certain temps, l'entretien des turbines ne suffit plus ce qui rend la remise à neuf fortement recommandée. Parfois, il est plus économique et rentable de moderniser et rénover une centrale existante que d'en construire une nouvelle [5]. Généralement, dans les projets de réfection, les travaux nécessitent l'arrêt des turbines durant plusieurs mois ce qui engendre des pertes importantes.

1.2 Cadre industriel de la thèse

Dans le cadre d'un intérêt particulier pour la réhabilitation des turbines hydroélectriques existantes et déjà opérationnelles, le consortium CReFaRRE (Consortium de Recherche en Fabrication et Réparation des Roues d'eau) composé, de l'École de Technologie Supérieure, l'École

Polytechnique de Montréal, Alstom Énergie & Transport Canada Inc., et Hydro-Québec a lancé un projet qui vise à apporter des solutions innovatrices pour la modernisation des turbines hydrauliques.

Des travaux de recherche réalisés par la compagnie Alstom [6], qui est l'un des principaux fabricants mondiaux de turbines hydroélectriques, ont prouvé que la modification de la forme et de la géométrie du bord d'attaque des avant-directrices augmente le rendement des turbines ce qui permet de réaliser d'importants gains. L'objectif général des rénovations est d'augmenter le rendement des turbines en minimisant les modifications en génie civil et les délais d'intervention pour limiter la durée d'arrêts de la turbine. Alors la solution proposée est d'ajouter une extension en matériaux composites à l'avant-directrice originale, tel que présenté à la figure 1.1. Cette solution a le potentiel d'être économiquement rentable. En effet, l'extension permet d'une part d'améliorer le rendement de la turbine, et d'autre part, de raccourcir significativement les délais d'intervention. La durée d'arrêt des turbines, pour installer les extensions aux avant-directrices, sera juste quelques semaines. Cependant, la faisabilité technique, la certification de la structure et l'éventuelle implémentation sur le site exigent beaucoup d'efforts en termes de choix des matériaux, de fabrication de l'extension, de caractérisation mécanique, etc.

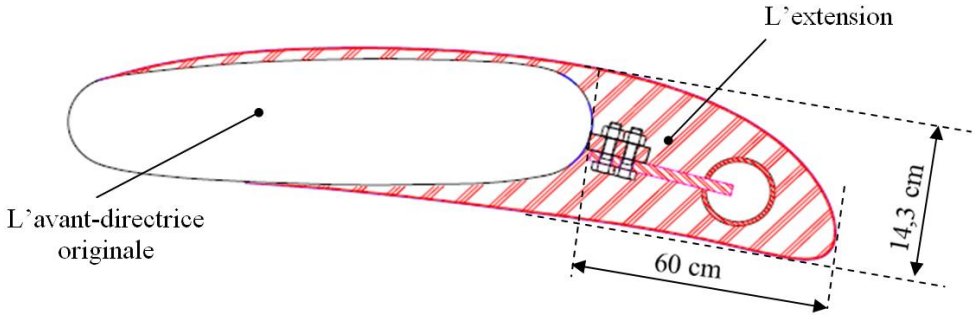


Figure 1.1: L'extension de l'avant-directrice

1.3 Rôle de l'avant-directrice

L'eau emmagasinée derrière un barrage, arrive à la bâche centrale de la turbine par la conduite forcée où l'énergie potentielle de l'eau est convertie en énergie cinétique. Par la suite, l'eau quitte la bâche spirale et traverse une double grille qui est constituée de la directrice et de l'avant-directrice, comme le montre la figure 1.2. Leur principal rôle est de guider l'écoulement d'eau pour faire tourner la roue mobile.

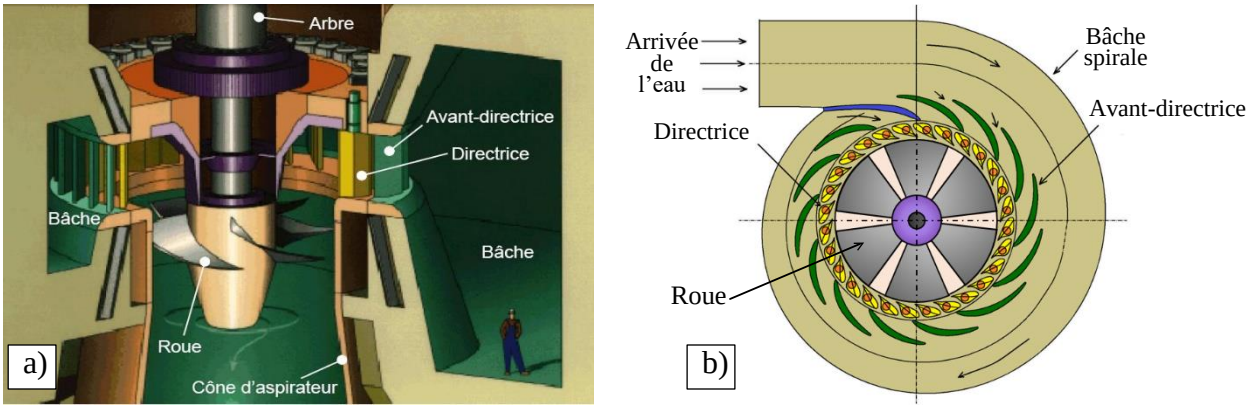


Figure 1.2: Turbine hydroélectrique : a) Vue en coupe verticale, b) Vue en coupe horizontale [7]

Le débit d'eau qui passe par la roue de la turbine est contrôlé par le degré d'ouverture des directrices qui peuvent effectuer des mouvements de rotation autour de leurs axes et par conséquent, modifier l'espace qui les sépare. En revanche, les avant-directrices sont statiques; leur rôle est à la fois hydraulique et structural. En effet, elles participent d'une part au guidage de l'eau, et d'autre part, au maintien de la structure mécanique. La forme et la géométrie des avant-directrices doivent être optimisées afin de favoriser l'écoulement de l'eau et réduire le plus possible les pertes.

1.4 Objectifs de la thèse

L'objectif général de la thèse est de proposer une structure performante et durable en matériau composite capable de remplir le rôle d'une extension d'avant-directrice de turbine hydraulique.

Dans l'optique d'identifier la meilleure formulation des matériaux composites qui vont servir à fabriquer une extension d'avant-directrice, l'objectif principal a été divisé en plusieurs sous-objectifs spécifiques :

- Identifier une formulation de résine pour composites qui respecte les exigences de l'application industrielle et permet de fabriquer des structures composites performantes par la méthode d'infusion.
- Identifier et caractériser les résines, additifs, tissus de renforts et leurs composites.
- Caractériser les propriétés mécaniques des matériaux composites et modéliser leur comportement sous choc.

- Déterminer le comportement au choc de panneaux sandwich composites à âmes multiples conçus pour les applications de turbines hydrauliques
- Caractériser et analyser les effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques et physiques des composites qui vont constituer l'extension de l'avant-directrice et surtout ceux utilisés pour fabriquer la coque.

1.5 Originalité

L'originalité de ce travail réside principalement dans l'utilisation des matériaux composites dans les projets de réfection des turbines hydroélectriques en raison de leur avantage (prix, durée de vie, facilité d'installation et de maintenance, etc.). Ce travail de thèse consiste à étudier le comportement mécanique des structures sandwichs appropriées pour être utilisées comme extension d'avant-directrices des turbines hydroélectriques. Cette structure sandwich doit être épaisse avec une âme rigide. En effet, peu de travaux expérimentaux et numériques ont été consacrés à l'étude des propriétés mécaniques des structures sandwichs à âme rigide. La littérature fournit peu d'informations sur l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques de ces structures. De ce fait, l'étude du vieillissement accéléré de telles structures permettra d'améliorer nos connaissances sur le comportement des matériaux composites en milieu aqueux.

1.6 Organisation de la thèse

Cette thèse est divisée en huit chapitres :

Le premier chapitre présente l'introduction dans laquelle le cadre de l'étude est précisé et la problématique et les objectifs de recherche sont définis.

Le deuxième chapitre est consacré à une revue bibliographique qui est composée de trois parties principales. Dans la première partie nous présentons, d'une manière générale, les matériaux composites et leurs différents constituants potentiels : la matrice, le renfort, les charges et les additifs. Dans la deuxième partie, le cas spécifique des structures sandwichs est abordé et les différents modes de défaillance des structures sandwichs sous des sollicitations mécaniques sont présentés. Finalement, dans la troisième partie nous présentons une synthèse des travaux de recherche réalisés pour comprendre l'effet de l'humidité sur les propriétés des matériaux composites. Cette partie est indispensable pour la compréhension du phénomène de vieillissement

ainsi que les paramètres qui contrôlent la cinétique de diffusion de l'humidité. Nous présentons aussi les effets de l'humidité sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux composites.

Dans le troisième chapitre, nous présentons la démarche scientifique qui a été adoptée dans cette thèse afin d'atteindre les objectifs de ce travail de recherche. Nous présentons d'abord les matériaux choisis et les procédures expérimentales utilisés pour fabriquer et caractériser les structures en composite étudiées dans ce travail. Comme la vérification de la durabilité des structures composite occupe une bonne partie de ce projet, la deuxième section de ce chapitre présente la méthodologie utilisée pour le conditionnement des échantillons ainsi qu'une description détaillée des différents tests de caractérisation qui ont été effectués pour étudier les effets de l'humidité sur les propriétés des composites utilisés dans ce travail de recherche.

Dans le quatrième chapitre, nous avons étudié l'effet de la taille des particules et de la fraction massique des charges de trihydrate d'alumine (ATH) sur la viscosité, la cinétique de durcissement, le temps de polymérisation, le retrait volumique ainsi que les propriétés mécaniques de l'époxy, destiné à être utilisé comme coulée pour l'extension de l'avant-directrice. Cette étude sur l'effet de la taille et le taux d'ATH a été effectuée pour mieux comprendre l'influence des charges sur les propriétés de la résine époxy et pouvoir ainsi choisir la taille des particules et le taux d'ATH qui sont les mieux adaptés à notre application industrielle.

Le cinquième chapitre se concentre sur la caractérisation expérimentale et la modélisation du comportement au choc d'un panneau sandwich multifonctionnel à double âme conçu pour la réhabilitation de turbines hydroélectriques. Le panneau sandwich étudié est constitué de deux peaux en époxy renforcé de fibres de verre NCF et d'une âme double, composée de deux couches d'époxy chargé de trihydrate d'alumine (ATH / époxy) séparées au centre par une mousse de polystyrène extrudé (XPS). Des essais d'impact à faible vitesse ont été effectués à différentes énergies d'impact pour tenir compte de la présence de débris dans le flux d'eau qui ont été identifiés comme la principale source de dommages pour les composants des turbines hydrauliques. Par conséquent, la compréhension de la réponse aux impacts des structures sandwich appropriées pour être utilisées comme extension d'avant-directrice de la turbine hydraulique est cruciale pour assurer la durée de vie de la turbine. La première partie de ce chapitre concerne les résultats des essais de caractérisation des propriétés mécaniques de la peau, de la résine époxy chargée d'ATH et de la mousse polystyrène extrudé. Dans la deuxième partie, nous présentons et discutons les résultats

des essais d'impact effectués dans le but de caractériser les propriétés à l'impact de la structure sandwich étudiée. Dans la dernière partie de ce chapitre, nous présentons les résultats obtenus par un modèle numérique 3D qui a été développé pour simuler les essais d'impact et en particulier, la distribution d'énergie et les dommages dans les constituants du sandwich.

Dans le sixième chapitre, nous regroupons les résultats des expériences qui ont permis de cerner le phénomène de vieillissement en immersion, afin de pouvoir choisir la meilleure formulation pour la coque, parmi les six différentes configurations de stratifiés étudiées. Dans un premier temps, nous exposerons les résultats de la cinétique d'absorption pour les stratifiés étudiés ainsi que l'influence de la nature et du type des matériaux sur le processus de diffusion. À cette fin, des comparaisons entre les résultats des stratifiés fabriqués avec deux résines différentes (époxy et vinylester), deux types de tissage (satin et NCF) et avec et sans voile de surface ont été effectuées. La deuxième partie présente succinctement les résultats des tests de DMA et l'effet de l'humidité sur la température de transition vitreuse des composites à matrice époxy et les composites à matrice vinylester ainsi que les variations dimensionnelles dues au vieillissement. La troisième partie comprend les résultats obtenus des essais de traction afin d'étudier l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques des stratifiés qui peuvent être utilisés pour la fabrication de la coque de l'extension de l'avant-directrice. Dans la dernière partie, nous nous intéressons à la modélisation du processus de diffusion de l'humidité dans le matériau en appliquant le modèle de Fick. Enfin, on visera à prévoir l'évolution des propriétés mécanique à long terme.

Dans le septième chapitre, nous étudions les propriétés à l'impact de deux sandwichs en composite. Le premier sandwich est constitué de deux peaux en verre E/époxy et une âme en époxy chargé d'ATH et le deuxième sandwich se distingue du premier par l'ajout de 30 phr du modificateur (diluant) à la formulation de l'âme. L'ajout du modificateur a pour but de diminuer la viscosité de la coulée et par conséquent, faciliter la fabrication de l'extension de l'avant-directrice. En plus des structures sandwich plats qui représentent les côtés de l'extension de l'avant-directrice, des structures avec courbure de rayon 60 mm ont été testées à différentes énergies d'impact. Ces structures représentent le bord d'attaque de l'extension de l'avant-directrice, qui est la partie la plus susceptible à recevoir des impacts par des roches charriées par l'eau. Une comparaison entre la réponse au choc des structures avec courbure et celle des sandwichs plats a été effectuée afin de vérifier l'effet de la géométrie sur les propriétés à l'impact. Dans la dernière partie de ce chapitre nous avons comparé les résultats des essais d'impact effectués sur des structures sandwich qui ont

subies un vieillissement en immersion dans l'eau à deux températures différentes (23 et 40°C) à ceux des échantillons non vieillis afin de vérifier l'effet de l'humidité sur les propriétés à l'impact des structures étudiées.

Finalement, dans le huitième chapitre, nous présentons une conclusion générale, qui viendra mentionner brièvement les principaux résultats apportés par ce travail afin d'en rappeler la contribution scientifique, suivie par des recommandations et des perspectives pour la suite.

CHAPITRE 2 REVUE DE LA LITTÉRATURE

Ce deuxième chapitre rassemble les différentes notions de base reliées aux matériaux composites à matrice polymère. Ensuite, le cas spécifique des structures sandwichs est abordé et ses différents modes de défaillance sont présentés. Finalement, un résumé des différents aspects du vieillissement hygrothermique et les effets de l'humidité sur les différents constituants du matériau composite sont exposés.

2.1 Les matériaux composites à matrice polymère

2.1.1 Généralités

Le terme matériau composite évoque l'association de deux ou plusieurs matériaux non miscibles, disposés selon une organisation géométrique particulière pour aboutir à un matériau dont les performances sont spécifiques. Les propriétés mécaniques du composite sont ainsi plus performantes que celles de chacun de ses constituants pris séparément.

Le matériau composite est formé principalement d'un renfort, qui est généralement constitué de fibres dont le rôle est d'assurer l'essentiel des propriétés mécaniques, et d'un liant, appelé matrice, qui assure la cohésion de la structure, la transmission des efforts vers le renfort et la protection des fibres contre les facteurs environnementaux comme l'humidité, la température, les rayons UV, etc.

Les fibres peuvent être incorporées dans des matrices de façon continue ou discontinue. La forme la plus utilisée des fibres renforcées s'appelle un stratifié. Elle est réalisée en empilant des couches de matrices contenant des fibres jusqu'à avoir l'épaisseur désirée. L'orientation des fibres ainsi que la séquence d'empilement des couches jouent un rôle important dans les propriétés physiques et mécaniques du matériau ce qui permet d'obtenir des propriétés physiques et mécaniques variables. Ce sont alors des matériaux dits « à la carte » qui sont adaptés aux besoins de l'application et les efforts exercés sur la pièce.

Les applications commerciales et industrielles des matériaux composites sont très nombreuses. Ils sont présents dans plusieurs domaines de l'ingénierie comme l'aérospatial, l'automobile, la marine, les infrastructures, l'électronique, l'industrie biomédicale, la construction, etc.[8].

2.1.2 La matrice

Le rôle principal de la matrice est de lier efficacement les renforts en leur transmettant les charges externes. Ce qui fait que la matrice doit être une phase continue en tout point du matériau composite afin de maintenir l'intégrité de la structure lorsqu'elle est soumise à diverses sollicitations. De plus la matrice doit protéger les renforts contre les facteurs environnementaux.

Les matrices polymères, qui sont les plus utilisées dans le domaine des composites, se divisent en deux grandes classes : les thermoplastiques et les thermodurcissables. L'utilisation des thermoplastiques est limitée aux basses températures, sinon la résine perd sa rigidité. Par contre, les thermodurcissables peuvent supporter des températures atteignant 200 °C sans perdre leurs performances mécaniques. Les thermodurcissables ont une structure tridimensionnelle très rigide qui leur procure des propriétés mécaniques supérieures aux thermoplastiques.

Les résines thermodurcissables contiennent un nombre élevé de macromolécules qui sont initialement en désordre. Lors du processus de réticulation, des segments sont ajoutés pour relier les macromolécules [8]. Le réseau polymère tridimensionnel est composé de deux types de liaisons, qui sont :

- Les liaisons covalentes de forte énergie se situent aux points de réticulation entre les atomes d'une même chaîne moléculaire [8].
- Les liaisons de Van der Waals de faible énergie relient les chaînes moléculaires entre elles [8].

Les mouvements moléculaires du réseau polymère sont fortement influencés par la température qui peut provoquer un changement de l'état physique du polymère. Dans le cas des polymères amorphes, selon la température du milieu, le polymère peut être soit à l'état vitreux ou à l'état caoutchouteux. La température de transition vitreuse (Tg) caractérise le passage du polymère de l'état vitreux à l'état caoutchouteux. Ce changement d'état est toujours accompagné par une modification significative des propriétés mécaniques, par exemple chute du module d'élasticité suite à l'affaiblissement de liaisons intermoléculaires.

Parmi les résines thermodurcissables les plus utilisées, nous citons la résine époxy et la résine vinylester.

2.1.2.1 Résine époxy

Cette résine est largement utilisée pour fabriquer des matériaux composites à haute performance destinés notamment aux domaines de l'aéronautique [9]. La matrice époxy est connue pour son faible retrait matriciel, une bonne adhésion aux renforts fibreux, une excellente résistance aux produits chimiques et d'excellentes propriétés mécaniques [9].

2.1.2.2 Résine vinylester

La résine vinylester est produite par l'estérification d'un prépolymère époxyde avec un acide insaturé acrylique ou méthacrylique. Par la suite, ce prépolymère est dissous dans un solvant monomère réactif qui est le plus souvent le styrène avec un taux massique de 35 à 45 % [10].

La résine de vinylester est largement utilisée dans l'industrie marine en raison de sa bonne résistance à la corrosion et à l'absorption de l'humidité. Cette résine adhère bien aux fibres de verre et son pouvoir adhésif ainsi que ses bonnes propriétés chimiques et mécaniques lui permettent d'être comparable à la résine époxyde, alors que son coût est comparativement beaucoup moins élevé [8, 10]. Dans le tableau 2.1, nous présentons quelques propriétés typiques des résines époxy et vinylester à 23°C.

Tableau 2.1: Propriétés des résines époxy et vinylester à 23°C [8, 10]

	Époxy	**Vinylester**
Masse volumique (g/cm^3)	1.2 à 1.3	1.12 à 1.32
Résistance en traction (MPa)	55 à 130	73 à 81
Module de Young (GPa)	2.75 à 4.10	3 à 3.5
Coefficient de Poisson	0.2 à 0.33	0.3
Coefficient d'expansion thermique (10^{-6} m/m par °C)	50 à 80	50
Coefficient de retrait (%)	1 à 5	5.4 à 10.3

2.1.3 Le renfort

Les propriétés mécaniques des matériaux composites proviennent essentiellement de la présence du renfort qui supporte la majorité des efforts mécaniques sous lesquelles le matériau est soumis. Les renforts, utilisés dans la fabrication des matériaux composites, sont sous forme fibreuse et généralement sont constitués de plusieurs milliers de filaments de très petits diamètres.

Les renforts se trouvent sous plusieurs textures et architectures : unidirectionnels, tissés bidirectionnels (satin, toile, sergé, etc.), tressés, multidirectionnels ou bien aléatoires (mat). Les fibres utilisées dans la fabrication des matériaux composites doivent démontrer une bonne compatibilité avec la matrice ainsi qu'une bonne adhésion à l'interface fibre/matrice.

La résistance mécanique du renfort est directement reliée à la nature du matériau des fibres qui le constitue. Les fibres de carbone, de verre et d'aramide sont typiquement les trois familles les plus répandues. Actuellement, les fibres de verre sont les plus utilisées dans la fabrication des matériaux composites en raison de leur excellent rapport performance/prix. Les fibres de verre peuvent être classées en trois catégories :

- Le verre C, utilisé pour les applications en milieux corrosifs exigeant une grande résistance aux produits chimiques et une bonne résistance à la corrosion;
- Le verre S, utilisé dans les applications où d'importantes performances mécaniques sont demandées;
- Le verre E, qui est utilisé dans les applications courantes et qui est le moins dispendieux.

Certaines propriétés des principaux types de renforts sont regroupées dans le tableau 2.2, ci-dessous.

Tableau 2.2: Propriétés mécaniques et physiques des principaux types de renforts à 23 °C [8, 10]

	Verre S	**Verre E**	**Carbone de haute résistance « HR »**	**Carbone de haut module «HM »**	**Aramide (Kevlar 49)**
Diamètre des fibres (µm)	10	16	7	6.5	12
Masse volumique (g/cm^3)	2.5	2.6	1.75	1.8	1.45
Résistance en traction (MPa)	3200	2500	3650	1900	2900
Module de traction (GPa)	86	74	230	390	130
Module de cisaillement (GPa)	-	30	50	20	12
Taux d'allongement (%)	4	3.5	1.3	0.6	2.3
Coefficient de Poisson	0.2	0.2 à 5	0.3	0.3 à 5	0.4
Coefficient d'expansion thermique (°C^{-1})	0.3×10^{-5}	0.5×10^{-5}	0.02×10^{-5}	0.08×10^{-5}	-0.2×10^{-5}
Température maximale de service (°C)	700	700	1500	1500	-

2.1.4 Charges et additifs

Les additifs sont des produits qui peuvent être rajoutées aux résines thermodurcissables afin d'améliorer leurs caractéristiques et faciliter la mise en œuvre. Parmi les additifs les plus utilisés, nous pouvons citer : les agents de démoulage, les colorants et les pigments, les accélérateurs et les catalyseurs de polymérisation, les diluants, etc.

Les charges de remplissage sont des particules solides qui peuvent être ajoutées à un polymère de base [11], dans le but de réduire le coût de fabrication, améliorer les propriétés magnétiques, électriques [12] ou ignifuges [13] ou également pour changer la densité du matériau, etc. Les charges peuvent se classer dans plusieurs catégories suivant leur nature :

- les charges minérales [11] : silices [14, 15], argiles [16], carbonates de calcium [17, 18], etc;
- les oxydes et les hydrates métalliques : l'alumine, le trihydrate d'alumine [12];
- le verre existant sous différentes formes (poudre, sphères, etc.) [19];
- les charges métalliques [20, 21] comme l'argent ou l'aluminium.

Les effets des charges ne dépendent pas seulement de la nature et du type de charge [22], mais aussi de la forme [20] et de la taille des particules [23] ou encore de la concentration [13].

2.2 Les structures sandwichs

Les sandwichs sont des structures formées principalement de deux constituants, nommés, la peau et l'âme. Le rapport entre l'épaisseur de l'âme et celle de la peau est compris généralement entre 10 et 100.

Les deux peaux sont des couches à la fois minces et résistantes à la flexion. Elles peuvent être de plusieurs natures : en bois (contreplaqué), en composite, ou encore en métal. Alors que l'âme, qui est l'élément central du sandwich, se caractérise généralement par une faible densité et de faibles caractéristiques mécaniques par rapport à celles des peaux. Le principal rôle de l'âme est de garder les peaux suffisamment éloignées et à distance constante [24] pour augmenter la rigidité en flexion.

Les performances mécaniques du sandwich dépendent énormément de la nature de l'âme et des peaux, de leurs propriétés, de leur épaisseur relative ainsi que des caractéristiques de liaison entre

les deux constituants. L'intérêt des matériaux sandwichs réside essentiellement dans leur rigidité spécifique.

2.3 Différents modes de défaillance d'une structure sandwich

D'une manière générale, la défaillance d'une structure est définie comme étant l'incapacité d'un matériau à résister et à transférer les charges. Le mode de défaillance critique est celui qui se produit à la charge la plus faible. Dans le cas d'une structure sandwich, le mode de défaillance dépend en partie des propriétés des matériaux de l'âme et des peaux.

L'étude des mécanismes de défaillance d'une structure sandwich est d'une importance capitale. En effet, la compréhension du phénomène de rupture est essentielle pour pouvoir développer de nouveaux matériaux composites plus tolérants aux dommages.

Les modes d'endommagement des structures sandwichs ont été étudiés par plusieurs chercheurs, qui ont démontré que le mécanisme de défaillance dépend du plusieurs paramètres tels que le type de sollicitation à laquelle le sandwich est soumis, l'épaisseur des peaux, la nature de l'âme ainsi que sa densité, etc. [25-27]. Dans cette partie, nous décrivons les modes d'endommagement des structures sandwichs à âme en mousse.

Plusieurs études ont traité le comportement en flexion trois points des sandwichs à âme en mousse. Les différents résultats obtenus montrent que le mode de rupture dépend de la densité de la mousse, de l'épaisseur relative ainsi que de la distance entre les deux appuis. Les principaux modes de défaillance observés sont : (i) le cisaillement de l'âme; (ii) le microflambage de la peau; (iii) l'indentation sous le rouleau de chargement et (iv) le flambement localisé de la peau, comme présentées à la figure 2.1.

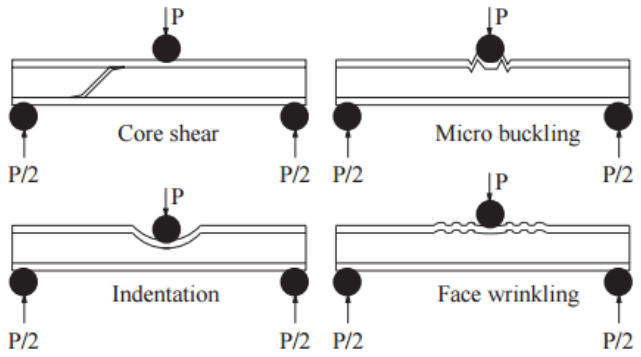


Figure 2.1: Les principaux modes de défaillance des sandwichs soumis en flexion [28]

Dans le cas où la densité de l'âme est élevée, la défaillance est induite par la plastification des peaux, alors que pour des mousses à faible densité, le flambage des peaux est le mode de défaillance dominant parce que l'âme n'est pas suffisamment rigide. En outre, l'augmentation de l'épaisseur des peaux ou la diminution de la distance entre les appuis, provoquent une transition d'un endommagement des peaux vers une rupture de l'âme. Ces résultats sont obtenus en supposant que le collage âme/peau est parfait.

Pour le cas des structures sandwichs testées en compression, on peut distinguer quatre modes de défaillance : flambage global de la structure (de type Euler), flambage de l'âme (core shear macrobuckling), microflambage au niveau des fibres des peaux (face sheet microbuckling), flambage localisé de la peau (wrinkling). Ces modes de défaillance sont présentés à la figure 2.2.

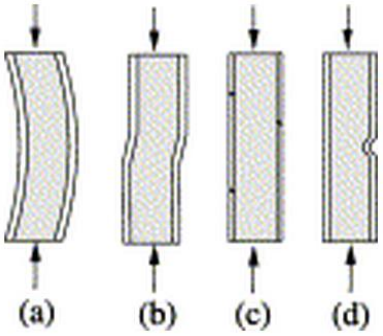


Figure 2.2: Les modes de défaillance des poutres sandwich soumises en compression :
(a) flambage d'Euler; (b) flambage de l'âme; (c) microflambage des fibres et (d) flambage localisé de la peau [29]

D'autres études expérimentales ont montré que, dans le cas d'un sandwich soumis à l'impact à basse vitesse, plusieurs modes de rupture peuvent être mis en évidence [30-33]. Le mode d'endommagement dépend de plusieurs paramètres comme la vitesse d'impact, le diamètre de l'impacteur, l'épaisseur des peaux, l'épaisseur et la densité de l'âme, etc. La figure 2.3 présente les différents modes d'endommagement subis par une structure sandwich avec âme en mousse.

Le Mode (I) se résume à une rupture en compression de la peau supérieure. Ce type de dommage est éventuellement accompagné d'un écrasement de l'âme qui peut causer la rupture en traction de la peau inférieure (Mode Ia) ou une rupture en cisaillement de l'âme (Mode Ib). D'autres modes de dommage peuvent également être observés, par exemple, le flambement localisé de la peau supérieure (Mode II), la rupture de l'âme en cisaillement (Mode III) ou encore une rupture en

traction de la peau inférieure (Mode IV). Finalement, il est important de mentionner que l'augmentation de la vitesse d'impact cause la localisation des déformations, qui entraîne une augmentation des contraintes de cisaillement à proximité du point d'impact et dans ce cas le cisaillement devient le mode de rupture principal.

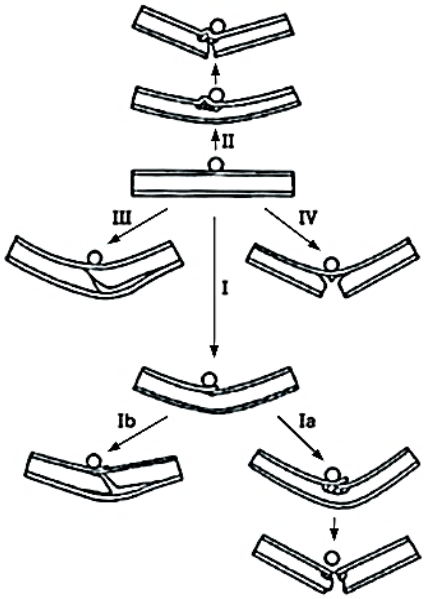


Figure 2.3: Les différents modes de rupture des structures sandwichs à âme en mousse, soumises à l'impact

2.4 Le vieillissement hygrothermique

Ces dernières années, plusieurs recherches [34-36] ont été effectuées pour étudier l'effet de facteurs environnementaux sur le comportement et les propriétés des matériaux composites. Ces études reposent surtout sur une bonne compréhension des effets de l'humidité et des mécanismes de pénétration de l'eau.

2.4.1 Mécanismes de pénétration de l'eau

2.4.1.1 Cinétique de diffusion

Le principal mécanisme d'infiltration d'eau dans un matériau composite à matrice polymère est la diffusion. Tout d'abord, le gain d'humidité se produit aux surfaces exposées à l'humidité par une absorption instantanée et ensuite par une diffusion vers l'intérieur du matériau. La diffusion continue jusqu'à la saturation du matériau.

2.4.1.1.1 Loi de Fick

Le modèle le plus simple et le plus utilisé pour étudier le phénomène de la diffusion d'un solvant dans un matériau est donné par la première loi de Fick :

$$\vec{\varphi} = -D.\overrightarrow{grad}C \qquad (2.1)$$

où

- D : coefficient de diffusion du milieu en mm^2/s;
- C : concentration du solvant au sein du milieu.

Pour les températures inférieures à la température de transition vitreuse du thermodurcissable (Tg), le comportement de l'absorption d'eau est typiquement fickien. En revanche, à l'approche de la transition vitreuse, le modèle fickien n'est plus adapté pour décrire les phénomènes d'absorption.

La variation de la concentration au cours du temps peut être déterminée par la loi de conservation de la masse :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = div(\overrightarrow{\varphi}) \qquad (2.2)$$

En combinant la première loi de Fick avec la loi de conservation de la masse, on obtient la deuxième loi de Fick :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = div\left(-D.\overrightarrow{grad}C\right) \qquad (2.3)$$

Supposant que la diffusion est unidirectionnelle (suivant x), et que le coefficient de diffusion D est indépendant de la concentration du solvant dans le milieu, la formule précédente peut être exprimée sous la forme suivante :

$$\vec{\varphi} = -D.\frac{\partial C}{\partial x} \qquad (2.4)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D.\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \qquad (2.5)$$

La diffusion est ainsi caractérisée par :

- Un coefficient de diffusion *D* qui est indépendant du temps, de l'espace et de la concentration de l'humidité au sein du milieu, si les phénomènes physiques sont réversibles.
- Un seuil d'absorption d'eau à la saturation Ms, généralement exprimé en pourcentage. Ce seuil est caractérisé par le gain de masse atteint à l'équilibre.

2.4.1.1.2 Coefficient de diffusion (D)

Le coefficient de diffusion (*D*) caractérise la vitesse avec laquelle l'humidité est transmise dans le matériau. Ce coefficient dépend de la composition du matériau (la structure chimique de la résine et la nature du renfort), du liquide utilisé, de la température, de la différence de concentration entre le composite et le milieu environnant, de l'état de contrainte dans le matériau, etc.[37]. Ainsi, plus ce coefficient est élevé, plus le matériau atteindra la saturation en humidité rapidement.

La figure 2.4 illustre une représentation schématique de la courbe caractéristique de la prise en eau en fonction de √t. Adamson [38] a décrit dans son travail le processus d'absorption d'humidité, pour des températures inférieures à la température de transition vitreuse Tg, en trois stades. Comme nous le voyons sur la figure 2.4, au début, le matériau absorbe l'eau par ses surfaces qui sont en contact avec le milieu humide. Cette zone de la courbe est linéaire. Par la suite, le matériau s'équilibre avec son milieu et la courbe s'incurve et s'approche de façon asymptotique du taux de saturation.

Shen et Springer [39] ont appliqué les lois de Fick afin de trouver une méthode expérimentale pour déterminer le coefficient de diffusion d'un matériau en se basant sur la relation linéaire entre le gain de masse et le racine carré du temps (√*t*). Le coefficient de diffusion (*D*) est calculé par la formule suivante :

$$D = \pi \left(\frac{h}{4M_m}\right)^2 \times (pente\ de\ la\ courbe)^2 = \pi \left(\frac{h}{4M_m}\right)^2 \times \left(\frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}}\right)^2 \qquad (2.6)$$

où :

- *h* est l'épaisseur de l'échantillon;
- M_m est le taux d'humidité dans le matériau lorsqu'il est complètement saturé;
- M_1 et M_2 sont les teneurs en humidité aux temps t_1 et t_2.

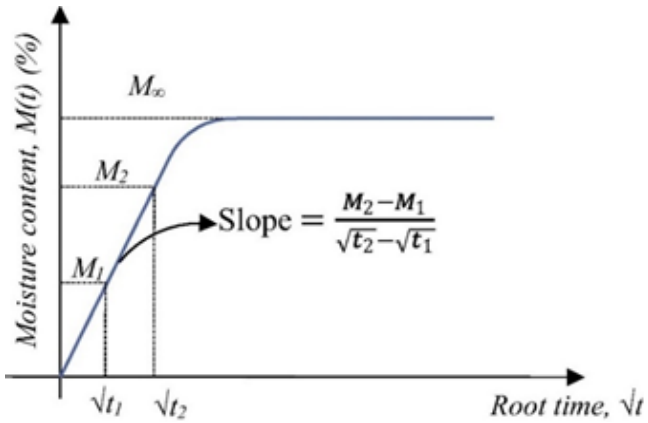


Figure 2.4: Courbe caractéristique de la prise en eau en fonction de $\sqrt{t}$ [40]

2.4.1.2 L'écoulement capillaire

L'absorption d'humidité par un matériau composite peut se produire par écoulement capillaire. En effet, l'eau peut s'infiltrer par les défauts d'adhésion à l'interface fibre/matrice ou par les microfissures présentes dans le matériau. L'écoulement capillaire est décrit par la loi de Poiseuille qui exprime le débit d'écoulement (Q) en fonction de la viscosité du fluide (η), de la pression (P), de la longueur (L) et du rayon du capillaire (r) :

$$Q = \frac{\pi P r^4}{8L\eta} \tag{2.7}$$

Cette formule montre que le taux d'humidité pénétré par un écoulement capillaire est inversement proportionnel à la longueur du défaut ou de la fissure. Il est important de mentionner que, suite à la pénétration de l'eau par écoulement capillaire, une diffusion à partir de l'interface fibre/matrice peut se produire.

2.4.2 Paramètres influençant la cinétique de diffusion

Plusieurs études expérimentales ont été effectuées en variant les paramètres et les conditions des tests afin de déterminer les facteurs qui peuvent influencer le coefficient de diffusion (D) ou le niveau de saturation (M_m). Nous pouvons distinguer deux types de facteur, soit les facteurs internes tels que la nature de résine, le taux de vide, le taux de la matrice ainsi que l'orientation et la nature des fibres, soit les facteurs externes comme la température, le milieu d'immersion, taux d'humidité, etc. Dans cette partie, nous présentons les principaux facteurs qui influencent la cinétique de diffusion.

2.4.2.1 Influence de la température

Tous les chercheurs [8, 37, 41, 42], qui ont étudié l'effet de l'humidité sur les matériaux composites, confirment l'influence de la température sur les cinétiques d'absorption. En effet, ces auteurs ont démontré que le phénomène de diffusion est thermiquement activé, ce qui rend le coefficient de diffusion extrêmement sensible à la température. En effet, la relation d'Arrhenius permet de décrire la dépendance du coefficient de diffusivité avec la température du milieu (T) :

$$D = D_0 . exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \qquad (2.8)$$

où :

- T est la température d'essai en Kelvin;
- E_a est l'énergie d'activation de diffusion en $J.mol^{-1}$;
- R est la constante des gaz parfaits (R = 8, 314 $J.mol^{-1}.K^{-1}$);
- D_0 est le coefficient de diffusion pour une température infinie (constante) $mm^2.s^{-1}$.

L'énergie d'activation E_a correspond à l'énergie nécessaire pour ouvrir un passage suffisamment large entre les chaînes de polymère pour permettre le saut d'une molécule diffusante. Selon Strait et al. [43] les valeurs typiques de l'énergie d'activation de diffusion (E_a), pour le cas des résines thermodurcissables, sont entre 35 et 50 KJ/mol.

Loos et al. et Weitsman [44, 45] ont démontré dans leurs travaux que la pente initiale de la courbe d'absorption augmente avec la température du milieu. Ces résultats ont été confirmés par plusieurs chercheurs, parmi lesquels Perrin et al. [42], qui ont étudié l'effet de la température sur la cinétique d'absorption d'eau. D'après la figure 2.5, qui présente les courbes d'absorption d'eau d'un échantillon en époxy, à différentes températures, nous remarquons que la pente initiale des courbes augmente avec l'augmentation de la température du milieu, ce qui signifie que le coefficient de diffusion augmente avec la température. En revanche, on remarque que le niveau de saturation Ms est indépendant de la température du milieu.

Il est important de mentionner qu'une température de vieillissement trop élevée, par rapport la température de transition vitreuse (Tg), peut entrainer des mécanismes de dégradation qui rendent le comportement au vieillissement non fickien, comme présenté à la figure 2.6. La courbe en bleu qui porte la lettre (a) présente un comportement fickien. C'est généralement l'allure qu'on désire

obtenir dans le cas d'un vieillissement hygrothermique. Pour avoir cette allure, il faut laisser une plage de température d'au moins 20°C au-dessous de la température de transition vitreuse du matériau. Quoique, sous certaines conditions d'exposition, les composites peuvent subir une dégradation due à la détérioration de la qualité interfaciale fibre/matrice ou à l'augmentation du taux de porosité. La courbe qui porte la lettre (b) est généralement observée pour des températures supérieures à la Tg du matériau ou dans un milieu qui favorise la dégradation des molécules de la matrice comme par exemple un milieu marin. Dans ce cas, la courbe suit la loi de Fick au début, mais après, il y aura des fissurations et des décohésions de la matrice qui entraînera la dégradation du matériau et par conséquent, la perte du poids [46, 47]. La courbe qui porte la lettre (c) présente une diffusion fickienne suivie d'une accélération de la cinétique d'absorption de l'humidité, qui se traduit par une grande dégradation et endommagement du polymère [46-48].

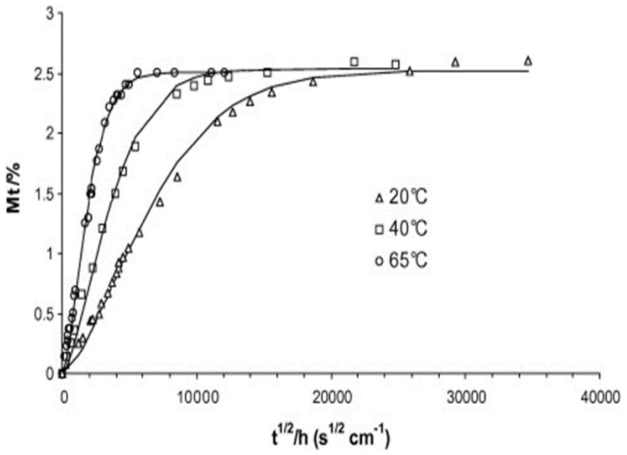


Figure 2.5: Courbes d'absorption de l'eau d'un échantillon en époxy (*Tg*=79 °C), à différentes températures [42]

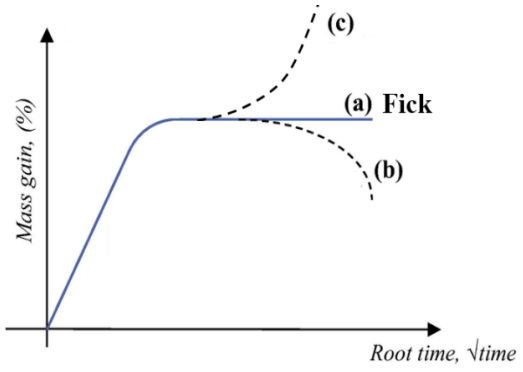


Figure 2.6: Les cinétiques d'absorption de l'humidité dans les matériaux composites [35]

2.4.2.2 Influence de l'humidité relative

Les premiers chercheurs qui ont étudié l'effet du taux d'humidité sur le processus de transfert diffusif sont Loss et Springer en 1979 [49]. Ils ont montré que la masse d'eau à la saturation *Ms* dépend du degré d'humidité du milieu (*HR%*) selon loi de puissance :

$$M_S = a.(HR\%)^b$$

où *a* et *b* sont deux constantes qui dépendent de la nature du polymère. Pour les matériaux composites, *b* est proche de 1, et pour les résines il est compris entre 1.3 et 1.8. Cette dépendance a été confirmée par plusieurs travaux [50-54]. La figure 2.7 présente les variations du niveau de saturation (*Ms*) en fonction du degré d'humidité du milieu (*HR%*) pour trois matériaux composites différents et trois résines époxy différentes [49].

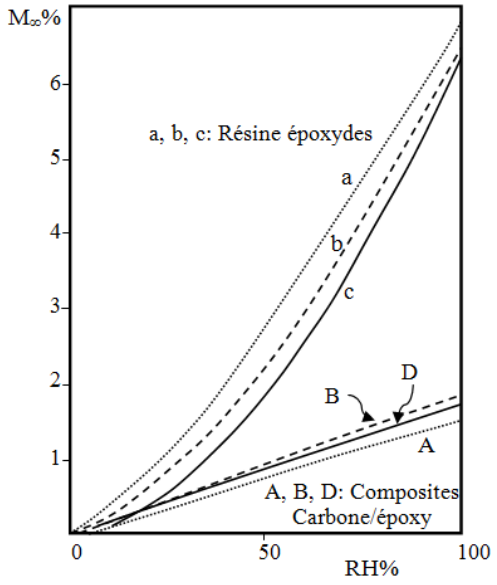
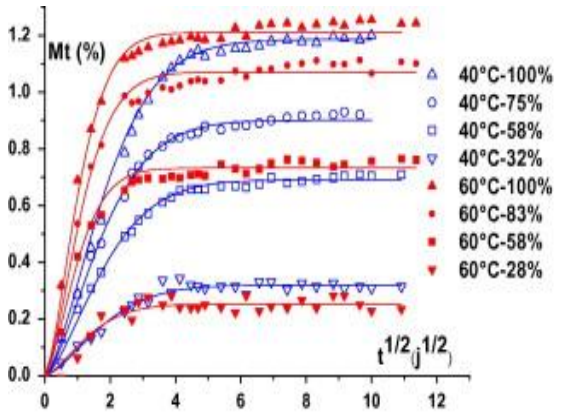


Figure 2.7: Niveau de saturation en eau de divers matériaux composites en fonction du degré d'humidité *RH%* [49]

Cependant, le degré d'humidité n'a pas un effet significatif sur le coefficient de diffusion, c'est à dire sur la vitesse de diffusion de l'eau dans le matériau. On considère donc que *D* est indépendant de la concentration d'eau (voir figure 2.8).



Temperature	r.h.(%)	Msat (%)	D ($mm^2.s^{-1}$)
40°C	100%	1,21 ±0,02	(2 ±0,05).10^{-7}
	75%	1,03 ±0,07	(2,2 ±0,2).10^{-7}
	68%	0,74 ±0,03	(2,1 ±0,01).10^{-7}
	32%	0,33 ±0,02	(2,3 ±0,2).10^{-7}
60°C	100%	1,26 ±0,01	(7,5 ±0,5).10^{-7}
	75%	1,1 ±0,03	(8 ±0,5).10^{-7}
	68%	0,75 ±0,03	(7,7 ±0,7).10^{-7}
	32%	0,29 ±0,02	(7,8 ±0,7).10^{-7}

Figure 2.8: Courbes d'absorption de l'humidité du composite verre/ époxy à différents taux d'humidité et différentes températures [55]

2.4.2.3 Influence du milieu d'immersion

Le taux d'absorption d'humidité devient plus important lors de l'immersion des matériaux composites que lors de leur exposition à une humidité relative.

La nature du milieu d'immersion a une grande influence sur la cinétique de diffusion. Par exemple, l'eau de mer engendre une cinétique plus faible que celle obtenue pendant une immersion dans l'eau distillée. Cette différence est due à la présence des molécules de sel qui rendent difficile l'infiltration de l'eau pure dans le matériau. De plus, l'eau de mer a un effet dégradant plus notable que celui de l'eau distillée.

La vitesse et la direction d'écoulement de l'eau peuvent aussi influencer la cinétique d'absorption d'humidité. D'une part, la diffusion de l'eau dans le matériau composite est favorisée par l'augmentation de la vitesse d'écoulement de l'eau. D'autre part, si l'écoulement est perpendiculaire à l'échantillon, ce dernier absorbe plus d'humidité qu'un spécimen exposé d'une façon parallèle à l'écoulement, et ce, quel que soit la vitesse.

2.4.2.4 Influence du type de résine

La concentration d'eau absorbée par la matrice et le coefficient de diffusion sont fortement influencés par la structure chimique, l'agent durcisseur et le degré de la réticulation de la matrice. Dans le cas d'une résine époxy, Bonniau [56] a montré que la nature du durcisseur a une influence importante sur la vitesse de diffusion de l'eau dans le matériau. En effet, une résine époxy associée à un durcisseur anhydride absorbe plus d'eau que la même résine associée à un durcisseur amine.

De plus, le taux d'humidité à la saturation est généralement inversement proportionnel au degré de réticulation du polymère.

2.4.2.5 Influence de fibre

La nature des fibres est évidemment déterminante sur la cinétique d'absorption de l'humidité. Dans le cas des fibres imperméables comme les fibres de verre, de carbone et de bore, l'absorption d'eau est négligeable par rapport à la matrice. Par contre, les fibres perméables comme les fibres d'aramide possèdent une capacité d'absorption élevée. Dans le cas de fibres qui n'absorbent pas d'eau, un volume de fibres V_f élevé réduit la capacité globale d'absorption du composite [41], comme le montre la figure 2.9.

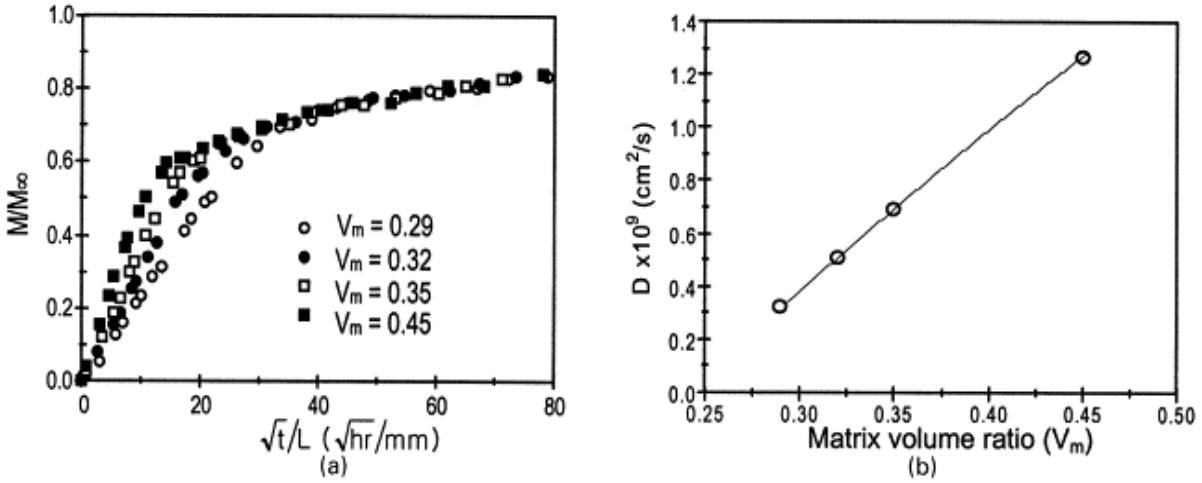


Figure 2.9: (a) courbes d'absorption de l'humidité; (b) coefficients de diffusion pour les stratifiés avec différents taux volumique de la matrice [41]

L'orientation des fibres par rapport à la direction de diffusion représente aussi un facteur parmi plusieurs, qui peuvent influencer le taux et la vitesse d'absorption d'humidité. En effet, un alignement des fibres parallèle à la diffusion favorise l'absorption de l'humidité [35, 41]. La figure 2.10 confirme que l'orientation des fibres influence le coefficient de diffusion qui est inversement proportionnel à l'angle des fibres par rapport à la surface du stratifié [41]. Par contre, le taux d'humidité à la saturation est indépendant de l'orientation des fibres. De plus, un ensimage adéquat appliqué sur les fibres de verre, permet d'augmenter la résistance à l'absorption d'humidité dans le cas des composites verre/époxy.

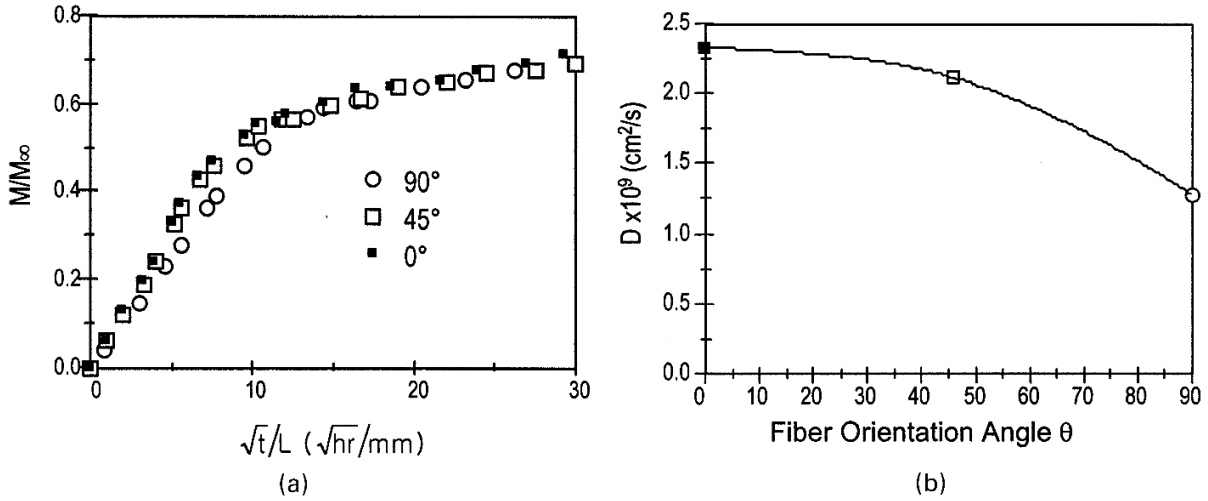


Figure 2.10: Effets de l'orientation des fibres sur : (a) les courbes d'absorption d'humidité; et (b) des coefficients de diffusion [41]

2.4.2.6 Influence du taux de vide

Les vides sont des défauts de fabrication qui se trouvent dans les matériaux composites sous des formes et des tailles diverses. La création de vide peut être due à deux causes principales :

– Formation des bulles d'air pendant la phase de préparation de la résine : Ces bulles d'air peuvent être piégées dans la formulation et la haute viscosité de la résine empêche leur dégagement et cause leur emprisonnement dans le composite. De plus, la grande viscosité de la résine rend son imprégnation dans le renfort fibreux difficile. Ceci tend à multiplier les zones sèches.

– Nature exothermique des résines thermodurcissables : En effet, lors de la polymérisation, un dégagement de chaleur important se produit, qui peut créer un phénomène de dégazage de la résine sous l'effet de hautes températures pendant le cycle de cuisson. Cela favorise la formation du vide dans le matériau composite.

Plusieurs chercheurs ont étudié l'influence de taux de vide sur la cinétique d'absorption des matériaux composites. Guermazi et al. [57] dans leur travail sur le phénomène d'absorption d'humidité des différents types de composites : hybrides, verre/époxy et carbone/époxy, confirment que le taux de vide a une grande influence sur le niveau maximum d'absorption d'eau du composite. Plus l'échantillon contient du vide plus il absorbe d'humidité. Cependant, Choi et al. [41] ont démontré que l'effet du taux de vide sur le coefficient de diffusion est négligeable si la

fraction de volume de vide ne dépasse pas le 3% du volume total, comme nous pouvons le voir à la figure 2.11.

Costa et al.[58] ont démontré dans leur travail sur l'influence du taux de vide sur l'absorption d'humidité d'un composite carbone/époxy, que la forme, la taille et la distribution des vides peuvent également affecter l'absorption d'humidité.

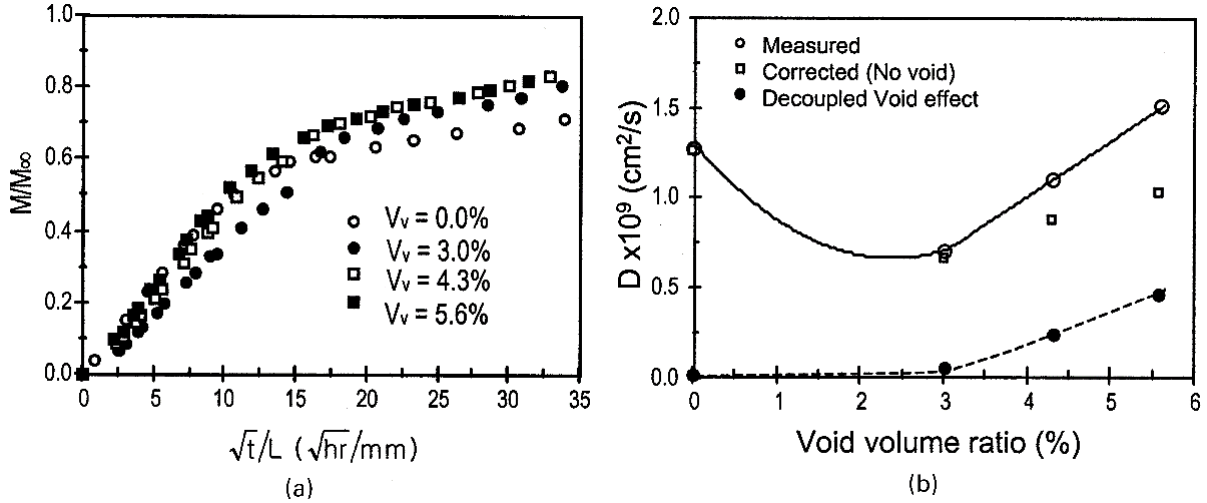


Figure 2.11: Effets du taux de vide sur : (a) les courbes d'absorption d'humidité; et (b) les coefficients de diffusion [41]

Plusieurs essais sur la capacité d'absorption d'humidité des composites ont déjà été réalisés et les résultats sont présentés à l'annexe A. À partir de ces résultats, on peut aussi constater que le temps de conditionnement nécessaire pour atteindre la saturation varie en fonction du matériau, de l'épaisseur de l'échantillon, de la température, etc.

2.4.3 Effets de l'eau sur les constituants des composites

2.4.3.1 La matrice

Les matrices polymères largement utilisées dans la fabrication des matériaux composites sont généralement très sensibles à l'humidité. En effet, l'humidité absorbée entraine des modifications chimiques et dimensionnelles sous forme de plastification de la matrice et provoque le gonflement du matériau.

2.4.3.1.1 Plastification

Lorsque les molécules d'eau entrent en contact avec les chaines moléculaires du polymère, un phénomène de plastification peut se produire. Ce phénomène peut causer le bris des liaisons de Van Der Waals. Ceci permet aux chaines moléculaires du polymère de se mouvoir plus facilement. La cohésion mécanique du réseau macromoléculaire de la matrice est alors partiellement détruite tandis que la mobilité moléculaire est augmentée.

Les phénomènes de plastification de la matrice se traduisent par une baisse plus ou moins sensible de la température de transition vitreuse et des propriétés thermomécaniques du matériau [59], comme le montre la figure 2.12.

Généralement, plus la quantité d'eau absorbée par le matériau est importante, plus la température de transition vitreuse diminue. Parallèlement à la diminution du *Tg*, une chute des propriétés mécaniques, gouvernées par la matrice (cisaillement, compression, etc.) peut être constatée. Théoriquement, la plastification par l'eau demeure réversible et les propriétés initiales du matériau sont restaurées après dessèchement du matériau.

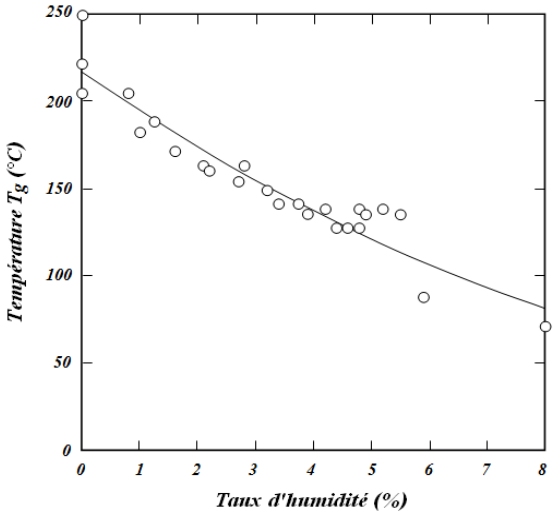


Figure 2.12: Variation de la Tg en fonction du taux d'humidité [59]

2.4.3.1.2 Gonflement

Plusieurs chercheurs [46, 60, 61] ont décrit une augmentation du volume de l'échantillon en fonction de l'augmentation de masse d'eau absorbée. Ce phénomène est dû à la pénétration de l'humidité dans le composite qui provoque, le plus souvent, le développement des contraintes internes. Le changement de volume peut être considéré comme gonflement si le gain en volume rapporté au volume à sec dépasse 3%. Il faut donc effectuer des mesures de masse volumiques à

l'état gonflé. Sar et al. [60], et Gueribiz et al. [61] ont proposé des modèles de diffusion fondés sur la théorie des volumes libres pour estimer le taux du gonflement hydrique. Contrairement à la plastification, l'hydrolyse et la rupture par gonflements différentiels sont irréversibles.

2.4.3.2 Les fibres

Les fibres non organiques, tel que les fibres de verre ou de carbone, sont généralement moins influencées par l'humidité que la matrice en polymère. Cependant, les fibres de verre de type E peuvent absorber une quantité d'eau d'environ 0,1%, dans des conditions normalisées à 20°C et à 65% d'humidité relative. Cette quantité d'humidité absorbée peut augmenter si le vieillissement est réalisé en immersion et les fibres sont en contact direct avec l'eau. De plus, la résistance des fibres peut être affectée par l'humidité. Par exemple, la figure 2.13 illustre la variation de la résistance des fibres de verre E et S immergées dans l'eau distillée pendant 100 jours. Cette figure montre que l'effet de l'eau sur les fibres nues est considérable. En effet, on remarque une perte de résistance d'environ 35% pour le verre E et 25% pour le verre S [62].

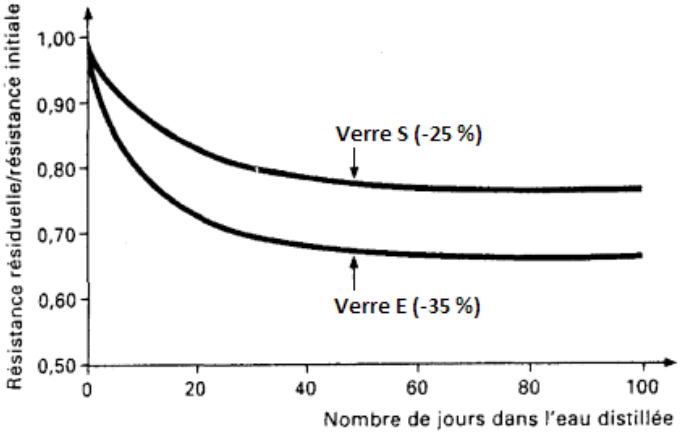


Figure 2.13: Effets de l'humidité sur la propriété des fibres de verre S et de verre E [62]

Les fibres de verre sont sujettes à l'attaque par l'humidité. Les effets chimiques sur les fibres de verre peuvent être démontrés avec les équations suivantes, qui présentent une séquence de réactions conduisant au clivage des liaisons silicium-oxygène et à leur conversion en hydroxysilane [63] :

$$Si{-}ONa + H_2O \rightarrow Si{-}OH + NaOH$$

$$Si{-}O{-}Si + OH^- \rightarrow Si{-}OH + Si\text{-}O^-$$

$$Si{-}O^- + H_2O \rightarrow Si{-}OH + OH^-$$

La réaction globale, qui est autocatalytique en raison de l'augmentation progressive du niveau de pH, entraîne une dégradation et une formation de défauts à la surface des fibres de verre et une réduction significative de la résistance du composite renforcé par des fibres de verre [63].

2.4.3.3 Dégradation de l'interface fibre/matrice

L'interface est définie comme la région non homogène située entre la matrice et les fibres. L'adhérence entre la fibre et la matrice doit être bonne pour que le composite polymère possède des propriétés avantageuses. Lors de l'exposition à l'humidité, la dégradation la plus forte se situe au niveau de l'interface fibre / matrice. Yu et al. [64] ont démontré que l'humidité cause une détérioration de l'interface fibre/matrice. Cette dégradation est plus prononcée pour un vieillissement à température élevée. Les dommages induits par vieillissement sont irréversibles. Ces résultats ont été confirmés par Mouritz [65].

Pour les fibres de verre, les mécanismes qui mènent à une baisse de la qualité d'adhésion sont principalement l'évacuation irréversible des oligomères à bas poids moléculaire, la relaxation des contraintes résiduelles de compression et l'hydrolyse des liaisons à base de silanes.

Pour que le composite conserve ses propriétés lors de l'exposition à l'humidité, l'interface doit résister à la dégradation due à l'absorption d'humidité. Pour diminuer la dégradation, les fibres peuvent être traitées avec des agents de couplage pour améliorer leur adhérence avec la matrice polymère. Dans les composites renforcés de fibres de verre, les agents de couplage réagissent chimiquement avec les fibres de verre, à travers les groupes hydroxyle du silicium et également avec la résine à travers un groupe fonctionnel organique qui est compatible avec la chimie de la résine.

À la fin de cette partie, on peut conclure que l'absorption de l'humidité est principalement influencée par les particularités du milieu ainsi que les caractéristiques des composants du matériau composite. Au cours du vieillissement, des dégradations physico-chimiques se produisent dans le matériau composite. Ces dégradations peuvent induire des processus réversibles, comme par exemple la plastification de la résine ou des processus irréversibles comme la microfissuration de la matrice ou la décohésion de l'interface fibre/matrice. À long terme, ces mécanismes provoquent une modification des propriétés mécaniques et physiques du composite. Les différents types d'endommagements physiques dus au vieillissement hygrothermique sur les matériaux composites sont résumés sur la figure 2.14.

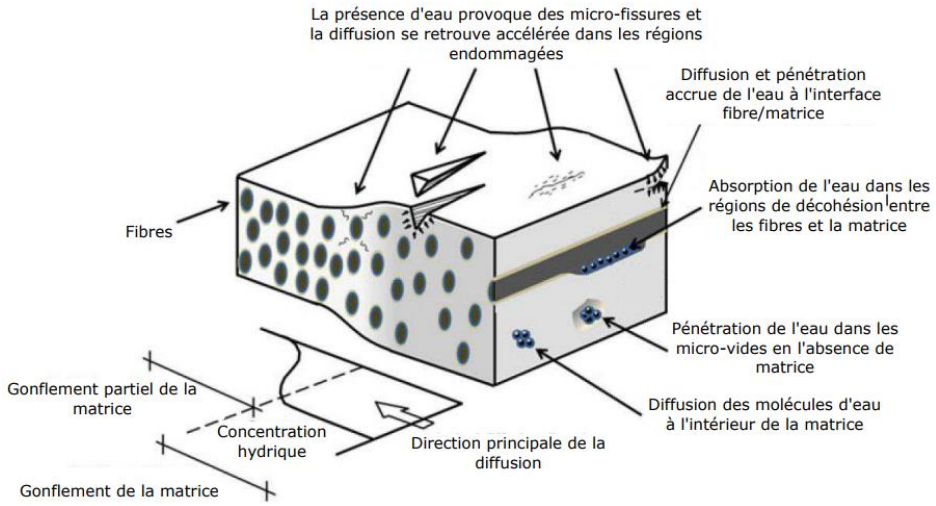


Figure 2.14: Schéma récapitulatif de l'endommagement physique dû au vieillissement hygrothermique sur les matériaux composites [35]

2.4.4 Effets de l'eau sur les propriétés mécaniques du composite

L'exposition d'un composite à l'eau ou à l'humidité peut réduire ses performances de plusieurs manières. Cette partie traite l'effet de l'absorption d'humidité sur les matériaux composites. Le matériau composite peut absorber un certain pourcentage d'humidité et cette absorption est généralement associée à une baisse de performance. Selon les études antérieures, les propriétés mécaniques qui sont habituellement affectées par l'absorption d'humidité sont : la résistance ultime en compression, la résistance ultime en traction, la résistance au cisaillement interlaminaire, la rigidité et la déformation à la rupture. Les comportements à l'impact et en fatigue sont aussi largement modifiés lors d'un vieillissement hygrothermique. D'une façon générale, l'absorption de l'humidité conduit à un affaiblissement des propriétés mécaniques des stratifiés en traction [66], en cisaillement et en flexion [67-69]. Par contre l'effet plastifiant peut augmenter la déformation à la rupture en conférant une souplesse à la matrice qui la rend moins fragile.

Atas et Dogan [70] ont étudié l'effet du vieillissement thermique sur la réponse à l'impact à faible vitesse des composites verre E / époxy. Ils ont montré qu'en général, les propriétés mécaniques et la résistance au choc des composites verre-E/ époxy diminuent en raison de la dégradation du matériau. Ces résultats ont été confirmés par plusieurs études expérimentales [71, 72]. De plus, La zone des dommages causés par l'impact augmente avec la durée du vieillissement, en particulier pour les faibles énergies d'impact, qu'il s'agisse d'un impact unique ou de chocs répétés. Noter

aussi que les variations des caractéristiques d'impact telles que l'énergie absorbée, la force de contact maximale, la déflexion maximale et le temps de contact pour les impacts répétés jusqu'à la perforation des échantillons sont significativement affectés par le vieillissement thermique [70].

CHAPITRE 3 PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

Ce chapitre présente la démarche scientifique qui a été adoptée dans cette thèse afin d'atteindre les objectifs de ce travail de recherche. Nous présentons d'abord les matériaux choisis et les procédures expérimentales utilisés pour fabriquer et caractériser les structures en composite étudiées. Par la suite, nous présentons la méthodologie suivie pour le conditionnement des échantillons ainsi qu'une description détaillée des différents tests mécaniques qui ont été effectués pour étudier les effets de l'humidité sur les propriétés des composites utilisés dans ce travail de recherche.

3.1 Matériaux utilisés

Le choix des matériaux qui vont être utilisés pour fabriquer l'extension de l'avant-directrice, est essentiellement basé sur les exigences auxquelles l'extension devait répondre et en tenant compte de l'environnement aquatique et les conditions de l'installation de l'extension sur l'avant-directrice de la turbine.

3.1.1 Stratifiés

Pour la fabrication des stratifiés, deux résines qui polymérisent à température ambiante ont été utilisées :

- Résine époxy : Araldite RenInfusion 8601/Ren 8602
- Résine vinylester : Derakane 411-350

Les propriétés et caractéristiques de ces deux résines sont regroupées dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1: Caractéristiques des deux résines utilisées dans la fabrication des stratifiés

	Époxy	**Vinylester**
Désignation	Araldite®LY 8601 / Aradur® 8602	DERAKANE411-350
Viscosité à 25 ^{o}C (cP)	175	350
Resistance en traction (MPa)	55	86
Module en traction (GPa)	2,3	3,2
Densité	1,12	1,14
Tg_2 (^{o}C)	73	120
Allongement (%)	6	5-6

Notons que la résine vinylester a une formulation plus complexe que celle de la résine époxy. Elle est constituée d'un promoteur (cobalt 12%), d'un catalyseur (Methyl Ethyl Ketone Peroxide) et du styrène pour diminuer la viscosité.

Pour le renfort, deux types de tissage de fibre de verre ont été utilisés pour fabriquer les panneaux en composites :

- NCF : Les renforts NCF (Non-Crimp Fabrics), appelés aussi renforts multiaxiaux (Multiaxial Multiply fabrics), sont faits d'un assemblage de couches unidirectionnelles dont les fibres sont cousues ensemble par un fil. Nous avons choisi les renfort NCF, fourni par JB Martin sous la référence TG-22-N, qui a une densité surfacique de 744 g / m^2. Ce renfort est un tissu bidirectionnel [(90°/ 0°/90°)] composé d'une couche de 0 ° qui sépare deux couches plus petites de 90 °. Les trois sont liées ensemble avec un fil de polyester comme présenté à la figure 3.1. Cette architecture NCF a été choisie pour ses propriétés mécaniques dans le plan [73, 74] et son excellente résistance au cisaillement inter-laminaire par rapport au renfort tissé conventionnel [75, 76]. Pour fabriquer nos plaques, six couches de tissus de verre NCF ont été empilées avec une séquence de laminage de $[90°/0°/90°]_{3s}$.
- Satin : nous avons utilisé un tissu en fibres de verre de la compagnie « BGF Industries » de référence 7781. C'est un tissu satin 8-armure (*8HS*), dans lequel le fil de trame passe au-dessus de sept fils de chaîne et puis sous un fil de chaîne. Ce type de renfort est l'un des tissus satinés les plus utilisés dans l'industrie aérospatiale. Pour fabriquer nos plaques, seize couches de tissus satin ont été utilisées avec une séquence d'empilement de $[90°/0°]_{16}$.

Les caractéristiques des deux tissus sont présentées dans le tableau 3.2.

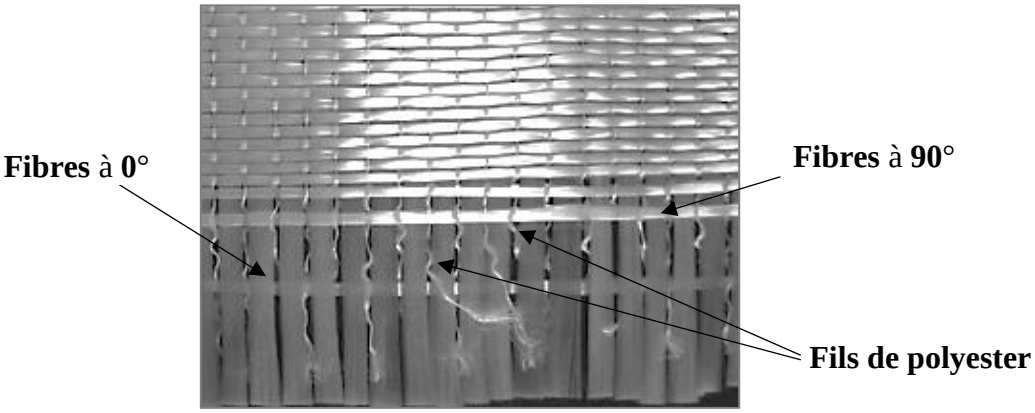


Figure 3.1: Architecture interne du renfort NCF

Tableau 3.2: Caractéristiques des deux tissus utilisés dans la fabrication des stratifiés

	Désignation /Style	**Manufacturer**	**Ratio volumique Chaine/Trame**	**Épaisseur (mm)**	**Densité surfacique (g/m^2)**
NCF	TG-22-N	Texonic	$50^{\pm 2}$%	0,61	744
Satin	7781	BGF Industries	50%	0,23	303

De plus, deux couches d'un voile de surface de marque Nexus ont été utilisées pour fabriquer les panneaux de quatre configurations parmi les six configurations étudiées dans ce travail. Ce voile, qui est de type mat, est constitué de fils de polyester très fins, non tissés et avec une orientation aléatoire. Il est extrêmement mince, avec une consistance semblable à celle du papier de soie, comme présenté à la figure 3.2. L'ajout de ce type de voile comme couche finale, permet d'obtenir un stratifié avec une surface extérieure lisse, riche en résine et avec une bonne finition pour favoriser l'écoulement d'eau. Plusieurs chercheurs ont démontré dans leurs travaux que l'ajout de ce type de voile peut offrir aux stratifiés une excellente protection contre la corrosion et l'abrasion mais sa contribution à la réponse du stratifié peut être négligée [77-79].

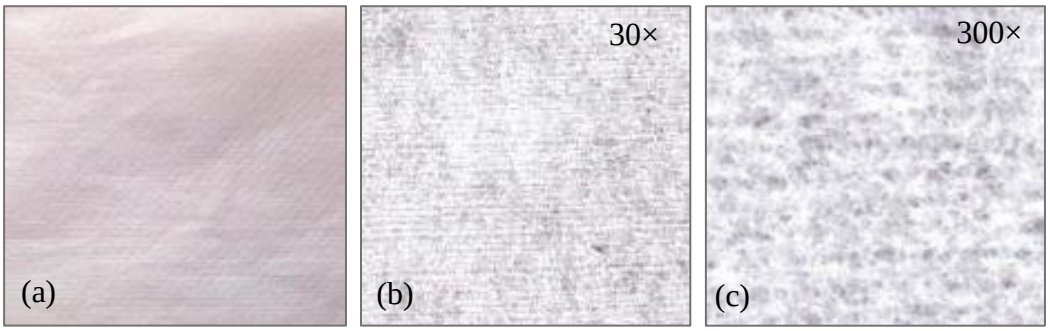


Figure 3.2: Voile de surface : (a) image macroscopique, (b) image de microscope sous grossissement de 30×, (c) image de microscope sous grossissement de 300×

Dans ce travail de recherche, six configurations différentes de stratifiés ont été fabriqués par infusion. La figure 3.3 présente les différents matériaux utilisés pour fabriquer les stratifiés. Les six configurations et leurs codes qui vont être utilisés tout au long de cette thèse, sont présentés dans le tableau 3.3.

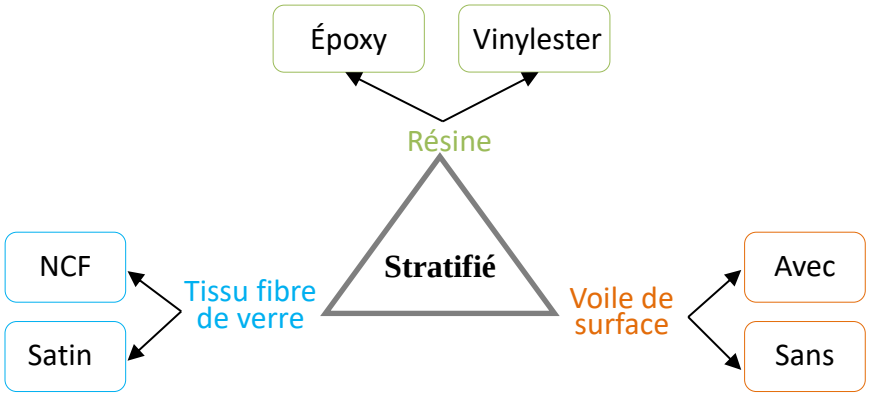


Figure 3.3: Les différents composants utilisés pour fabriquer les stratifiés

Tableau 3.3: les six configurations de stratifiés fabriquées

Code	Résine	Tissu	Voile de surface
ENV	Époxy	NCF[1]	Voile[2]
ESS	Époxy	Satin[3]	Sans voile
ESV	Époxy	Satin	Voile
VSV	Vinylester	Satin	Voile
VNV	Vinylester	NCF	Voile
VNS	Vinylester	NCF	Sans voile

[1] Six couches NCF

[2] Deux couches de voile de surface

[3] Seize couches de Satin

3.1.2 Panneaux sandwichs

Les peaux sont des stratifiés verre/époxy qui ont été fabriqués par infusion (figure 3.5.a). Pour l'âme, nous avons choisi d'utiliser une résine époxy de faible viscosité, qui polymérise à température ambiante. Ce choix a été fait en prenant en considération les exigences de l'application, les conditions et les contraintes de l'assemblage entre l'extension et l'avant-directrice existante ainsi que les opérations de fabrication finale in situ. Cependant, la réaction de durcissement exothermique de ce type de résine pose un problème technique, car une grande quantité de chaleur pourrait être libérée pendant le durcissement, qui peut provoquer l'augmentation de la température à l'intérieur du matériau, et par conséquent, la création des fissurations dans l'âme. Le problème de dégagement de chaleur devient plus compliqué si la pièce est épaisse. Une solution possible pour atténuer ce problème consiste à ajouter des charges inorganiques à la résine époxy afin de faciliter la fabrication des sandwichs à âme épaisse [80]. Le trihydrate d'alumine (ATH), qui est une charge ignifugeante, a été choisi pour être utilisé dans la formulation de l'âme, car il est compatible avec l'époxy, facile à manipuler, relativement non toxique et capable de diminuer l'exotherme lors du polymérisation de la résine époxy [80]. L'ajout de l'ATH permet aussi de limiter les retraits lors du durcissement de la résine époxy.

La viscosité de la résine chargée d'ATH est relativement élevée, ce qui peut causer des difficultés lors de l'installation de l'extension à l'avant-directrice. Alors un modificateur a été ajouté à la résine chargée d'ATH dans le but de diminuer la viscosité du mélange. Le modificateur utilisé est le "HELOXY™ Modifier 61" qui est le nom commercial de l'éther glycidylique de butyle. Ce modificateur, connu par sa faible viscosité (entre 1 et 2 cP) est largement utilisé pour réduire la viscosité des résines époxy. Il est important de vérifier l'effet du modificateur sur les propriétés des sandwichs. Pour cette raison, deux formulations d'âme ont été utilisées :

- ✓ Âme 1 : Résine époxy chargée d'ATH (E/ATH)
- ✓ Âme 2 : Résine époxy chargée d'ATH (E/ATH) + 30 phr de modificateur.

Les sandwichs avec une âme sans modificateur sont désignés dans ce rapport par le sigle « ATH » et les sandwichs avec modificateur sont désignés par « MOD ».

Le bord d'attaque est la partie la plus susceptible de l'extension à recevoir des impacts par des roches qui passent à travers la grille, placée devant la prise d'eau de la centrale hydroélectrique. Pour cette raison nous avons fabriqué et testé deux formes de structures : des sandwichs plats qui

représentent les côtés de l'extension de l'avant-directrice, et des structures avec courbure de rayon 60 mm, qui représentent le bord d'attaque. La figure 3.4, présente les différents types et formes de structures étudiées.

L'assemblage peaux/âme des structures sandwichs a été réalisé par le procédé de moulage. Les peaux, déjà fabriquées par infusion (voir figure 3.5), ont été fixées dans un moule, conçu spécialement pour ce projet. Ensuite, l'espace entre les deux peaux a été rempli par la coulée qui a été mélangée avec un malaxeur mécanique. Pour les structures avec courbure (voir figure 3.6), on a juste fixé la coque et par la suite nous l'avons rempli avec la coulée.

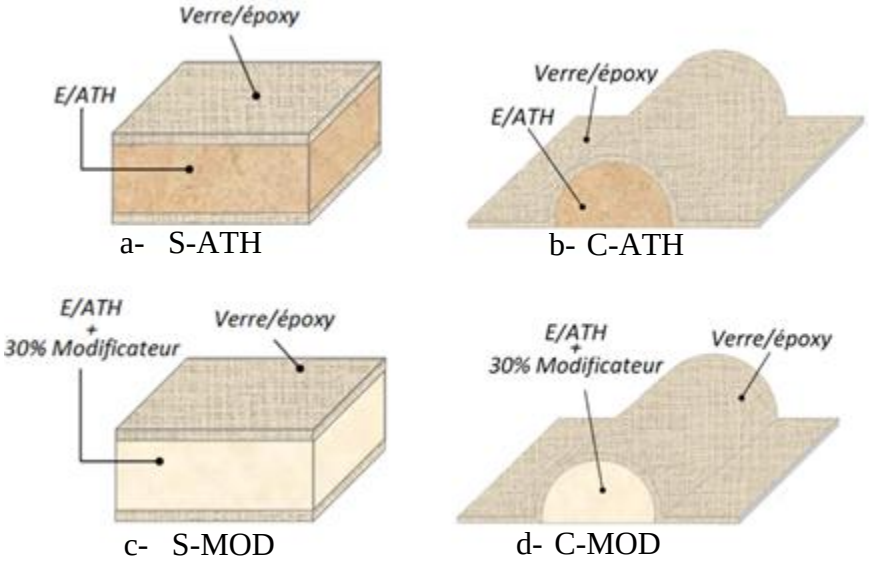


Figure 3.4: Différents types et formes de structures sandwich étudiées

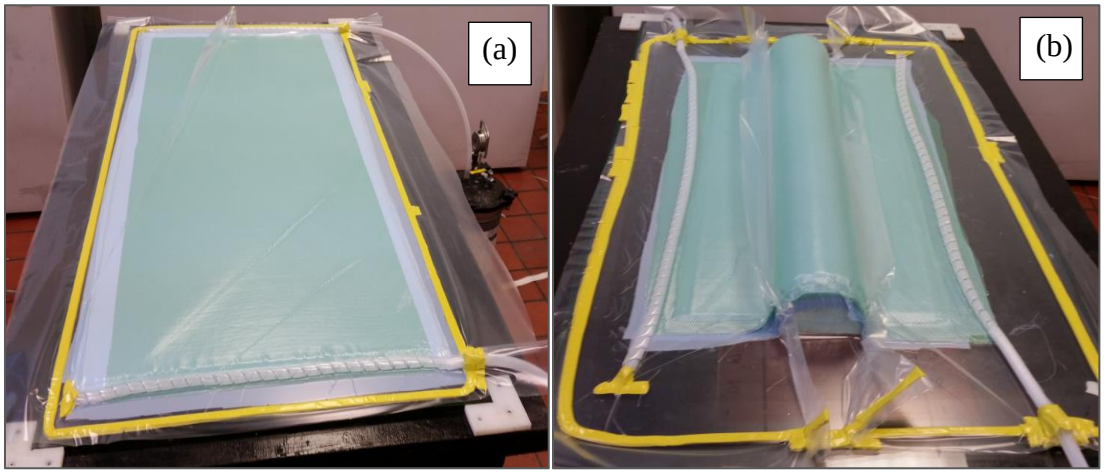


Figure 3.5: Fabrication par infusion : a) panneau stratifié; b) coque pour la structure avec courbure

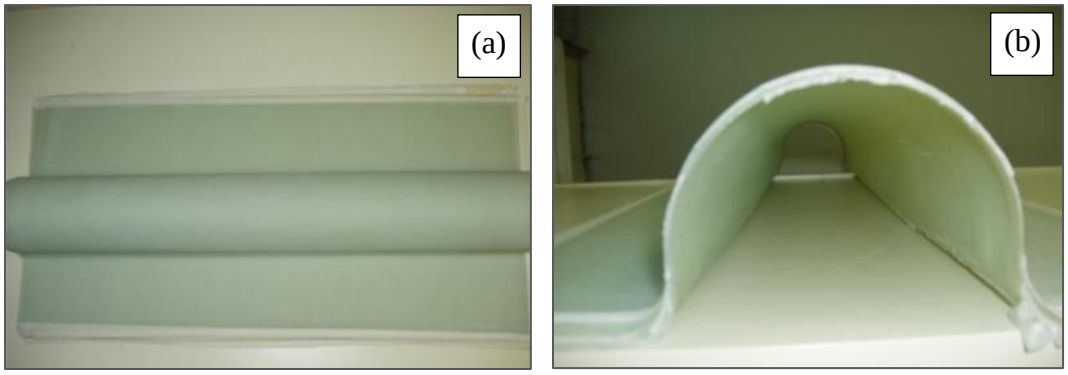


Figure 3.6: Coque infusée : a) vue de côté et b) vue de face

3.2 Caractérisation physique et thermique

3.2.1 Caractérisation par DMA

Les essais ont été effectués à l'aide d'un analyseur mécanique dynamique de modèle DMA 983 fabriqué par Dupont Instruments. Les valeurs mesurées durant le test permettent de tracer la courbe d'évolution du module élastique *E'* en fonction de la température. À partir de cette courbe, nous pouvons déterminer la température de transition vitreuse (*Tg*), qui est l'intersection de la tangente du comportement vitreux avec la tangente de la région de transition.

3.2.2 Mesure du taux volumique de renfort

Les pourcentages massiques de renfort des stratifiés étudiés, ont été évalués par des essais de pyrolyse selon la norme ASTM D3171. Pour ce faire, nous avons prélevé des échantillons de dimension 1"x1" de chaque plaque (figure 3.7.a). Chaque échantillon a été déposé dans un creuset et a été pesé. Les creusets ont été placés dans un four chauffé à 600°C pendant 5 heures, comme montré à la figure 3.7.b. Ceci permet à la résine de se consumer entièrement et il reste dans les creusets que les couches de fibre, comme présenté à la figure 3.7.c. Après que les creusets et leurs contenus ont été refroidis dans un dessiccateur sous vide, ils ont été pesés à nouveau. Le pourcentage massique du renfort peut être calculé comme suit :

$$M_f\% = \frac{m_e - (m_{e+cr} - m'_{e+cr})}{m_e} \times 100 \qquad (3.1)$$

où :

m_e : la masse initiale de l'échantillon;

m_{e+cr} : la masse de l'échantillon et du creuset avant la pyrolyse;

m'_{e+cr} : la masse de l'échantillon et du creuset après la pyrolyse.

Finalement, le taux volumique du renfort a été calculé par la formule suivante :

$$V_f\% = \frac{M_f\% \cdot \left(\frac{\rho_m}{\rho_f} + V_{voile} \cdot \left(\frac{\rho_{voile}}{\rho_f} - \frac{\rho_m}{\rho_f}\right)\right)}{1 - M_f\% \cdot \left(1 - \frac{\rho_m}{\rho_f}\right)} \qquad (3.2)$$

où :

ρ_m = densité de la résine;

ρ_f = densité de fibres de verre;

ρ_{voile}= densité de voile de surface;

M_f = taux massique des fibres;

V_{voile}= taux volumique du voile de surface.

a- Découpe b- Pyrolyse c- Les échantillons après pyrolyse

Figure 3.7: Principales étapes de l'essai de pyrolyse

3.2.3 Mesure de la densité

Le test de mesure de densité, qui est un test de contrôle de qualité facile, permet d'estimer le taux de vide dans le matériau. Dans notre étude, il est plus que nécessaire de déterminer le taux de vide des stratifiés étudiés car le taux d'humidité absorbée à la saturation est fortement influencé par le taux de vide dans le matériau, comme il a été mentionné dans l'étude bibliographique,

La mesure de densité, ou plus précisément de la masse volumique des échantillons a été réalisée selon la norme ASTM D792. Il s'agit dans un premier temps de mesurer la masse d'un échantillon

dans l'air (M_{air}) puis dans l'eau distillée à 24°C (M_{eau}). Finalement, la densité du composite est obtenue par la formule suivante :

$$\rho_{mesurée} = \frac{M_{air}}{M_{air} - M_{eau}} \tag{3.3}$$

Par la suite, la densité théorique peut être calculée comme suit :

$$\rho_{calculée} = \rho_{matrice}.V_{matrice} + \rho_{fibre}.V_{fibre} + \rho_{voile}.V_{voile} \tag{3.4}$$

où :

- $\rho_{matrice}$: densité de la résine;
- $V_{matrice}$: taux volumique de la matrice;
- ρ_{fibre} : densité de fibres de verre;
- V_{fibre} : taux volumique du renfort;
- ρ_{voile} : densité de voile de surface;
- V_{voile} : taux volumique du voile de surface.

Une fois les densités réelle et théorique déterminées, le taux de vide est calculé comme suit :

$$V_v\% = \frac{\rho_{calculée} - \rho_{mesurée}}{\rho_{calculée}} \times 100 \tag{3.5}$$

3.3 Taux de fibres des stratifiés étudiés

Avant d'effectuer des essais de vieillissement, il est important de déterminer le taux de renfort et de vide pour chaque configuration, car ces deux paramètres peuvent influencer la cinétique d'absorption d'humidité. Les pourcentages de renfort, de voile de surface et de vide ainsi que les écarts-type sont présentés au tableau 3.4. Ces résultats représentent la moyenne obtenue à partir des six échantillons pour chaque configuration considérée.

D'après les valeurs présentées dans le tableau, les fractions volumiques de la matrice pour toutes les configurations sont comprises entre 48,26 et 49,7%, tandis que les pourcentages de vide mesurés sont relativement faibles, inférieurs à 2,4%. Choi et al. [41] ont démontré dans leur travail que l'effet du taux vide sur le coefficient de diffusion est négligeable si la fraction de volume de vide ne dépasse 3% du volume total. Une autre remarque peut être tirée de ce tableau : les taux de renfort des stratifiés avec voile sont plus élevés que ceux sans voile, car le voile est un polymère qui disparait lors de la pyrolyse.

Tableau 3.4: Pourcentages de renfort, de voile de surface et de vide des stratifiés étudiés

	Fraction volumique de fibres [%]		**Fraction volumique de matrice [%]**		**Fraction volumique de voile de surface [%]**		**Fraction volumique de vide [%]**	
	Moyenne	Écart type	Moyenne	Écart type	Moyenne	Écart type	Moyenne	Écart type
ESS	50,61	2,16	48,71	2,16			0,88	0,07
ESV	47,67	1,28	48,86	1,32	1,56	0,04	1,91	0,18
ENV	47,34	0,49	48,69	0,56	1,60	0,09	2,37	0,23
VSV	47,55	0,18	49,32	0,20	1,53	0,02	1,60	0,16
VNV	47,46	1,83	49,64	1,94	1,48	0,06	1,42	0,11
VNS	50,94	1,32	48,26	1,36			0,80	0,09

3.4 Procédure de vieillissement

L'objectif principal de cette partie de l'étude expérimentale est d'étudier l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique des matériaux composites proposés pour la conception d'une extension pour l'avant-directrice d'une turbine hydroélectrique. Comme le processus de vieillissement dans les conditions réelles d'utilisation est caractérisé par des cinétiques d'absorption lentes, il est nécessaire de recourir à des tests de vieillissement accéléré. La procédure et les conditions de vieillissement accéléré choisis doivent être les plus représentatifs possible de la réalité sans produire des mécanismes de dégradation qui n'auraient pas existés en l'absence d'accélération.

Le conditionnement en température élevée est souvent utilisé pour accélérer le processus de diffusion. Il permet de minimiser le temps de conditionnement des échantillons et d'effectuer des prévisions à long terme. Il est suggéré d'utiliser des températures de conditionnement inferieures à la température de transition vitreuse afin d'éviter de créer un gradient de contrainte trop important à l'intérieur du composite, qui conduirait à la formation de défauts permanents irréversibles.

3.4.1 Température de conditionnement

Il est recommandé d'utiliser des températures de conditionnement inferieures à la température de transition vitreuse d'au moins 15°C. Les résultats des essais de DMA effectués sur des échantillons de stratifiés verre/époxy et verre/vinylester sont présentés à la figure 3.8. Ces résultats montrent

que la température de transition vitreuse du stratifié verre/ vinylester, qui est égale à 112°C, est beaucoup plus élevée que celle du verre/ époxy (60°C). À partir de ces résultats, le vieillissement accéléré choisi est caractérisé par une immersion des échantillons dans l'eau à une température de 40°C.

Par la suite, la cinétique d'absorption des échantillons conditionnés à cette température a été comparée à celle des échantillons conditionnés en immersion dans l'eau à la température ambiante. En fait, le vieillissement à température ambiante va être utilisé comme base de comparaison afin d'évaluer la validité des résultats obtenus lors du vieillissement accéléré.

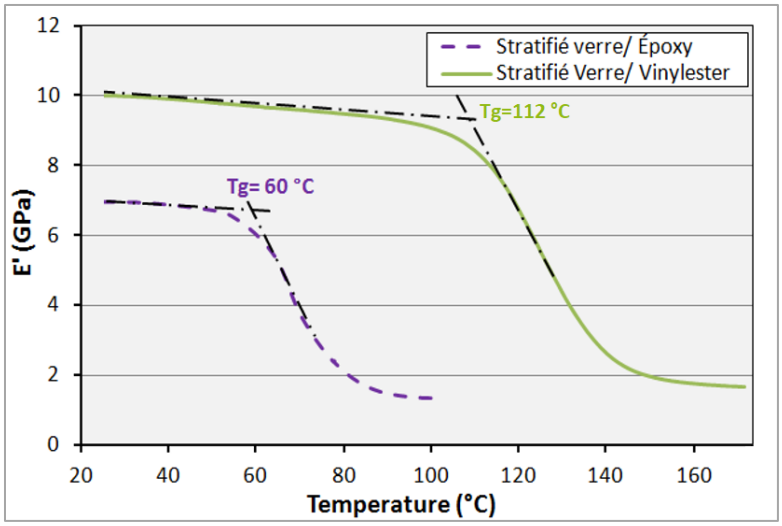


Figure 3.8: Courbe de variation de *E'* en fonction de la température lors d'un test de DMA

3.4.2 Mise en place des bains de vieillissement

Puisque les structures étudiées sont de grande dimension, nous avons décidé de construire nos propres bains de vieillissement. Deux bains ont été fabriqués, l'un pour le vieillissement accéléré à 40°C et l'autre pour le vieillissement naturel (à température ambiante). Les deux bains sont présentés à la figure 3.9.

Dans un premier temps, un cahier de charge fonctionnel a été rédigé pour fixer les spécifications techniques du bain, comme sa capacité volumique, la précision thermique et la méthode d'acquisition. De plus, le bain thermique devra disposer d'un système de commande et d'acquisition des données afin de permettre de configurer les tests et visualiser les mesures de la

température en temps réel. Les instruments de mesure et les équipements de puissance jouent un rôle important dans la stabilité thermique et la reproductibilité des essais de vieillissement.

Dans un deuxième temps, deux caisses en polyéthylène à haute densité (HDPE) 600 L ont été commandées. Par la suite, nous nous sommes intéressés à l'isolation thermique du bain qui va servir au vieillissement accéléré. En fait, une bonne isolation thermique du bain permet d'améliorer son rendement et aide à avoir une température de fonctionnement stable et proche de la température de consigne tout en réduisant la consommation d'énergie. Pour cette raison, trois couches isolantes ont été installées sur les parois extérieures de l'enceinte : laine de verre d'épaisseur 3 cm, film en plastique et une planche en bois qui est devenue les parois extérieures du bain.

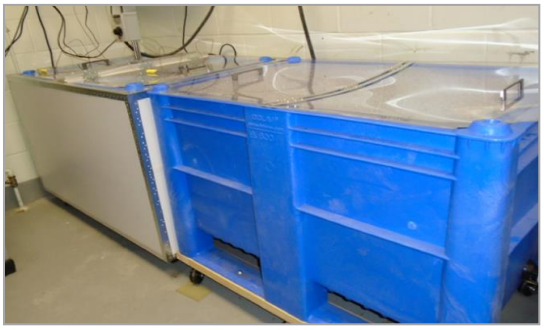
Ensuite, un couvercle (une porte) amovible en PMMA transparent a été fabriqué et fixé sur le bain thermique afin de réduire les pertes d'eau par évaporation et permettre un contrôle visuel des échantillons en immersion. Le bain thermique est fixé sur des roulettes avec frein pour pouvoir le déplacer en cas de besoin.

Pour chauffer l'eau, un thermoplongeur a été installé. Le choix du thermoplongeur est lié au volume d'eau, aux pertes thermiques, à la précision recherchée et à la gamme de températures de fonctionnement. Le thermoplongeur choisi est réglable entre 15 et 70°C avec une précision inférieure à 1°C.

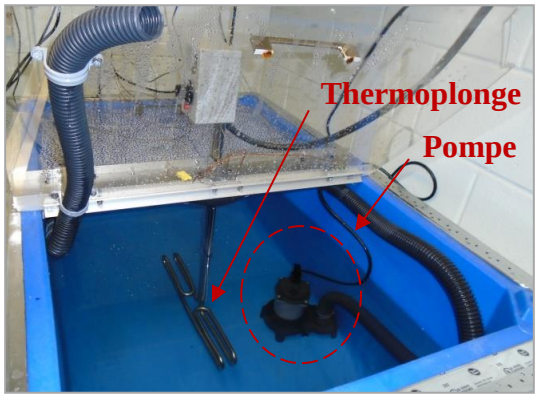
Une pompe à eau a été installée permettant de circuler l'eau dans le bain afin d'assurer une homogénéité de température. La pompe à eau devrait avoir une bonne résistante à la corrosion. Une boite électrique à relais a été utilisée pour synchroniser le fonctionnement de la pompe à eau et du thermoplongeur.

Finalement, un dispositif d'acquisition avec 10 canaux permet de contrôler l'homogénéité de la température d'eau et d'enregistrer l'évolution de la température d'eau grâce à des thermocouples. Ce dispositif permet également une visualisation graphique de la température aux différents points de mesure en temps réel. Un ordinateur est connecté à ce dispositif afin d'enregistrer en permanence les mesures de température en fonction du temps.

b) Le bain de vieillissement accéléré et son système d'acquisition



a) Les deux bains de vieillissement



c) Vue intérieure du bain de vieillissement accéléré

Figure 3.9: Configuration des bains de vieillissement

3.4.3 Préparation des échantillons

En pratique, juste la surface extérieure de l'extension de l'avant-directrice qui va être en contact avec l'eau. Pour que les essais se rapprochent de la réalité, un seul côté de l'échantillon sera exposé à l'eau. Les côtés et les surfaces intérieures des échantillons ont été recouverts afin de prévenir toute absorption d'eau par la périphérie et ainsi simuler une plaque de dimensions infinies. Pour ce faire, on a attaché chaque deux échantillons de stratifié, l'un contre l'autre, à l'aide d'un ruban adhésif en aluminium comme le montre la figure 3.10. Ce type de ruban, qui résiste à des températures de -20 à +110°C, est largement utilisé pour assurer l'étanchéité de gaines de ventilation, le raccordement de tuyaux ainsi que les canalisations en métal ou en plastique. Ce ruban sert d'une part à empêcher l'eau de s'infiltrer entre les deux échantillons, et d'autre part à éliminer l'effet de bord.

Pour les structures sandwich plats et les structures avec courbure, le ruban adhésif en aluminium a été utilisé pour couvrir toutes les surfaces qui ne sont pas supposées être en contact avec l'eau dans l'application réelle. Pour étudier l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques des

stratifiés en composite et des sandwichs plats et avec courbure, présentés à la figure 3.11, des échantillons ont été conditionnées à 40°C et à température ambiante. Les échantillons des tests mécaniques ont été découpés à partir de ces plaques et sandwichs conditionnés.

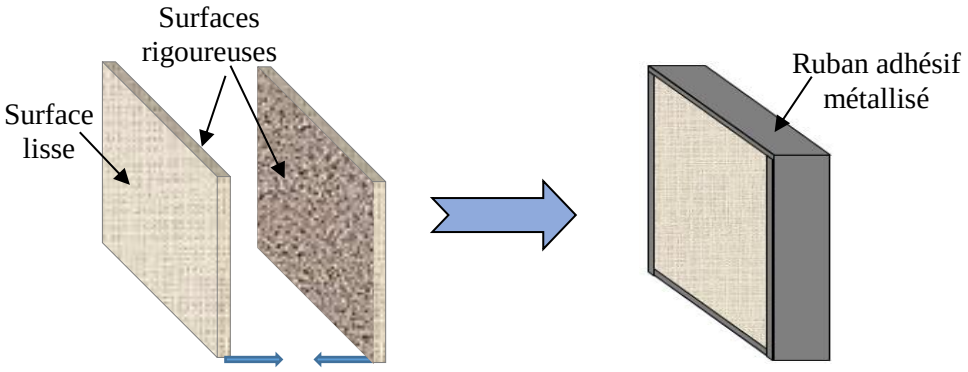
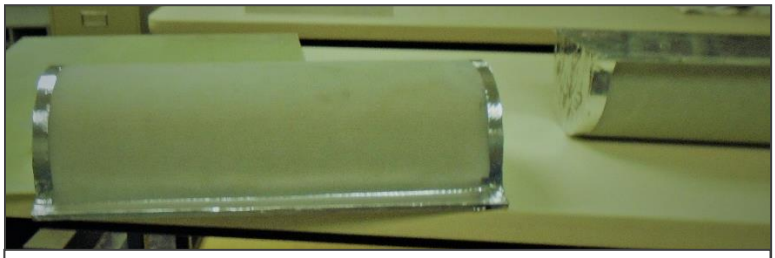


Figure 3.10: Préparation des échantillons

b- Sandwich plat

a- Stratifiés



c- Structures avec courbure

Figure 3.11: Les différents types d'échantillon conditionnés

3.4.4 Mesure de l'absorption d'humidité

La norme ASTM D5229/D5229M propose une démarche complète pour déterminer la cinétique d'absorption d'eau d'un matériau composite selon la loi de Fick. Cette méthode consiste à mesurer

le gain de poids en fonction du temps de vieillissement dans le but de déterminer les deux paramètres caractéristiques de la loi de diffusion de Fick :

- Le coefficient de diffusion D en mm^2 /s;

- La quantité d'eau retenue à la saturation M_m en %.

Le coefficient de diffusion (D_a) et le taux de l'humidité à la saturation (M_m) peuvent être déterminés à partir de la courbe d'évolution de la quantité d'eau absorbée M en fonction de la racine carrée du temps ($\sqrt{t}$). Le coefficient de diffusion D peut alors être déterminé à l'aide de la formule suivante :

$$D = \pi \left(\frac{h}{4M_m}\right)^2 \times \left(\frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}}\right)^2 \qquad (3.6)$$

où :

- M_m est le taux d'humidité dans le matériau lorsqu'il est complètement saturé;
- h est l'épaisseur de l'échantillon;
- $\left(\frac{M_2 - M_1}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}}\right)$est la pente de la portion linéaire de la courbe d'absorption d'humidité.

Pour suivre l'évolution de la masse au cours du vieillissement, les échantillons ont été prélevés à des intervalles de temps réguliers, essuyés pour enlever l'humidité de surface et ensuite pesés. Le taux d'humidité absorbée par les échantillons (M_t) est calculé par la formule suivante :

$$M_t(\%) = 100 \times \left(\frac{m_t - m_i}{m_i}\right) \qquad (3.7)$$

où :

- m_i est le poids de l'échantillon sec (avant immersion);
- m_t est le poids de l'échantillon au temps t.

Durant le conditionnement, les échantillons ne doivent pas quitter la source d'eau ou d'humidité pour plus de 30 minutes consécutives.

Pour suivre l'évolution de la masse au cours du vieillissement, des échantillons témoins de section carrée de dimensions 25,4 x 25,4 mm ont été utilisés (voir figure 3.12). Pour chaque configuration, la valeur de M est obtenue par la moyenne des résultats d'absorption de neuf échantillons témoins soumis au même vieillissement. Six configurations différentes ont été conditionnées à deux

températures (T ambiante et 40°C), ce qui fait un total de 108 échantillons-témoins. Pour que les essais se rapprochent de la réalité, seul le côté lisse de l'échantillon a été exposé à l'eau, comme expliqué par la figure 3.10.

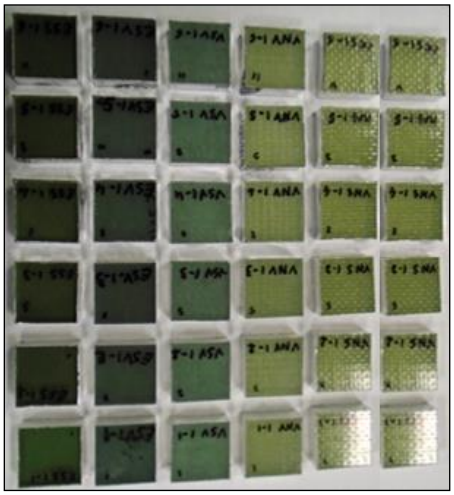


Figure 3.12: Échantillons témoins pour mesurer l'absorption (1 x1 po)

Les différents types d'échantillon conditionnés dans les deux bains de vieillissement sont présentés à la figure 3.13.

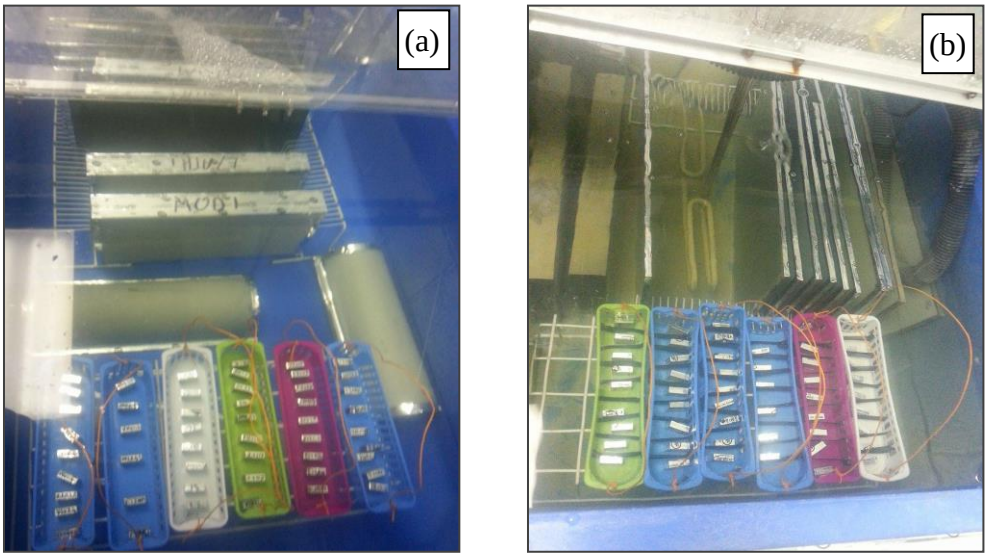


Figure 3.13: Bains de vieillissement : (a) à température ambiante (*T. amb*); (b) vieillissement accéléré à *T*=40°C

3.5 Essais mécaniques

Des échantillons prélevés à des intervalles de temps réguliers au cours du vieillissement ont été testés afin d'observer l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques. Des échantillons non vieillis ont été testés de la même façon que les échantillons vieillis dans le but de caractériser les propriétés initiales du matériau. Les résultats obtenus ont été considérés comme les propriétés de référence du matériau.

3.5.1 Tests statiques

Des tests de traction et de compression ont été effectués sur les stratifiés étudiés afin de déterminer leurs propriétés mécaniques. De plus, des échantillons de l'époxy chargé d'ATH ont été testés en flexion trois points. Tous les essais statiques ont été réalisés sur une machine universelle équipée d'une cellule de charge de capacité 100 kN.

3.5.1.1 Traction

L'essai de traction permet de déterminer le module de rigidité et la résistance ultime en traction. Les essais ont été effectués selon la norme ASTM D3039M. Les spécimens mesurent 250 mm de long, 25 mm de large et 4 mm d'épaisseur. Les essais ont été effectués avec une vitesse de déplacement de 2 mm/min. De plus, les échantillons ont été munis, à chaque extrémité, de talons de toile abrasive mesurant 50 mm de longueur.

Les déformations longitudinales ont été mesurées à l'aide d'un extensomètre ayant un entraxe nominal de 50 mm. Cet appareil est montré à la figure 3.14.

Figure 3.14: Mesure des déformations longitudinales par un extensomètre

3.5.1.2 Compression

Afin d'étudier les propriétés mécaniques de la peau, des tests de compression ont été effectués selon la norme ASTM D695, qui a été modifiée par Boeing. Pour éviter le flambage de l'échantillon, le dispositif d'essais présenté à la figure 3.15 a été utilisé. De plus, des talons ont été installés sur les échantillons dans le but de diminuer la contrainte aux appuis en répartissant la force sur une surface plus importante. Cette mesure est nécessaire afin de pouvoir atteindre la rupture du composite sans que les bouts ne soient écrasés. La figure 3.16 représente les dimensions de l'éprouvette imposées par la norme ASTM D695 modifié par Boeing.

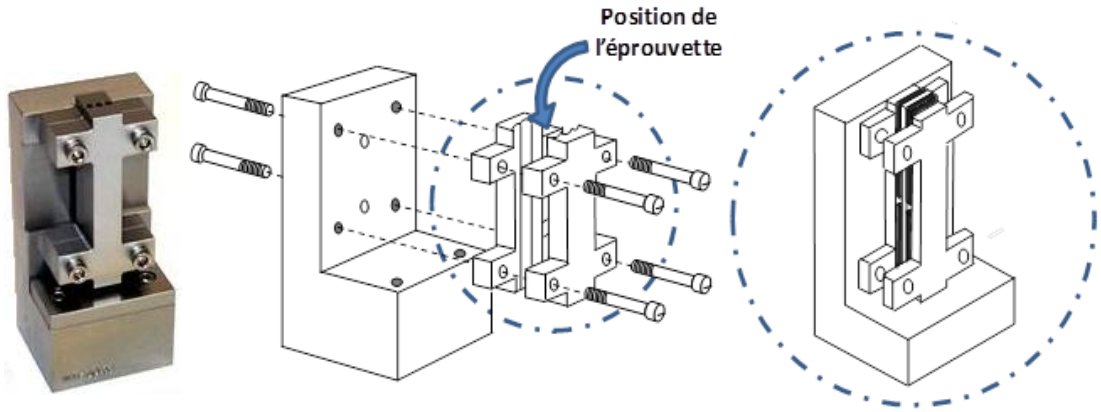


Figure 3.15: Montage type ASTM D 695 modifié par Boeing

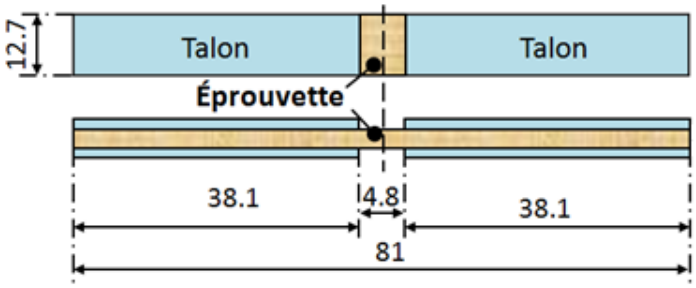


Figure 3.16: Dimensions des éprouvettes de compression, selon la norme ASTM D695 Boeing modifié

3.5.1.3 Flexion

Les paramètres dimensionnels expérimentaux des échantillons ont été inspirés de la norme ASTM D790. Pour réussir l'essais de flexion, certains critères doivent être respectés comme une parfaite perpendicularité entre l'éprouvette et le plan de la charge et une distance entre les appuis choisie

en tenant compte du mode de rupture désiré et des limites géométriques imposées par le montage expérimental.

La résistance en flexion trois points a été déterminée par la formule suivante, donnée par la théorie des poutres :

$$\sigma_{Fu} = \frac{3P_{max}L}{2bh^2} \qquad (3.8)$$

où :

P_{max} : la charge maximale enregistrée;

L : la longueur entre les appuis;

b : la largeur de l'éprouvette;

h : l'épaisseur de l'éprouvette.

La déformation a été calculée par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{Fu} = \frac{6\delta h}{L^2} \qquad (3.9)$$

où δ est le déplacement.

Finalement, le module longitudinal de flexion a été déterminé par l'équation suivante :

$$E = \frac{mL^3}{4bh^3} \qquad (3.10)$$

où m est la pente de la portion linéaire de la courbe charge-déplacement.

3.5.2 Test d'impact à basse vitesse

Les essais d'impact à basse vitesse ont été effectués sur les sandwichs et les structures courbées. Ces tests ont été réalisés à l'aide d'un tour d'impact, appelé aussi machine d'impact à masse tombante instrumenté, présenté à figure 3.17. Cette machine est équipée d'une cellule de charge fixée à la masse tombante qui permet d'enregistrer la charge pendant l'événement d'impact. Un impacteur hémisphérique de 1 pouce de diamètre a été utilisé pour tous les tests.

Durant le test d'impact, un système de fixation, où l'échantillon est encastré à ses quatre bords, a été utilisé. Ce système est formé de deux plaques rigides, centrées par rapport au point d'impact et

permettant le serrage de l'échantillon sans toutefois l'écraser. Les deux plaques sont munies de deux fenêtres circulaires de 76,2 mm de diamètre, tel que présenté à la figure 3.18. Pour chaque configuration, cinq échantillons de dimensions 4 pouces x 4 pouces ont été testés.

Figure 3.17: Tour d'impact Dynatup 8250

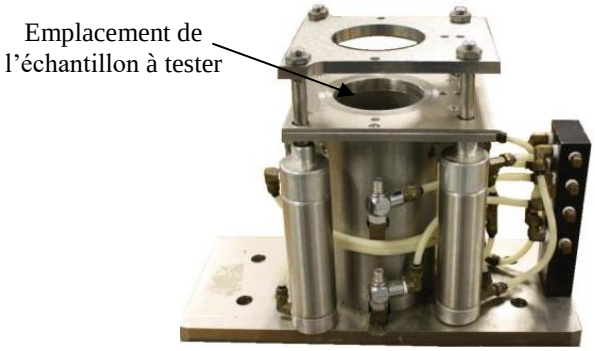


Figure 3.18: Montage de fixation des échantillons

CHAPITRE 4 EFFETS DU TRIHYDRATE D'ALUMINE SUR LES CARACTÉRISTIQUES DE LA COULÉE

Les époxydes sont l'une des classes les plus importantes de polymères thermodurcissables et sont largement utilisés dans les applications d'ingénierie structurelle en raison de leurs propriétés. L'un des avantages pratiques des résines époxy est qu'elles adhèrent bien à une surface métallique, ce qui est avantageux par rapport à l'application industrielle prévue pour notre structure sandwich. Cependant, la réaction de durcissement exothermique des résines époxydes pose un problème technique, car une grande quantité de chaleur peut être libérée pendant le durcissement. Ceci peut provoquer des microfissures dans la matrice, causées par l'augmentation substantielle de la température à l'intérieur du matériau. Le problème du dégagement de chaleur devient plus compliqué dans la fabrication des pièces composites épaisses. Une solution possible pour atténuer ce problème consiste à ajouter des charges inorganiques [80].

Le trihydrate d'alumine (ATH) a été choisi comme charge car il est compatible avec les époxy, facile à manipuler et relativement non toxique [81]. L'ATH est une charge ignifugeante, qui est utilisée pour augmenter la résistance au feu des matériaux polymère. En effet, plusieurs études approfondies [82-87] ont été menées sur la résistance au feu des polymère chargés d'ATH, qui augmente avec le taux d'ATH dans le polymère. Ces études ont traité l'effet de l'ATH sur le temps d'allumage, le taux de dégagement de chaleur et la production de fumée et de gaz toxique. Les effets des charges d'ATH sur la performance mécanique des composites à matrice polymère ont également été étudiés par plusieurs chercheurs [88-91]. Outre les aspects largement discutés dans la littérature, il convient de noter que l'ajout de charge aux résines thermodurcissables telle que l'époxy affecte considérablement leurs propriétés rhéologiques et leur cinétique de durcissement. Ces propriétés particulières semblent être négligées dans la littérature malgré leur importance pour la fabrication.

Dans ce chapitre, on vise à étudier l'effet de la taille des particules et de la fraction massique des charges d'ATH sur la rhéologie, la cinétique de durcissement et les propriétés mécaniques d'une résine époxy destinée à être utilisée comme coulée pour l'extension de l'avant-directrice. À cette fin, cinq tailles différentes de particules d'ATH ont été utilisées, soit 2, 4, 6, 8 et 12 µm. Pour chaque taille, des échantillons avec des fractions massiques allant de 10 à 60% ont été fabriqués. Il est important de noter qu'au-delà de 60% d'ATH, nous avons rencontré des difficultés au niveau

de manipulation du mélange à cause de l'augmentation importante de la viscosité. Cette étude sur l'effet de la taille et le taux d'ATH a été effectuée pour mieux comprendre l'influence des charges sur le comportement de la résine époxy et ses propriétés, et pouvoir ainsi choisir la taille des particules et le taux d'ATH les mieux adaptés à notre application industrielle.

4.1 Effets des particules d'ATH sur la cinétique de polymérisation

Pour les polymères thermodurcissables, le temps de polymérisation et la température maximale (T_{max}) font partie des caractéristiques cinétiques de durcissement. Cependant, ces paramètres ne sont pas des propriétés intrinsèques d'une résine chargée car elles dépendent de la quantité du matériau réactif, de l'épaisseur de la pièce et aux conditions aux limites expérimentales. Dans cette étude, les conditions aux limites sont maintenues constantes et, par conséquent, le pic exothermique peut révéler les effets de la charge d'ATH sur la cinétique de durcissement du mélange.

Durant la polymérisation des échantillons moulés sous forme des blocs de dimension 125×125×50mm (volume de 780 ml), des mesures de température ont été effectuées à l'aide d'un thermocouple de type K, qui a permis de tracer les courbes d'évolution de la température en fonction du temps de durcissement. Le thermocouple a été placé à la mi- épaisseur du centre de la coulée, où la température la plus élevée peut-être mesurée en raison de l'insuffisance de dégagement de chaleur de la réaction. La figure 4.1 illustre une courbe typique d'évolution de la température en fonction du temps lors de la polymérisation de la résine époxy chargée d'ATH. Le temps de polymérisation (t_p) est défini comme l'intervalle de temps entre l'ajout du durcisseur et la température maximale mesurée au cours du durcissement (T_{max}).

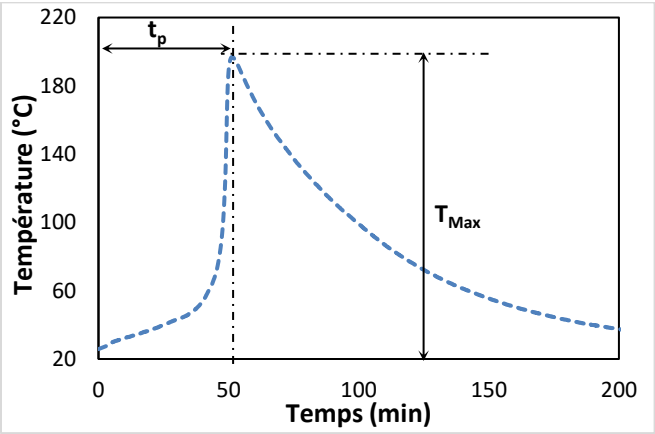


Figure 4.1: Courbe typique de l'évolution de la température au cours de polymérisation d'un échantillon d'époxy chargé de 10% d'ATH

4.1.1 Pic exothermique

La figure 4.2 présente les courbes d'évolution de la température maximale mesurée au cours du durcissement en fonction de la fraction massique du trihydrate d'alumine (ATH) pour différentes tailles de particules. Il est clair que, quelle que soit la taille des particules, l'ajout des charges d'ATH a une grande influence sur la température maximale qui diminue beaucoup avec l'augmentation de la fraction massique d'ATH. Par exemple, pour le cas des particules de 8 µm de diamètre, la température maximale mesurée au cours du durcissement est d'environ 185, 145 et 102°C respectivement pour 20, 40 et 60% en poids d'ATH, alors qu'elle était 219 °C pour la résine époxy non chargée. Il y a deux explications à ces résultats expérimentaux. Premièrement, plus le taux volumique de la résine dans la coulée est faible, moins la quantité de chaleur dégagée pendant la réaction de durcissement est importante. Deuxièmement, les particules d'ATH agissent comme un puits de chaleur et améliorent la conductivité thermique du mélange polymère. Ceci permet un dégagement de la chaleur exothermique émise pendant la polymérisation. À cet égard, Shi et al. [13] ont mesuré les conductivités thermiques des composites à matrice en époxy contenant différentes fractions volumiques de charge d'ATH (10-60 vol%). Ces mesures réalisées selon la norme ASTM D5470 ont démontré que la conductivité thermique du mélange ATH / Époxy augmente d'une manière significative avec le taux d'ATH.

De plus, nous pouvons remarquer d'après les courbes présentées à la figure 4.2 que la taille des particules a un effet non négligeable sur le pic exothermique. En effet, pour une même fraction massique d'ATH, les particules de plus petite taille sont plus efficaces pour abaisser le pic de température exothermique car elles présentent une plus grande surface pour le transfert de chaleur aux particules. Si on suppose que les particules sont de forme sphérique ou prismatique, un calcul élémentaire peut montrer que pour une même fraction de poids, les particules de 2 µm de diamètre offrent une surface six fois plus grande que celle obtenue avec des particules de 12 µm de diamètre. L'effet de la taille des particules devient de plus en plus important avec l'augmentation du taux d'ATH. En effet, pour 10% d'ATH, le passage de 12 à 2 µm diminue la température maximale d'environ 6%, alors que pour 60% d'ATH, la diminution est d'environ 38%.

Il convient de préciser que pour l'applications réelle, qui est la fabrication d'une extension de l'avant-directrice d'une turbine hydroélectrique, la chaleur générée par la réaction exothermique de la coulée d'époxy atteindra la coque de l'extension par conduction. Une déformation hors plan

peut être induite si la température de la coque en composite s'approche de sa température de transition vitreuse, ce qui peut affecter le profil de la structure.

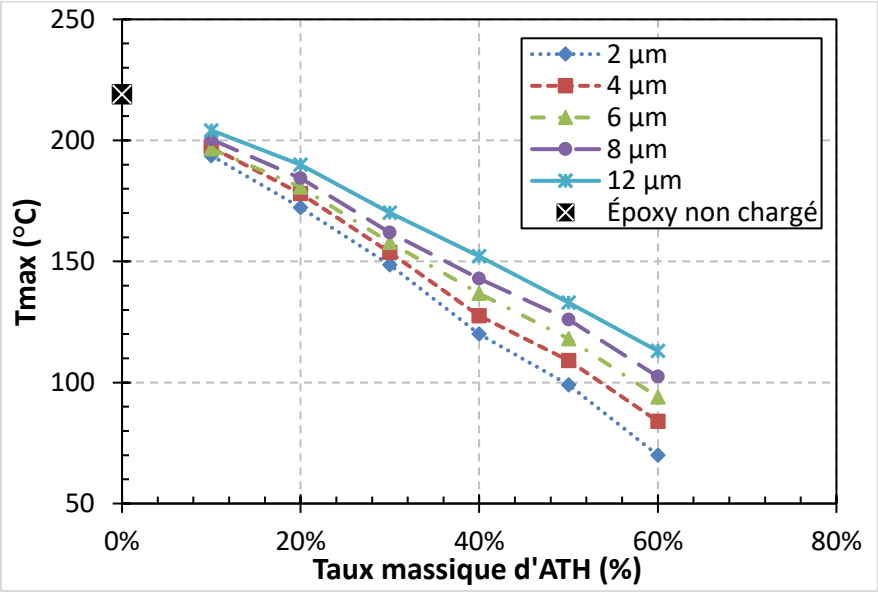


Figure 4.2: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur le pic exothermique

4.1.2 Temps de polymérisation

La figure 4.3 présente les courbes d'évolution du temps de polymérisation en fonction de la fraction massique d'ATH pour différentes tailles de particules qui varient de 2 à 12 µm. Ces courbes montrent que le taux et la taille des particules ont un effet significatif sur le temps d'occurrence du pic exothermique. En effet l'ajout des particules d'ATH à la résine époxy prolonge le temps de polymérisation du mélange par rapport à celui de la résine époxy non chargée. Plus la fraction d'ATH est grande, plus la réaction est retardée. Par exemple, pour le cas des particules de 8 µm de diamètre, l'ajout de 10% d'ATH prolonge le temps de polymérisation de 5 minutes alors que l'ajout de 60% d'ATH le prolonge d'environ 42 minutes (le temps de polymérisation de l'époxy non chargé est de 49 minutes). Ceci peut être dû à l'effet de l'ATH sur la température au cours de polymérisation. En effet, plus la température de la coulée est élevée, plus la durée de la transformation chimique est courte et par conséquent, plus la réaction est accélérée. La température et la concentration des réactifs sont des facteurs cinétiques, c'est-à-dire des paramètres permettant d'influencer la vitesse d'une transformation chimique.

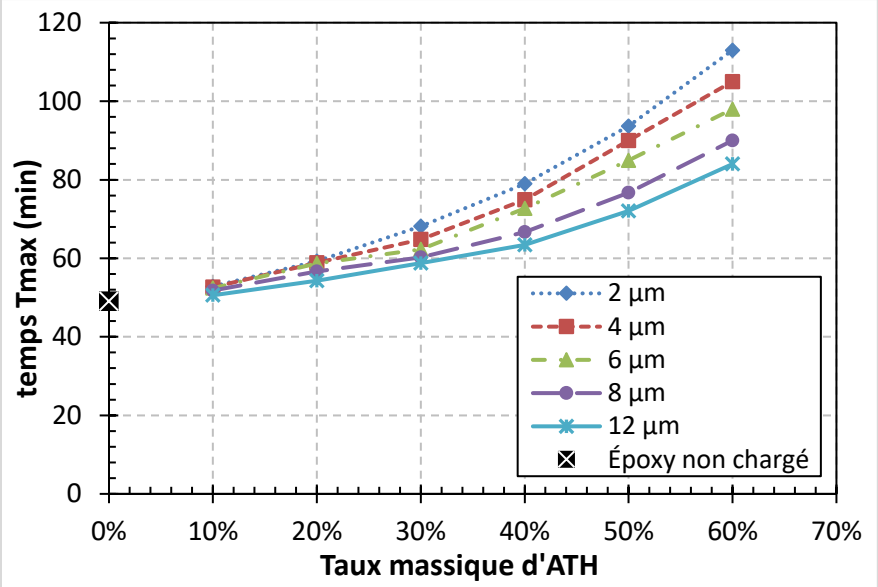


Figure 4.3: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur le temps de polymérisation

De plus, d'après les courbes présentées à la figure 4.3, nous remarquons que l'effet de la taille des particules est négligeable pour les faibles fractions d'ATH (inférieure à 20%), mais il devient plus prononcé avec l'augmentation du taux d'ATH. Nous pouvons aussi remarquer que, pour une même fraction massique de charge, les particules d'ATH de plus petite taille sont plus efficaces pour ralentir la réaction de polymérisation.

4.2 Effets des particules d'ATH sur le taux de retrait

Cette partie a pour objectif de révéler l'effet des particulaires d'ATH ajoutées à la résine époxy sur le retrait de polymérisation de la coulée. Les courbes d'évolution du retrait en fonction de la fraction massique d'ATH pour différentes tailles de particule sont présentées à la figure 4.4.

Les résultats ont montré que la résine époxy non chargée a la valeur de retrait la plus élevée et que plus la fraction massique d'ATH ajoutée à l'époxy est élevée plus le retrait de polymérisation diminue, quel que soit la taille des particules. Cette diminution est due à l'incorporation des particules de charge dans la résine qui a réduit la fraction de monomères rétractables, conduisant ainsi à une diminution du retrait de polymérisation. Nous pouvons également remarquer que la diminution du retrait dépend linéairement de la quantité de charge, comme le montre les courbes de la figure 4.4. Nos résultats sont en accord avec l'étude de Halvorson et al. [92], qui ont constaté

que le degré de conversion diminue progressivement avec l'augmentation de la quantité de la charge de remplissage, car la mobilité des monomères de résine a été limitée en raison de l'existence des particules de charges, réduisant ainsi le retrait.

Une autre remarque peut être tirée de la comparaison des courbes présentées à la figure 4.4, est que, pour la même fraction d'ATH, le pourcentage du retrait augmente avec l'augmentation de la taille des particules. Ceci peut être expliqué par l'effet de la taille des particules sur la mobilité des monomères ainsi que leur effet sur le pic exothermique lors de la polymérisation. En effet, des études antérieures ont montré que la contrainte de retrait de polymérisation augmente avec la température. Les résultats appuient l'idée que le contenu des charges est l'un des facteurs importants influençant les propriétés physiques des composites.

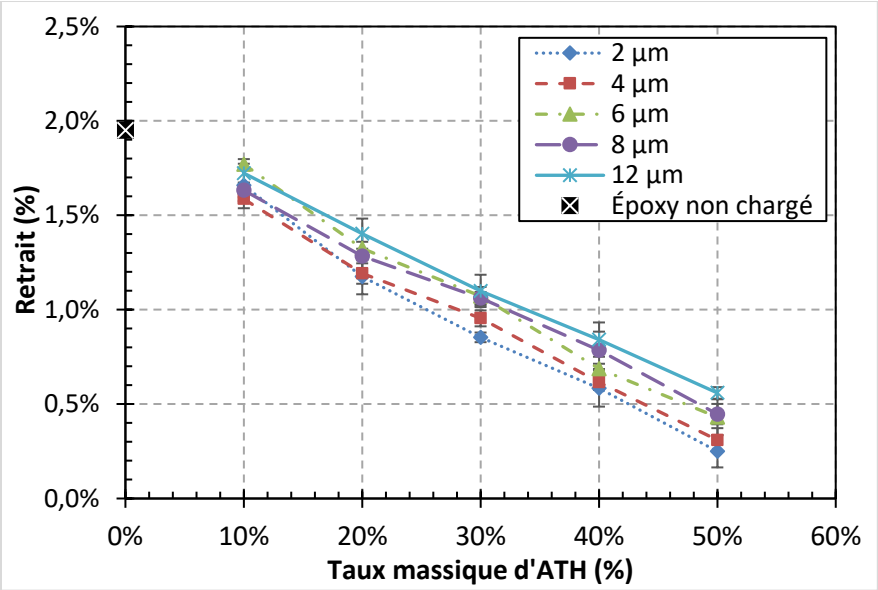


Figure 4.4: Courbes d'évolution du retrait en fonction de la fraction massique d'ATH pour différentes tailles de particules

4.3 Effets des particules d'ATH sur la viscosité du mélange

Les mesures de viscosité ont été effectués dans le but d'élucider l'effet de la fraction massique d'ATH et de la taille des particules sur le comportement rhéologique des mélanges. Cette propriété joue un rôle primordial dans la fabrication car elle permet d'évaluer l'aptitude d'un matériau à un procédé de fabrication. Les mesures de viscosité ont été effectuées à température ambiante à l'aide d'un viscosimètre Brookfield®, modèle DV2T. Il est important de mentionner que pour les

particules de taille 2, 4 et 6 µm, on a rencontré des difficultés au niveau de la manipulation des mélanges ayant une fraction massique d'ATH supérieure à 50%, à cause de l'augmentation importante de la viscosité qui a dépassé même la limite de notre viscosimètre (36000 cP). La figure 4.5 présente les courbes d'évolution de la viscosité du mélange en fonction de la fraction massique d'ATH pour différentes tailles de particules. Ces résultats révèlent clairement que la viscosité est significativement affectée par la fraction massique d'ATH. La viscosité mesurée de la résine époxy non chargée est proche de 200 cP. La viscosité du mélange augmente exponentiellement lorsque la fraction massique de la charge augmente, en particulier à une fraction supérieure à 30%. Par exemple, dans le cas des particules de 12 µm de diamètre, la viscosité du mélange passe de 1,1 à 10 fois plus élevée que celle de la résine époxy non chargée lorsque la fraction d'ATH passe de 10 à 50%. Cet effet devient de plus en plus remarquable avec la diminution de la taille des particules. En effet, pour une taille de particule de 2 µm, la viscosité du mélange passe de 1,3 à 80 fois plus élevée que celle de la résine époxy non chargée lorsque la fraction massique d'ATH augmente de 10 à 50%.

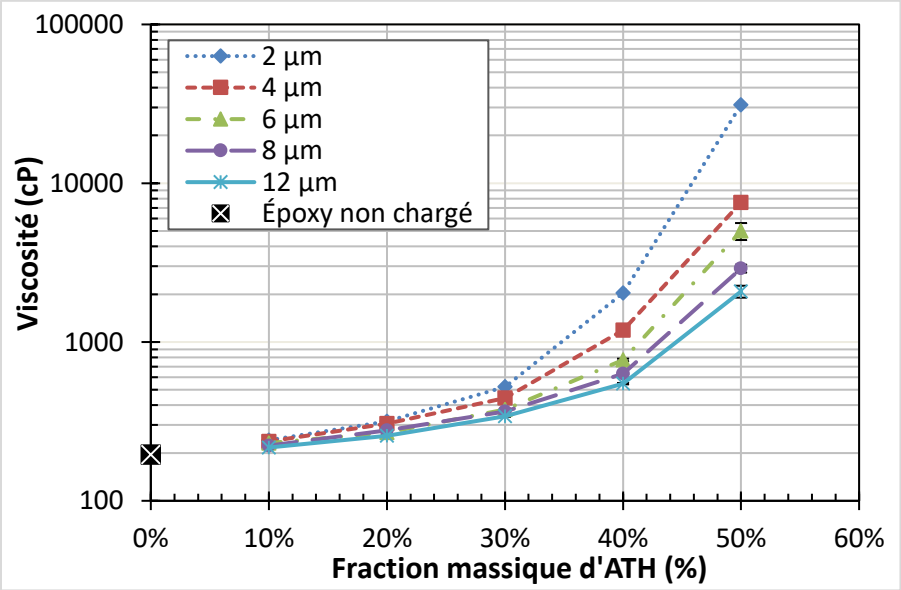


Figure 4.5: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur la viscosité du mélange ATH/époxy

La littérature contient de nombreuses relations théoriques et semi-empiriques pour estimer la viscosité dynamique d'une suspension en fonction de la viscosité dynamique du fluide qui est la

résine dans notre cas et de la fraction volumique en espèces solides (la charge). La première équation qui a été établie était la relation d'Einstein qui s'écrit comme suit :

$$\mu_{\text{Eistein}} = \mu_0 . \left(1 + \frac{5}{2} \emptyset_s\right) \tag{4.1}$$

où :

μ : Viscosité dynamique du mélange;

μ_0 : Viscosité dynamique du fluide;

$\emptyset_s$: Fraction volumique en espèces solides.

Cependant, l'équation d'Einstein est valable uniquement dans le cas d'une suspension à faible fraction volumique en espèces solides ($\emptyset_s \leq 0{,}02$). Pour le cas des suspensions avec des fractions volumiques de solide plus élevée, d'autres relations fondées en partie sur la relation d'Einstein ont été développées. Dans ces équations, la viscosité de la suspension ne dépend pas seulement de la viscosité du fluide (μ_0) et de la fraction volumique du solide ($\emptyset_s$) mais dépend également de la fraction volumique maximale du solide, représentée par l'empilement compact maximal ou la limite de fluidité ($\emptyset_{max}$). Dans cette étude, trois relations, très fréquemment utilisées dans le domaine des suspensions, ont été retenues :

- Modèle Mooney [93] : $\mu_{Mooney} = \mu_0 . exp\left[\frac{\frac{5}{2}\emptyset_s}{\left(1-\frac{\emptyset_s}{\emptyset_{max}}\right)}\right]$ (4.2)
- Modèle Quemada [94] : $\mu_{Quemada.} = \mu_0 . \left[1 - \frac{\emptyset_s}{\emptyset_{max}}\right]^{-2}$ (4.3)
- Modèle Krieger-Dougherty [95] : $\mu_{k.D.} = \mu_0 . \left[1 - \frac{\emptyset_s}{\emptyset_{max}}\right]^{-\frac{5}{2}\emptyset_{max}}$ (4.4)

Les valeurs de $\emptyset_{max}$ ont été estimées à partir des courbes d'évolution du retrait en fonction de la fraction volumique d'ATH pour différentes tailles de particule, présentées à la figure 4.4. Nous avons supposé que, si nous prolongeons la courbe d'évolution du retrait en fonction de la fraction massique d'ATH jusqu'à l'axe des abscisses, le point d'intersection représente la valeur de la fraction massique maximale d'ATH qui peut être ajoutée à la résine époxy. Autrement dit, la fraction maximale est celle à laquelle le retrait s'annule. Les valeurs de $\emptyset_{max}$ pour différentes tailles de particules sont regroupées dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1: Valeurs des capacités maximales $Ø_{max}$ pour différentes tailles des particules

Taille des particules d'ATH	**2 µm**	**4 µm**	**6 µm**	**8 µm**	**12 µm**
Fraction massique maximale (%) (Déterminées à partir des courbes de retrait)	57	60	62	64	68
Fraction volumique maximale, $Ø_{max}$ (%)	38	41	43	45	50

Les valeurs expérimentales de viscosité des mélanges ATH/époxy ont été comparés aux viscosités calculées par les trois modèles (Quemada, Krieger-Dougherty et Mooney) à la figure 4.6. Nous pouvons remarquer que le modèle de Quemada surestime la viscosité pour les fractions massiques de charge qui sont inférieures à 40%. Mais au-delà de ce pourcentage, il donne des valeurs inférieures aux viscosités mesurées. Le modèle de Krieger-Dougherty, quant à lui, conduit à des valeurs théoriques de la viscosité en bon accord avec les valeurs expérimentales pour les faibles fractions massiques (≤ 20%), mais à partir de 30% d'ATH, les valeurs calculées par ce modèle sont largement inférieures aux viscosités mesurées.

Finalement, nous pouvons remarquer que les courbes d'évolution de la viscosité calculée par le modèle de Mooney semblent très proches des points obtenus par la méthode expérimentale, ce qui nous mène à conclure que pour la plage de fraction massique étudiée, le modèle de Mooney fournit une estimation relativement précise de la viscosité.

Il est important de mentionner que, lors de la fabrication de l'extension, la viscosité de la coulée est un paramètre très important pour le débullage du mélange et par conséquent, éviter la création des bulles d'air dans le matériau. Notons que la fraction volumique de la porosité, la taille et la distribution des bulles d'air dans la coulée jouent un rôle primordial dans le contrôle des propriétés mécaniques du matériau. En général, la porosité résulte de trois causes : (a) le piégeage de gaz pendant le mélange, (b) le dégagement d'hydrogène et (c) le retrait pendant la solidification. Ce type de défaut ne peut pas être complètement évité pendant le processus de coulée mais il doit être réduit au minimum. La viscosité du mélange est un paramètre très important pour éviter le piégeage de gaz pendant le mélange et la préparation de la coulée. En effet, plus la coulée est liquide, plus elle se débulle facilement, car les bulles remontent plus vite à la surface avant la polymérisation. À l'inverse, une coulée possédant une plus grande viscosité laissera difficilement les bulles d'air s'échapper.

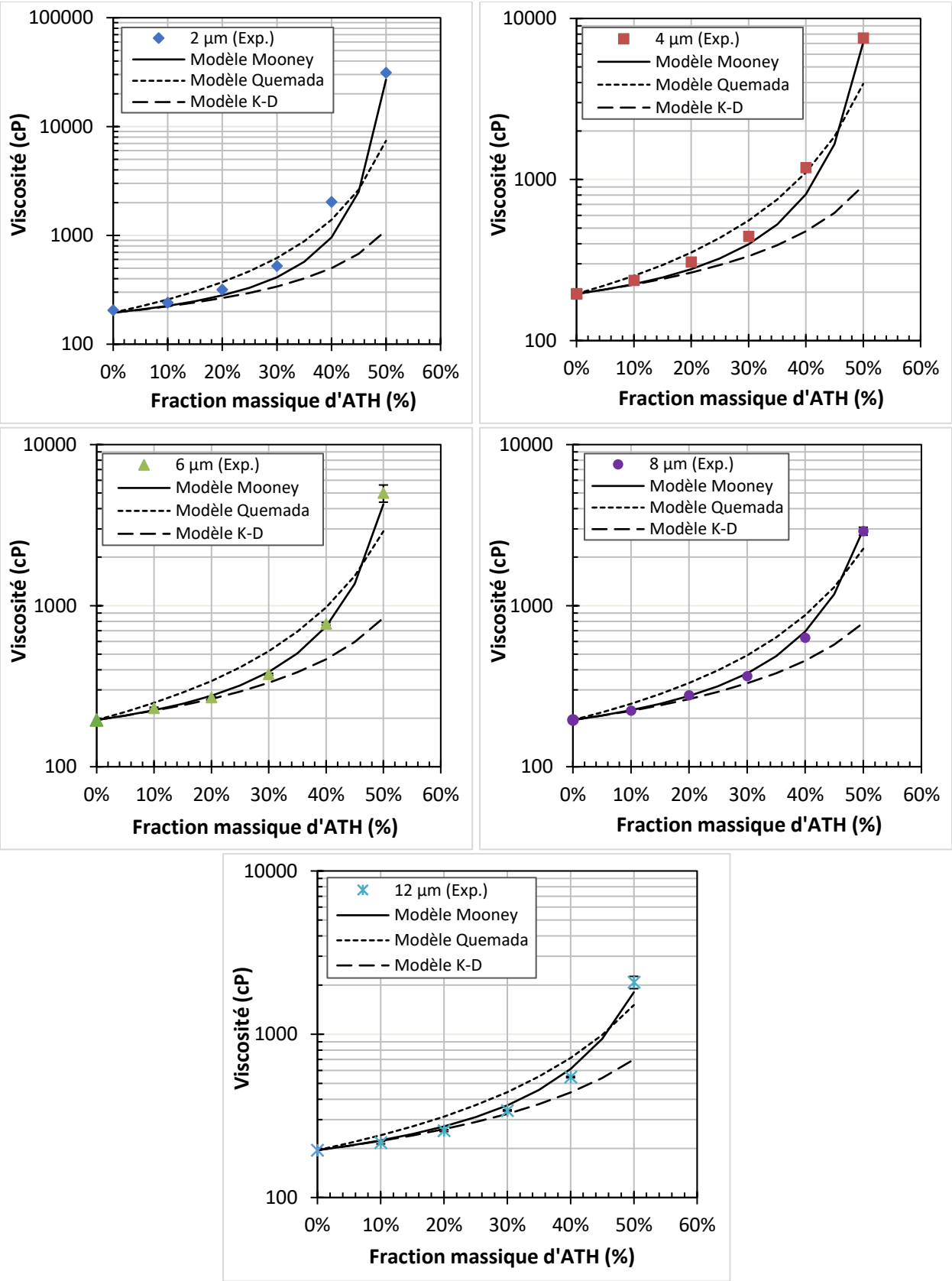


Figure 4.6: Comparaison entre la viscosité mesurée et celles calculées avec divers modèles

4.4 Effets des particules d'ATH sur les propriétés en flexion

Les composites à matrice époxy chargée de particules d'ATH sont des systèmes multiphases, dans lesquels l'interface particule/matrice est l'un des importants paramètres qui contrôlent les performances mécaniques. Une bonne adhérence est nécessaire pour un transfert de charge efficace. Afin d'étudier l'effet de la fraction et de la taille des particules d'ATH sur les propriétés mécaniques des composites étudiés, des éprouvettes ont été testées en flexion trois points, conformément à la norme ASTM D790. La figure 4.7 représente les courbes typiques contrainte-déformation telles qu'elles sont enregistrées pendant les essais de flexion pour des échantillons ayant des différentes fractions massiques d'ATH dans le cas des particules de 8 µm de diamètre.

Nous pouvons remarquer que l'ajout des particules d'ATH a transformé le comportement de l'époxy, qui est essentiellement ductile, en un matériau fragile avec une augmentation significative du module d'élasticité et une diminution importante de la capacité de déformation. Ces effets sont accentués par l'augmentation de la fraction massique d'ATH. Il est à noter aussi que, dans le cas des particules de 8 µm de diamètre, les échantillons ayant des fractions massique inferieures à 20% ont eu une légère déformation plastique avant la rupture, alors qu'en augmentant la fraction massique d'ATH, les courbes présentent un comportement élastique assez linéaire avant la rupture fragile (c'est-à-dire sans l'apparition d'une déformation plastique) comme le montre la figure 4.7.

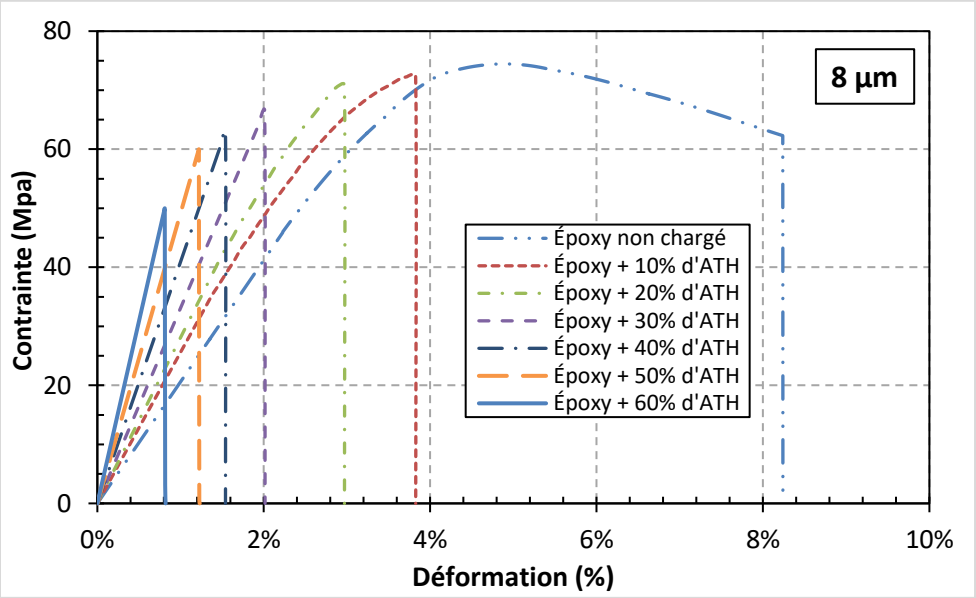


Figure 4.7: Courbes contrainte-déformation enregistrées lors des essais de flexion pour des échantillons d'époxy chargés par différentes fractions massiques d'ATH de diamètre 8 µm

Les figures 4.8, 4.9 et 4.10 montrent l'effet de la fraction et de la taille des charges ATH respectivement sur le module d'élasticité, la résistance en flexion et la déformation maximale des composites étudiés. Il faut préciser que chaque point présenté dans ces figures représente la moyenne des résultats de cinq échantillons.

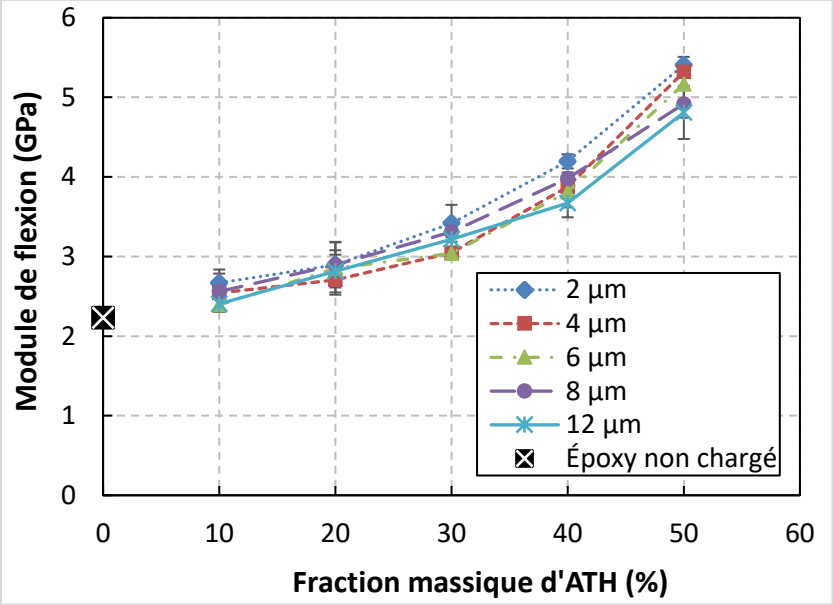


Figure 4.8: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur le module en flexion

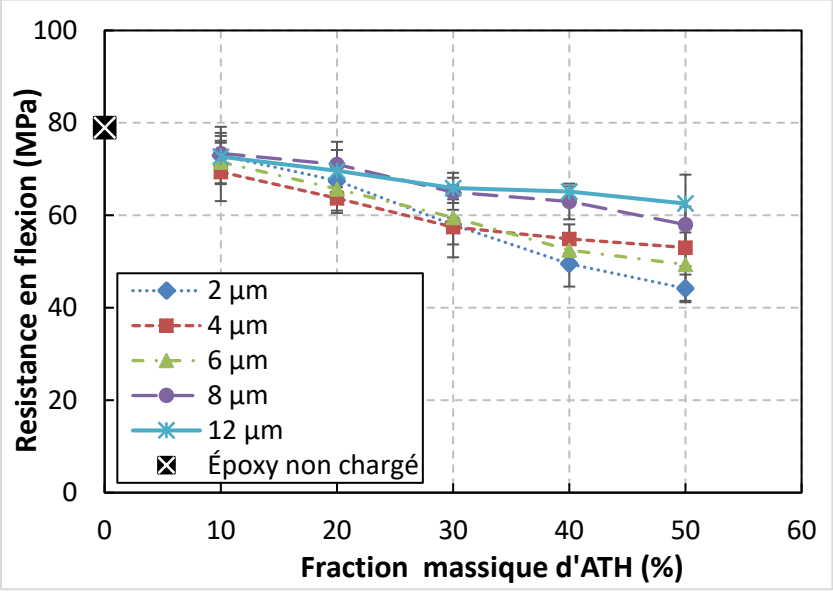


Figure 4.9: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur la résistance en flexion trois points

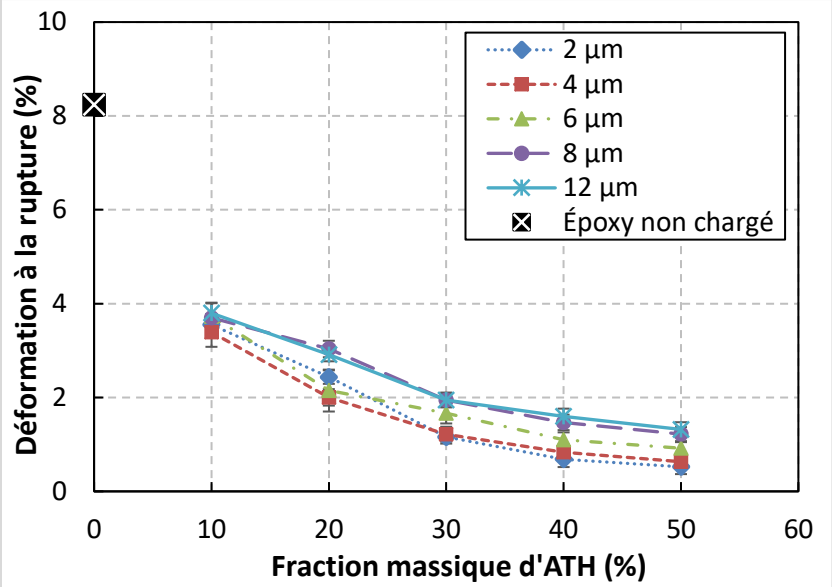


Figure 4.10: Effet de la fraction massique et de la taille des particules d'ATH sur la déformation à la rupture

De manière générale, l'incorporation de particules d'ATH dans la matrice époxy conduit à une augmentation du module de flexion. En effet, le module qui était 2,2 GPa pour l'époxy non chargé a augmenté à 2,7 GPa en ajoutant 10% en poids d'ATH de taille 2 µm et à 5,5 GPa lorsque la fraction d'ATH est de 50% en poids. Pour des particules de taille 12 µm, l'ajout de 10 et 50% en poids augmente le module respectivement à 2,4 et 4,7 GPa. La comparaison entre les courbes de l'évolution du module en fonction de la fraction massique pour différentes tailles de particules (figure 4.8) amène à conclure que la taille des particules a un effet non négligeable sur le module qui augmente avec la diminution de la taille des particules. En effet, pour la même fraction massique, les échantillons chargés par des particules de 2 µm de diamètre ont le module le plus élevé. D'un point de vue mécanique, ces résultats peuvent être expliqués par le fait d'ajouter des particules rigides, en tant que phase dispersée, peut rigidifier la matrice polymère, conduisant à l'augmentation observée du module de flexion. Cet aspect a été étudié plus en détails par He et Jiang [96] en se fondant sur la théorie de la percolation. Selon cette théorie, une zone de la matrice autour de chaque particule rigide est affectée par une concentration de contrainte. Ces zones peuvent être couplées pour créer un réseau de percolation lorsque la distance entre les particules est suffisamment faible, ce qui peut augmenter le module élastique [97, 98]. Cependant, l'augmentation du module de flexion s'accompagne d'une diminution sensible des propriétés à la rupture (résistance en flexion et déformation à la rupture), comme le montre les figures 4.9 et 4.10.

Cette diminution des propriétés devient plus prononcée au fur et à mesure que le taux de la charge d'ATH augmente. La résistance ultime en flexion baisse d'environ 37% en passant d'un taux de charge de 10% à un taux de charge de 50% pour les particules de 2 µm de diamètre et de 15% pour les particules de 12 µm. La déformation à la rupture suit la même tendance que la résistance, c'est-à-dire qu'elle baisse avec le taux de charge. Pour la même fraction massique, les échantillons chargés avec des particules de 2 µm de diamètre ont la résistance et la déformation les plus faibles (voir figures 4.9 et 4.10). Une diminution de la déformation avec l'ajout des charges est attendu vu que les particules limitent la mobilité et la déformation de la matrice. Une des raisons possibles de la diminution des propriétés à la rupture pourrait être la création d'agglomérats d'ATH à l'intérieur de la matrice, créant des zones de concentration de contraintes nécessitant moins d'énergie pour initier ou propager une fissure. Ainsi, dans les composites avec des teneurs en ATH plus élevées, la formation de vides et de fissures dans la région de concentration de contraintes entraîne une rupture fragile prématurée à faible niveau de contrainte et d'allongement [8, 23, 99]. Plusieurs chercheurs ont proposé l'utilisation d'un agent de revêtement [100-102] ou un agent de couplage qui augmentent l'adhérence entre les particules et la matrice [23, 103, 104] afin de réduire le degré d'agglomération et améliorer ainsi la dispersion de la charge au sein de la matrice et donc limiter la diminution des propriétés à la rupture.

En général, la taille des particules et la concentration des charges sont des facteurs importants pour la détermination des propriétés des composites. L'effet de la fraction massique de la charge de remplissage est un facteur plus dominant que la taille des particules. Ces conclusions rejoignent celles de plusieurs études précédentes [23, 90, 105-107], qui ont traité l'effet d'ajout de divers types de charge aux matériaux plastique sur les propriétés mécaniques.

4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons examiné l'effet de la taille et de la concentration des charges de trihydrate d'alumine (ATH) sur les propriétés des composites à matrice époxy afin de choisir la fraction massique d'ATH et la taille des particules pour notre application industrielle. Les propriétés étudiées sont le pic exothermique, le temps de polymérisation, la viscosité, le retrait et les propriétés mécaniques en flexion trois points.

Les résultats obtenus montrent clairement que le pic exothermique et le temps de polymérisation du mélange sont fortement influencés par la taille des particules et la fraction massique des charges d'ATH. La polymérisation est retardée et la température maximale est réduite pendant le durcissement lorsque l'ATH est incorporé dans l'époxy. En augmentant la fraction massique de charge, les effets de l'ATH sur le temps de polymérisation et l'exotherme sont de plus en plus remarquables. De même, la taille des particules a un effet significatif sur la cinétique de cuisson des composites. Ceci peut être expliqué par une diminution de la granulométrie des particules. Leur surface spécifique devient alors plus importante, ce qui favorise le transfert de chaleur entre le polymère et les particules, et par conséquent, une plus grande quantité de chaleur produite à l'intérieur du composite sera libérée pendant la réaction de réticulation. Cela conduit à une réduction de la température interne des composites, ralentissant ainsi la vitesse de la réaction de polymérisation.

La quantité de charge incorporée et sa taille affectent directement la viscosité du mélange qui est une propriété primordiale dans la phase de fabrication de l'extension de l'avant-directrice parce que la viscosité du mélange est un paramètre très important pour éviter le piégeage de gaz pendant le mélange et la préparation de la coulée. Dans ce chapitre, nous avons montré que l'ajout d'ATH à la résine époxy augmente considérablement la viscosité du mélange. Plus la fraction massique de la charge est élevée, plus le mélange est visqueux. En ce qui concerne l'effet de la taille des particules, nous avons pu montrer que pour des fractions massiques inferieures à 20% l'effet de la taille est presque négligeable. Cependant, cet effet devient progressivement de plus en plus important avec l'augmentation de la fraction massique de charge. Ce qui rend plus clair que plus les particules sont petites, plus le mélange est visqueux. Les valeurs expérimentales de viscosité des mélanges ATH/époxy ont été comparées aux viscosités calculées par trois modèles d'estimation de la viscosité dynamique du mélange : Quemada, Krieger-Dougherty et Mooney. Cette comparaison a permis de conclure que le modèle de Mooney peut décrire avec précision l'évolution de la viscosité du mélange en fonction de la fraction massique d'ATH pour différentes tailles de particules.

Le comportement en flexion des échantillons époxy chargé d'ATH dépend de la fraction massique de charge de remplissage, de la taille des particules ainsi que la répartition des charges dans la matrice. Il est clair que l'ajout d'ATH à l'époxy rend le matériau plus rigide et moins résistant en flexion De plus, la résistance ultime en flexion et la déformation maximale diminuent avec

l'augmentation du taux d'ATH. Finalement, pour la même fraction massique d'ATH, la diminution de la taille des particules peut augmenter le module et diminuer la résistance ultime et la déformation à la rupture.

Cette étude a été faite dans le but d'estimer la quantité de charge et la taille des particules optimales pour l'âme de l'extension de l'avant-directrice. En comparant les différents résultats obtenus avec les exigences de l'application, nous avons été convaincus que la formulation la plus adéquate pour l'âme de notre structure sandwich est celle formée par la résine époxy chargée de 60 % en poids d'ATH de 8 µm de taille des particules. La prise de cette décision est motivée principalement par le besoin de réduire au maximum la température de l'exotherme, qui doit être à l'entour de 100 °C avec la viscosité la plus faible possible. Parmi toutes les formulations étudiées, seulement cinq formulations présentent une température à l'exotherme égale ou inférieure à 100 °C :

- Époxy + 50% d'ATH de taille 2 µm
- Époxy + 60% d'ATH de taille 2 µm
- Époxy + 60% d'ATH de taille 4 µm
- Époxy + 60% d'ATH de taille 6 µm
- Époxy + 60% d'ATH de taille 8 µm

Nous avons remarqué lors du mélange des échantillons que pour les particules de taille 2, 4 et 6 µm, au-delà de 50% d'ATH, la manipulation du mélange devient difficile à cause de l'augmentation importante de la viscosité qui a dépassé même la limite de notre viscosimètre. La viscosité de la résine époxy chargée de 50% en poids d'ATH de taille 2 µm est 31000 cP, alors que celle de l'époxy chargé de 60% en poids d'ATH de taille 8 µm est 22000 cP. Ceci rend cette dernière formulation plus adéquate pour notre application. Il est important de mentionner que les contraintes appliquées par l'eau sur l'avant-directrice sont faibles d'après les résultats des études effectuées par Alstom. Par conséquent, la résistance de l'époxy chargé de 60% en poids d'ATH est acceptable pour notre application.

CHAPITRE 5 ÉTUDES DU COMPORTEMENT AU CHOC DES STRUCTURES SANDWICH À DOUBLE ÂME

Ce chapitre se concentre sur la caractérisation expérimentale et la modélisation du comportement au choc d'un panneau sandwich multifonctionnel à double âme conçu pour la réhabilitation de turbines hydroélectriques. Le panneau sandwich étudié est constitué de deux peaux en époxy renforcé de fibre de verre NCF et d'une âme double, composée de deux couches d'époxy chargé de 60% de trihydrate d'alumine (ATH / époxy) séparées au centre par une mousse de polystyrène extrudé (XPS), comme présenté à la figure 5.1.

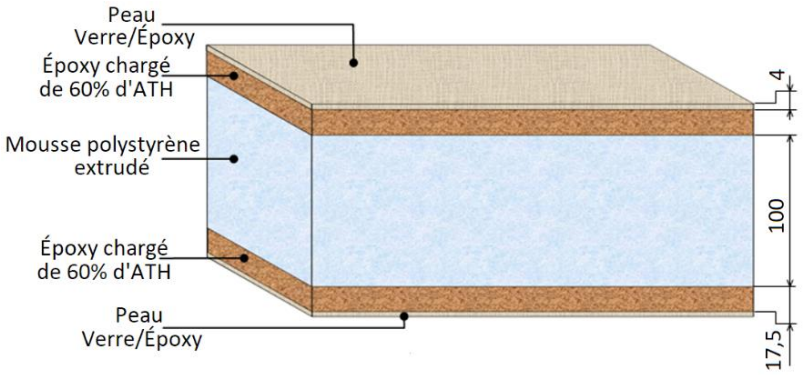


Figure 5.1: Schéma du panneau sandwich

Des essais d'impact à faible vitesse ont été effectués à différentes énergies d'impact pour tenir compte de la présence de débris dans le flux d'eau. En effet, l'impact des débris d'origine hydrique a été identifié comme la principale source de dommages pour les composants des turbines hydrauliques. Par conséquent, la compréhension de la réponse aux impacts des structures sandwich utilisées dans la fabrication de l'extension de l'avant-directrice de la turbine hydraulique est cruciale pour assurer la durée de vie de la turbine. La première partie de ce chapitre concerne les résultats des essais effectués dans le but de caractériser les propriétés mécaniques de la peau, de la résine époxy chargé d'ATH et de la mousse polystyrène extrudé. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous discutons les résultats expérimentaux des tests d'impact effectués sur la structure étudiée, à différentes énergies. Dans la dernière partie de ce chapitre, on présente les résultats obtenus par un modèle numérique 3D développé pour simuler les essais d'impact et en particulier la distribution d'énergie dans les constituants du sandwich. Il est important de mentionner que les résultats présentés dans ce chapitre font partie d'un article publié sous le titre « Experimental and

numerical investigation on the impact behavior of dual-core composite sandwich panels designed for hydraulic turbine applications » dans la revue scientifique « Composite Structures » [108] .

5.1 Caractéristiques des différents composants du sandwich

Dans cette partie, on présente les résultats des tests mécaniques effectués sur les différents constituants du sandwich étudié. Ces tests ont été réalisés pour deux raisons : d'abord pour déterminer les propriétés et le comportement de chaque constituant (peau verre/époxy, mousse polystyrène extrudé et époxy chargé d'ATH) et aussi pour utiliser ces résultats comme paramètres d'entrée initiaux du modèle numérique.

5.1.1 Mousse de polystyrène extrudé

La mousse de polystyrène extrudé (XPS) a été choisie en raison de sa bonne compatibilité avec la résine époxy, de ses excellentes caractéristiques d'absorption d'énergie et de sa grande durabilité [90]. Wang et al. [109] ont révélé que la mousse de polystyrène représente le choix optimal pour le matériau de base dans les panneaux sandwich lorsque l'absorption d'énergie et la résistance à la pénétration sont les principaux paramètres de conception. De plus, la mousse XPS est facile à usiner, ce qui permet son adaptation à différentes restrictions géométriques.

La figure 5.2 présente la courbe de contrainte-déformation de la mousse XPS obtenue à partir d'un essai de compression uniaxiale avec une vitesse de déplacement de 5 mm/min, conformément aux recommandations de la norme ASTM D1621.

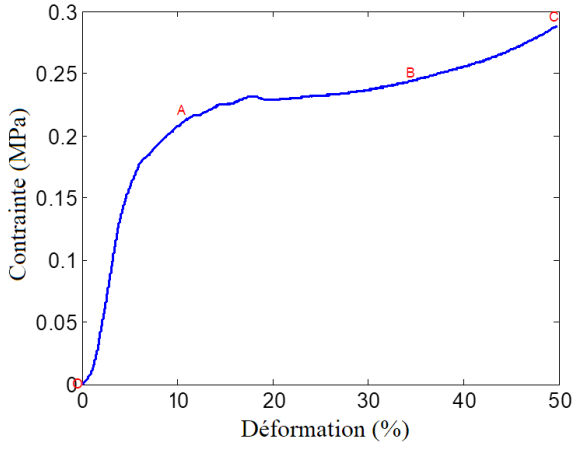


Figure 5.2: Courbe contrainte-déformation de la mousse de polystyrène extrudé testée en compression à plat

Comme on peut le constater, la courbe contrainte-déformation de la mousse XPS comprend trois zones distinctes : (1) une zone élastique linéaire (segment OA), (2) une zone de plateau (segment AB), et (3) une zone de densification (segment BC). De plus, les essais expérimentaux montrent que l'échantillon de mousse XPS n'a pas complètement récupéré son épaisseur initiale après la phase de déchargement.

5.1.2 Âme en époxy chargé d'ATH

Des essais de compression à plat et de flexion trois points ont été réalisés afin de déterminer le comportement et les propriétés du matériau ATH/époxy. Les essais de compression à plat avec des cycles d'hystérésis de chargement-déchargement ont été effectués conformément à la norme ASTM D1621 avec une vitesse de déplacement de 2,5 mm/min. Les éprouvettes testées sont de dimension 51 x 51 x 25,4 mm^3. Les courbes force-déplacement de trois différents échantillons d'ATH/époxy, testés en compression à plat avec chargement et déchargement, sont présentées à la figure 5.3.a. Les résultats obtenus montrent que la réponse de l'époxy chargé de 60% d'ATH de 8 µm sous charge de compression uniaxiale est non linéaire, avec une déformation plastique irréversible importante lors du déchargement.

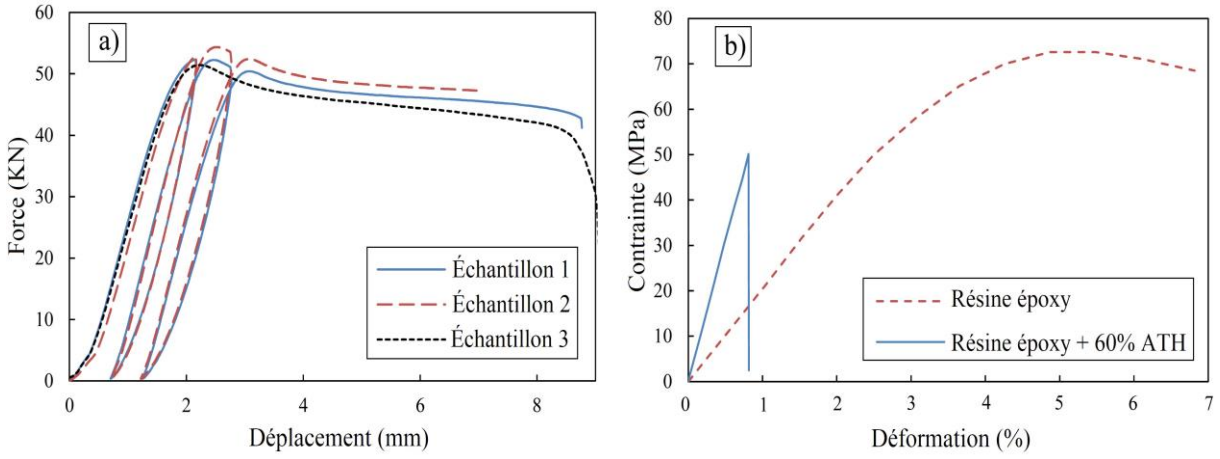


Figure 5.3: a) Courbes force-déplacement de trois échantillons ATH/époxy testés en compression à plat; b) Comportement en flexion de l'époxy pur et chargé d'ATH

Des essais de flexion trois points ont aussi été effectués sur des éprouvettes ATH / époxy selon la norme ASTM D790. Les courbes contrainte-déformation de l'époxy pur et de l'époxy chargé de 60% d'ATH sont présentées à la figure 5.3.b. Les résultats révèlent que la réponse en flexion de ATH / époxy est linéaire jusqu'à la rupture fragile, alors que la résine époxy pure présente une

réponse non linéaire avec une contrainte de rupture plus importante que celle de l'époxy chargé. Les propriétés en flexion de l'époxy chargé d'ATH sont regroupées dans le tableau 5.1.

Tableau 5.1: Propriétés mécaniques de l'âme ATH / Époxy

Module E [GPa]	Coefficient de Poisson ν	Résistance en flexion σ_{Fu} [MPa]	Déformation à la rupture ε_c^f [%]
6,13	0,3	50	0,81

5.1.3 Peaux verre/époxy

Les propriétés élastiques et les résistances de la peau verre / époxy ont été déterminées par une série d'essais expérimentaux (essais de compression, de traction et de cisaillement). Les essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes $[\{90°/0°/90°\}]_{3s}$ et $[\{-45°/+45°/-45°\}]_{3s}$ conformément à la norme ASTM D3039M, tandis que les essais de compression ont été réalisés sur des échantillons $[\{90°/0°/90°\}]_{3s}$ selon la norme ASTM D695 modifiée. Des échantillons testés en traction et en compression sont présentés à la figure 5.4. Les propriétés mécaniques utilisées dans l'analyse par éléments finis sont présentées dans la section 5.3.2, où nous exposons la méthode de modélisation des dommages au niveau des peaux en composite.

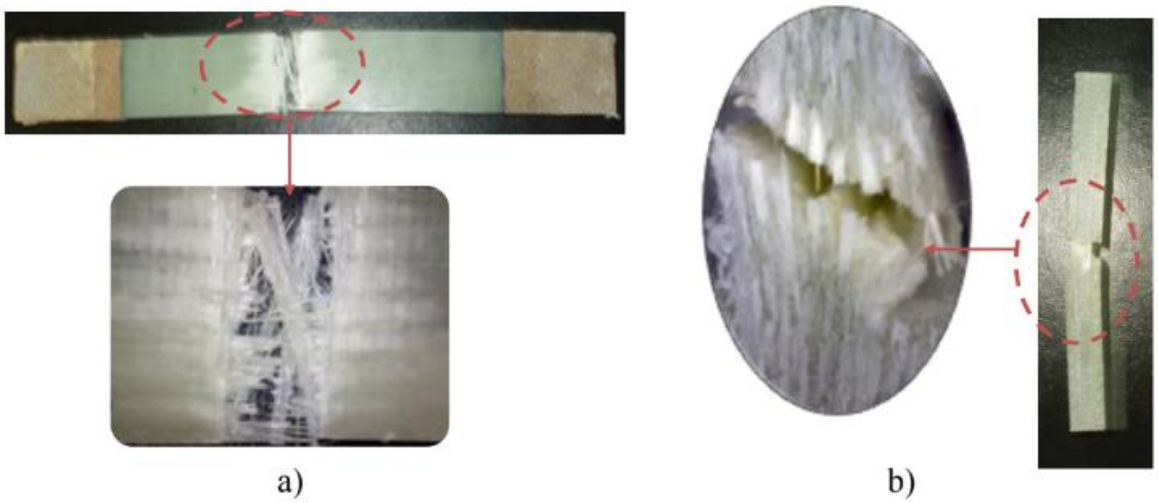


Figure 5.4: Modes de rupture des échantillons testés : a) en traction; b) en compression

5.2 Résultats expérimentaux des tests d'impact

La figure 5.5 illustre les courbes d'évolution de la force en fonction du temps, enregistrées pendant les essais d'impact des échantillons sandwich à double âme testés à différentes énergies d'impact.

On remarque que toutes les courbes obtenues présentent la même allure avec une série significative de pics et de creux le long des phases de chargement et de déchargement (c'est-à-dire une série de fluctuations de charge dans une courbe parabolique) quelle que soit l'énergie d'impact. À première vue, les amplitudes des fluctuations de charge semblent augmenter avec l'énergie d'impact, alors que leurs fréquences d'apparition sont presque égales. Une revue de la littérature disponible sur cet aspect révèle que plusieurs facteurs peuvent provoquer de telles fluctuations dans les courbes de force en fonction du temps lors d'un test d'impact instrumenté. Tita et al. [110] ont attribué les oscillations à haute fréquence apparaissant dans la partie de chargement initiale de la courbe force-temps (c'est-à-dire de 0 à 1 msec) à l'interaction initiale entre l'impacteur et l'échantillon. La norme ASTM D7136 identifie deux sources principales pour les oscillations du signal au début d'un événement d'impact : la fréquence naturelle de l'impacteur et la vibration en flexion de l'éprouvette impactée. De plus, Schoeppner et Abrate [111] ont rapporté que les oscillations dans la phase de chargement indiquent l'apparition de dommages à l'intérieur de l'échantillon impacté.

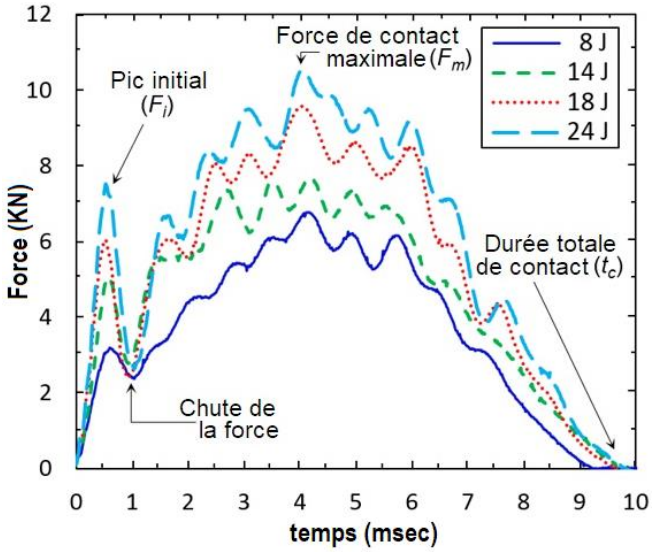


Figure 5.5: Courbes force-temps du panneau sandwich testé à différentes énergies d'impact

Malgré les fluctuations de la charge, deux points distincts peuvent être facilement identifiés à partir des courbes force-temps enregistrées, comme le montre la figure 5.5. Le premier correspond à la force de pic initial (F_i) dans la courbe force-temps. Ce pic est dû à la résistance à l'inertie des composants de la structure sandwich qui sont accélérées après l'interaction initiale avec l'impacteur. Le second point correspond à la force de contact maximale (F_m) enregistrée lors de l'impact. Afin de faciliter la discussion, les valeurs des pics de charge caractéristiques (F_i et F_m) et leurs temps

correspondants (t_i et t_m,) obtenus pour les différentes énergies d'impact sont présentés dans le tableau 5.2. De plus, la durée de contact (t_c) qui est définie comme le temps total de contact entre l'impacteur et l'échantillon sandwich [112], est présentée dans le tableau 5.3.

Tableau 5.2: Caractéristiques d'impact des panneaux sandwich pour différentes énergies d'impact

E_{imp} (Joule)	F_i (kN)	t_i (msec)	F_m (kN)	t_m (msec)	t_c (msec)
8	3,19 ±0,17	0,60 ±0,05	6,76 ±0,25	4,11 ±0,15	9,22 ±0,21
14	5,01 ±0,34	0,59 ±0,08	7,68 ±0,48	4,15 ±0,29	9,83 ±0,15
18	6,04 ±0,32	0,52 ±0,06	9,57 ±0,40	4,02 ±0,11	9,64 ±0,22
24	7,52 ±0,54	0,52 ±0,08	10,52 ±0,56	4,02 ±0,10	9,81 ±0,38

Selon le tableau 5.3, il est clair que la force du pic initial (F_i) augmente avec l'augmentation de l'énergie d'impact, alors que le temps jusqu'au pic initial (t_i) reste constant sur toute la plage des énergies d'impact étudiées. Les mêmes tendances sont également observées pour la force d'impact maximale (F_m) et son temps correspondant (t_m). Plus précisément, la force d'impact maximale augmente avec l'énergie d'impact. Cela signifie que la force de contact maximale n'a pas encore atteint son niveau de saturation (c'est-à-dire un niveau de charge qui cause une détérioration ou une perforation importante [113]). Ceci signifie que le panneau sandwich peut supporter des énergies d'impact plus élevées. De plus, la durée totale du contact (t_c) est quasi-constante pour toutes les énergies d'impact considérées. Cette observation est cohérente avec la tendance et la constatation signalées dans la réf. [114], où la durée de contact est demeurée inchangée pour des énergies d'impact inférieures à un certain niveau d'impact critique (c'est-à-dire un niveau où une chute brusque de la courbe force-temps peut être observée après la force maximale). Selon Feraboli et al. [114], la durée de contact a une valeur constante car elle est inversement corrélée avec la rigidité structurelle et elle peut être déterminée par la relation suivante :

$$t_c = \pi \sqrt{\frac{m_{imp}}{K_0}} \tag{5.1}$$

où m_{imp} indique la masse de l'impacteur et K_0 est la rigidité structurelle.

Une autre observation importante peut être tirée à partir des courbes force-temps présentées à la figure 5.5 est que le pic initial de la force est suivi d'une chute brutale. Globalement, toutes les

chutes atteignent approximativement la même valeur de force (~ 2,3 kN) pour toutes les énergies d'impact étudiées.

La figure 5.6 présente une courbe typique d'évolution de l'énergie au cours du temps, indiquant la quantité d'énergie absorbée pendant l'essai d'impact. L'énergie absorbée est principalement l'énergie dissipée par divers mécanismes de rupture (rupture des fibres et fissuration de la matrice) et aussi par les effets viscoélastiques. Lorsqu'aucun dommage n'est créé, le matériau se comporte de manière quasi élastique et l'énergie d'impact (E_{imp}) est renvoyée à l'impacteur, ce qui entraîne un rebond et une courbe énergie-temps en forme de cloche [115]. Dans ce cas, l'énergie absorbée est négligeable, même s'il y a toujours une petite quantité d'énergie perdue dans la configuration expérimentale. Lorsque le matériau est endommagé, une partie de l'énergie d'impact (E_{imp}) est absorbée et l'autre partie est retournée à l'impacteur, ce qui entraine un rebond plus faible. Dans un tel cas, la courbe enregistrée montre une quantité d'énergie absorbée, comme présenté à la figure 5.6. Si l'énergie absorbée est dissipée sous forme de dommages permanents (fissuration de la matrice et rupture des fibres), elle ne sera pas récupérée. Si l'énergie est absorbée par des effets viscoélastiques, elle peut être récupérée après l'impact, comme indiqué dans la référence [116].

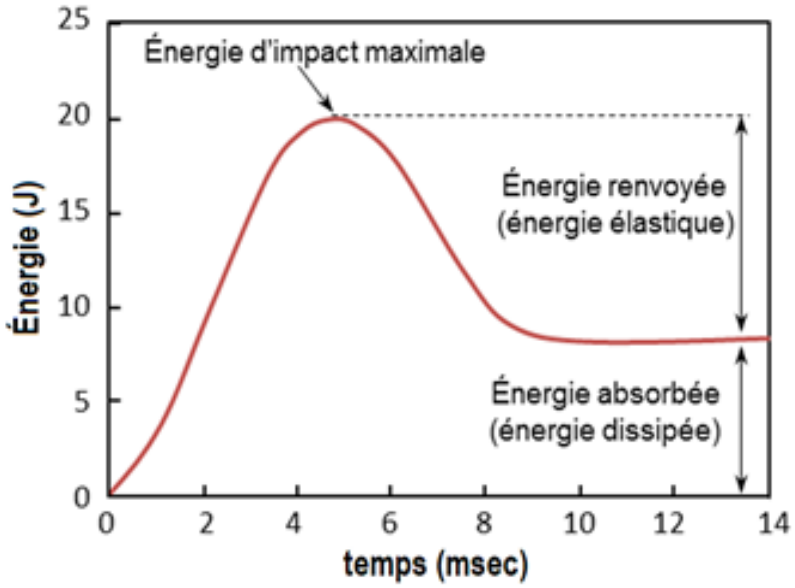


Figure 5.6: Courbe typique "énergie-temps" du panneau sandwich sous impact

La figure 5.7 illustre l'évolution de l'énergie d'impact en fonction du temps pour toutes les énergies d'impact considérées. Comme prévu, l'énergie absorbée augmente avec l'énergie d'impact, comme le montre la figure 5.8. On verra plus tard dans la simulation numérique que l'énergie absorbée augmente linéairement avec l'énergie d'impact dans l'intervalle d'énergie étudié.

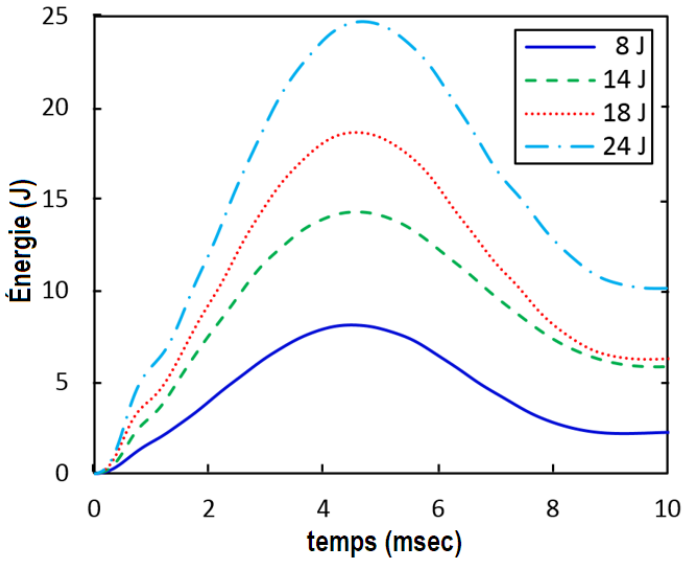


Figure 5.7: Courbes énergie-temps du panneau sandwich pour différentes énergies d'impact

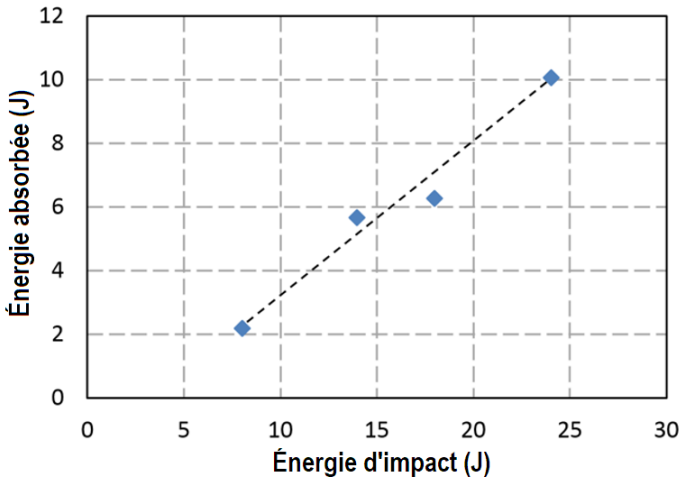


Figure 5.8: Énergie absorbée par rapport à l'énergie d'impact

L'inspection visuelle des échantillons impactés révèle que l'énergie absorbée ne conduit pas à des déformations permanentes ou à des modifications de la géométrie de la structure. Cette observation peut sembler incompatible avec l'énergie absorbée mesurée. Cependant, comme cela sera montré plus tard par la simulation numérique, la plus grande partie de l'énergie absorbée a été absorbée par la mousse XPS. Par conséquent, on pense que la mousse XPS se déforme en compression et récupère ensuite sa déformation après l'impact, conformément à l'effet viscoélastique [116] décrit précédemment.

5.3 Simulation numérique

Suite aux tests expérimentaux, le code d'éléments finis LS-DYNA [117] a été adopté pour simuler le comportement au choc des panneaux sandwich à double âme. Cela peut aider à obtenir des informations supplémentaires utiles pour des futures améliorations de conception.

5.3.1 Description du modèle numérique

Le modèle d'éléments finis du panneau sandwich étudié est représenté à la figure 5.9. Seul un quart du sandwich avec des conditions aux limites symétriques a été modélisé pour réduire le temps de calcul, comme le montre la figure 5.9. Ceci est autorisé en raison de la symétrie du problème étudié. Les peaux et les couches centrales ont été modélisées en utilisant des éléments solides linéaires à 8 nœuds avec une intégration réduite. De plus, un contrôle de la rigidité du sablier a été utilisé pour éviter le volume négatif. L'élément de frappe (l'impacteur) a été modélisé en tant que corps rigide avec une masse de 22,7 kg. Les éléments de contact de type surface-surface, disponibles dans LS-DYNA, ont été utilisés pour simuler le contact entre l'impacteur et les peaux du sandwich. En outre, la zone de contact a été discrétisée avec des éléments fins ayant une taille de 1 mm × 1 mm, comme indiqué à figure 5.9. De plus, l'échantillon a été fixé sur la peau inférieure (c'est-à-dire la peau de l'échantillon opposée à l'impact) pour reproduire les conditions expérimentales. En outre, l'énergie d'impact a été contrôlée en spécifiant la vitesse initiale de l'impacteur.

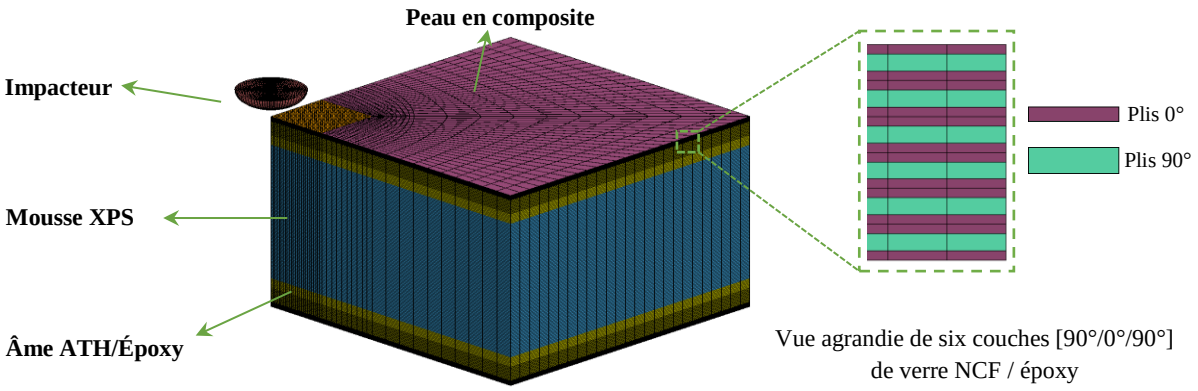


Figure 5.9: Modèle par éléments finis pour analyser les tests d'impact

5.3.2 Modélisation des dommages au niveau des différents composants du sandwich

5.3.2.1 Dommage au niveau des peaux en composite

Un modèle a été développé pour simuler la propagation des dommages dans les peaux composites. Seule la rupture de la matrice a été considérée ici, car aucune preuve de rupture des fibres n'a été observée dans la peau impactée au cours des expériences. À cette fin, les critères de rupture de Pinho [118] et de Puck [119] ont été utilisés pour prédire la fissuration F_{22}^{T} et l'écrasement F_{22}^{C} de la matrice :

$$\begin{aligned} F_{22}^{T} &= \left(\frac{\sigma_{nn}}{Y_t}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{nl}}{S_l}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{nt}}{S_t}\right)^2 - 1 \geq 0 \\ F_{22}^{C} &= \left(\frac{\tau_{nt}}{S_t - \mu_{nt}\sigma_{nn}}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{nl}}{S_l - \mu_{nl}\sigma_{nn}}\right)^2 - 1 \geq 0 \end{aligned} \tag{5.2}$$

où :

- Y_t, S_t, et S_l sont respectivement la résistance de la matrice en traction et les résistances au cisaillement dans les directions transversale et longitudinale;
- μ_{nt} et μ_{nl} sont les coefficients de frottement définis comme $\mu_{nt} = -1/tan(2\theta_f)$ et $\mu_{nl} = \mu_{nt}\, S_l/S_t$ où $S_t = Y_c/2tan(\theta_f)$ et Y_c est la résistance en compression de la matrice. L'angle du plan de rupture, θ_f, est d'environ 53° pour un stratifié unidirectionnel sous charge de compression pure [120-123].

Notez ici que ces critères de défaillance dépendent des contraintes (σ_{nn}, τ_{nl}, et τ_{nt}) dans le plan de fracture, comme le montre la figure 5.10.

En cas de dommage, un modèle d'évolution doit être défini pour surveiller la propagation des dommages à l'intérieur du composite. Dans ce chapitre, la propagation des dommages dans la matrice a été simulée par la dégradation des propriétés du matériau dans la direction correspondante. Par conséquent, une fois que la défaillance de la matrice est détectée, les composantes de contrainte transversale et de cisaillement sont réduites à zéro. Pour réduire le temps d'analyse, le modèle d'endommagement progressif n'a été appliqué qu'à la peau supérieure, car aucun dégât n'a été observé sur la peau opposée à l'impact lors des essais expérimentaux. Le

décollement entre les peaux et l'âme n'est pas pris en compte dans la simulation numérique puisqu'aucune indication de décollement n'a été observée pour les énergies d'impact considérées dans les expériences. Les propriétés mécaniques des peaux, utilisées dans l'analyse par éléments finis, sont présentées dans le tableau 5.3. Ces valeurs ont été déterminées par des essais expérimentaux (essais de traction, de compression et de cisaillement).

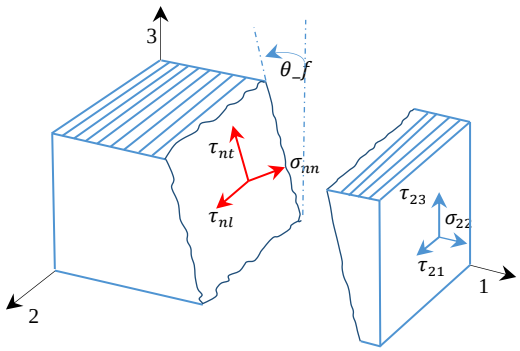


Figure 5.10: Plan de rupture en chargement de compression

Tableau 5.3: Propriétés mécaniques de la peau NCF / époxy utilisées dans l'analyse par éléments finis

Modules de Young			Coefficient de poisson			Résistance en traction et en compression		Modules de cisaillement			Résistance au cisaillement
E_{11} [GPa]	E_{22} [GPa]	E_{33} [GPa]	ν_{12}	ν_{23}	ν_{13}	Y_t [MPa]	Y_c [MPa]	G_{12} [GPa]	G_{23} [GPa]	G_{13} [GPa]	S_l [MPa]
34,4	6,98	6,98	0,28	0,28	0,28	45	120	3,8	3,8	3,8	30

5.3.2.2 Dommage au niveau de l'âme ATH/Époxy

Afin de simuler le comportement mécanique des plastiques, plusieurs modèles ont été proposés dans la littérature [124], tels que les modèles viscoélastique linéaire, plastique ou viscoplastique. Goldberg et al. [125] ont proposé un modèle viscoplastique dans lequel les effets de la vitesse de déformation et des contraintes hydrostatiques ont été pris en compte.

Dans ce chapitre, un modèle de dommage a été développé pour décrire le comportement de l'âme en époxy chargé de 60% d'ATH. Ce modèle de comportement constitutif est décrit par une partie élasto-plastique (qui est définie par une relation bilinéaire élasto-plastique jusqu'à la contrainte

maximale, σ_{cu}), puis par une partie de dommage (définie par une diminution linéaire de la contrainte jusqu'à la contrainte résiduelle de compression, σ_{cr}) comme présenté à la figure 5.11.

Le critère de rupture de Besant [126] a été adopté dans la présente étude pour détecter l'initiation de la rupture sous des contraintes combinées de cisaillement et de compression.

$$\left(\frac{\sigma_{zz}}{\sigma_{cu}}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{xz}}{\tau_{lu}}\right)^2 + \left(\frac{\tau_{yz}}{\tau_{tu}}\right)^2 \geq 1 \tag{5.3}$$

Après l'initiation des dommages, les contraintes (σ_{zz}, τ_{xz}, et τ_{yz}) ont été graduellement dégradées en utilisant le paramètre d'endommagement, d_c, défini comme suit :

$$d_c = \frac{\varepsilon_c^f}{\varepsilon_c^f - \varepsilon_c^o}\left(1 - \frac{\varepsilon_c^o}{\varepsilon}\right)^2 \tag{5.4}$$

où ε_c^o est la déformation à l'initiation de la défaillance ε_c^f est la déformation à la défaillance finale.

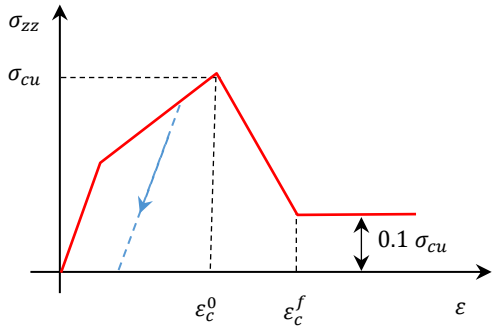


Figure 5.11: Relations entre la résistance en compression et la déformation de l'âme en ATH/époxy

Il convient de mentionner ici qu'avant l'apparition des dommages on suppose que le déchargement se produit le long d'un trajet linéaire défini par le module d'élasticité initial (c'est-à-dire un déchargement élastique) comme représenté sur la figure 5.11. En conséquence, la déformation plastique peut être calculée en soustrayant la déformation élastique de la déformation totale. Les paramètres du modèle de matériau d'âme ATH / époxy sont présentés dans le tableau 5.1.

5.3.2.3 Dommage au niveau de la mousse polystyrène extrudé

Dans cette étude, le modèle de matériau Mat_Low_Density_Viscous_Foam disponible dans LS-DYNA (Mat_73) a été adopté pour décrire le comportement non linéaire de la mousse XPS. Les

tests expérimentaux ont indiqué que l'échantillon de l'âme en mousse XPS n'a pas complètement récupéré son épaisseur initiale après l'étape de déchargement. De ce fait, afin d'obtenir une prédiction précise, le comportement de déchargement de l'âme en mousse de XPS a été pris en compte dans la simulation numérique en utilisant une valeur de déchargement d'hystérésis faible (h_u = 0,01) et un facteur de forme de 6 [127].

5.3.3 Résultats et discussion sur la simulation numérique

La figure 5.12 présente une comparaison entre les courbes d'évolution de la force en fonction du temps obtenues par les simulations numériques (courbes en pointillés) et celles déterminées par les essais expérimentaux (courbes en trait plein) pour toutes les énergies d'impact considérées. La comparaison entre ces courbes indique que le modèle numérique proposé est capable de reproduire avec succès les caractéristiques qualitatives de la réponse aux chocs pour le panneau sandwich à double âme étudié. Les formes globales des courbes force-temps mesurées et simulées sont très similaires. De plus, le modèle numérique présente des oscillations de charge similaires à celles observées dans les expériences. Néanmoins, certaines différences quantitatives méritent d'être discutées. Pour toutes les énergies d'impact étudiées, le modèle numérique sous-estime l'amplitude de la force du pic initial, bien que le temps correspondant soit cohérent avec celui obtenu par l'expérience. En outre, la force de contact maximale est proche de la valeur mesurée pour toutes les énergies d'impact. Cependant, les courbes numériques atteignent leurs niveaux de force maximale à un temps plus court que dans les expériences. De plus, les caractéristiques des fluctuations de charge (amplitude et fréquence) sont différentes entre les réponses force-temps expérimentales et numériques. Selon Feraboli [114], les données expérimentales enregistrées par le système d'acquisition de données sont une combinaison de quatre éléments : 1) la réponse mécanique réelle de l'échantillon; 2) la charge inertielle de l'impacteur; 3) les fluctuations à basse fréquence et 4) le bruit de haute fréquence. La première partie de la réponse du sandwich est fortement influencée par l'accélération du corps rigide de l'échantillon depuis une position de repos jusqu'à la vitesse de l'ensemble impacté. Cette charge inertielle du panneau sandwich qui change rapidement n'a pas été capturée avec précision par le modèle numérique, ce qui a provoqué une légère différence entre les résultats numériques et les résultats expérimentaux.

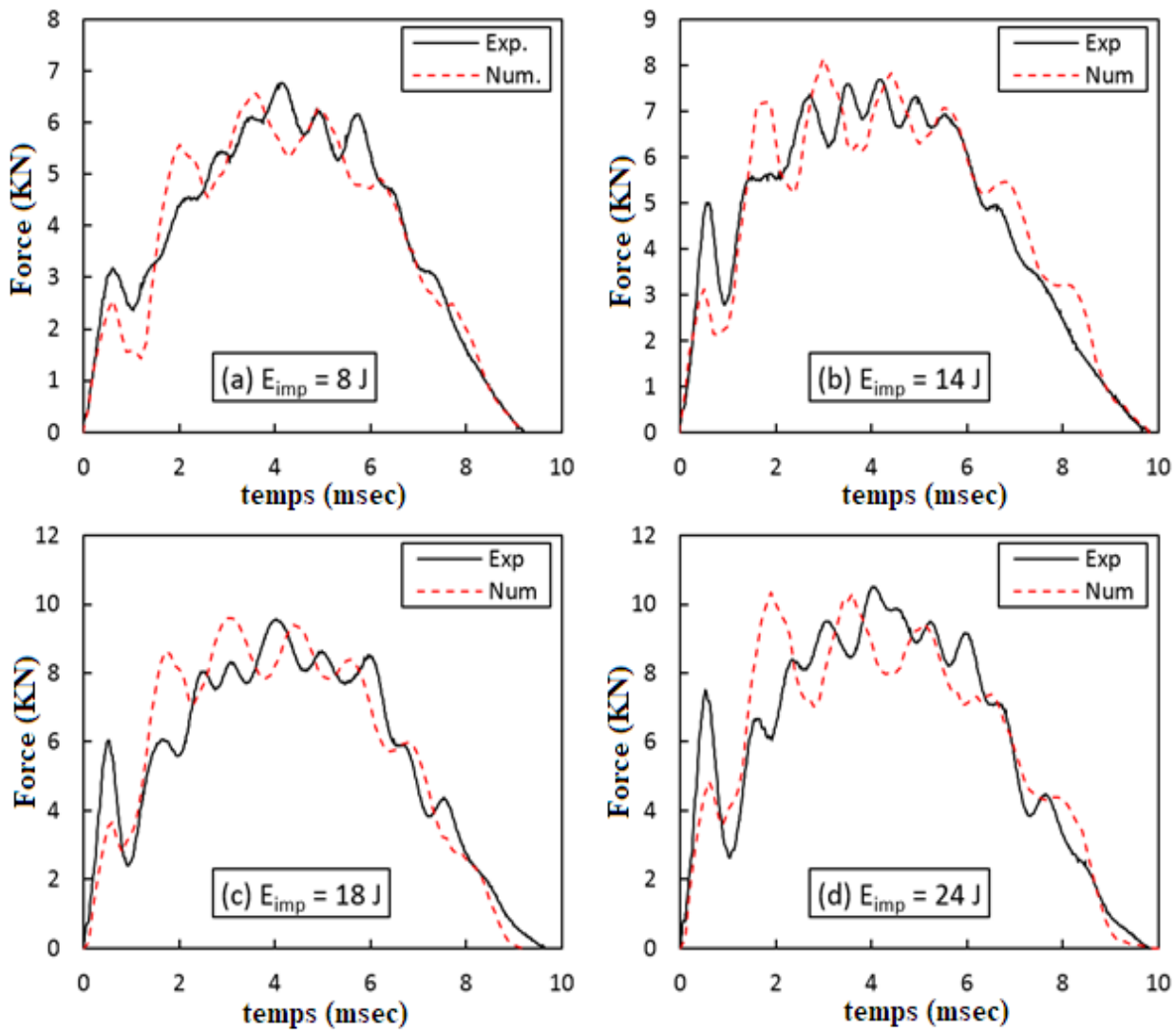


Figure 5.12: Comparaison entre les courbes force-temps expérimentales et numériques

Il est bien connu qu'un panneau sandwich reposant sur un support rigide ne présente qu'une déformation locale de la peau supérieure lorsque le sandwich est soumis à une charge d'impact [128]. Cette déformation locale consiste en une indentation locale de la peau supérieure et l'écrasement de l'âme (à proximité du point d'impact). Cependant, contrairement aux idées existantes, notre structure sandwich présente à la fois des déformations locale et globale sous la charge d'impact, bien qu'elle soit placée sur une fondation rigide. La déformation locale consiste en une indentation locale de la peau supérieure et de la couche en époxy chargé d'ATH. Cette déformation est responsable des dommages potentiels dans la peau supérieure et de l'âme ATH / époxy. Cependant, en raison de la rigidité locale élevée de la résine époxy chargée d'ATH, la déformation locale est relativement faible.

La déformation globale du sandwich obtenue par compression de la mousse XPS se manifeste par les fluctuations de la charge dans les courbes force-temps après la force du pic initial (F_i). Les résultats numériques révèlent que la déformation globale est induite par le déplacement transversal de la partie supérieure du sandwich (c'est-à-dire la peau impactée et la couche supérieure de l'époxy chargé d'ATH). En effet, lorsque l'impacteur entre en contact avec le panneau sandwich, la partie supérieure du sandwich se déplace à une vitesse relativement plus élevée à celle du reste du panneau sandwich. Ceci est dû à l'inertie de masse de l'âme ATH / époxy. Il est évident que la présence d'une âme rigide de haute densité (ATH / époxy) au-dessus d'une âme en mousse souple de basse densité (mousse XPS) introduit une résistance à l'inertie dans le panneau sandwich soumis à une charge dynamique. L'effet d'inertie dynamique est plus prononcé dans le cas de notre sandwich en raison de la densité élevée de l'âme en époxy chargé d'ATH.

Pour mieux comprendre ce phénomène, le sandwich à double noyau étudié peut être simplement considéré comme un système masse-ressort où la peau et la couche d'ATH / époxy représentent la masse du système, et la mousse XPS est le ressort du système. L'augmentation de la rigidité du ressort ou la diminution de la masse peuvent réduire l'effet d'inertie dynamique structurel et ainsi, les fluctuations de charge disparaîtront des courbes force-temps. Des simulations supplémentaires ont été réalisées sur deux autres sandwichs avec des matériaux d'âme différents pour mieux comprendre les conséquences de l'utilisation de deux matériaux de différentes rigidités comme âme de la structure sandwich. On s'intéressera ici aux courbes force-temps obtenues par un test d'impact à une énergie de 24J. Le premier sandwich contient une âme en mousse XPS, et le deuxième une âme en ATH / Époxy. Les courbes de l'évolution de la force en fonction du temps de ces deux sandwichs sont comparées à celle du sandwich à double âme, comme présentées à la figure 5.13. Il est important de mentionner que les trois sandwichs ont les mêmes dimensions nominales et sont soumis aux mêmes conditions aux limites. Tel que prévu, le panneau sandwich à âme en mousse XPS présente la force de contact la plus faible et la durée de contact la plus longue comparé aux autres structures sandwich. En revanche, le panneau sandwich à âme en ATH / époxy donne la force de contact la plus élevée et la durée de contact la plus courte. La réponse à l'impact du panneau sandwich à double âme se situe quelque part entre les réponses à l'impact des deux autres sandwichs. Ces résultats peuvent être attribués aux différences de rigidité à la flexion entre les trois structures sandwich. Il est intéressant de noter que la pente initiale de la réponse au choc du sandwich à double âme est bien superposée à celle du sandwich à âme en ATH / époxy. Cela

signifie que, pour le sandwich à double âme, la peau supérieure et la couche d'époxy chargé d'ATH dominent le comportement au choc durant les premières millisecondes de l'impact avant de transférer la charge à l'âme en mousse XPS. Une autre découverte intéressante est que les fluctuations de charge dans les courbes force-temps des panneaux sandwich à âme unique (c'est-à-dire le sandwich à âme en ATH / Époxy et le sandwich à âme en mousse XPS) sont beaucoup plus faibles que les fluctuations dans les courbes du sandwich à double âme. Cela confirme nos hypothèses concernant l'effet d'inertie sur la réponse au choc des structures sandwich.

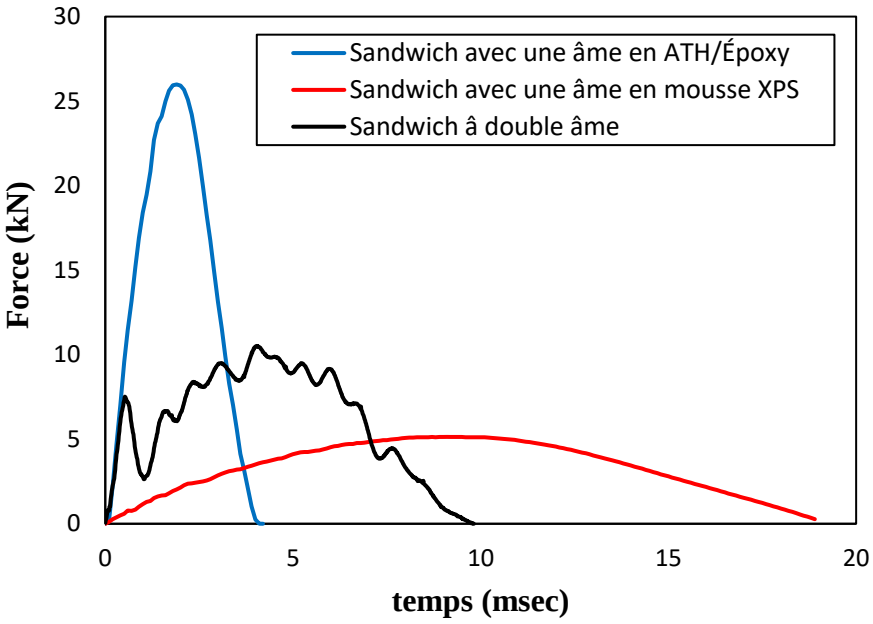


Figure 5.13: Réponse à l'impact des trois panneaux sandwich sous une énergie d'impact de 24J

La figure 5.14 présente une comparaison entre les courbes de l'évolution de l'énergie au cours du temps obtenues par la simulation numérique (courbes en pointillés) et celles déterminées par les essais expérimentaux (courbes en trait plein) pour toutes les énergies d'impact considérées. Sur la figure 5.15, les résultats de simulation numérique prouvent que l'énergie absorbée augmente linéairement avec l'énergie d'impact. Dans l'ensemble, les résultats numériques concordent très bien avec les données expérimentales. Par conséquent, le modèle numérique peut être utilisé pour mieux comprendre les mécanismes d'absorption d'énergie du sandwich étudié sous une charge d'impact. En effet, la figure 5.16 affiche la distribution d'énergie au sein des constituants du sandwich sous une énergie d'impact de 24 J. Dans ce cas, la structure sandwich absorbe environ 11J et près de 86% de l'énergie absorbée est dissipée par l'âme en mousse XPS (courbe rouge). En

revanche, la peau supérieure et l'âme en époxy chargé d'ATH jouent des rôles négligeables dans la dissipation d'énergie mise en jeu lors de l'impact du panneau sandwich (courbes verte et violette). Il convient de mentionner que les mêmes tendances ont été également observées pour les autres énergies d'impact étudiées. Ainsi, pour le panneau sandwich à double âme étudié, on peut affirmer que la déformation recouvrable de l'âme en mousse XPS constitue le principal mécanisme d'absorption d'énergie.

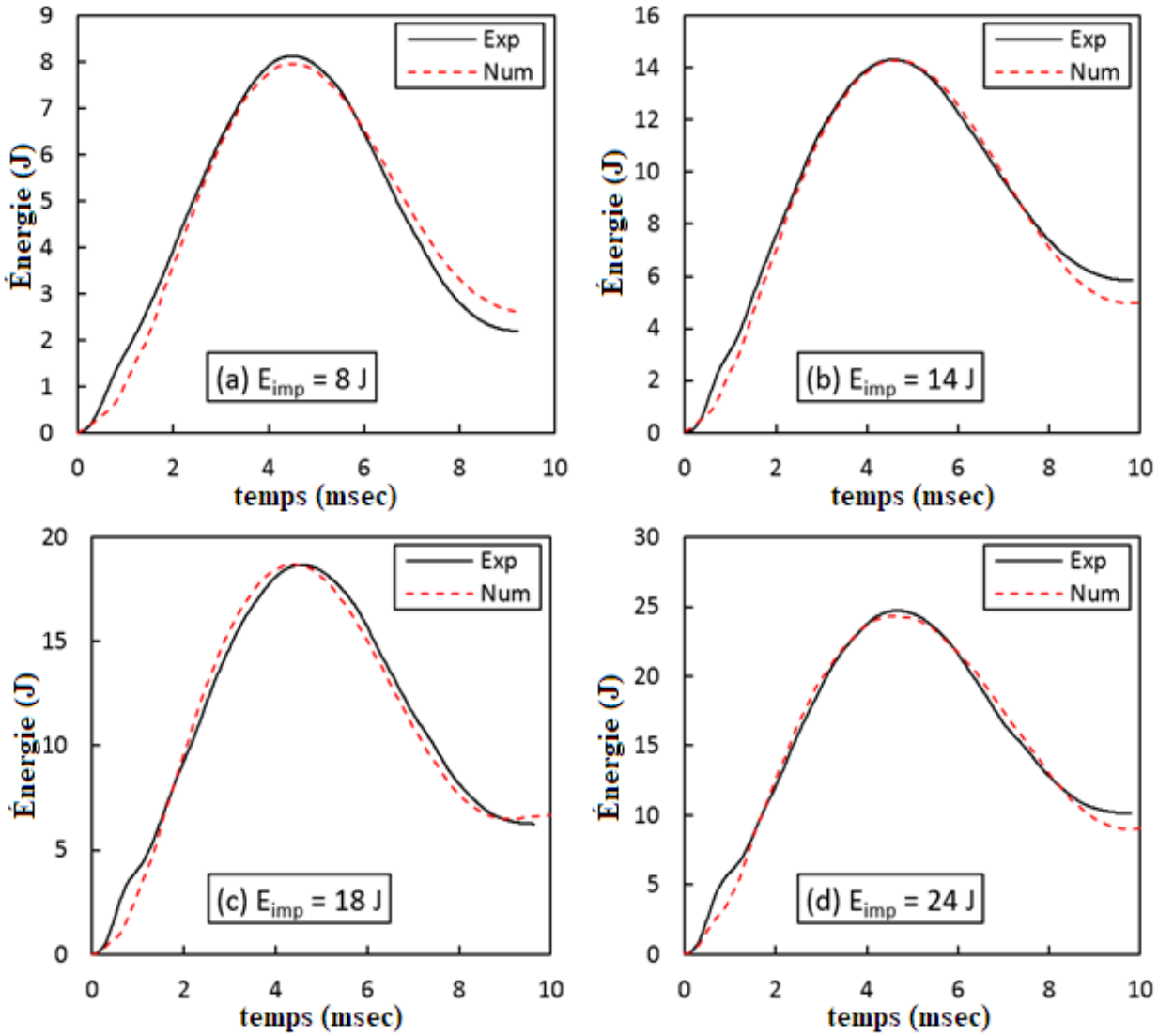


Figure 5.14: Comparaison entre les courbes énergie-temps expérimentales et numériques

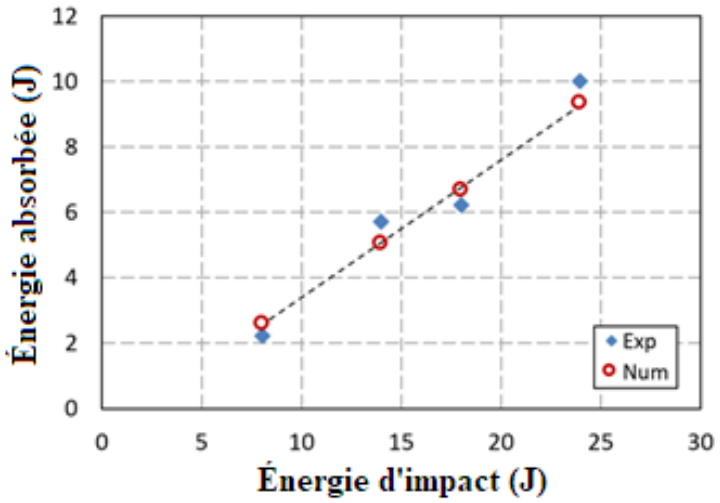


Figure 5.15: Énergies absorbées expérimentales et numériques en fonction de l'énergie d'impact

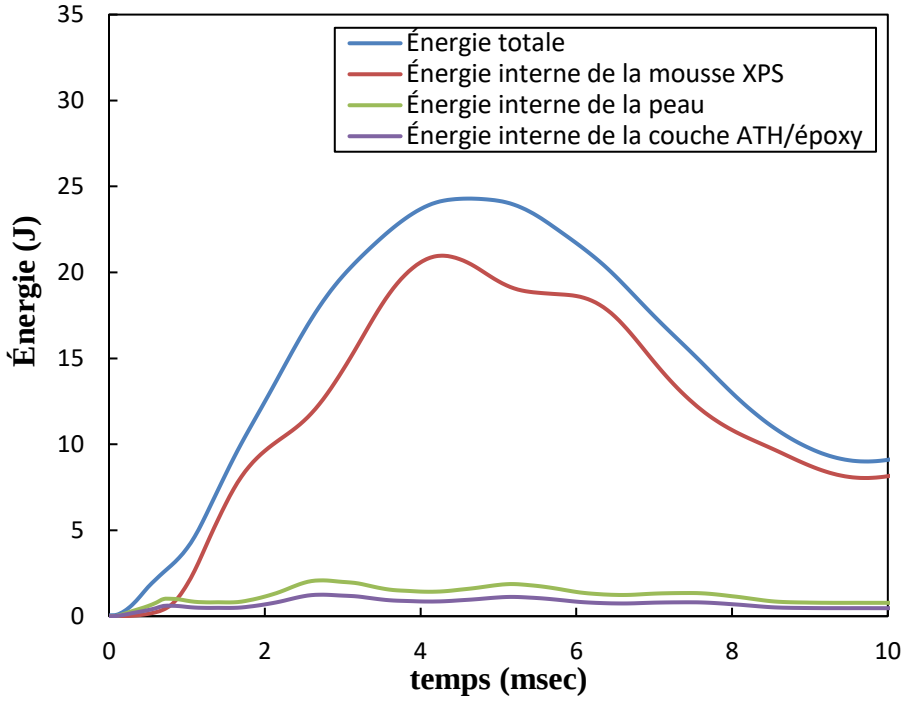
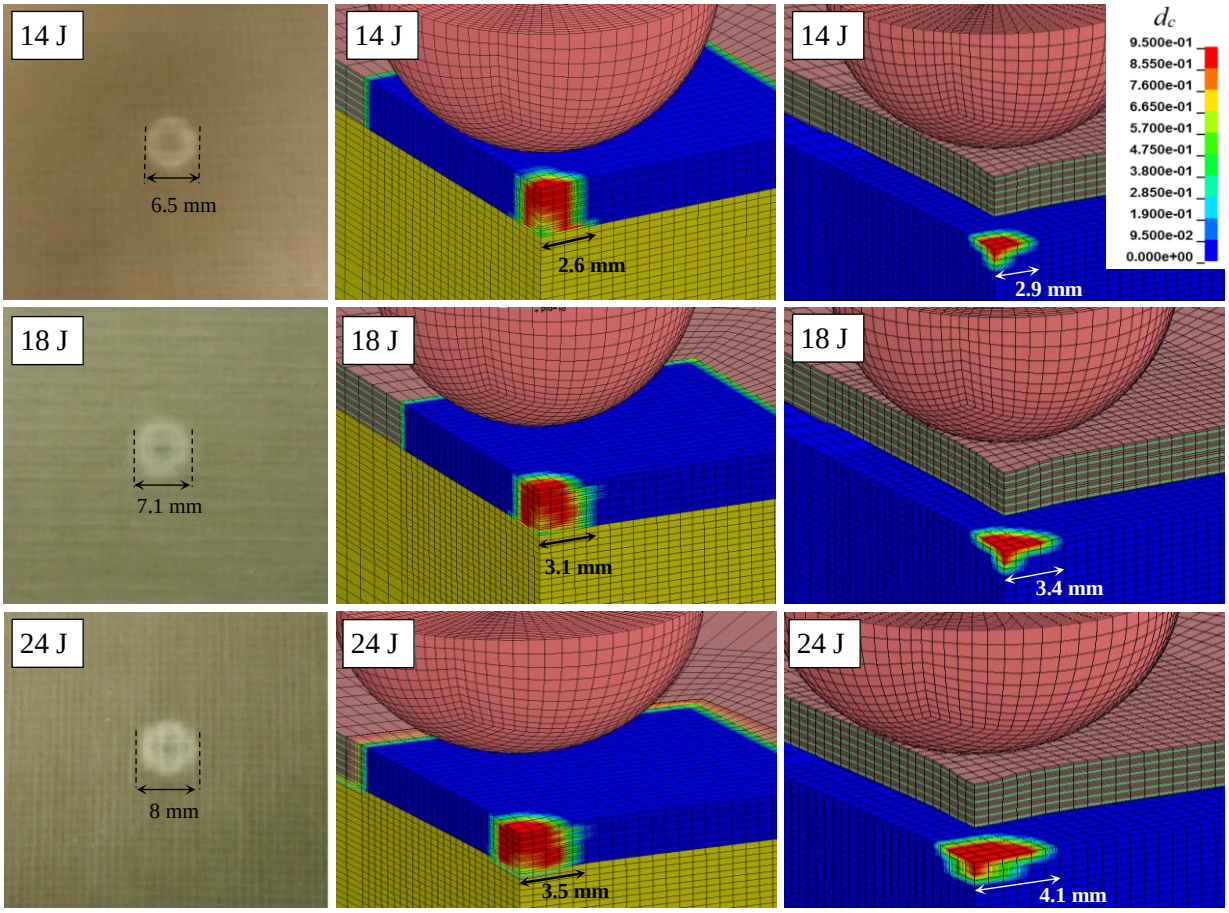


Figure 5.16: Simulation numérique de la distribution de l'énergie dans les constituants du sandwich sous une énergie d'impact de 24 J

La figure 5.17 présente la zone de dommage expérimentale et la zone de dommage prévue (marquée en rouge) dans la peau supérieure et l'âme ATH / époxy pour les énergies d'impact de 14, 18 et 24 J. Le modèle numérique est capable de prévoir la forme et la taille de la zone endommagée dans la peau impactée, comme indiqué à la figure 5.17.b. La zone de dommage prévue dans la couche supérieure de l'âme en époxy chargé d'ATH est également présentée à la

figure 5.17.c. Une bonne corrélation est trouvée entre la zone de dommage prévue et les dommages expérimentaux en termes de forme et de taille. Les dommages de la matrice de la peau supérieure et les dommages de l'âme ATH / époxy sont relativement faibles. Une déformation locale minimale est observée dans la peau et l'âme ATH / époxy. La délamination de l'interface et la rupture des fibres ne sont pas non plus présentes dans les résultats expérimentaux. De plus, les observations expérimentales ne révèlent pas de décollement entre l'âme en époxy chargé d'ATH et la mousse XPS. Ceci démontre que l'adhésion entre la peau supérieure et la coulée d'époxy est excellente.



a) Dommages expérimentaux de la peau supérieure

b) Dommages de la peau supérieure

c) Dommages de la couche ATH/époxy

Figure 5.17: Zone de dommage dans le sandwich sous les énergies d'impact de 14, 18 et 24J

5.4 Conclusion

Une approche expérimentale et numérique combinée a été appliquée pour étudier la réponse à l'impact d'un sandwich composite particulier avec double âme, conçu pour les applications de turbines hydrauliques. Dans l'ensemble, le modèle numérique 3D proposé a réussi à reproduire à la fois les caractéristiques qualitatives et quantitatives de la réponse aux chocs du panneau sandwich à double âme étudié. De plus, les résultats numériques ont révélé qu'un panneau sandwich composé d'une âme rigide à haute densité et d'une âme souple à faible densité, subissait à la fois des déformations locale et globale sous une charge d'impact.

Pour toutes les énergies d'impact considérées dans cette étude, il a été constaté que le comportement d'impact initial (c'est-à-dire pendant les premières secondes suivant l'impact) du panneau sandwich à double âme était régi par la peau supérieure et l'âme rigide ATH / époxy. Par ailleurs, les propriétés mécaniques de l'âme en mousse XPE définissent les principales caractéristiques de la réponse aux chocs du panneau sandwich étudié. On a constaté aussi que, pour les énergies d'impact de 8 à 24J, le panneau sandwich à double âme absorbe environ 50% de l'énergie d'impact. De plus, la compression de la mousse XPE est le principal mécanisme d'absorption d'énergie lors d'un test d'impact.

Ce chapitre fait partie d'un projet de recherche visant à introduire les structures sandwich en composite dans le développement d'une nouvelle génération de composants pour des turbines hydrauliques. Les deux prochains chapitres sont consacrés à l'étude de l'effet de l'absorption d'eau sur les propriétés de la peau ainsi que les caractéristiques d'impact des structures sandwich.

CHAPITRE 6 ANALYSE DU COMPORTEMENT DES STRATIFIÉS FACE AU VIEILLISSEMENT

En réalité, l'extension de l'avant-directrice va être immergée dans l'eau et plus précisément, la surface extérieure de la coque va être en contact avec l'eau. Une telle situation peut influencer les propriétés des composites utilisés dans la fabrication de l'extension de l'avant-directrice. Donc, il est primordial de déterminer les effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques et physiques des composites qui vont constituer l'extension de l'avant-directrice et surtout ceux utilisés pour fabriquer la coque.

Afin de pouvoir choisir la meilleure formulation pour la coque, le vieillissement de six différentes configurations de stratifiés a été étudié. Le choix des constituants va être déterminé en fonction des résultats des différents tests effectués. Une procédure de vieillissement accéléré a été développée pour déterminer l'effet de l'humidité sur les propriétés des stratifiés en composite. En effet, le vieillissement en immersion dans l'eau a été effectué sur chaque matériau à deux températures différentes, 40 et 23°C, comme présenté dans le chapitre III.

Dans ce chapitre, nous avons regroupé les résultats des expériences qui ont permis de cerner le phénomène de vieillissement en immersion. Dans un premier temps, nous exposerons les résultats de la cinétique d'absorption pour les stratifiés étudiés ainsi que l'influence de la nature et du type des matériaux sur le processus de diffusion. À cette fin, des comparaisons entre les résultats des stratifiés fabriqués avec deux résines différentes (époxy et vinylester), deux types de tissage (satin et NCF) et avec et sans voile de surface ont été effectuées. La deuxième partie présente succinctement les résultats des tests DMA et l'effet de l'humidité sur la température de transition vitreuse des composites à matrice époxy et à matrice vinylester ainsi que les variations dimensionnelles dues au vieillissement. La troisième partie comprend les résultats des essais de traction afin d'étudier l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques des stratifiés qui peuvent être utilisés pour la fabrication de l'extension de l'avant-directrice. Dans la dernière partie, nous nous intéressons à la modélisation du processus de diffusion d'humidité dans le matériau en appliquant le modèle de Fick, ainsi que la prévision de l'évolution des propriétés mécaniques à long terme.

6.1 Mesures d'absorption d'humidité

Au cours du vieillissement, les échantillons témoins de chaque configuration ont été pesés à des intervalles de temps réguliers afin d'observer l'évolution de la prise d'eau. Les courbes de gain de poids (M en %) en fonction de la racine carrée du temps ($t^{1/2}$) ont ensuite été tracées dans le but de calculer le coefficient de diffusion de chaque configuration. Dans cette partie de l'étude, l'épaisseur n'est pas prise en compte car toutes les plaques considérées ont presque la même épaisseur (e=3,7±0,17 mm). Les échantillons ont été immergés dans l'eau distillée à deux températures différentes, 40 et 23°C, pendant 1100 jours. Les courbes d'évolution de la quantité d'eau absorbée en fonction de la racine carrée du temps d'immersion des différents stratifiés étudiés (ENV, ESV, ESS, VNV, VSV et VNS) sont présentés à la figure 6.1. Les symboles sont les points expérimentaux obtenus par la moyenne des résultats d'absorption de neuf échantillons témoins soumis au même vieillissement. Par contre, les bandes de dispersion ne sont pas représentées car les coefficients de variation sont relativement faibles, compris entre 1 et 7%. Pour déterminer la pente qui est nécessaire pour calculer le coefficient de diffusion, une analyse par régression linéaire a été effectuée sur la portion affine des courbes d'absorption.

6.1.1 Influence de la température du milieu sur la cinétique d'absorption

D'après les courbes présentées à la figure 6.1, on peut constater que dans le cas du vieillissement accéléré (T= 40°C), les cinétiques d'absorption d'eau des composites étudiés respectent les conditions du modèle de diffusion de Fick détaillé dans le chapitre II. En effet, les courbes sont linéaires au début de vieillissement et par la suite, la diffusion ralentit pour atteindre un plateau de saturation. Par contre, pour le vieillissement à température ambiante, les échantillons continuent de prendre du poids. En effet, les points expérimentaux suivent une courbe linéaire, ce qui signifie que la saturation en humidité n'est pas encore atteinte après 1100 jours dans l'eau. Mais nous avons supposé que le taux de saturation pour le vieillissement à température ambiante est le même que le taux de saturation pour le vieillissement à 40 °C. En effet, selon les chercheurs qui ont étudié l'effet de la température du milieu sur la cinétique d'absorption des matériaux immergés dans l'eau [8, 41, 42], la concentration d'humidité à l'équilibre M_m est une constante, c'est-à-dire qu'elle est indépendante de la température de l'eau. Pour chaque configuration, les deux paramètres caractéristiques de la diffusion fickienne qui sont le taux d'humidité à la saturation M_m et le

coefficient de diffusion D_x pour les deux températures (40 et 23°C) sont présentés dans le tableau 6.1.

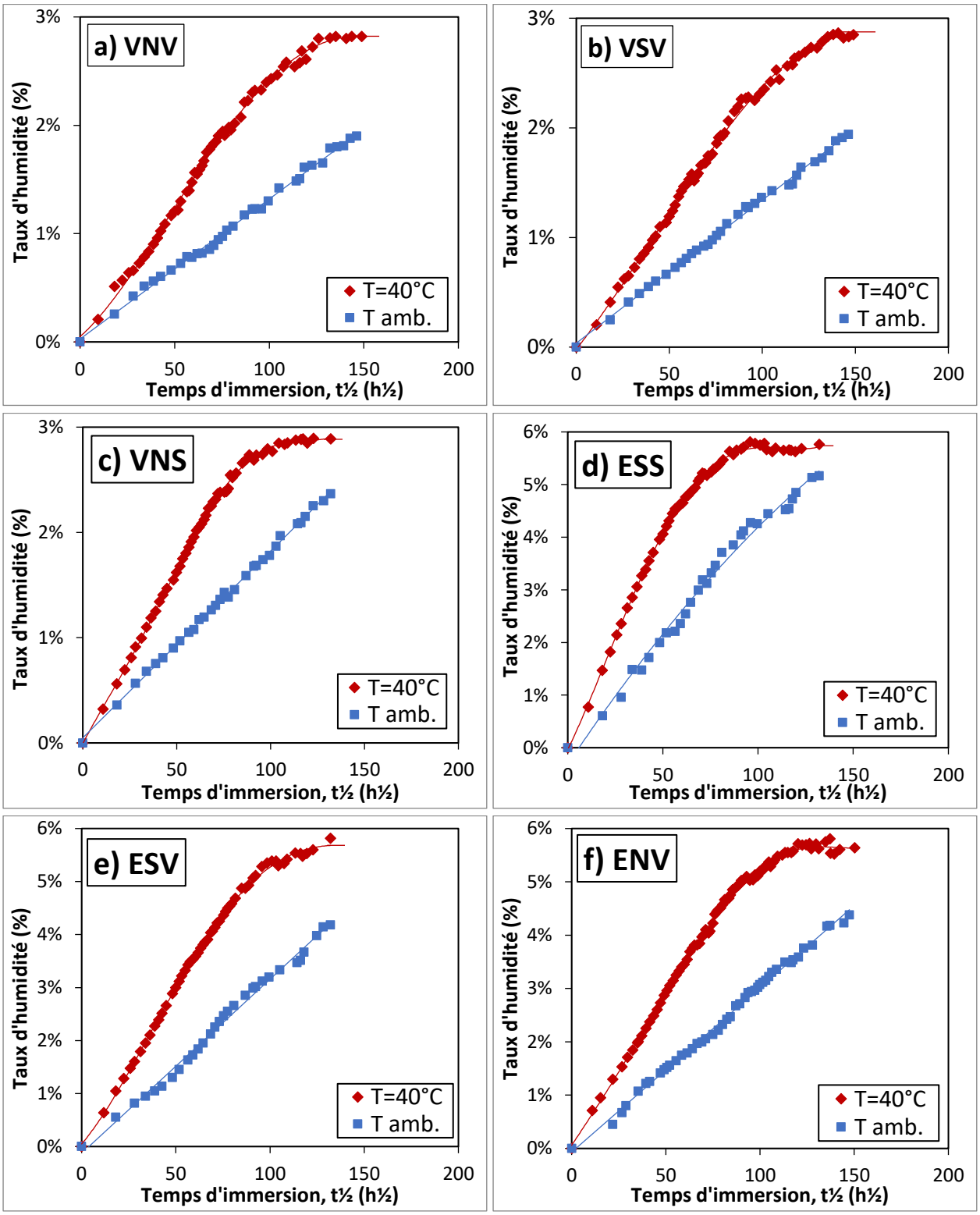


Figure 6.1: Courbes d'absorption des stratifiés en immersion dans l'eau à 23 et 40°C

Tableau 6.1: Taux de saturation (M_m) et coefficient de diffusion D_x pour différentes températures de vieillissement

Configuration	M_m **[%]**	$D_{x\ (40\ °C)}$ **[m²/s]**	$D_{x\ (T.\ amb)}$ **[m²/s]**
ENV	5,75	$3{,}455 \times 10^{-13}$	$0{,}998 \times 10^{-13}$
VNV	2,95	$2{,}425 \times 10^{-13}$	$0{,}705 \times 10^{-13}$
ESV	5,81	$3{,}501 \times 10^{-13}$	$1{,}005 \times 10^{-13}$
VSV	2,98	$2{,}371 \times 10^{-13}$	$0{,}694 \times 10^{-13}$
ESS	5,77	$5{,}886 \times 10^{-13}$	$1{,}694 \times 10^{-13}$
VNS	2,94	$3{,}738 \times 10^{-13}$	$1{,}097 \times 10^{-13}$

Les courbes présentées à la figure 6.1 révèlent que la cinétique d'absorption dépend de la température du milieu. En effet, la pente initiale des courbes d'absorption augmente avec l'augmentation de la température, Ainsi, le coefficient de diffusion est extrêmement sensible à la température. Par contre la quantité d'eau absorbée par le matériau à la saturation doit être la même pour les deux températures. Ceci a été confirmé par certains chercheurs [41, 42, 129] qui ont étudié l'effet de l'humidité sur les matériaux composites. En effet, le phénomène de diffusion est thermiquement activé. Ceci rend la vitesse d'absorption d'humidité extrêmement sensible à la température : c'est-à-dire que plus la température est élevée, plus le plateau de saturation est atteint rapidement. D'après les valeurs présentées dans le tableau 6.1, l'augmentation de la température du milieu de 23 à 40°C a multiplié le coefficient de diffusion par trois fois et demi.

Le vieillissement thermique peut être anticipé par l'utilisation de la loi d'Arrhenius qui estime que la vitesse d'une réaction augmente avec la température selon une loi exponentielle faisant intervenir une énergie d'activation mesurable. La relation d'Arrhenius présentée ci-dessous peut alors être utilisée pour déterminer l'évolution du coefficient de diffusion en fonction de la température du milieu (T).

$$D = D_0 . exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \qquad (6.1)$$

où :

- T est la température d'essai en Kelvin;

- E_a est l'énergie d'activation de diffusion en J.mol^{-1};
- R est la constante des gaz parfaits (R = 8, 314 J.mol^{-1}.K^{-1});
- D_0 est le coefficient de diffusion pour une température infinie (constante).

L'énergie d'activation E_a correspond à l'énergie minimale requise pour ouvrir un passage suffisamment large entre les chaînes de polymère pour permettre le saut d'une molécule diffusante et par conséquence, la réaction se produit. Un niveau d'énergie d'activation élevé indique une forte barrière d'énergie pour que le processus de diffusion de l'humidité peut avoir lieu. L'inverse est également vrai. Les énergies d'activation des composites étudiés peuvent être calculées à partir de l'expression (6.2) qui peut être écrite sous la forme suivante :

$$ln(D) = ln(D_0) - \frac{E_a}{RT} \qquad (6.2)$$

Les courbes des logarithmes naturels des coefficients de diffusion en fonction de l'inverse de la température sont présentées à la figure 6.2.

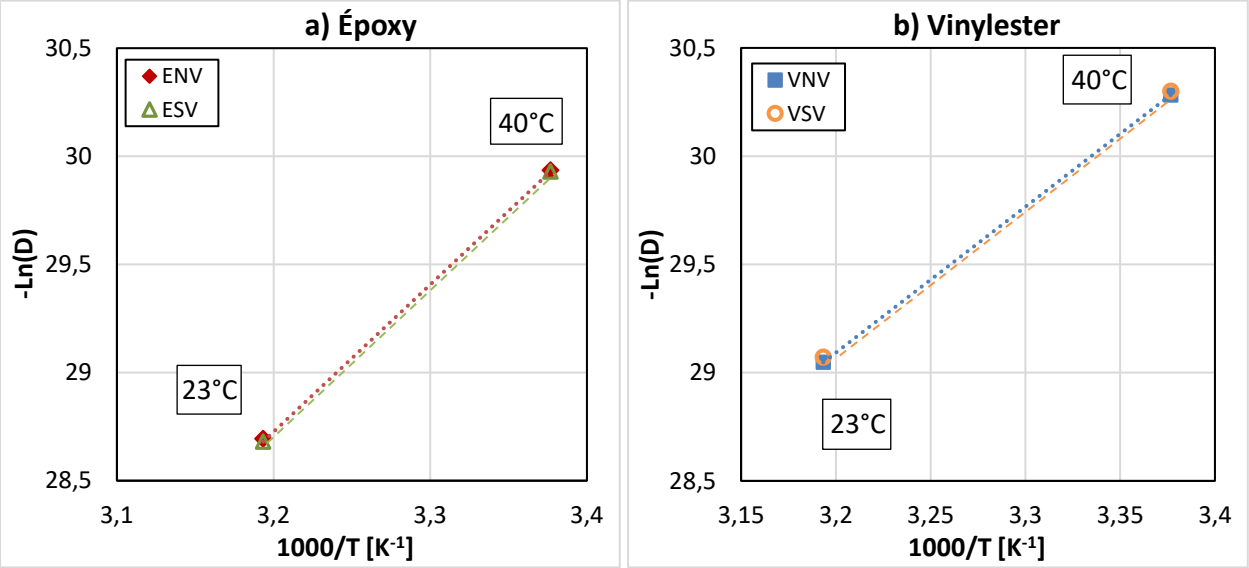


Figure 6.2: Linéarisation de la loi d'Arrhenius pour déterminer l'énergie d'activation des composites dans les deux cas suivants : a) matrice époxy; b) matrice vinylester

L'énergie d'activation obtenue pour les composites à matrice époxy est de 56,45 KJ.mol^{-1}, qui est presque la même valeur obtenue pour les composites à matrice vinylester qui est de 55,85 KJ.mol^{-1}. Ces valeurs sont en accord avec les valeurs trouvées par d'autres auteurs, pour les mêmes types de résine [130-133].

6.1.2 Influence du type de tissu sur la cinétique d'absorption

Afin de connaitre l'influence de type de tissu sur la cinétique d'absorption, les courbes d'évolution de la quantité d'eau absorbée en fonction de la racine carrée du temps des échantillons ENV (NCF/époxy) et ESV (satin/époxy) sont tracées à la figure 6.3.a. La comparaison a été menée sur les deux températures de vieillissement 23 et 40°C.

On remarque que, pour chaque température, les courbes des deux configurations présentent les mêmes tendances en ce qui concerne la cinétique d'absorption d'humidité. Ceci amène à conclure que le type de tissu n'influence pas la vitesse d'absorption, ni le taux d'humidité à la saturation. Ces conclusions ont été confirmées aussi par la comparaison des courbes de gain de poids des deux composites à matrice vinylester qui sont présentées à la figure 6.3.b où aucune différence n'a été remarquée entre les courbes de VNV et celles de VSV. De plus, la comparaison des valeurs présentées dans le tableau 6.1, révèle que les coefficients de diffusion, les taux d'humidité à la saturation des échantillons VNV et ENV sont comparables avec une différence qui ne dépasse pas 4%. Ceci s'explique d'une part par l'orientation des fibres, qui est bidirectionnelle [0,90] pour toutes les configurations, donc la diffusion se fait perpendiculairement aux fibres et d'autre part par le pourcentage volumique de matrice qui est presque le même (voir tableau 3.4).

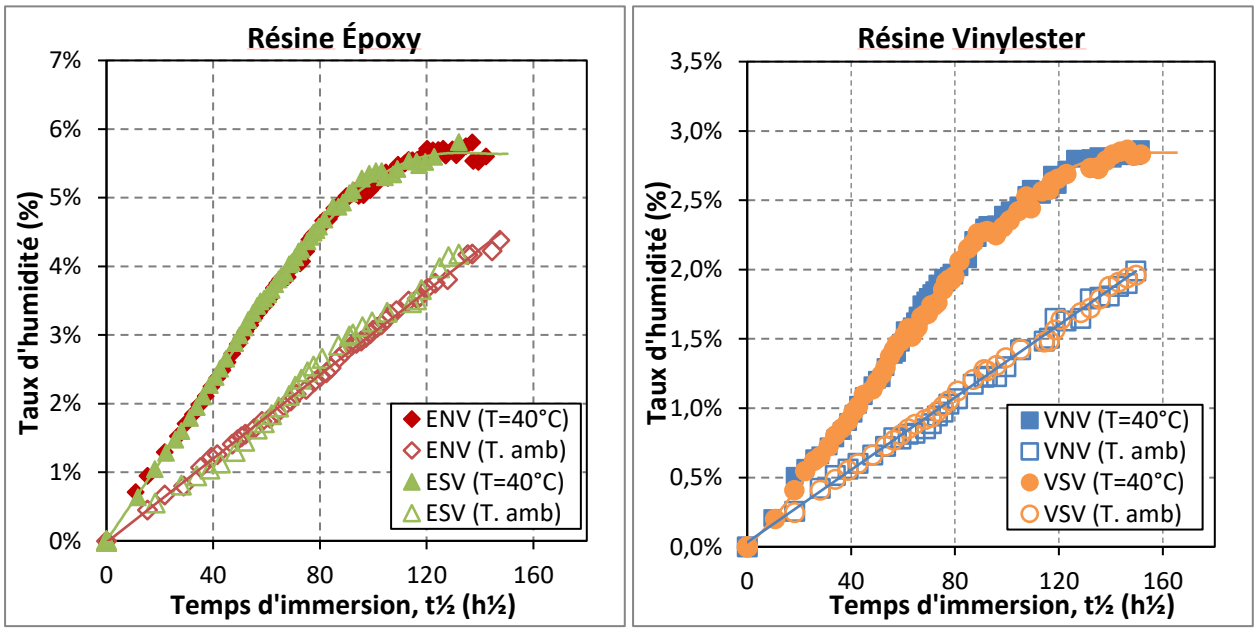


Figure 6.3: Effet du type de tissu sur la cinétique d'absorption d'eau

6.1.3 Influence de la nature de la résine sur la cinétique d'absorption

Pour étudier l'effet de la nature de la résine, les courbes l'évolution de la quantité d'eau absorbée en fonction de la racine carrée du temps de vieillissement à 23 et 40 °C des échantillons ENV et VNV sont regroupées à la figure 6.4.a et les courbes de ESV et VSV sont présentées à la figure 6.4.b.

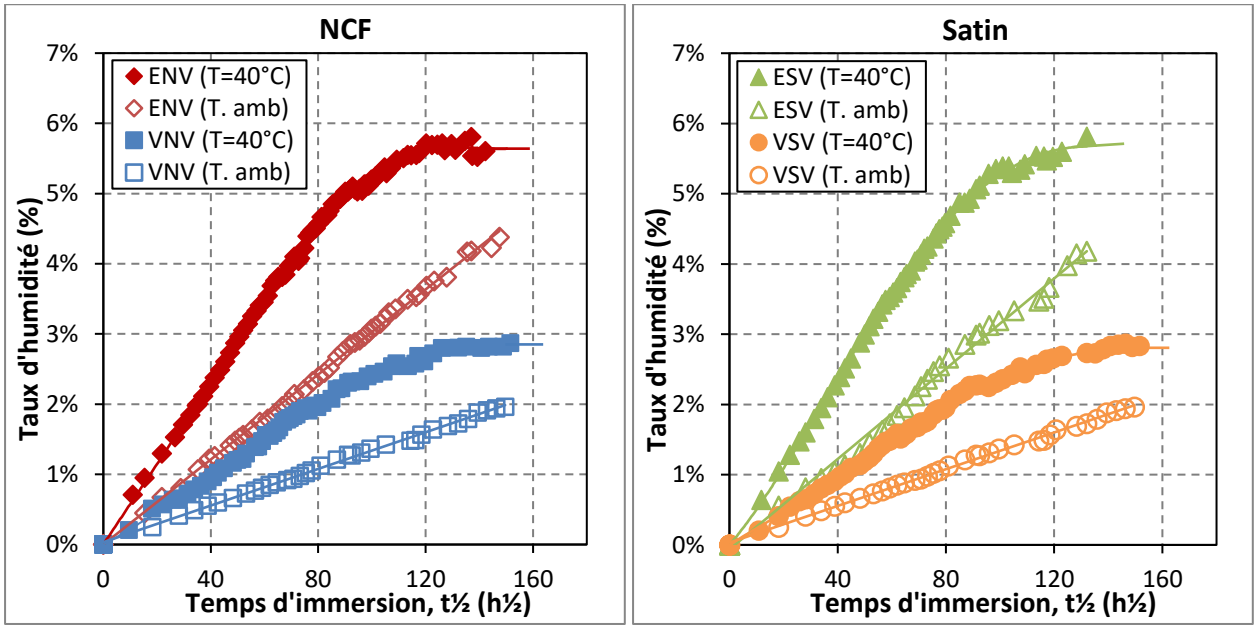


Figure 6.4: Effet de la nature de la résine sur la cinétique d'absorption d'eau

La comparaison de ces courbes montre que de la nature de la résine a un effet significatif sur la cinétique d'absorption d'humidité. En effet, l'époxy semble beaucoup plus sensible à l'absorption d'eau que le vinylester. La différence au niveau des pentes des zones linéaires des courbes, démontre que le processus d'absorption d'humidité des échantillons à matrice époxy est beaucoup plus rapide que l'absorption des échantillons à matrice vinylester. En effet, d'après les valeurs présentées au tableau 6.1, les coefficients de diffusion pour les composites verre / vinylester avec voile de surface sont $2{,}4 \times 10^{-13}$ m^2/s pour les échantillons immergés dans l'eau à 40°C, et $0{,}7 \times 10^{-13}$ m^2/s pour les échantillons immergés dans l'eau à 23°C, alors que, dans le cas des composites verre/époxy, les coefficients de diffusion sont $3{,}5 \times 10^{-13}$ m^2/s pour les échantillons immergés dans l'eau à 40 °C, et 1×10^{-13} m^2/s pour les échantillons immergés dans l'eau à 23 °C.

De plus, on remarque une différence entre les niveaux de saturation des courbes présentées à la figure 6.4, qui montre que les échantillons à matrice époxy ont absorbé une quantité d'humidité

(M_m=5,79%), nettement plus élevée que celle absorbée par les échantillons à matrice vinylester (M_m=2,97%). La comparaison de ces valeurs nous mène à conclure que l'utilisation de la résine vinylester au lieu de époxy peut réduire la vitesse d'absorption d'environ 32% et le taux d'humidité à la saturation de 50%. Ces résultats peuvent être expliqués par la différence entre les températures de transition vitreuse des deux résines. En effet, la *Tg* de l'époxy utilisé dans cette étude est d'environ 60 °C, alors que celle de la résine vinylester est de 112 °C. De plus, la résine vinylester, qui est produite par la réaction d'estérification entre une résine époxy et un acide monocarboxylique insaturé, possède moins de sites ouverts dans sa chaîne moléculaire. Cela rend les composites à matrice vinylester beaucoup plus résistants à la pénétration de l'eau par hydrolyse qui est une réaction de décomposition dans laquelle l'eau rompt les liaisons chimiques de la matrice. En fait, la susceptibilité à l'attaque hydrolytique augmente avec le nombre de groupes ester dans l'unité de répétition du polymère [134]. Narasimha et al., qui ont étudié la durabilité des composites verre/époxy et verre/vinylester, ont démontré que, dans le cas des composites à matrice époxy, un décollement entre les fibres et la matrice s'est produit. Ceci a créé des vides qui agissent comme un réservoir, augmentant ainsi le taux d'humidité à la saturation [135]. Il est important de mentionner que, dans cette étude, nous avons choisi une résine époxy souple avec une bonne résistance à l'impact, mais sa température de transition vitreuse de 60°C est relativement faible. Ceci ne nous dérangeait pas car l'extension de l'avant-directrice va être immergée dans l'eau de rivière à une température entre 5 et 15 °C.

Les différences entre les coefficients de diffusion et les taux d'humidité à la saturation permettent de supposer que l'effet de vieillissement sera plus prononcé dans le cas du composite à matrice époxy. Ceci devrait avoir un impact sur les propriétés mécaniques. L'influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques des stratifiés étudiés sera discutée dans les prochaines sections.

6.1.4 Influence du voile de surface sur la cinétique d'absorption

Le voile de surface est généralement utilisé pour améliorer la finition de la surface extérieure du stratifié et offrir au matériau composite une excellente protection contre la corrosion et l'abrasion [77-79]. Par contre, peu d'informations sont disponibles dans la littérature sur l'effet de voile de surface sur la cinétique d'absorption d'humidité des matériaux composites.

Les figures 6.5.a et b illustrent les courbes d'évolution de la quantité d'eau absorbée *M* (en %) en fonction de la racine carrée du temps respectivement des composites NCF/vinylester et satin/époxy

avec et sans voile de surface vieillis à deux températures différentes. La comparaison des courbes d'absorption montre que, dans le cas des échantillons sans voile de surface, la pente de la zone linéaire est plus élevée. Ceci indique que l'ajout du voile a un effet significatif sur la vitesse d'absorption d'humidité, que ce soit pour les échantillons vieillis à température ambiante ou à 40°C. En effet, la présence de voile ralentit la diffusion de l'humidité dans le matériau (le coefficient de diffusion a diminué d'environ 38 %) et par conséquent augmente le temps requis pour atteindre la saturation. Par contre, l'ajout de voile de surface n'a aucun effet significatif sur le taux d'humidité à la saturation qui demeure 5,8% pour les composites à matrice époxy et 2,9% pour les échantillons à matrice vinylester. L'effet du voile de surface sur la vitesse de diffusion peut être expliqué par la texture du voile qui est de type mat où les fils polyester, qui sont très fins et non tissés, sont orientés de façon aléatoire, formant une barrière à la diffusion [136].

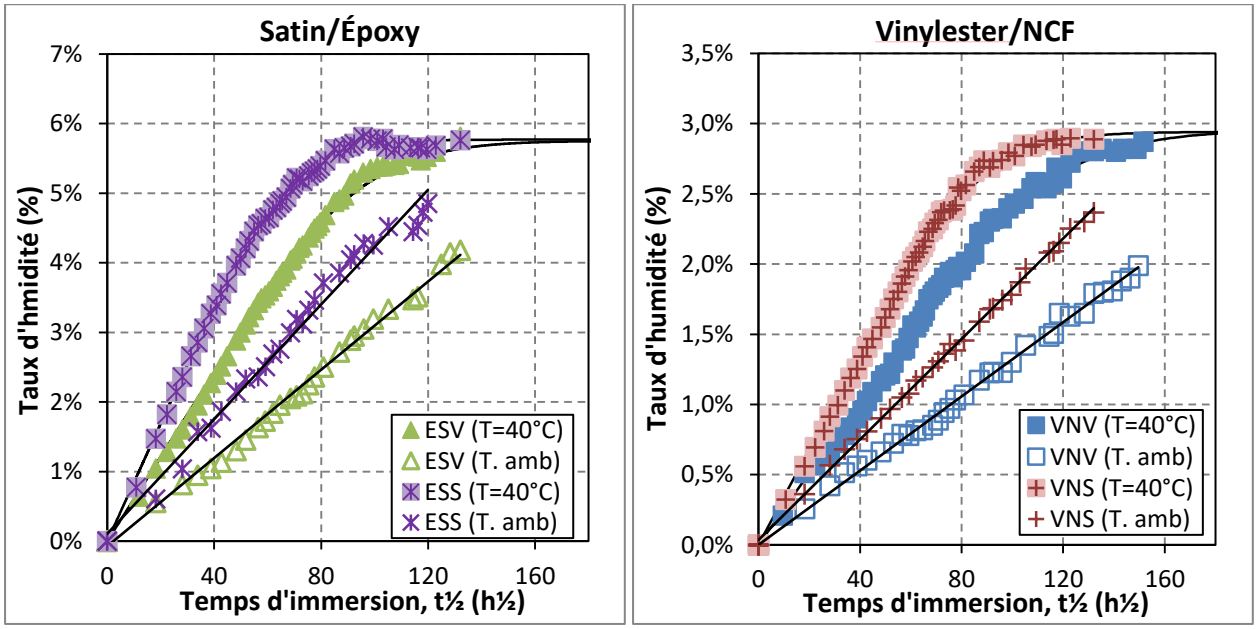


Figure 6.5: Effet du voile de surface sur la cinétique d'absorption d'eau

Cette section a permis de cerner le problème de diffusion d'eau au sein de nos matériaux et d'étudier l'influence des différents paramètres, tels que la température, la nature de la résine et l'utilisation d'un voile de surface, sur le processus de diffusion. De plus, les mesures d'absorption, réalisées pour deux températures de vieillissement différentes, ont permis d'établir des relations entre les paramètres de diffusion et la température. Ces relations vont permettre d'estimer le coefficient de diffusion pour d'autres conditions de vieillissement. À partir de cette base de données expérimentale, il sera possible de réaliser un calcul de diffusion et de prévoir les cinétiques

d'absorption d'eau pour n'importe quelle température du milieu, comme nous le verrons dans la cinquième partie de ce chapitre.

La suite du travail expérimental consiste à étudier les effets de l'humidité sur les propriétés physiques et d'évaluer les propriétés mécaniques des stratifiés durant le vieillissement.

6.2 Effets de l'humidité sur les propriétés physiques

Les effets physiques du vieillissement hygrothermique des matériaux composites se reflètent dans la plastification de la matrice, qui entraîne une diminution de sa température de transition vitreuse. Un autre effet physique important est le changement dimensionnel des échantillons vieillis. Ces deux phénomènes physiques sont étudiés ci-dessous.

6.2.1 Effet de l'humidité sur la température de transition vitreuse

Avant le vieillissement, les températures de transition vitreuse (T_g) des stratifiés étudiés ont été mesurées à l'aide de l'analyse dynamo-mécanique (DMA) afin de déterminer la température maximale de l'eau qui peut être utilisée pour le vieillissement accéléré. Et vu que l'humidité affecte la Tg des matériaux composites, des mesures de DMA supplémentaires ont également été effectuées pour suivre l'évolution de la température de transition vitreuse au cours du vieillissement et par la suite étudier l'effet de l'humidité sur la Tg. Rappelons que tous les échantillons ont subi au préalable une post-cuisson afin d'avoir un état de réticulation maximum.

La figure 6.6 présente l'évolution de la température de transition vitreuse au cours du vieillissement des échantillons à matrice époxy et matrice vinylester. Les symboles sont les points expérimentaux obtenus par les mesures de DMA. D'après les courbes, on peut constater qu'effectivement la température de transition vitreuse dépend de la quantité d'humidité dans le matériau. Ceci est en accord avec les observations de nombreux auteurs [8, 137]. Dans le cas des composites à matrice époxy et ceux à matrice vinylester, une baisse de la Tg d'environ 20°C est observée.

Les courbes en trait discontinu (T_{gw1}) de la figure 6.6 ont été obtenues à l'aide de l'équation (6.3) proposée par P.K. Mallick [8, 137], qui a estimé l'effet hygrothermique sur la température de transition vitreuse des composites à matrice époxy comme suit :

$$T_{gw1} = (0{,}005M^2 - 0{,}1M + 1).T_{g0} \qquad (6.3)$$

où :

- T_{g0} : température de transition vitreuse à l'état sec;
- T_{gw} : température de transition vitreuse à l'état humide avec un taux d'humidité M.

Cependant, cette équation ne tient pas compte du taux de vide dans le matériau, ce qui fait que les valeurs calculées sont plus faibles que les valeurs des *Tg* mesurées. En effet, l'eau qui va remplir les vides ne cause pas la diminution de la *Tg*, contrairement à l'eau qui s'infiltre entre les macromolécules de l'époxy ou du vinylester qui agit comme un plastifiant et par conséquent, entraine la diminution de la *Tg*. Dans le cadre de notre travail de recherche, nous avons alors proposé l'équation suivante afin de calculer la température de transition vitreuse au cours du vieillissement en tenant compte du taux de vide :

$$T_{gw2} = (0{,}005M^2 - (0.1 - 0.02V_v)M + 1).T_{g0} \qquad (6.4)$$

où *Vv* est le taux de vide dans le matériau.

Les courbes en trait plein présentées à la figure 6.6 correspondent aux courbes théoriques (T_{gw2}) calculées à l'aide de l'équation 6.4 qui estime l'évolution de *Tg* en fonction de l'humidité.

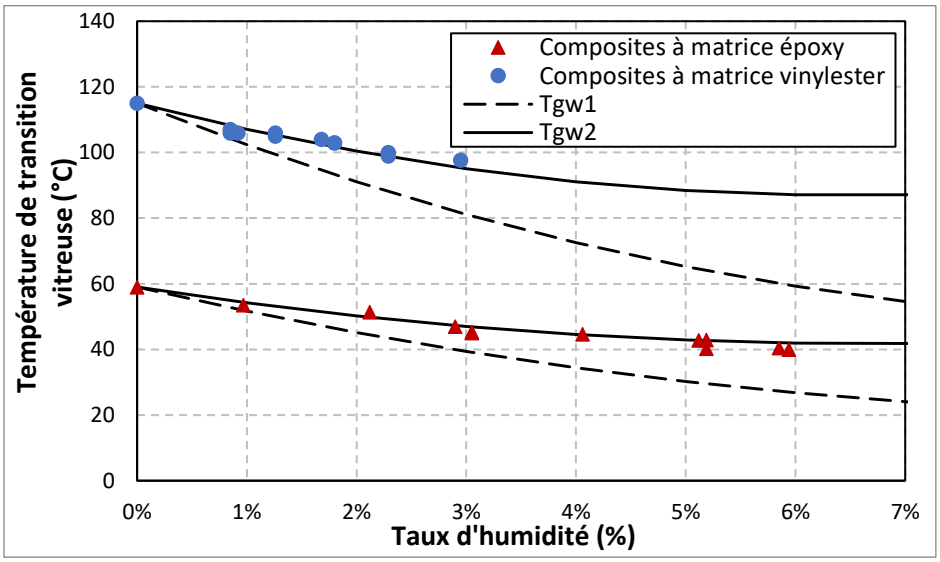


Figure 6.6: Variation de la température de transition vitreuse des composites à matrice époxy et des composites à matrice vinylester en fonction du taux d'humidité

Un très bon accord apparait entre les résultats expérimentaux et les valeurs calculées par l'équation (6.4). Des mécanismes physiques sont l'origine de l'évolution de la *Tg*. En effet, l'humidité affecte

physiquement les composites en plastifiant la matrice polymère et abaissant ainsi la température de transition vitreuse des composites. Le phénomène de plastification est lié à l'augmentation du volume libre du polymère et à la destruction des liaisons hydrogène intramoléculaires. Donc la diminution de la *Tg* peut être expliquée par la plastification de la matrice. En effet, les molécules d'eau agissent au niveau de la lubrification des chaines moléculaires de la matrice polymère, ce qui favorise leur glissement les unes par rapport aux autres et par conséquent entraine la diminution de la température de transition vitreuse.

6.2.2 Variation dimensionnelle

En complément à la détermination de la cinétique d'absorption et de l'évolution de la *Tg*, les variations dimensionnelles au cours du vieillissement des stratifiés ont été aussi étudiées. Ce gonflement peut être expliqué par la génération de contraintes internes dues à l'accumulation de molécules d'eau dans le réseau polymère. Le changement de volume est donc calculé par la différence entre les dimensions du matériau vieilli et celles du matériau sec. Des mesures expérimentales de l'augmentation relative de volume ont donc été réalisées pour les échantillons vieillis en immersion à 40°C.

Théoriquement, le changement de volume peut être estimé à l'aide de l'équation suivante [8] :

$$\Delta V(t) = \frac{\rho_m}{\rho_w} . V_0 \, . M(t) \qquad (6.5)$$

où :

- ΔV est le changement de volume du composite au temps t;
- $M(t)$ est le taux d'humidité au temps t;
- ρ_m est la densité de la matrice;
- ρ_w est la densité de l'eau;
- V_0 est le volume initial de l'échantillon.

Les résultats expérimentaux pour chaque configuration sont présentés à la figure 6.7 par des symboles et les courbes en trait plein représentant les courbes théoriques calculées par l'équation 6.5. On peut remarquer que, pour toutes les configurations, la première partie de la courbe est presque linéaire et le volume augmente rapidement pour atteindre un plateau proche de 6,5% pour les composites à matrice époxy (ENV, ESV et ESS) et de 3,5% pour les composites à matrice

vinylester (VNV, VSV et VNS). On peut remarquer aussi que les écarts type sont relativement élevés.

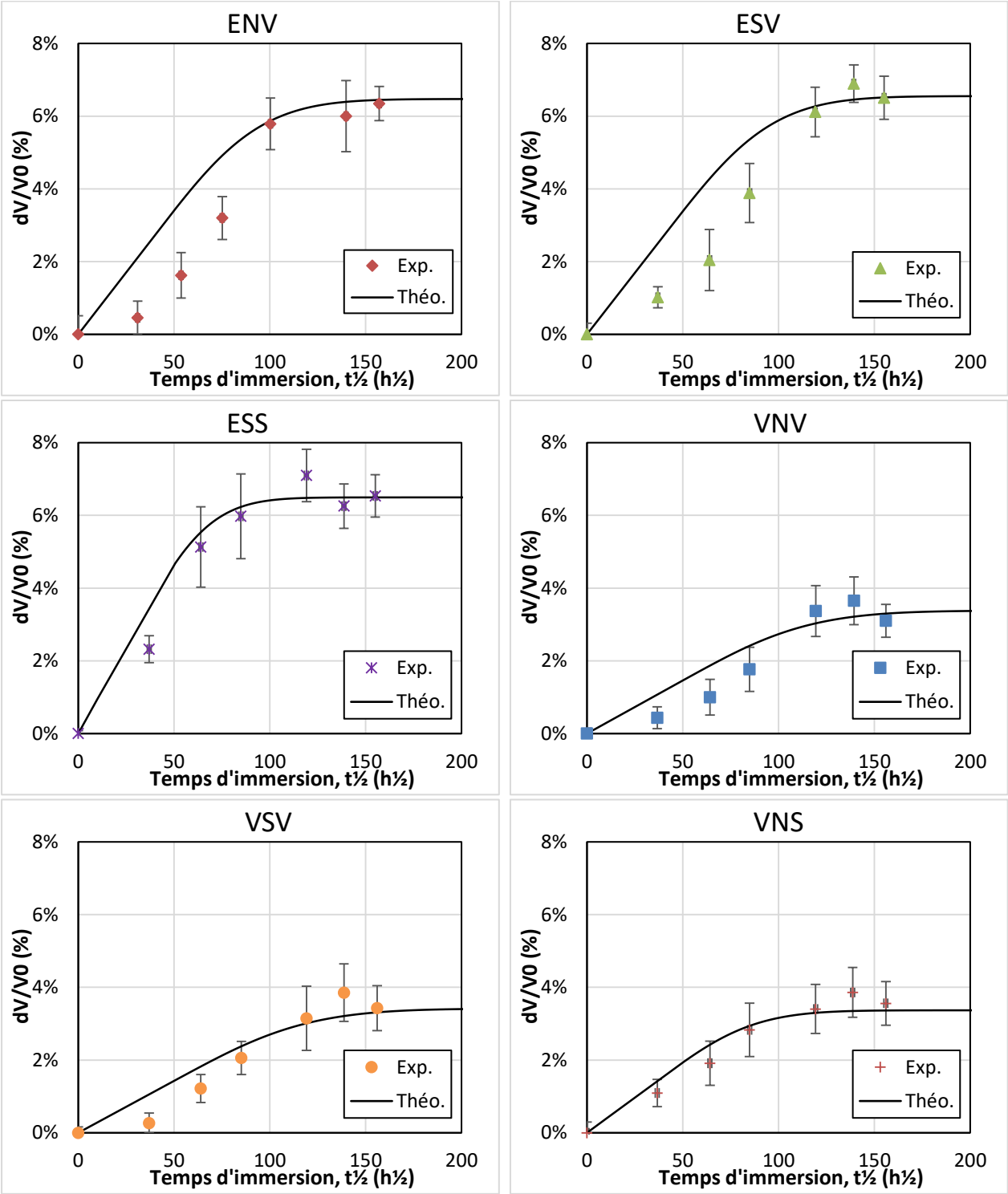


Figure 6.7: Évolution de variation dimensionnelle en fonction du temps de vieillissement en immersion à 40°C

La comparaison entre les résultats expérimentaux et les courbes théoriques montre que les taux de gonflement mesurés au début de vieillissement sont plus faibles que ceux calculés, ce qui peut être assimilé au remplissage du volume libre (les vides) correspondant à une prise de masse sans causer une variation de volume. Par la suite, les taux de gonflement expérimentaux se rapprochent des taux théoriques à cause de l'écartement des chaines. On remarque aussi que pour les deux configurations sans voile de surface (ESS et VNS), les valeurs de variation dimensionnelle mesurées sont les plus proches des valeurs calculées (comparativement aux autres configurations), ceci peut être expliqué par le faible taux de vide dans ces deux configurations qui ne dépasse pas 1%. Il est important de mentionner, que le gonflement de la matrice peut avoir un effet néfaste et provoquer un décollement interfacial si les forces de gonflement dépassent la force interfaciale. Une corrélation de ces observations avec l'évolution des propriétés mécaniques est faite dans la section suivante.

6.3 Effets de l'humidité sur les propriétés mécaniques

L'étude du vieillissement en immersion donne une idée sur la cinétique de diffusion des stratifiés étudiés en déterminant la quantité d'eau absorbée par le composite et la vitesse avec laquelle il atteint une éventuelle saturation, mais elle ne donne pas une information sur la conservation ou non des propriétés mécaniques. À cette fin, les résistances mécaniques en traction ont été déterminées pour les échantillons vieillis et non vieillis. Dans cette section, nous abordons le thème de la dégradation des performances mécaniques et de l'intégrité des matériaux composites due à la présence d'humidité afin de déterminer et quantifier les effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques des différents stratifiés étudiés.

Les variations de la résistance en traction, le module et la déformation à la rupture, au cours du vieillissement, sont respectivement représentées aux figures 6.8, 6.9 et 6.10. De manière générale, une baisse importante des propriétés mécaniques est observée pour toutes les configurations, d'autant plus importante que la masse d'eau absorbée est élevée. En effet, une diminution de la résistance ultime à la traction, du module de traction et de la déformation à la rupture a été observée avec l'augmentation du temps d'exposition. On remarque aussi que la dégradation des propriétés est rapide au début de vieillissement, mais par la suite elle ralentit. Il est important de mentionner que, la chute du niveau de contrainte à la rupture est encore plus importante que la diminution du module.

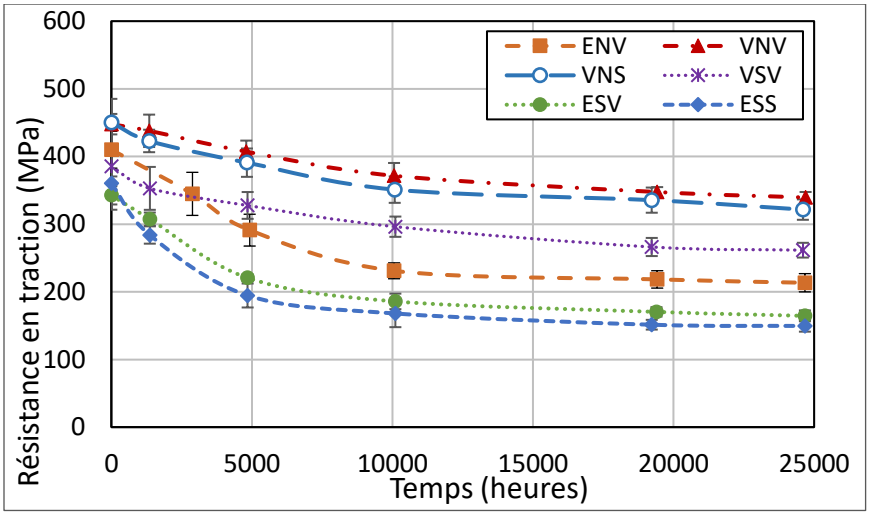


Figure 6.8: Évolution de la résistance en traction au cours du vieillissement

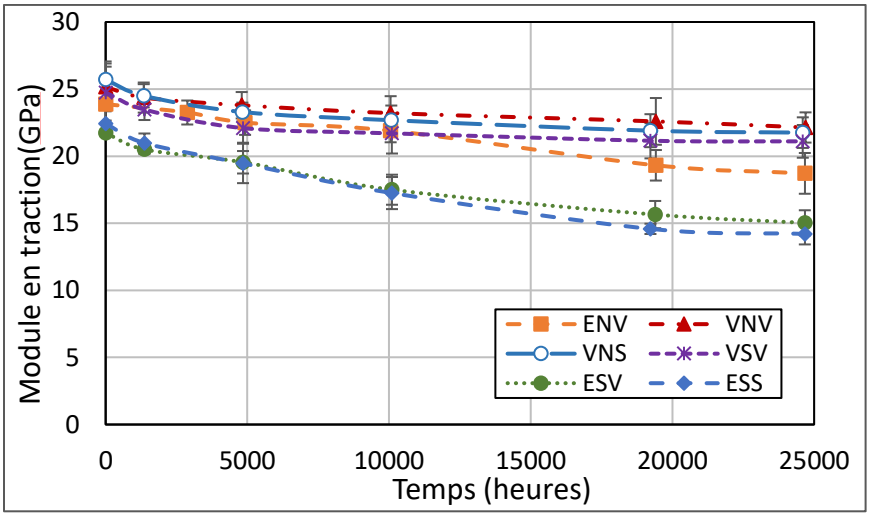


Figure 6.9: Évolution du module au cours du vieillissement

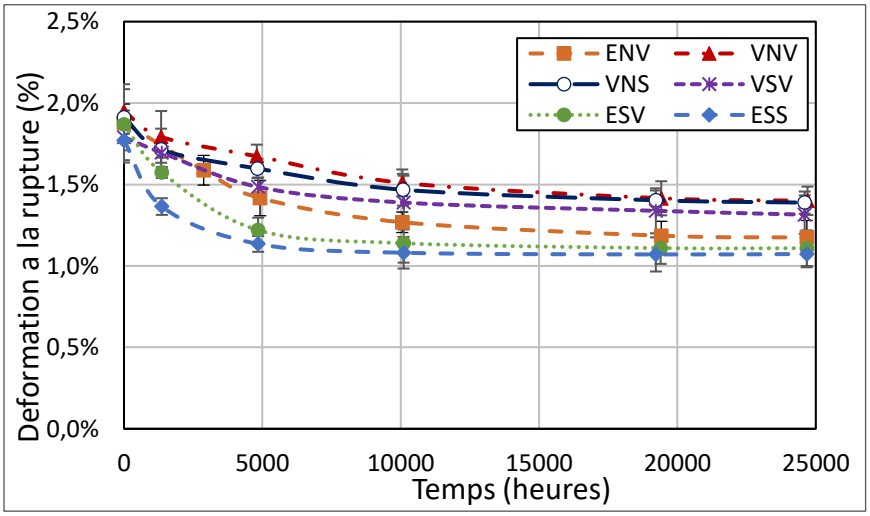


Figure 6.10: Évolution de la déformation à la rupture au cours du vieillissement

Les résultats des essais de traction démontrent également que la vitesse de dégradation des propriétés suit la vitesse d'absorption d'humidité, c'est-à-dire que le matériau dont les propriétés chutent le plus rapidement lors d'une immersion à 40°C possède le coefficient de diffusion le plus élevé.

La chute des propriétés mécaniques au cours de vieillissement peut être expliquée, d'une part par la plastification de la matrice qui a été prouvé par la diminution de la température de transition vitreuse et d'autre part par, la dégradation de l'interface fibre/matrice. En effet, l'absorption d'eau peut réduire l'adhésion fibre / matrice, conduisant ainsi à un décollement interfacial. En conséquence, l'interphase est devenue un site d'absorption non négligeable causant le gonflement de la matrice, ceci a été démontré dans la section 6.2.2. De plus, l'eau absorbée peut entrainer une dégradation et une formation de défauts à la surface des fibres de verre [63], réduisant en conséquence l'énergie de surface des fibres de verre, ce qui réduit la quantité d'énergie requise pour la formation de fissures ainsi que l'énergie requise pour la propagation des fissures, ce qui cause la chute de la résistance du composite renforcé par des fibres de verre.

Il convient d'ajouter que, pour toutes les configurations, le vieillissement n'a aucune influence sur l'allure de la courbe contrainte / déformation. En effet, le comportement des échantillons est toujours fragile, comme présenté dans la figure 6.11 où on a pris comme exemple les courbes de traction des échantillons ESV testés à différents temps d'immersion.

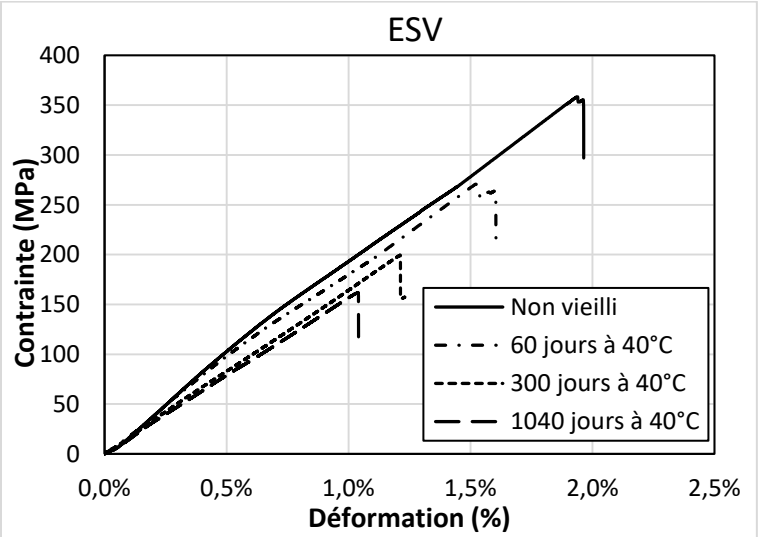


Figure 6.11: Courbes contrainte-déformation des échantillons ESV à différents temps de vieillissement

La figure 6.12 illustre, pour chaque configuration, la résistance relative calculée en divisant la moyenne des résistances des échantillons vieillis en immersion dans l'eau à 40°C pendant 1100 jours, par la moyenne des résistances avant vieillissement. Le module relatif et la déformation relative, de chaque configuration, sont également présentés à la figure 6.12.

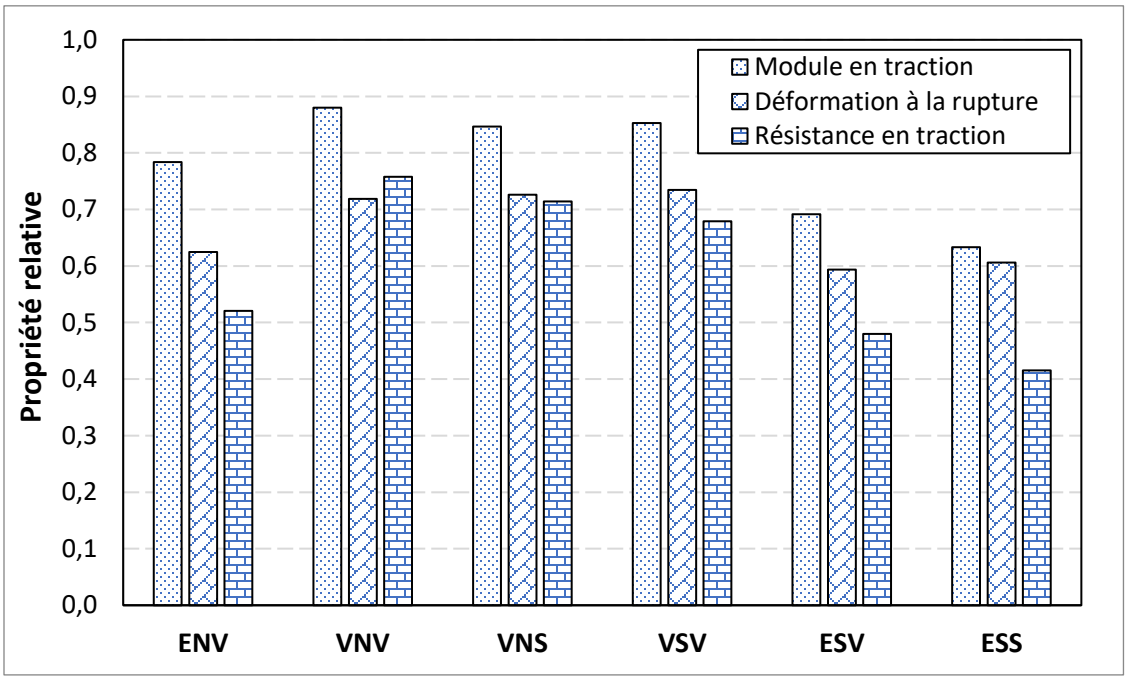


Figure 6.12: Variation des propriétés relatives en traction après 1100 jours en immersion dans l'eau à 40°C

On a remarqué qu'au bout de 1100 jours de vieillissement en immersion à 40°C, les propriétés des échantillons à matrice époxy sont les plus affectées par l'absorption d'humidité (voir figure 6.12). En effet, la chute des propriétés en traction est maximale pour les échantillons ESS avec une perte de 58% en résistance et 37% en module, suivie par les échantillons ESV avec une perte de 52% en résistance et 31% en module, et en troisième place les échantillons ENV avec une perte de 48% en traction et 22% en module. Par contre, l'effet de l'humidité sur les propriétés des échantillons VNV est le plus faible, avec une diminution de 24% en résistance et 15% en module. Ce qui nous mène à conclure que la baisse des propriétés des échantillons à matrice époxy est presque deux fois celle des échantillons à matrice vinylester. Ceci peut être expliqué par la différence au niveau de taux d'humidité à la saturation de ces deux matrices qui est 5.9% pour l'époxy et 2.9% pour le vinylester. Apicella et al. [134] qui ont étudié l'influence de la chimie des résines sur la baisse des propriétés mécaniques des composites renforcés de fibre de verre, après exposition à l'eau à différentes

températures (25 et 90°C), démontrent que les dommages hydrolytiques relatifs diminuaient comme suit : résines isophtaliques> bisphénol-B> bisphénol-A> vinylester. Les auteurs ont suggéré que la susceptibilité à l'attaque hydrolytique augmentait avec l'augmentation du nombre de groupes ester dans l'unité de répétition du polymère. Il faut mentionner que la résine époxy utilisée dans cette étude est de type bisphénol-A.

Un changement de couleur a été noté sur les échantillons qui ont subi un vieillissement en immersion dans l'eau, que ce soit à 23 ou 40°C, comme le montre les échantillons présentés à la figure 6.13. Pour le cas des composites à matrice vinylester (VNV, VNS et VSV), les échantillons sont initialement jaune pâle, mais ils brunissent au cours du vieillissement. Par contre les échantillons à matrice époxy (ESS, ESV et ENV) ont tendance à blanchir. Ce phénomène semble être uniquement la conséquence de l'humidité, indépendamment de la température du milieu, puisqu'il se produit de la même façon au cours d'un vieillissement à 23 et à 40°C.

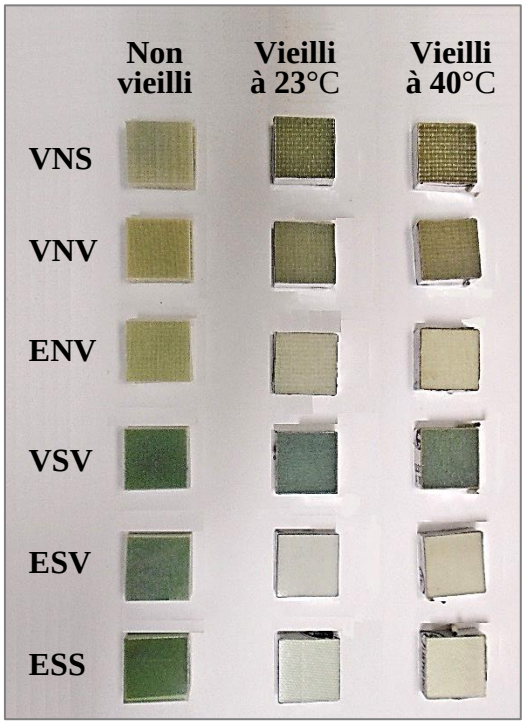


Figure 6.13: Changement de l'aspect visuel des matériaux étudiés après un vieillissement en immersion à 23 et 40°C

La figure 6.14 montre le mode de rupture typique des échantillons testés en traction après vieillissement hygrothermique. L'inspection visuelle des échantillons testés révèle qu'un délaminage a été observée pour les échantillons vieillis. Ceci indique que la principale raison de

dégradation des propriétés mécanique est due à la perte de liaison interfaciale entre le renfort et la matrice.

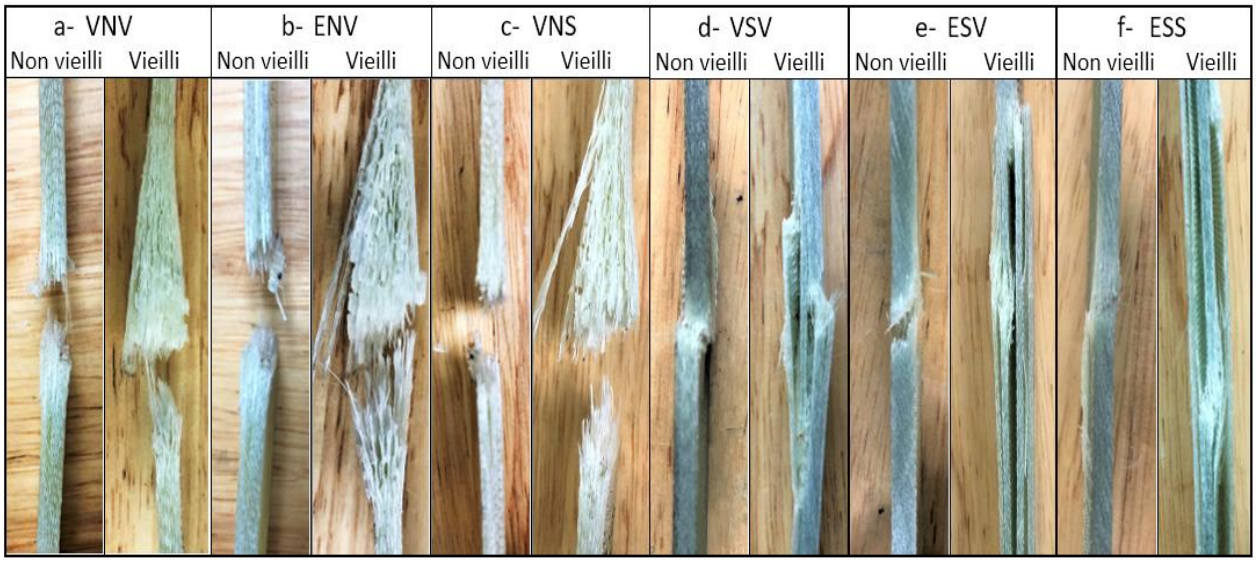


Figure 6.14: Mode de défaillance typique des stratifiés testés en traction avant et après un vieillissement hygrothermique à 40 °C

6.4 Simulations de diffusion

Dans cette partie, nous nous intéressons à la modélisation du processus de diffusion de l'eau dans le matériau composite, dans le but de prévoir l'évolution de l'humidité à travers l'épaisseur de l'échantillon au cours du vieillissement ainsi que le temps requis pour atteindre la saturation, et ceci pour n'importe quelle température autre que celles testées expérimentalement. Après avoir présenté la démarche du calcul, nous exposons les résultats obtenus pour différentes températures.

Pour pouvoir simuler le processus de diffusion, on doit partir d'un état de diffusion connu au départ. Les paramètres à considérer pour le calcul sont récapitulés dans la figure 6.15 pour une diffusion 1D :

- L'épaisseur de la pièce a une influence directe sur la durée de vieillissement nécessaire pour atteindre la saturation en humidité.
- Les paramètres des matériaux étudiés sont le taux de saturation et le coefficient de diffusion de chaque configuration, qui sont déterminés soit par une étude expérimentale, soit à partir des relations expérimentale, $D=f(T)$.

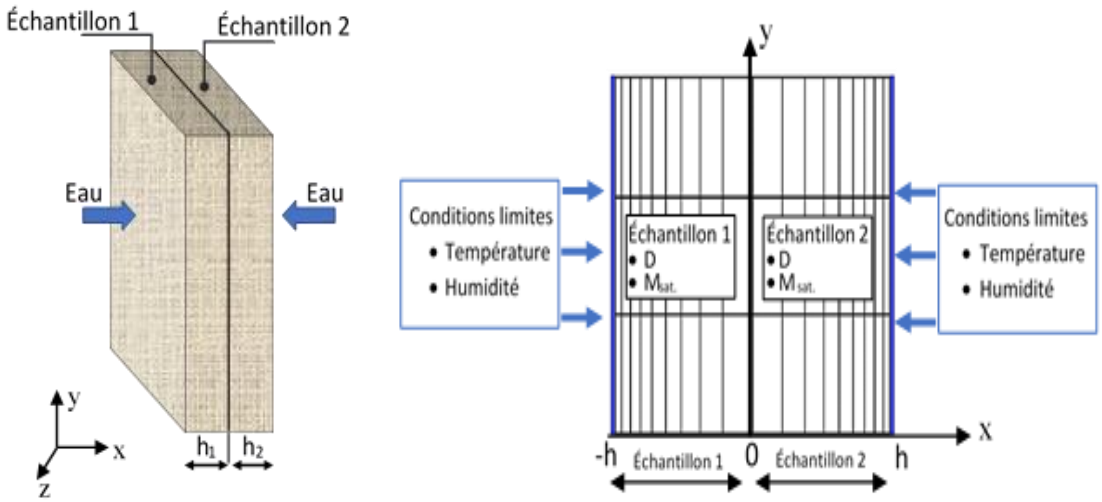


Figure 6.15: Paramètres intervenant dans le calcul de diffusion 1D (unidirectionnelle)

On suppose que le mouvement des molécules d'eau est aléatoire et que le coefficient de diffusion, qui dépend de la température du milieu, est constant. D'après les résultats expérimentaux présentés précédemment (section 6.1), les matériaux étudiés suivent une cinétique d'absorption de type fickien. La loi de Fick utilisée dans ce travail s'écrit comme suit :

$$\frac{\partial M}{\partial t} = D_x \frac{\partial^2 M}{\partial x^2} \qquad (6.6)$$

avec :

- $M = M_i \ pour \begin{cases} -h < x < h \\ et \\ t \leq 0 \end{cases}$
- $M = M_m \ pour \begin{cases} x = -h;\ x = h \\ et \\ t > 0 \end{cases}$
- D_x mentionné précédemment est le coefficient de diffusion selon l'axe x.

On suppose que l'origine $x = 0$ est fixée entre les deux échantillons, qui ont été collés l'un contre l'autre, comme présenté à la figure 6.15, et qu'à $t = 0$, $M_i = 0$. La solution exacte de l'équation (6.6), qui permet de calculer l'évolution de l'humidité dans le matériau, au cours du temps de vieillissement, peut être écrite comme suit :

$$M(x,t) = \left[1 - \frac{4}{\pi}\sum_{i=0}^{\infty}\frac{1}{(2i+1)} sin\frac{(2i+1)\pi x}{h} exp\left(-\pi^2(2i+1)^2\frac{D_x.t}{h^2}\right)\right].M_m \qquad (6.7)$$

où :

- M est le taux d'humidité au temps t;
- M_i est le taux d'humidité initial dans le matériau;
- M_m est le taux d'humidité à la saturation;
- h est l'épaisseur de l'échantillon.

La quantité d'eau totale absorbée à un instant t, peut être déterminée en intégrant la concentration en humidité à travers l'épaisseur de l'échantillon. Le résultat de cette intégration, qui correspond au taux d'humidité absorbé par l'échantillon, est donné par l'équation ci-dessous :

$$M(t) = 1 - \frac{8}{\pi^2}\sum_{i=0}^{\infty}\frac{1}{(2i+1)^2} exp\left(-\pi^2(2i+1)^2\frac{D_x.t}{h^2}\right).M_m \qquad (6.8)$$

Cette équation permet de comparer les résultats de simulation avec les mesures expérimentales du taux d'humidité obtenu au cours du vieillissement. Alors, le modèle de Fick a été appliqué pour chaque configuration comme présenté à la figure 6.16. Les courbes en trait plein correspondent aux résultats du modèle de diffusion de Fick (équation 6.8) et les symboles sont les points expérimentaux. Un très bon accord existe entre les résultats expérimentaux et les simulations. Nous pouvons donc conclure que ce modèle permet de simuler convenablement les cinétiques expérimentales et que l'approximation d'une diffusion 1D suivant l'épaisseur est validée.

À l'issue du calcul de diffusion, différentes visualisations des résultats sont possibles. Les résultats de diffusion des deux configurations différentes ENV et VNV ont été présentés comme exemple. Les figure 6.17 présente une carte de variation de l'humidité M en tout point d'un échantillon ENV à différente durée d'immersion dans l'eau et par conséquent on peut avoir une idée sur le profil d'eau à travers l'épaisseur. La figure 6.18 présente une carte de variation de l'humidité à travers l'épaisseur d'un échantillon VNV.

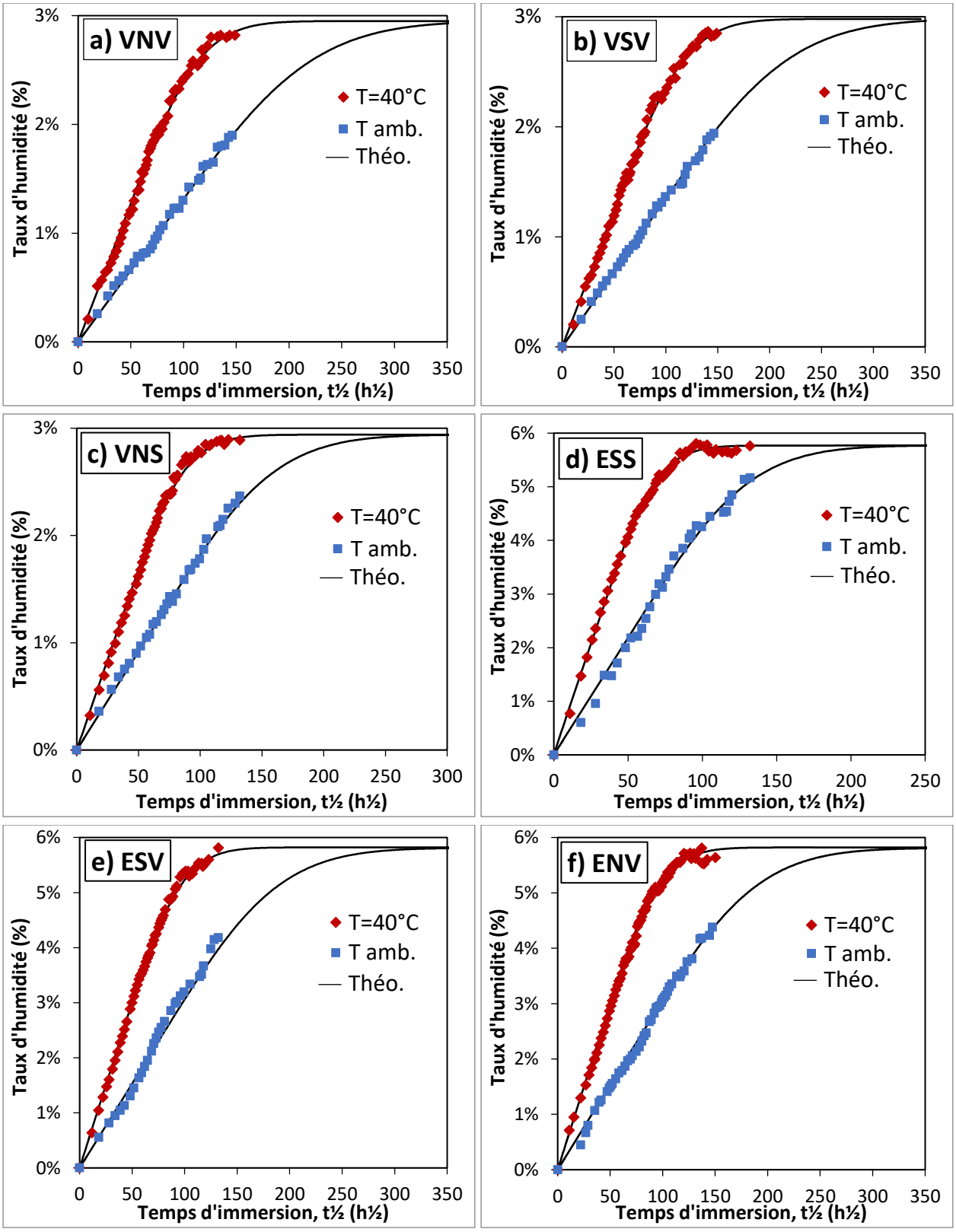


Figure 6.16: Courbes théoriques et expérimentales d'absorption des stratifiés en immersion dans l'eau à 23 et 40°C

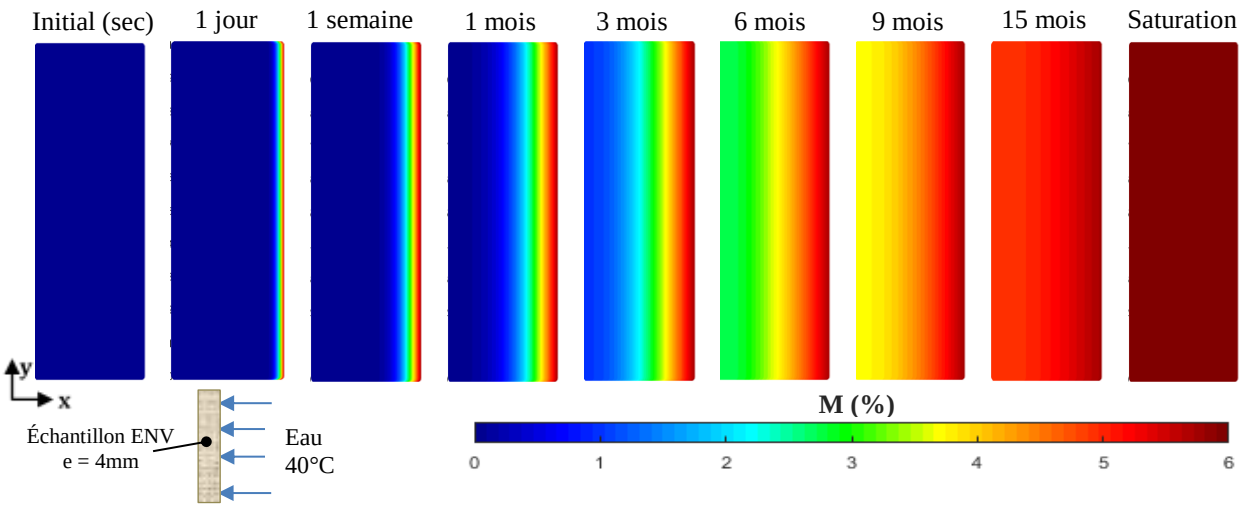


Figure 6.17: Carte de variation de l'humidité *M* en tout point de l'épaisseur d'un échantillon ENV à différentes durées de vieillissement

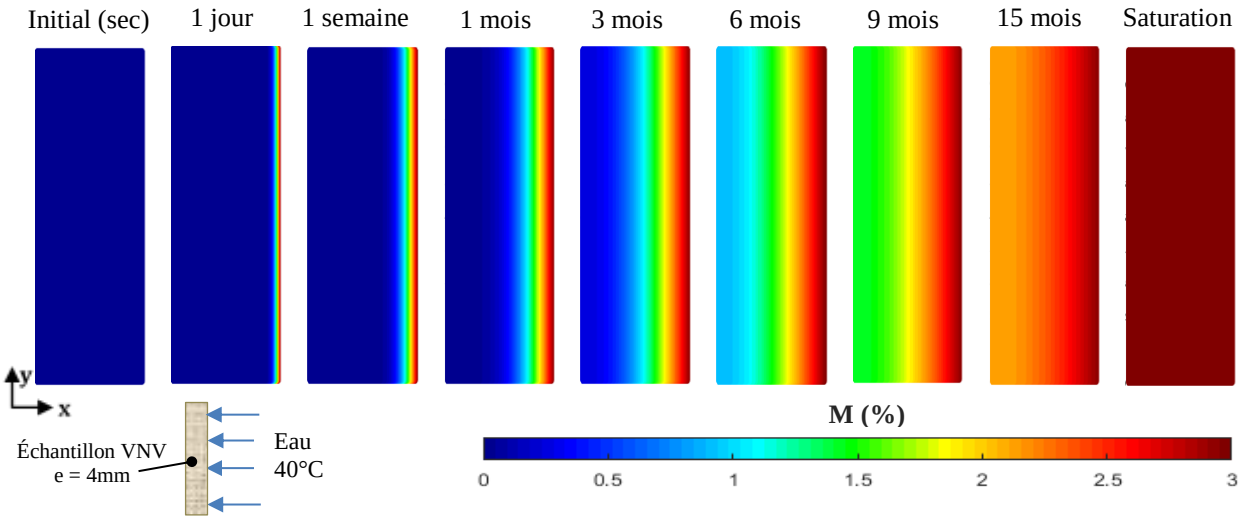


Figure 6.18: Carte de variation de l'humidité *M* en tout point de l'épaisseur d'un échantillon VNV à différentes durées de vieillissement

Il est possible aussi de visualiser la répartition de l'eau selon l'épaisseur au cours du vieillissement et de connaitre la concentration en humidité dans un point donné, comme présenté à la figure 6.19. On peut constater que les zones près du bord (x = 4 et x = - 4) atteignent rapidement un niveau de saturation. Le temps requis pour atteindre ce même niveau est d'autant plus élevé que le point considéré se trouve loin de la surface en contact avec l'eau. Il ne faut pas oublier que x = 0 est le plan de séparation entre les deux échantillons.

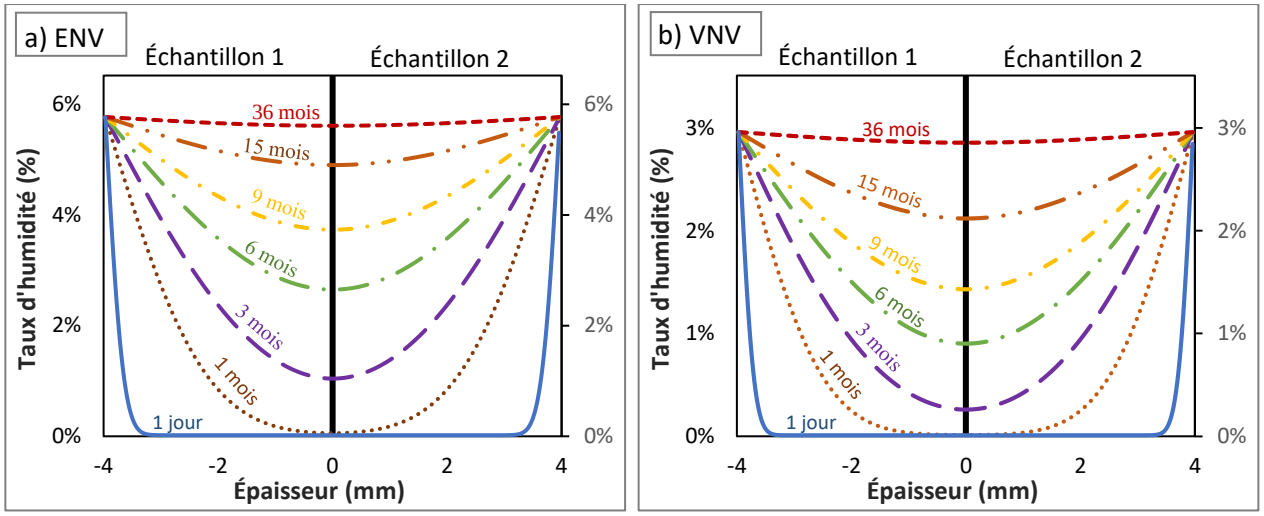


Figure 6.19: Profils d'eau à travers l'épaisseur de l'échantillon pour différentes durées de vieillissement

Une autre donnée importante obtenue à l'issue d'un calcul de diffusion de ce type est le temps requis pour que le matériau atteigne son taux de saturation. Pour les différents stratifiés étudiés, les temps de vieillissement nécessaires pour atteindre la saturation en eau sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 6.2: Temps de vieillissement requis pour atteindre la saturation

Configuration	**Temps requis pour atteindre la saturation [Jours]**	
	t_m *(40 °C)*	t_m *(T. amb)*
ENV	944	3397
VNV	1386	4768
ESV	977	3407
VSV	1354	4623
ESS	475	1653
VNS	714	2433

Il est évident que ces informations obtenues par les simulations dépendent directement de l'épaisseur de l'échantillon et de la température du milieu. En effet, si l'épaisseur augmente ou la température de l'eau diminue, le temps de vieillissement nécessaire pour que l'échantillon atteigne la saturation va augmenter. Différentes simulations ont donc été réalisées en faisant varier

l'épaisseur et la température de l'eau. Les figure 6.20.a et b permettent de visualiser et quantifier l'effet de l'épaisseur de l'échantillon et la température sur le temps requis pour atteindre la saturation.

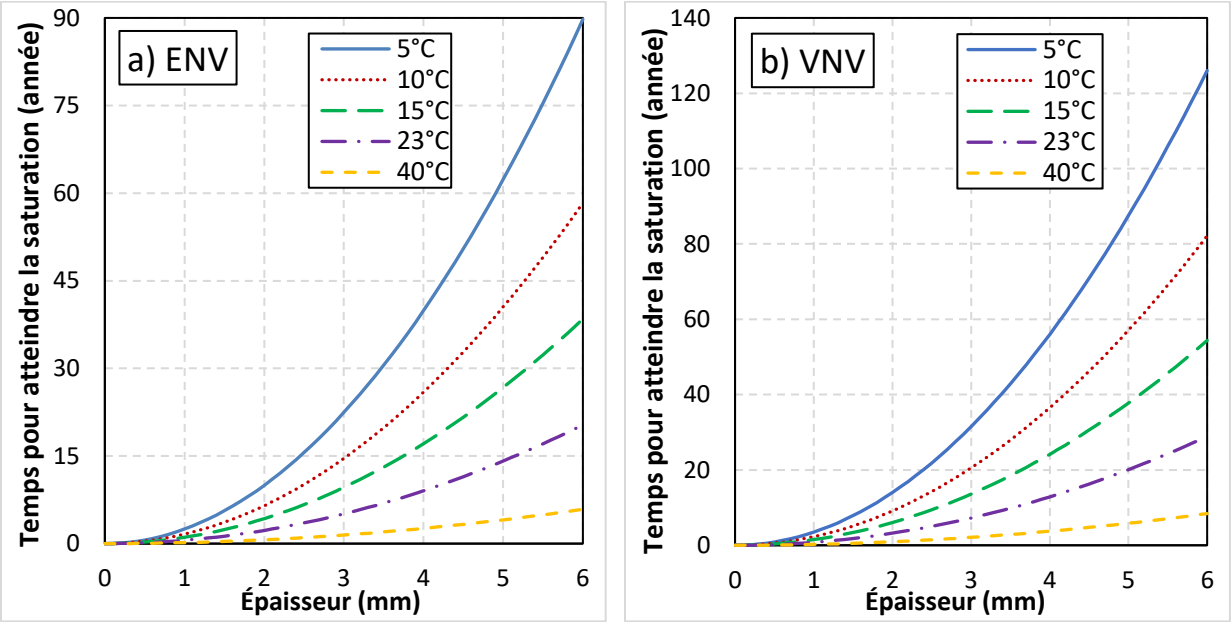


Figure 6.20: Temps de vieillissement requis pour atteindre la saturation en humidité en fonction de l'épaisseur pour différentes températures

Concernant ces exemples présentés dans la figure 6.20, il apparait tout d'abord que les variations en fonction de l'épaisseur sont exponentielles pour toutes les températures considérées. Le temps de vieillissement nécessaire pour arriver à la saturation augmente rapidement avec l'épaisseur. Par exemple, pour le cas de ENV vieilli à 23°C, il faut deux ans et demi de vieillissement pour atteindre le niveau de saturation pour une épaisseur de 2 mm, alors qu'il faut 9 ans pour 4 mm et plus de 20 ans pour 6 mm. Pour cette même température, les échantillons de VNV ont besoin d'environ trois ans et demi de vieillissement pour atteindre la saturation pour une épaisseur de 2 mm, alors qu'il faut environ 13 ans pour 4 mm et plus de 28 ans pour 6 mm.

De plus, l'effet de la température sur le temps de vieillissement a été clairement observé. En effet, le temps requis pour atteindre la saturation diminue très rapidement avec l'augmentation de la température, ce qui est la conséquence directe du fait que la diffusion est un processus thermoactif et que le coefficient de diffusion suit une loi d'Arrhenius (voir section 6.1.1). Par exemple, pour un échantillon ENV d'épaisseur 5 mm, le temps nécessaire pour atteindre la saturation en humidité passe de 62 ans à 5 °C à 27 ans à 15°C, 14 ans à 23°C et 4 ans à 40°C. Il est important de préciser

que pour l'application industrielle, l'extension de l'avant-directrice va être immergée dans l'eau de rivière à une température entre 5 et 15°C. Par conséquent, le temps nécessaire pour atteindre la saturation va se situer quelque part entre la courbe bleue (*T*=5°C) et la courbe verte (*T*=15°C). Dans le cas d'un stratifié à matrice vinylester d'épaisseur 4 mm, le temps nécessaire pour atteindre la saturation va être entre 24 et 56 ans, alors qu'il sera de 17 à 40 ans pour un stratifié à matrice époxy.

6.5 Prédiction de la réponse en traction à long terme

Le modèle de prédiction d'Arrhenius est un modèle de prédiction de vie couramment utilisé dans les tests de vie accélérés [138, 139]. Le modèle est dérivé de l'équation de la vitesse de réaction proposée par le chimiste suédois Svandte Arrhenius. L'équation de la vitesse de réaction d'Arrhenius pour un phénomène considéré est donnée par l'équation suivante :

$$R(T) = A.exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \qquad (6.9)$$

où :

- *R (T)* est la vitesse de la réaction;
- *A* est une constante non thermique;
- E_a est l'énergie d'activation en KJ / mol;
- *T* est la température absolue (en Kelvin);
- *R* est la constante de gaz universelle (8,3144 J / mol K).

La relation d'Arrhenius « vie-contrainte » est formulée en supposant que la vie est proportionnelle à l'inverse de la vitesse de réaction du processus.

$$L(T) = C.exp\left(\frac{B}{T}\right) \qquad (6.10)$$

où :

- *L (T)* représente la mesure quantifiable de la vie;
- *T* est la température en degrés Kelvin;
- *C* et *B* sont des paramètres du modèle qui doivent être déterminés.

La relation d'Arrhenius peut être utilisée pour tracer la courbe de la vie en fonction de la température, aussi appelée courbe d'Arrhenius. La relation vie-contrainte d'Arrhenius est linéarisée en prenant des logarithmes naturels des deux côtés de l'équation 6.10.

$$ln\,[L(T)] = \; ln\,(C) + \frac{B}{T} \qquad (6.11)$$

Le modèle de Phillips [138, 140] a aussi été utilisé pour prédire l'évolution de la résistance et du module en traction au cours du temps de l'immersion dans l'eau en appliquant une formule prédictive simple, exprimée comme suit :

$$P(t) = \; -A\; ln\,(t) + B \qquad (6.12)$$

où :

- *P(t)* est le pourcentage de rétention défini comme le rapport entre la force ou le module au temps *t* et la force ou le module avant vieillissement;
- *t* est le temps de l'immersion;
- *A* et *B* sont les paramètres à déterminer du modèle.

La relation entre le pourcentage de rétention de la résistance en traction (ou du module) et le temps est linéarisée en traçant la courbe de pourcentage de rétention en fonction du logarithme naturel du temps (en jours) comme présenté à la figure 6.21.

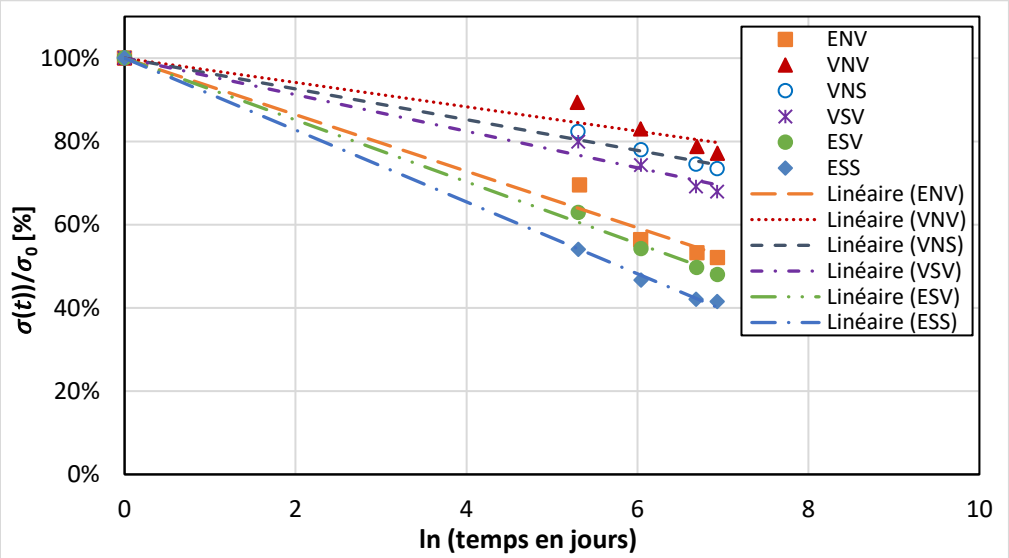


Figure 6.21: Courbes d'Arrhenius pour la diminution du taux de rétention de la résistance en traction pour les différents stratifiés étudiés

Puisque le logarithme naturel du temps à zéro jour est mathématiquement indéfini, la valeur de « 0 jour » est approximée, aux fins de ce calcul, à « 1 jour » en supposant que la dégradation des propriétés le premier jour est minimale et il est évident qu'avant l'exposition au vieillissement hygrothermique (à t = 0), l'expression $(\sigma(t)/\sigma_0)$ est égale à 100%.

Les équations prédictives décrivant la relation entre la résistance en traction et le temps d'immersion dans l'eau (en jours) sont données dans le tableau 6.3. La même méthode a été utilisée pour déterminer les équations du module, qui sont également présentées dans le tableau 6.3.

Tableau 6.3: Relation linéaire entre la résistance en traction et le temps pour les échantillons vieillis en immersion dans l'eau à 40 °C

Configuration	**Équation de la résistance**	**Équation du module**
ENV	$\frac{\sigma(t)}{\sigma_0} = -0{,}0674 \times ln(t) + 1$	$\frac{E(t)}{E_0} = -0{,}053 \times ln(t) + 1$
VNV	$\frac{\sigma(t)}{\sigma_0} = -0{,}0322 \times ln(t) + 1$	$\frac{E(t)}{E_0} = -0{,}0397 \times ln(t) + 1$
VNS	$\frac{\sigma(t)}{\sigma_0} = -0{,}0363 \times ln(t) + 1$	$\frac{E(t)}{E_0} = -0{,}0388 \times ln(t) + 1$
VSV	$\frac{\sigma(t)}{\sigma_0} = -0{,}0432 \times ln(t) + 1$	$\frac{E(t)}{E_0} = -0{,}0367 \times ln(t) + 1$
ESV	$\frac{\sigma(t)}{\sigma_0} = -0{,}0738 \times ln(t) + 1$	$\frac{E(t)}{E_0} = -0{,}0571 \times ln(t) + 1$
ESS	$\frac{\sigma(t)}{\sigma_0} = -0{,}0822 \times ln(t) + 1$	$\frac{E(t)}{E_0} = -0{,}0598 \times ln(t) + 1$

Les courbes de résistances et de module en traction obtenues expérimentalement ainsi que les courbes de prédiction d'Arrhenius pour les spécimens immergés dans l'eau à 40 °C sont présentées aux figures 6.22 et 6.23 respectivement.

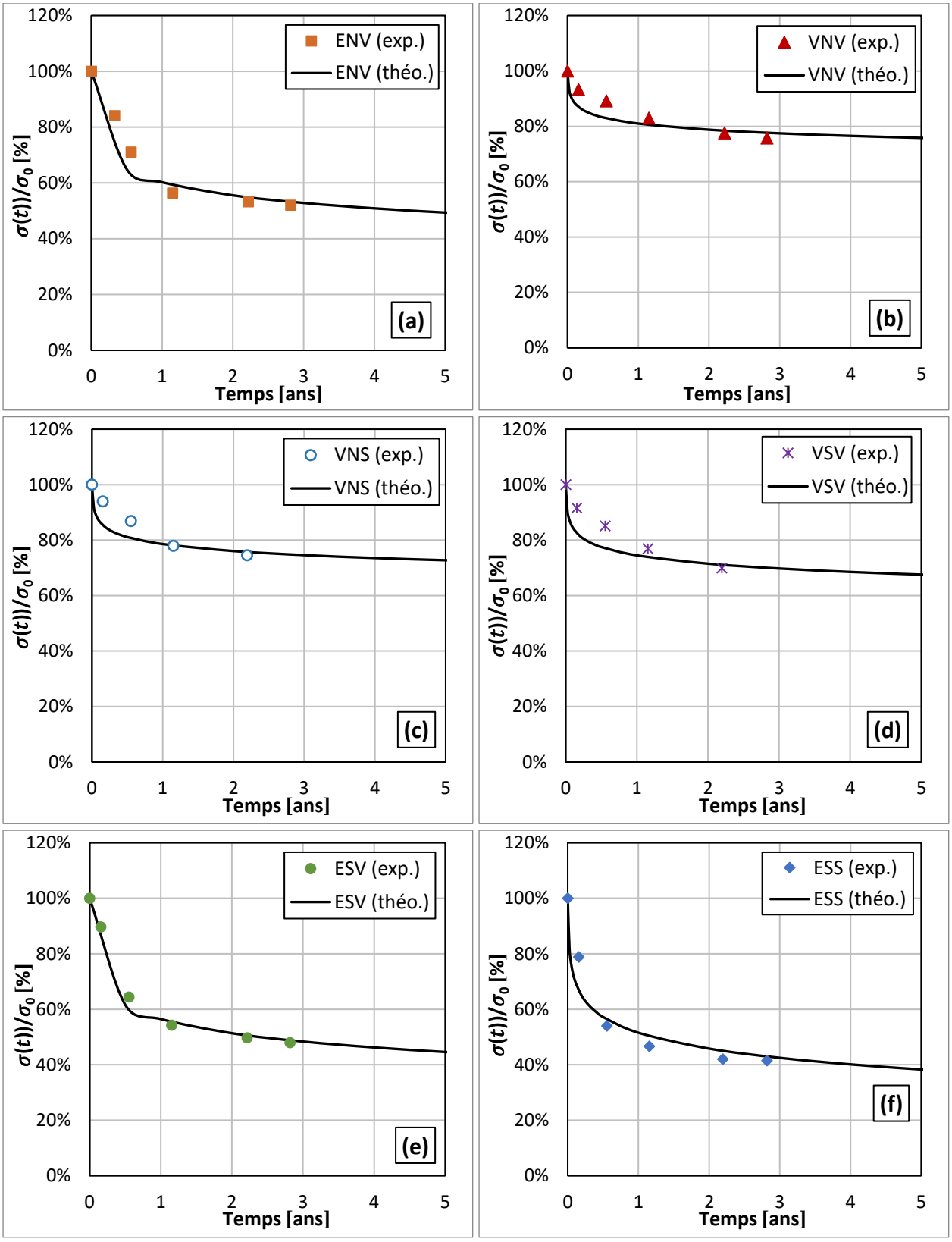


Figure 6.22: Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites de la résistance en traction pour des échantillons immergés dans l'eau à 40 °C

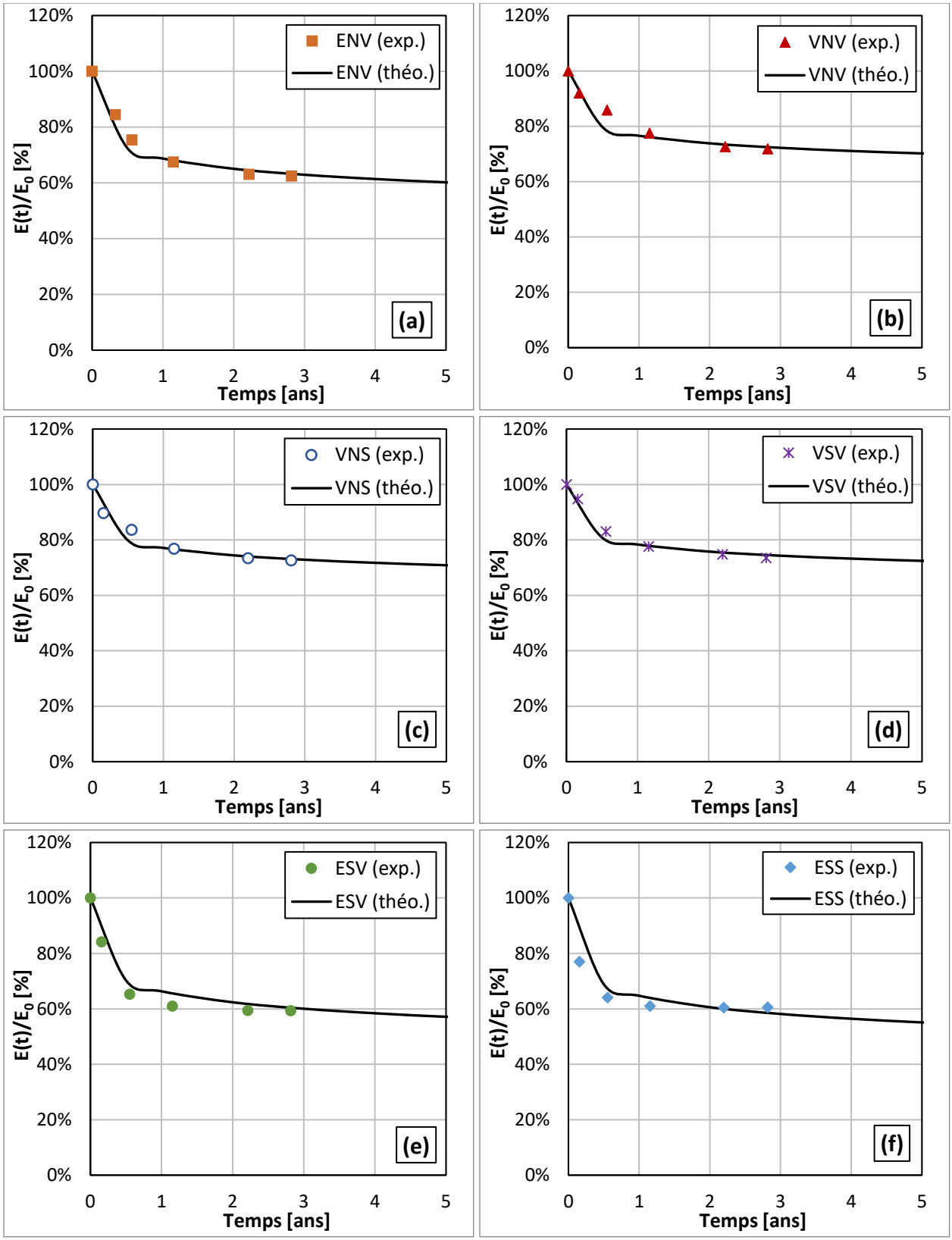


Figure 6.23: Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites du module en traction pour des échantillons immergés dans l'eau à 40 °C

La comparaison entre les points expérimentaux et les courbes théoriques présentées dans les figures 6.22 et 6.23 confirme que la relation d'Arrhenius montre généralement une bonne concordance. Il convient de garder à l'esprit que cette comparaison repose sur des valeurs moyennes et que les valeurs expérimentales présentent un niveau de dispersion qui, dans de nombreux cas, peut minimiser l'erreur entre la courbe théorique et les points expérimentaux. Ceci nous amène à conclure que les prévisions se situent bien dans les limites de dispersion expérimentales. On peut remarquer aussi que la diminution des propriétés est rapide pendant la première année de vieillissement, mais après celles-ci continuent de diminuer lentement. Il faut noter aussi que la vitesse de diminution du module de traction est plus lente que celle de la résistance en traction.

De plus, le modèle d'Arrhenius peut être utilisé pour prédire la résistance en traction des éprouvettes vieillies en immersion dans l'eau à différentes températures. En effet, le modèle d'Arrhenius permet d'établir une relation entre le pourcentage de rétention et la température. Cette relation est différente pour chaque pas de temps. Les courbes de l'évolution du pourcentage de rétention de la résistance en traction au cours du temps d'immersion à trois températures différentes (15, 23 et 40 °C) sont présentées à la figure 6.24.

L'augmentation de la température du milieu accélère la vitesse de dégradation des propriétés mécanique. Par exemple, pour le cas de ENV immergé dans l'eau à 40°C, au bout de 50 ans, il perdra environ 66% de sa résistance en traction alors qu'il perdra 40% si la température du milieu est de 23°C, et seulement 24% pour une température de 15°C. Après cette même durée, les échantillons de VNV vont perdre environ 32% de leur résistance en traction pour une température de 40 °C alors qu'ils perdront environ 18% pour 23°C et 11% pour 15°C.

Pour l'application industrielle qui est la fabrication d'une extension de l'avant-directrice d'une turbine hydroélectrique, la configuration la plus adaptée pour fabriquer la coque est le VNV. Cette décision repose sur les résultats de l'étude de la cinétique d'absorption d'humidité ainsi que les résultats des essais de traction des différentes configurations étudiées. En effet, le VNV est la configuration qui absorbe moins d'humidité et qui a connu la plus faible diminution de propriétés mécaniques au cours du vieillissement.

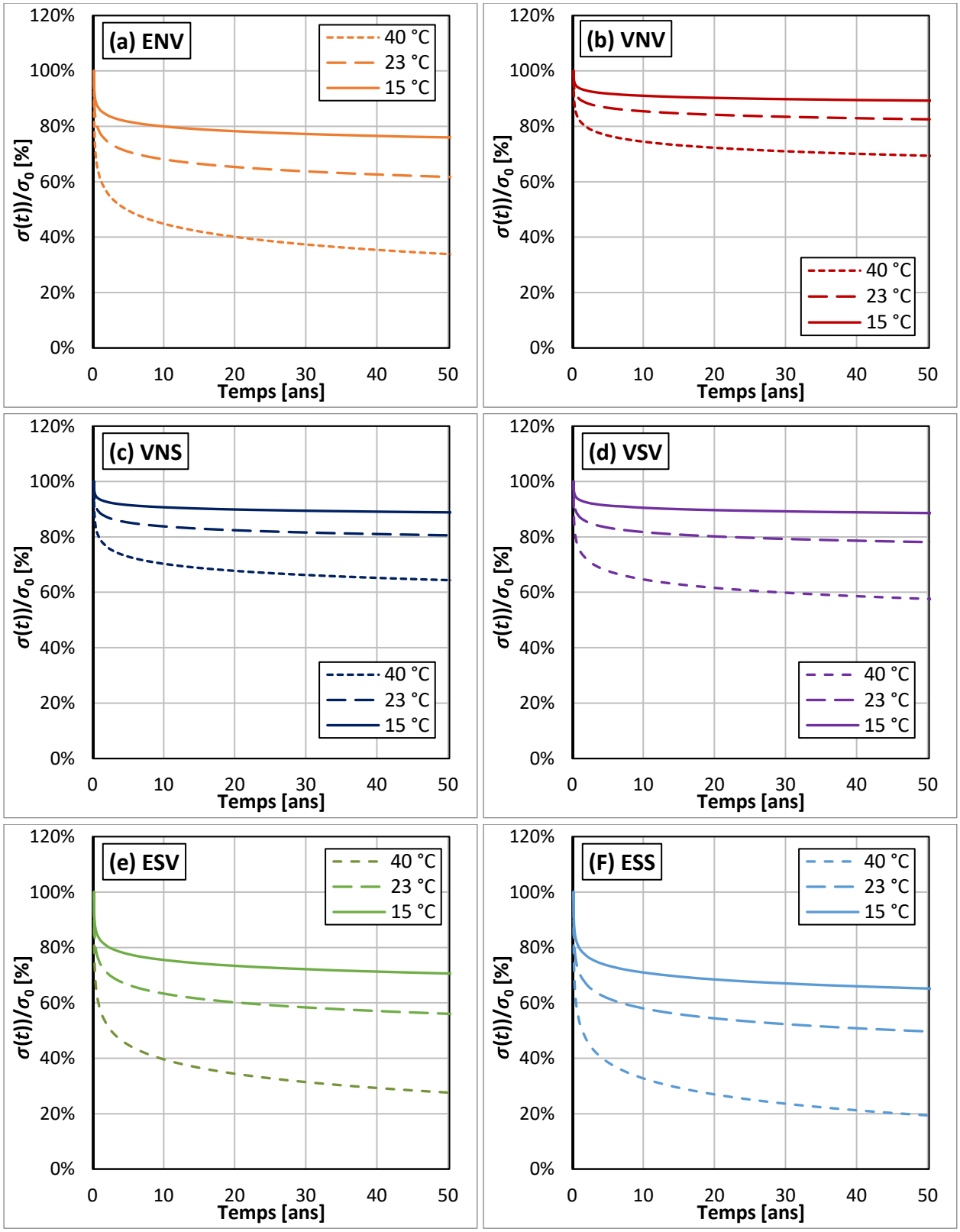


Figure 6.24: Évolution de la résistance en traction au cours du temps d'immersion dans l'eau à différentes températures

6.6 Conclusion

Afin de pouvoir choisir la meilleure formulation pour la coque, le vieillissement de six différentes configurations de stratifiés a été étudié. Cette étude a permis de mieux comprendre l'influence de différents paramètres comme la température, la nature de la résine et l'utilisation d'un voile de surface, sur le processus de diffusion de l'humidité dans les matériaux composites. De plus, les effets de l'humidité sur les propriétés physiques et mécaniques des stratifiés ont été étudiés. Les résultats obtenus ont démontré que l'absorption de l'humidité cause une diminution de la température de transition vitreuse et un gonflement de la matrice ainsi qu'une dégradation des propriétés mécanique.

Dans ce chapitre, un modèle analytique a été utilisé pour simuler un calcul de diffusion dans le cas d'un échantillon soumis à l'humidité d'un seul côté, puis confronté aux résultats obtenus expérimentalement. Ce modèle a permis de suivre en continu au cours du temps de vieillissement l'évolution de l'humidité en chaque point de l'échantillon et ainsi l'évolution des profils d'eau dans le matériau. Le taux d'humidité en un point particulier et le temps nécessaire pour atteindre l'état de saturation sont des paramètres qui peuvent aussi être déterminés. Différentes conditions de diffusion peuvent également être traitées par ce modèle en modifiant les conditions de vieillissement qui peuvent être symétriques ou dissymétriques. En effet, il est possible d'imposer des conditions de vieillissement différentes sur les deux faces latérales de l'échantillon.

De plus, le modèle d'Arrhenius a été utilisé pour prédire l'évolution de la résistance et du module en traction des éprouvettes au cours du temps d'immersion dans l'eau. La comparaison entre les résultats expérimentaux et les courbes théoriques confirme que la relation d'Arrhenius montre généralement une bonne concordance. Ce qui fait que nous pouvons utiliser ce modèle pour déterminer l'effet du vieillissement en immersion dans l'eau, à n'importe quelle température, sur les propriétés mécaniques des échantillons en composite.

Finalement, les résultats de cinétique d'absorption d'humidité et des essais de traction des différentes configurations étudiées ont montré que le VNV est la configuration la plus adaptée pour fabriquer la coque de l'extension de l'avant-directrice. En effet, cette configuration est caractérisée par son faible taux d'humidité à la saturation et ses propriétés mécaniques qui ont été les moins dégradées au cours du vieillissement par rapport aux autres configurations étudiées.

CHAPITRE 7 PROPRIÉTÉS À L'IMPACT À BASSE VITESSE DES STRUCTURES SANDWICH PLAT ET AVEC COURBURE

L'impact des roches et des débris charriés par l'eau de rivière est la principale source de dommages pour les extensions des avant-directrices de la turbine hydraulique. La résistance à l'impact d'une structure sandwich en composite dépend des propriétés mécaniques et géométriques de ses constituants, telles que le matériau des peaux, le matériau de l'âme et les caractéristiques de l'interface âme/peau. Vu que la fonction principale de l'âme du sandwich est d'absorber l'énergie d'impact et de fournir une résistance à la flexion globale, les propriétés du matériau de l'âme sont les principaux paramètres à prendre en compte pour améliorer la résistance aux chocs des panneaux sandwich en composites [109].

Dans le but d'optimiser la formulation de l'âme, en tenant compte des conditions de fabrication et d'installation de l'extension à l'avant-directrice existante, 30 phr du modificateur (diluant) a été ajouté à la formulation de l'âme. Les effets de l'ajout du modificateur sur la viscosité, le temps de polymérisation, la température à l'exotherme et les propriétés mécaniques de la résine époxy chargée de 60 % d'ATH ont été étudiés et les résultats sont présentés dans l'annexe B. Il faut noter que l'ajout de 30 phr du modificateur à l'époxy chargé d'ATH a diminué la viscosité jusqu'à 6100 cP, qui est presque le tiers de celle du mélange sans modificateur. De plus, l'ajout du modificateur a diminué l'exotherme et a retardé la réaction de polymérisation. Afin de vérifier l'effet de l'ajout du modificateur à la formulation de l'âme sur les propriétés à l'impact du sandwich, une étude comparative entre le comportement des deux structures sandwichs composites soumises aux chocs a été effectuée dans ce chapitre. Le premier sandwich est constitué de deux peaux en époxy renforcé de fibres de verre (ENV) et une âme en époxy chargé de 60% d'ATH et le deuxième sandwich se distingue du premier par l'ajout de 30 phr du modificateur à la formulation de l'âme.

En plus des structures sandwich plats qui représentent les côtés de l'extension de l'avant-directrice, des structures avec courbure de rayon 60 mm ont été testées à l'impact à différentes énergies. Ces structures représentent le bord d'attaque de l'extension de l'avant-directrice qui est la partie la plus susceptible à recevoir des impacts par des roches charriés par l'eau de rivière. Les résultats des essais effectués sur les structures avec courbure ont été comparés avec ceux des sandwichs plats afin de vérifier l'effet de la géométrie sur les propriétés à l'impact. Même si les structures courbées

sont largement utilisées dans diverses applications techniques, peu d'efforts ont été déployés par les chercheurs pour déterminer la réponse à l'impact de panneaux sandwich incurvés.

Finalement, des essais d'impact ont été effectués sur des structures sandwich avec deux types d'âme (avec et sans modificateur) et deux géométrie différentes (plat et avec courbure) qui ont subies un vieillissement en immersion dans l'eau à deux températures différentes (23 et 40°C), comme présenté dans le chapitre 3. Cette étude a été effectuée afin de pouvoir choisir la meilleure formulation pour l'âme et vérifier l'effet de l'humidité sur les propriétés à l'impact des sandwichs étudiés.

Il est important de mentionner que la mousse (XPS) n'a pas été utilisée pour la fabrication des structures étudiées dans ce chapitre pour deux raisons : premièrement le comportement de la mousse domine sur le comportement général du sandwich à l'impact (comme prouvé dans le chapitre 5), ce qui rend difficile d'étudier l'effet de l'ajout du modificateur sur le comportement à l'impact du sandwich. Deuxièmement, la distance entre la mousse et la surface de la peau qui est en contact avec l'eau est de 21 mm, ce qui fait que l'humidité ne va atteindre la mousse qu'après des dizaines d'année en immersion dans l'eau. Donc nous avons supposé que l'effet de l'humidité sur les propriétés de la mousse est négligeable dans les conditions de vieillissement rencontrées en pratique, où la température de l'eau de la rivière est inférieure à 15°C.

7.1 Effets de l'ajout du modificateur à la formulation de l'âme sur les propriétés à l'impact des structures sandwich

Pour cerner l'effet du modificateur sur le comportement au choc à basse vitesse, une série de tests d'impact a été menée sur des structures sandwich ayant deux formulations d'âme différentes :

- Âme 1 : Résine époxy chargée de 60% d'ATH;
- Âme 2 : Résine époxy chargée de 60% d'ATH + 30 phr de modificateur.

Les sandwichs avec une âme sans modificateur sont désignés dans ce chapitre par le sigle « ATH » et les sandwichs avec modificateur sont désignés par « MOD ». Les tests d'impact ont été menés en variant l'énergie d'impact, soit 20, 40, 60, 80, 100, 115 et 130J. Pour chaque niveau d'énergie, un minimum de trois éprouvettes a été testé.

La figure 7.1 illustre les courbes d'évolution de la charge en fonction du temps des deux types de sandwich pour des différentes énergies d'impact. Les tendances générales des courbes sont similaires pour toutes les énergies d'impact. L'analyse détaillée de chaque courbe force-temps montre que la force de contact augmente progressivement jusqu'à la force maximale dans le chemin de chargement, puis diminue dans la trajectoire de rebond. Pour chaque énergie, la comparaison entre les courbes charge-temps des deux types de sandwich montre que l'ajout de 30 phr de modificateur a un effet remarquable sur le comportement des structures sandwichs soumises aux chocs. En effet, la force de contact maximale atteinte au cours de l'impact du sandwich avec modificateur (MOD) est inférieure à celle caractérisant la réponse à l'impact du sandwich sans modificateur.

Une autre observation est tirée également de la figure 7.1. Dans le cas des sandwichs sans modificateur, la réponse de la charge est sinusoïdale pour une énergie d'impact 20J. En augmentant l'énergie d'impact, la réponse de la charge conserve sa nature sinusoïdale, mais avec des variations plus importantes. Par contre, pour les sandwichs avec modificateur, la courbe est régulière et approximativement symétrique par rapport au point de chargement maximal pour les énergies d'impact inferieure à 80J. Au-delà de cette valeur, au fur et à mesure que l'énergie d'impact augmente, des oscillations dans les courbes de l'évolution de la charge sont observées au cours du temps. De plus, nous constatons que la durée de contact entre l'impacteur et l'échantillon du sandwich sans modificateur (ATH) est relativement plus courte que celle du sandwich avec modificateur (MOD).

La figure 7.2 illustre les courbes d'évolution de la charge en fonction du déplacement des deux types de sandwich pour différentes énergies d'impact. Nous pouvons remarquer que les courbes de déchargement reviennent vers l'origine du diagramme après avoir atteint une valeur de force de contact maximale. Ceci indique le rebondissement de l'impacteur. Dans cette situation, les principaux modes de rupture par impact sont la fissuration et le délaminage de la matrice. La comparaison entre les courbes d'évolution de la force en fonction du déplacement des deux types de sandwich révèle que les sandwichs qui ont une âme avec modificateur présentent des déflexions maximale et finale plus élevées, quelle que soit l'énergie d'impact.

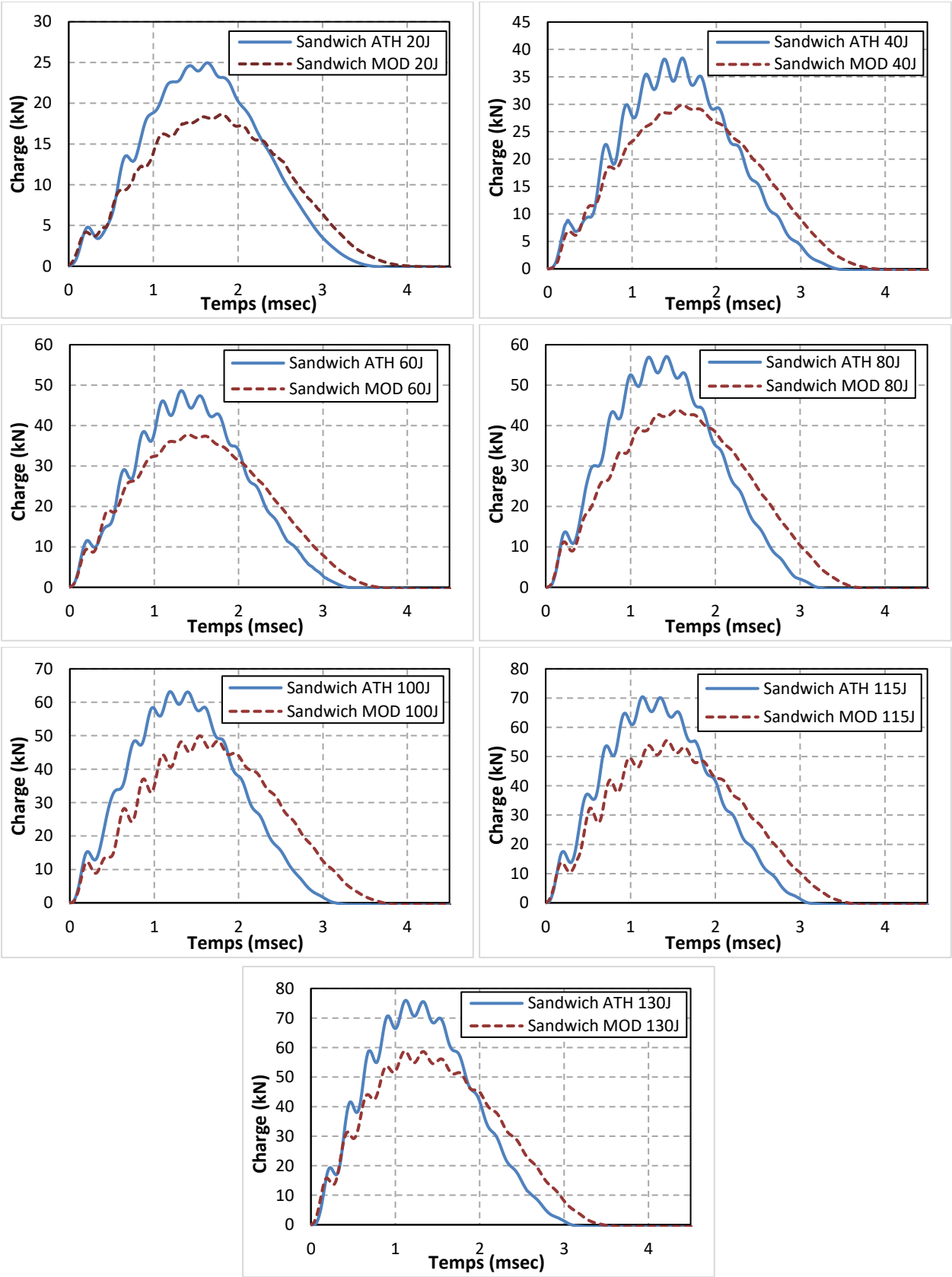


Figure 7.1: Courbes force-temps pour différentes énergies d'impact

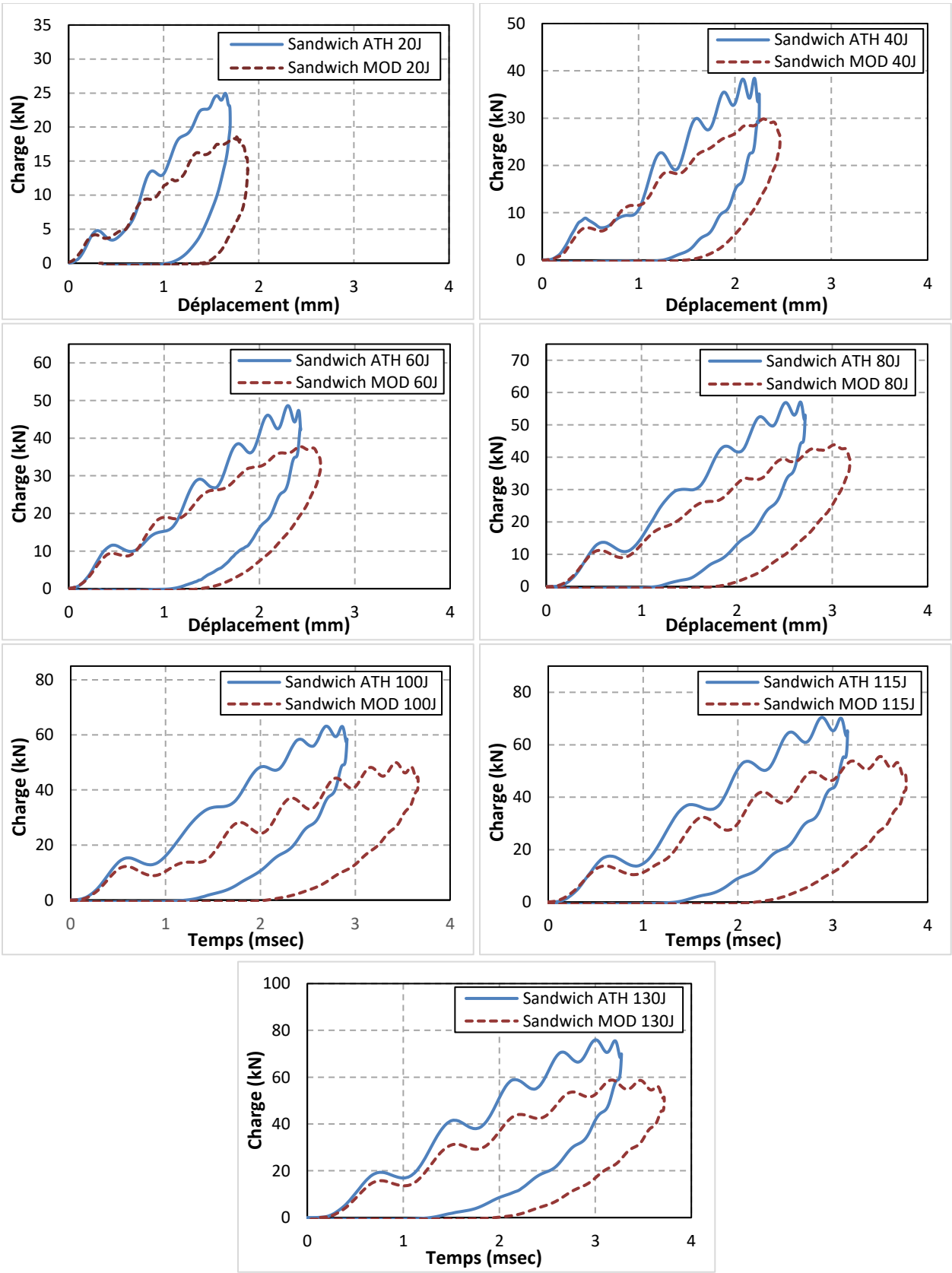


Figure 7.2: Courbes force-déplacement pour différentes énergies d'impact

La différence entre les deux sandwichs étudiés, au niveau de la force maximale, le temps de contact, la déflexion maximale et la déflexion finale, est essentiellement due à la différence de rigidité entre les âmes des deux sandwichs. En effet, la rigidité structurale du sandwich diminue avec la diminution de la rigidité de l'âme et par conséquent la charge maximale diminue. De plus, la déflexion maximale et le temps de contact lors de l'événement d'impact augmentent avec la diminution de la rigidité du sandwich. Il a été démontré à l'annexe B que l'ajout du modificateur à l'époxy chargé de 60% d'ATH diminue la rigidité par rapport à l'échantillon sans modificateur. Pour cette raison, la déflexion maximale et la durée de contact lors de l'impact du sandwich avec modificateur sont plus grandes que celles du sandwich sans modificateur.

La figure 7.3 illustre les courbes de variation de l'énergie en fonction du temps des sandwichs qui ont une âme avec et sans modificateur, testés à différentes énergies d'impact. Ces courbes démontrent clairement que le sandwich sans modificateur (ATH) a la plus faible capacité à absorber l'énergie d'impact par rapport au sandwich avec modificateur (MOD). Rappelons que l'énergie absorbée peut nous donner une idée sur la quantité de dommages provoqués par l'impact puisque l'énergie est dissipée lors de la formation de dommages. La différence au niveau de l'énergie absorbée par les deux types de sandwich peut être justifié par les dommages observés sur les sandwichs avec modificateur (MOD). En effet, à partir de l'inspection visuelle des échantillons impactés la profondeur d'indentation et la zone de dommage du sandwich avec modificateur (MOD) sont plus importantes que celles du sandwich sans modificateur (ATH), pour la même énergie d'impact. Ceci est confirmé par la comparaison des courbes de l'évolution de la force en fonction du temps présentées à la figure 7.2. En effet, pour la même énergie d'impact, lors du déchargement, la courbe force-déplacement du sandwich ATH revient à une valeur de déplacement inférieure à celle à laquelle revient la courbe du sandwich MOD ce qui signifie que l'empreinte résiduelle due à l'impact du sandwich avec modificateur est plus profonde que celle du sandwich sans modificateur.

À la lumière de ces résultats, nous pouvons conclure que la force de contact maximale, l'énergie absorbée et la déformation permanente sont influencées par le type de l'âme. Les variations de l'énergie absorbée, la charge maximale et la profondeur d'indentation permanente sont respectivement représentées aux figures 7.4, 7.5 et 7.6.

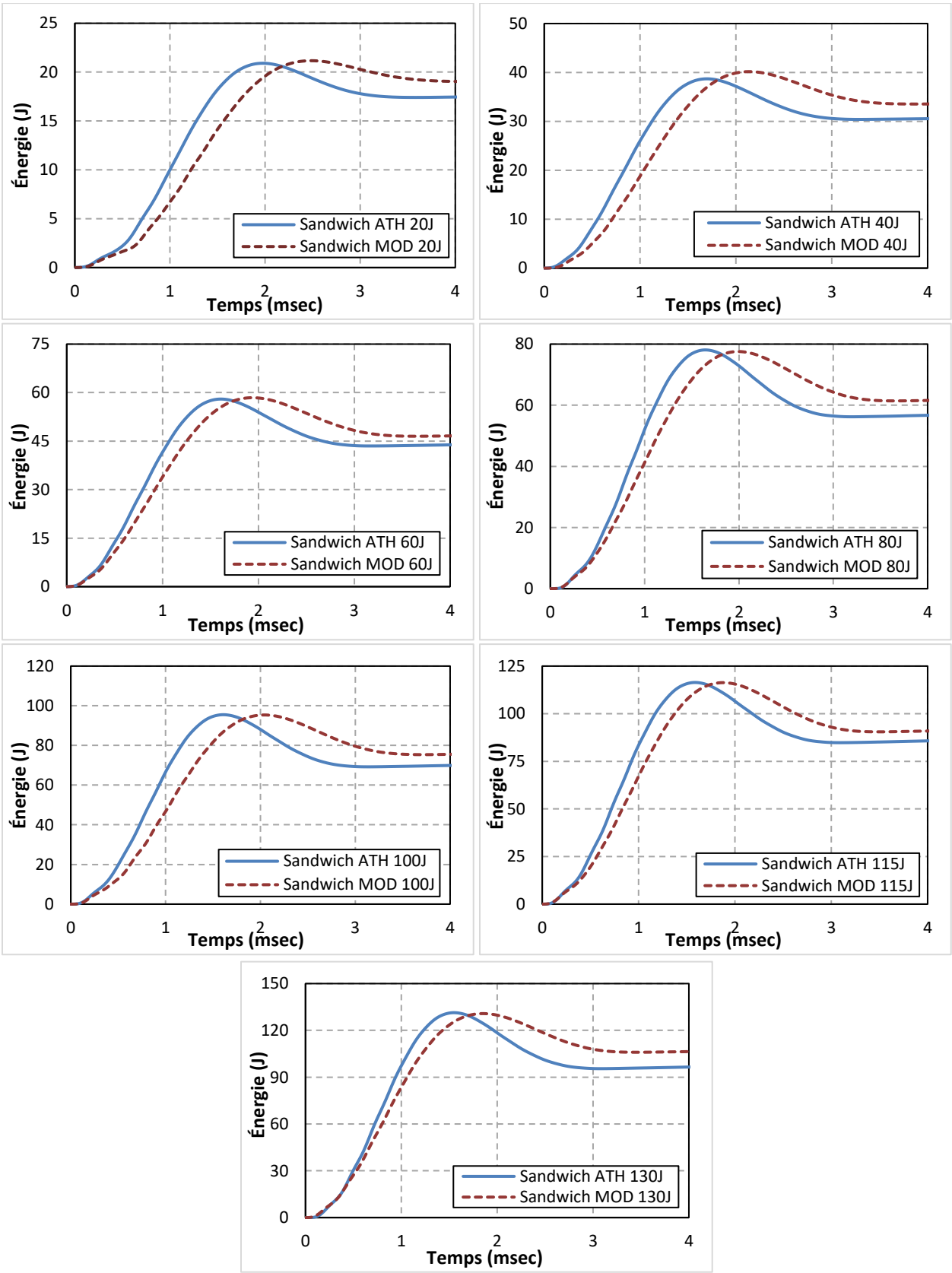


Figure 7.3: Courbes énergie-temps pour différentes énergies d'impact

D'après la figure 7.4, nous constatons que, pour les deux types de sandwich, l'énergie absorbée augmente de façon linéaire en fonction de l'énergie d'impact. De plus, la différence entre la quantité d'énergie absorbée par le sandwich sans modificateur (ATH) et celle absorbée par le sandwich avec modificateur (MOD) devient plus visible avec l'augmentation de l'énergie d'impact. Pour le sandwich qui possède une âme avec modificateur, l'énergie absorbée représente environ 80% de l'énergie d'impact, alors que le sandwich sans modificateur (ATH) absorbe juste 73%.

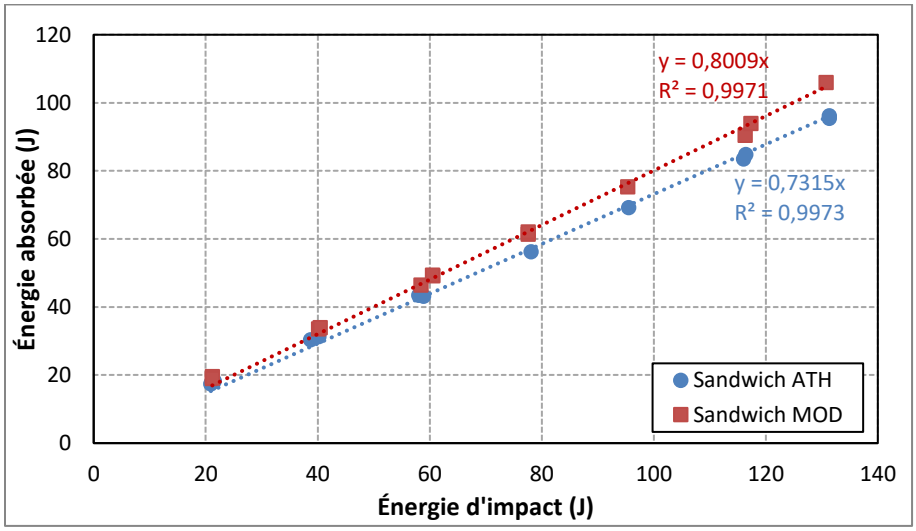


Figure 7.4: Évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact

En général, la force de contact maximale augmente linéairement avec l'énergie d'impact jusqu'à un certain seuil, puis elle reste constante. Ce plafonnement marque la force maximale que le matériau testé à l'impact peut supporter. Pour les deux sandwichs étudiés dans ce chapitre, jusqu'à une énergie d'impact de 130 J, les courbes d'évolution de la force de contact maximale en fonction de l'énergie d'impact sont encore linéaires, comme le montre la figure 7.5. Ceci fait que le plafonnement de la force maximale n'est pas encore atteint. Donc le sandwich sans modificateur peut supporter des forces supérieures à 76 kN, et celui avec modificateur des forces supérieures à 60 kN. L'étude des forces de contact permet de comparer la résistance à l'impact des deux matériaux. Nous remarquons qu'en terme de forces de contact, le sandwich sans modificateur est plus résistant à l'impact. Ceci confirme ce que nous avons déjà dit sur l'effet de rigidité de l'âme du sandwich sur la charge maximale. En effet, la force maximale atteinte au cours de l'impact du sandwich sans modificateur (ATH), qui possède une âme plus rigide, est supérieure à celle caractérisant la réponse à l'impact du sandwich avec modificateur (MOD).

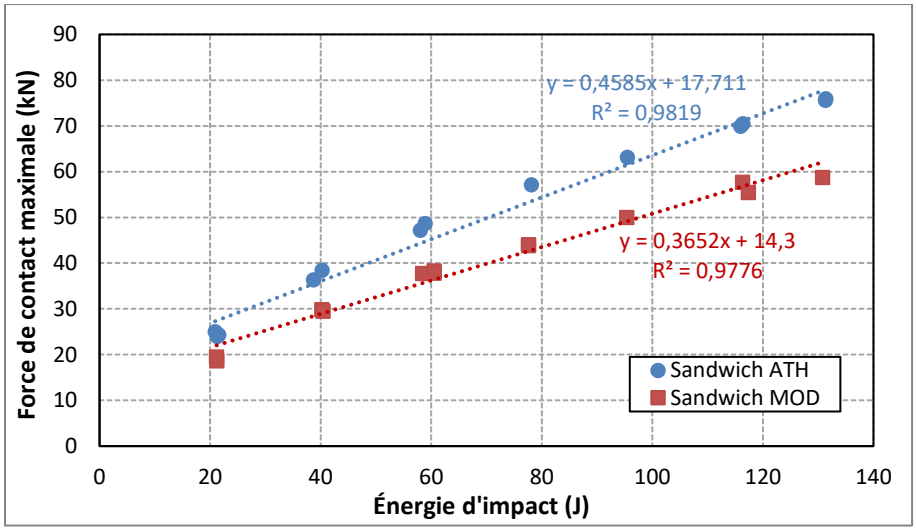


Figure 7.5: Évolution de la force de contact maximale en fonction de l'énergie d'impact

D'après les courbes d'évolution de la profondeur d'indentation permanente en fonction de l'énergie d'impact présentées à la figure 7.6, nous observons la même évolution pour les deux matériaux. Pour la plage d'énergie d'impact étudié, la profondeur d'indentation permanente augmente quasi linéairement avec l'augmentation de l'énergie d'impact. Il faut noter que les déformations permanentes présentées à la figure 7.6 ont été déterminées à l'instant où il n'y a plus de contact entre l'échantillon et l'impacteur. Cependant, la déformation permanente après quelques jours de relaxation devient plus faible. Dans l'ensemble, la profondeur de l'empreinte résiduelle est relativement faible, même pour une énergie d'impact de 130 J. En effet, la profondeur est d'environ 1,34 mm pour le sandwich sans modificateur et 2,1 mm pour le sandwich avec modificateur.

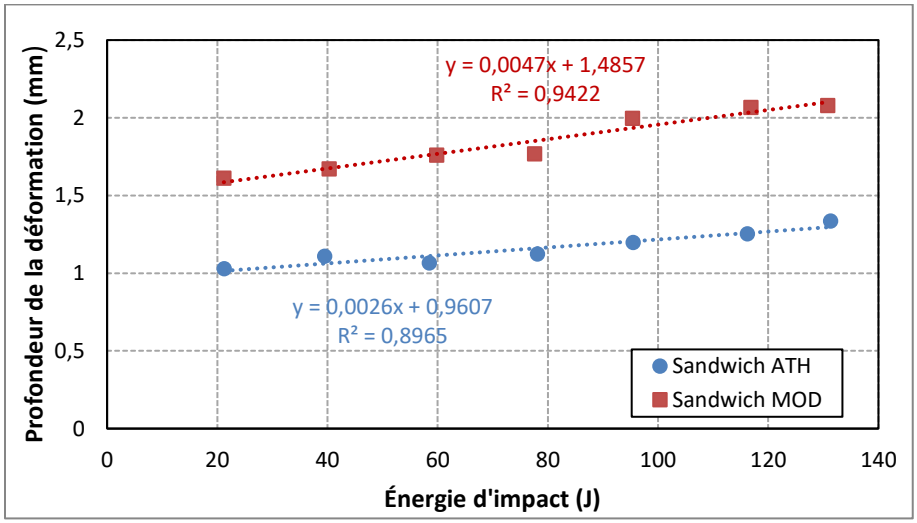
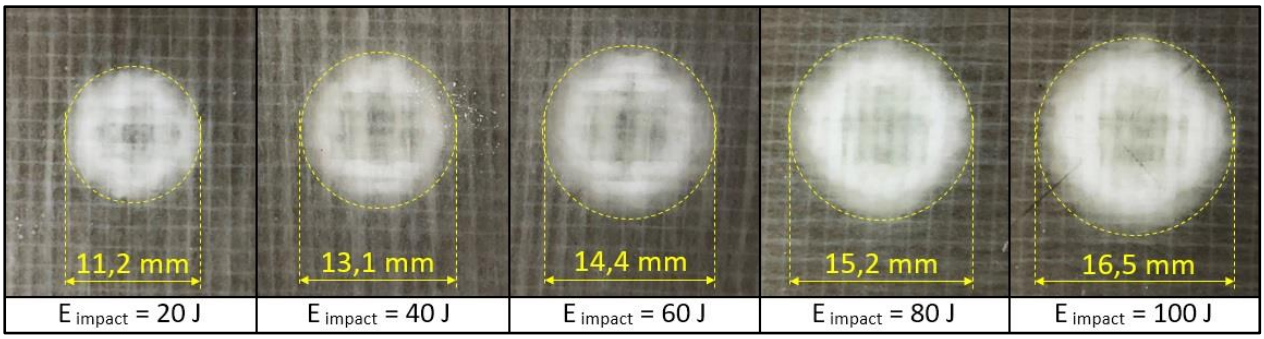
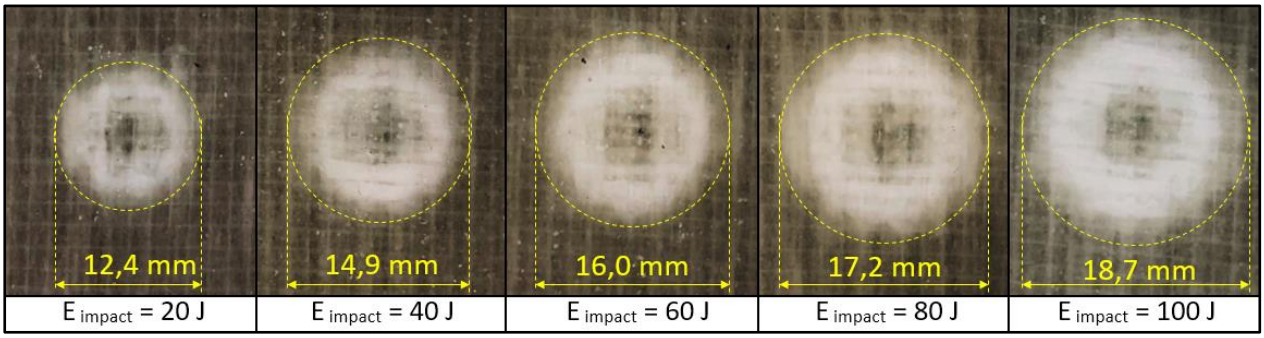


Figure 7.6: Évolution de la déformation permanente en fonction l'énergie d'impact

La zone de dommage est un critère important pour évaluer la résistance aux dommages des matériaux composites. La figure 7.7 illustre les zones de dommage visuels sur la face supérieure des structures sandwich, avec deux types d'âme ((a) avec et (b) sans modificateur) testés à différentes énergies d'impact. Nous remarquons que, pour les deux types d'âme, la zone de dommage causée par l'impact augmente légèrement avec l'augmentation de l'énergie d'impact. En général, les zones de dommage sont relativement petites, même pour une énergie d'impact élevée telle que 100 J. La zone blanche sur la face supérieure, qui présente une forme circulaire, indique les dommages à la matrice dans la peau supérieure. Par contre, l'inspection des échantillons testés révèle que les modes de dommage critiques, tels que la rupture des fibres et le délaminage des interfaces, ne se sont pas produits dans la zone de dommage.



a) Sandwich avec une âme sans modificateur



b) Sandwich avec une âme avec modificateur

Figure 7.7: Comparaison entre les dommages sur la face supérieure des sandwichs à âme avec et sans modificateur, testés à différentes énergies d'impact

La comparaison entre les dommages des deux types de sandwichs révèle que, pour la même énergie d'impact, la zone de dommage des sandwichs qui ont une âme avec modificateur est environ 13% plus grande que celle des sandwichs avec une âme sans modificateur. Cette différence au niveau de dommage explique la différence au niveau de l'énergie absorbée par ces deux types de sandwich, comme le montre la figure 7.4. En effet, les sandwichs qui possèdent une âme avec modificateur

ont absorbé une quantité plus élevée d'énergie que celle absorbé par les sandwichs avec une âme sans modificateur d'environ 11%.

Il faut noter que tous les résultats des tests d'impact présentés dans cette partie sont déterminés avant le vieillissement. Ces résultats ont servi à comparer les deux sandwichs et à caractériser les propriétés initiales des sandwichs étudiés. Les résultats obtenus ont été considérés comme les propriétés de référence et vont être comparé aux résultats des sandwichs qui ont subi un vieillissement hygrothermique afin de vérifier l'effet de l'humidité sur les propriétés à l'impact des structures sandwichs étudiées.

7.2 Effets de la courbure sur les propriétés à l'impact des structures sandwich

Afin d'étudier l'effet de la courbure sur la réponse au choc, des structures avec courbure de rayon de 60 mm ainsi que des sandwichs plats avec les deux types d'âme, comme présentés à la figure 3.2, ont été testés à l'impact à différentes énergies. Dans le cas de l'âme en résine époxy chargée de 60% d'ATH, les courbes d'évolution de la charge en fonction du temps de contact des sandwichs plats et avec courbure pour les différentes énergies d'impact sont présentées à la figure 7.8. Les résultats indiquent que la courbure a tendance à réduire la force maximale de contact. En effet, la comparaison entre les courbes force-temps des structures plates et avec courbure à chaque niveau d'énergie montre que la force d'impact est plus faible pour les structures avec courbure. De plus, une influence de la courbure sur le temps de contact peut être observée. La durée de contact est légèrement plus courte pour les structures plates. Une explication de cette observation pourrait être donnée : lorsque le panneau est incurvé, lors de l'impact, la peau supérieure est sollicitée en compression. Alors que pour le sandwich plat, elle est sollicitée en traction et la rigidité en compression est généralement inférieure à la rigidité en traction pour les matériaux composites. Des travaux antérieurs ont montré une certaine dépendance de la force d'impact maximale par rapport à la courbure. Par exemple, Kistler et Waas [141], qui ont étudié l'effet de la courbure sur les propriétés à l'impact des stratifiés en modifiant les conditions aux limites des bords, ont montré que dans certaines conditions les stratifiés courbés ont donné des résultats similaires à ceux de stratifiés plats, mais pour d'autres conditions, les résultats sont différents. L'influence de la courbure sur la force d'impact est plus évidente lorsque les bords droits du stratifié sont empêchés de se

déplacer. Short et al. [142] ont aussi étudié l'effet de la courbure sur les propriétés à l'impact des stratifiés. Ils ont montré qu'en diminuant le rayon de la courbure, la force de contact maximale diminue et le temps de contact augmente. Ces résultats ont aussi été trouvé par You et al. [143], Pascal et al. [144] et Baba [145] qui ont étudié l'effet de la courbure sur les propriétés à l'impact des sandwichs à âme en nid d'abeille et âme en mousse PVC.

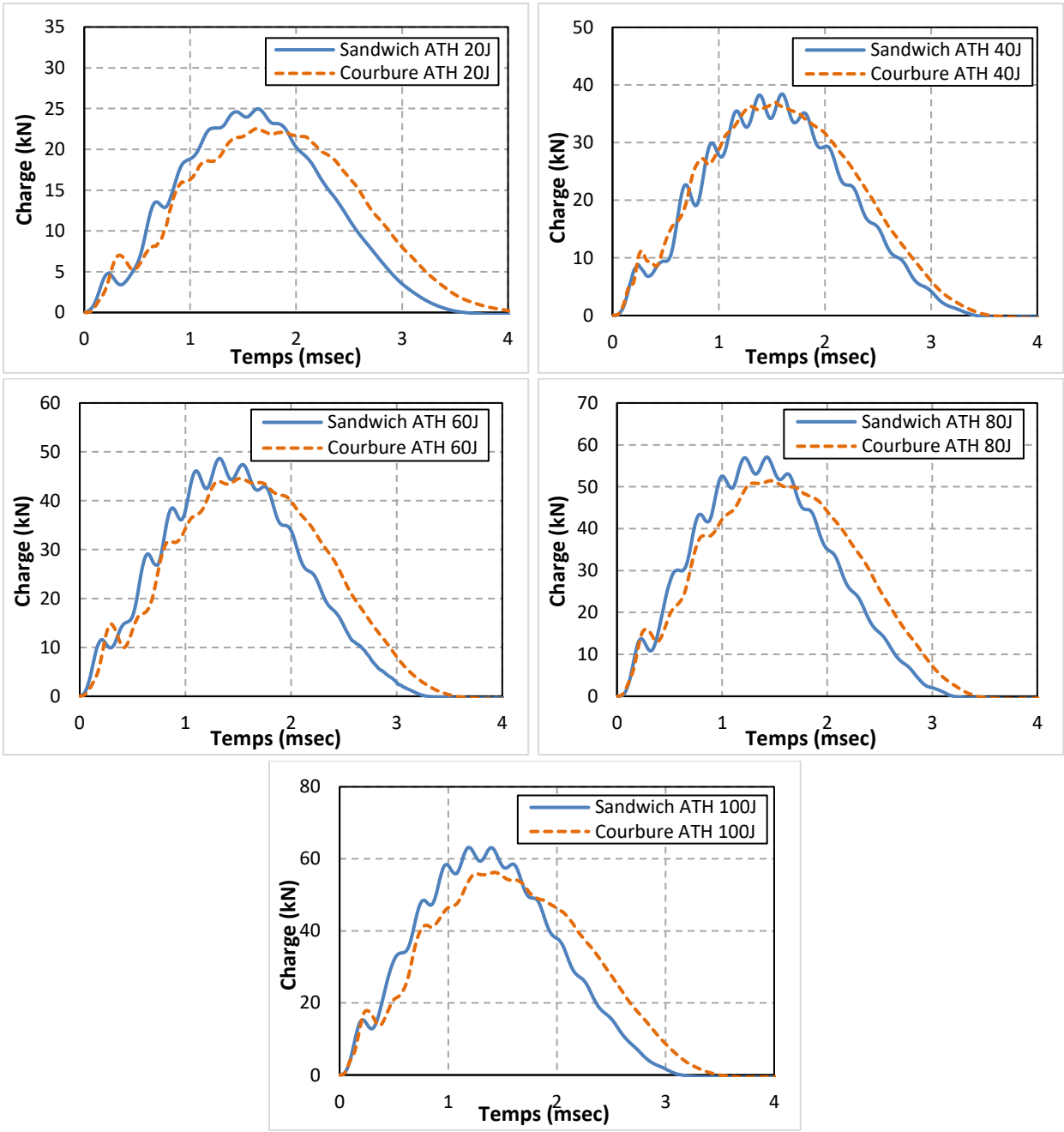


Figure 7.8: Courbes d'évolution de la charge en fonction du temps des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact

Les courbes de variation de la force en fonction du déplacement des deux types de structure avec une âme d'époxy chargé d'ATH sont présentées à la figure 7.9. La comparaison des courbes des sandwichs plats à celles des structures courbées montre que la courbure ne modifie pas significativement l'allure de la courbe. Cependant, pour toutes les énergies d'impact sélectionnées, les valeurs maximales de déflexion des structures avec courbure sont plus élevées que celles des sandwichs plats. Par contre, les courbes de déchargement des structures plates et avec courbure retournent presque à la même valeur de déflexion. Cette tendance a été aussi observée par d'autres chercheurs qui ont étudié l'effet de la courbure pour les stratifiés [141, 146] et les sandwichs [143, 145] et ont montré que la déflexion maximale augmente avec la courbure alors que la déflexion finale des structures courbées reste presque la même que celles des structures plates.

La figure 7.10 illustre les courbes d'évolution de l'énergie en fonction du temps pour des structures plates et avec courbure, avec une âme en époxy chargé d'ATH, qui furent testées à l'impact à différentes énergies. Une première observation tirée de la lecture de ces courbes est que, quelle que soit l'énergie d'impact utilisée, l'allure générale des courbes est semblable. La comparaison entre les courbes démontre clairement que la structure avec courbure absorbe moins d'énergie par rapport au sandwich plat. Ces résultats sont en accord avec You et al. [143], qui ont étudié l'effet de la courbure sur les propriétés à l'impact des sandwichs à âme en nid d'abeille. En effet, ils ont démontré que l'énergie absorbée par les sandwichs plats est plus élevée que celle absorbée par les sandwichs courbés et que l'endommagement de la plaque plate est plus sévère que celui des plaques courbées. Ceci nous amène à penser que l'énergie d'impact nécessaire pour provoquer des dommages pour les plaques avec courbure est plus élevée que celle pour les plaques planes.

Pour le cas des structures ayant une âme en époxy avec modificateur et chargé de 60% ATH (désignée par MOD), les résultats des essais de choc effectués sur des sandwichs plats et des structures avec courbure sont présentés dans l'annexe C. La comparaison entre les courbes des sandwichs plats avec celles des structures avec courbure confirme ce que nous avons déjà dit à propos de l'effet de la courbure sur la charge maximale, le temps de contact, la déflexion totale et l'énergie absorbée. En effet, la courbure diminue la charge maximale et l'énergie absorbée, mais elle augmente la déflexion maximale et le temps de contact.

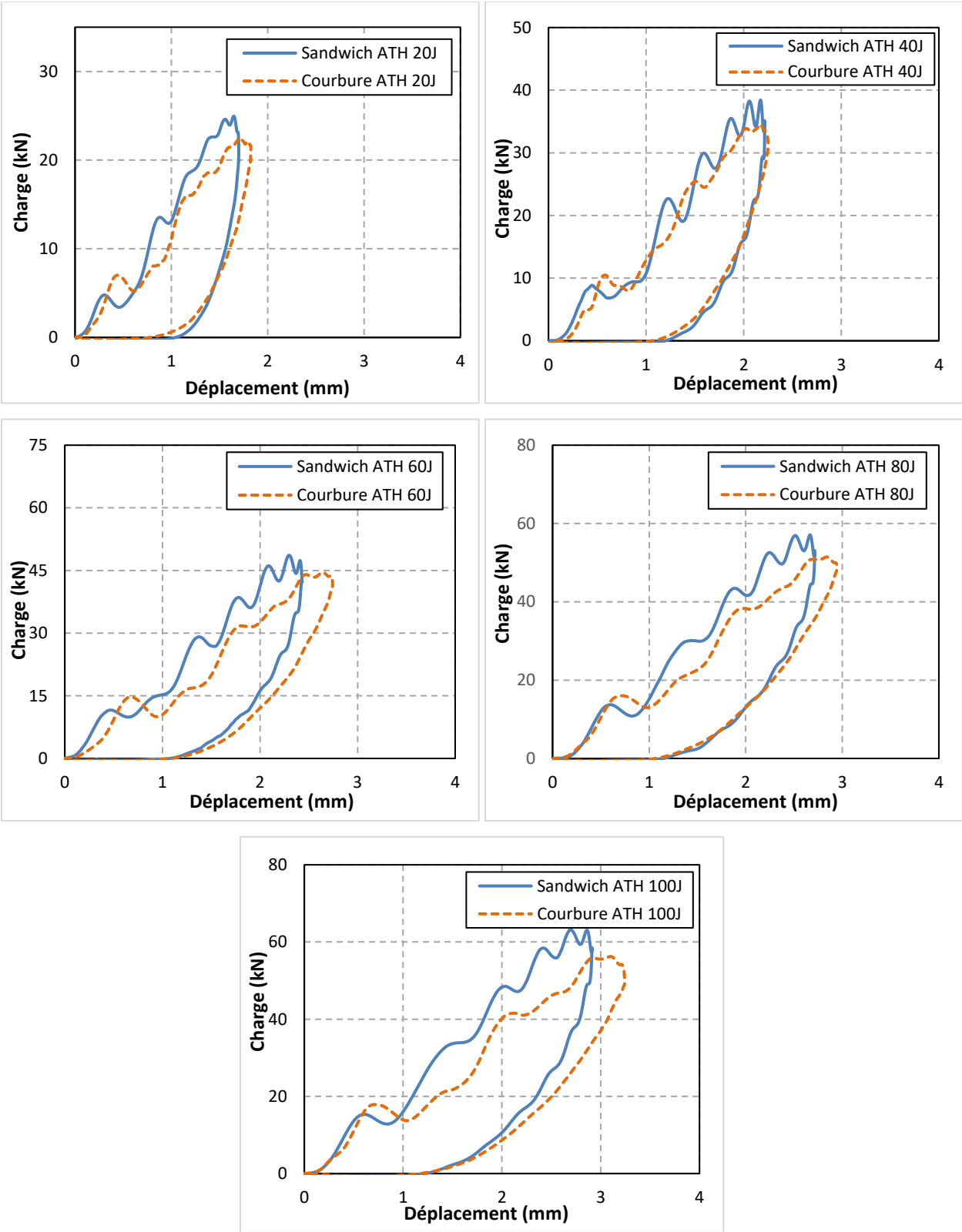


Figure 7.9: Courbes d'évolution de la charge en fonction du déplacement des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact

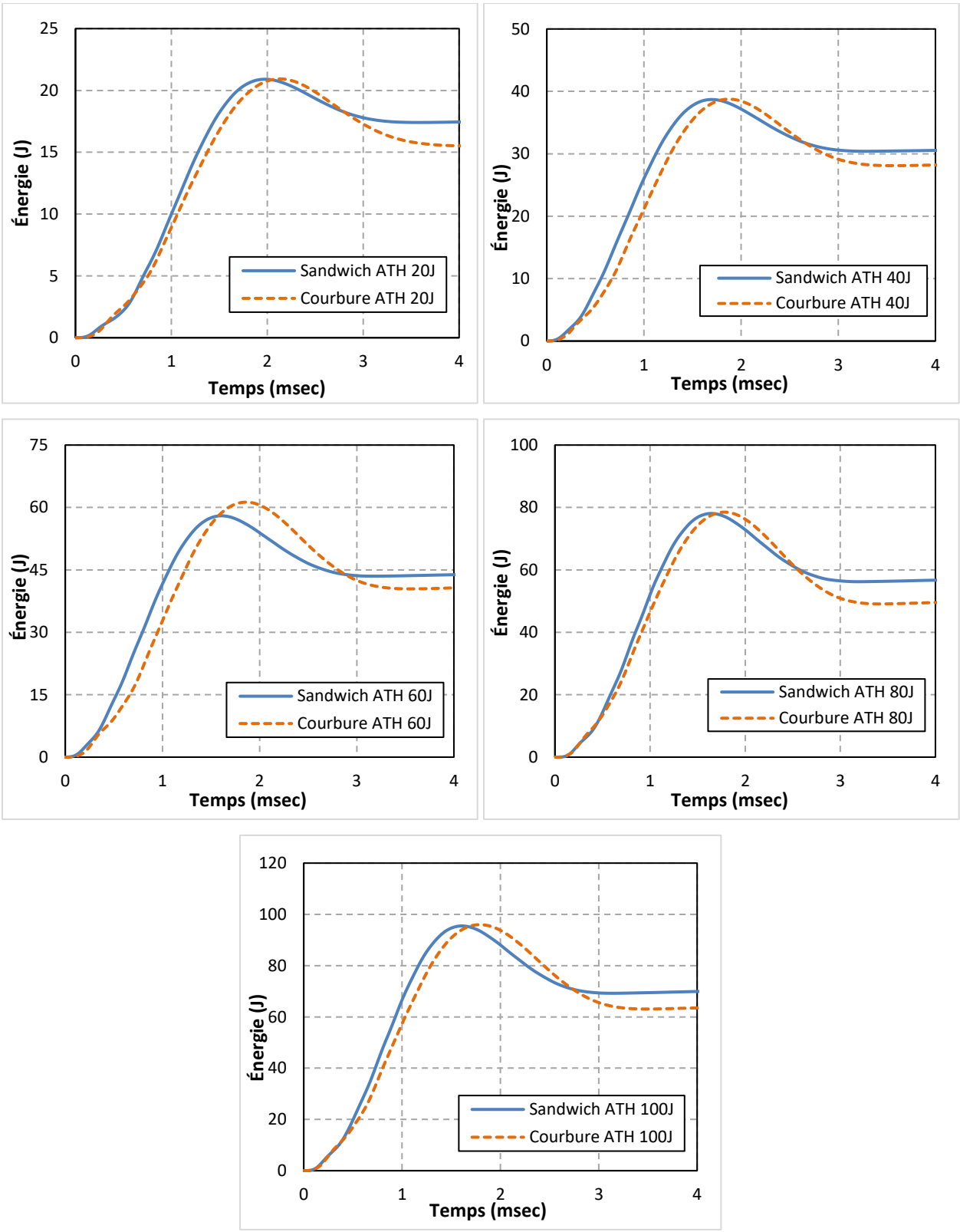


Figure 7.10: Courbes d'évolution de l'énergie en fonction du temps des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact

La comparaison entre la courbe d'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact d'un sandwich plat et celle d'une structure courbée avec une âme en époxy chargé d'ATH sans modificateur est présentée à la figure 7.11.a et avec modificateur est présentée à la figure 7.11.b. Nous pouvons remarquer que pour toutes les configurations étudiées, l'énergie absorbée augmente linéairement avec l'énergie d'impact. Pour le cas d'une âme sans modificateur (voir figure 7.11.a) le sandwich plat absorbe environ 74% de l'énergie d'impact, alors que la structure avec courbure en absorbe 65%. Dans le cas d'une âme avec modificateur (figure 7.11.b), le sandwich plat absorbe 80,5% de l'énergie d'impact, et la structure avec courbure 72,4%. En conclusion, pour les énergies d'impact de 20 à 100 J, la courbure de rayon 60 mm diminue l'énergie absorbée d'environ 12% dans le cas d'une âme sans modificateur et de 10% pour l'âme avec modificateur.

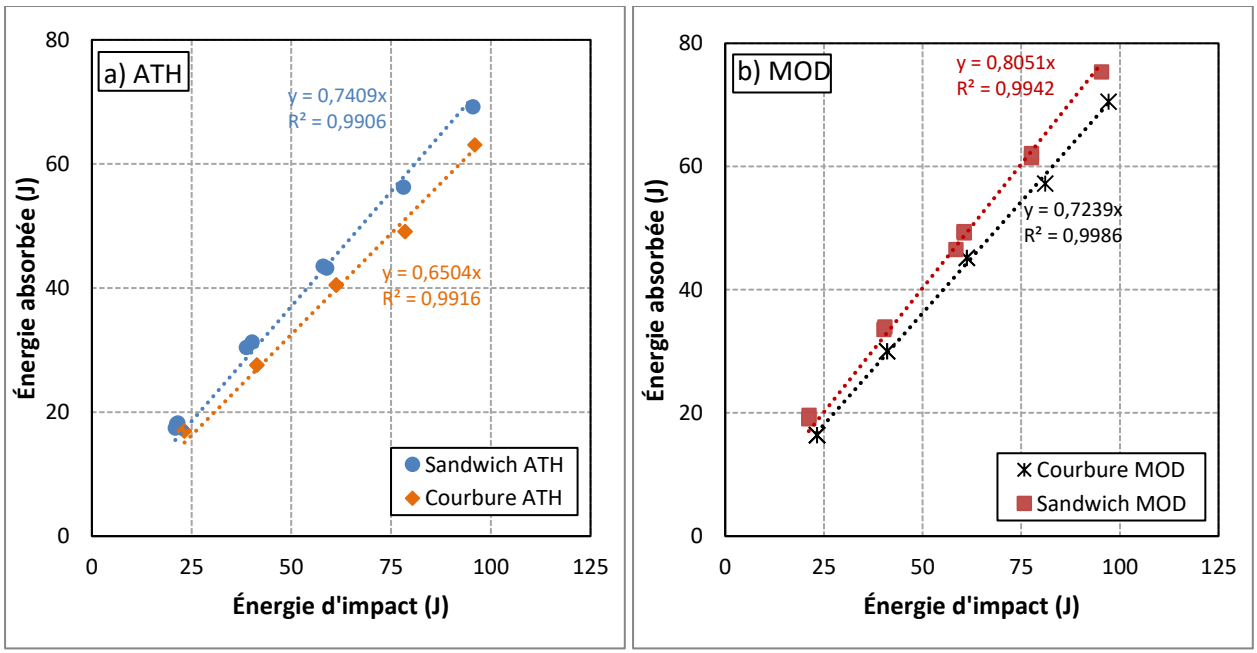


Figure 7.11: Effet de la courbure sur l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact

La figure 7.12 illustre les courbes d'évolution de la force de contact maximale des sandwichs plats et avec courbure pour deux types d'âmes différentes (la figure 7.12.a pour une âme sans modificateur et la figure 7.12.b pour une âme avec modificateur). La comparaison entre les courbes des sandwichs plats et courbés permet de déterminer l'effet de la courbure sur la résistance à l'impact. Pour les énergies d'impact entre 20 et 100J, nous observons la même évolution pour les deux structures, quel que soit le type d'âme. En effet, la force maximale de contact augmente

linéairement avec l'énergie d'impact. Les structures avec courbure ont une force de contact maximale plus faible que celle des sandwichs plats d'environ 10 % pour une âme sans modificateur (figure 7.12.a) et 12 % pour une âme avec modificateur (figure 7.12.b). Cette différence au niveau de la charge maximale entre les structures plates et avec courbure peut être due à la différence de rigidité entre ces deux types de structure.

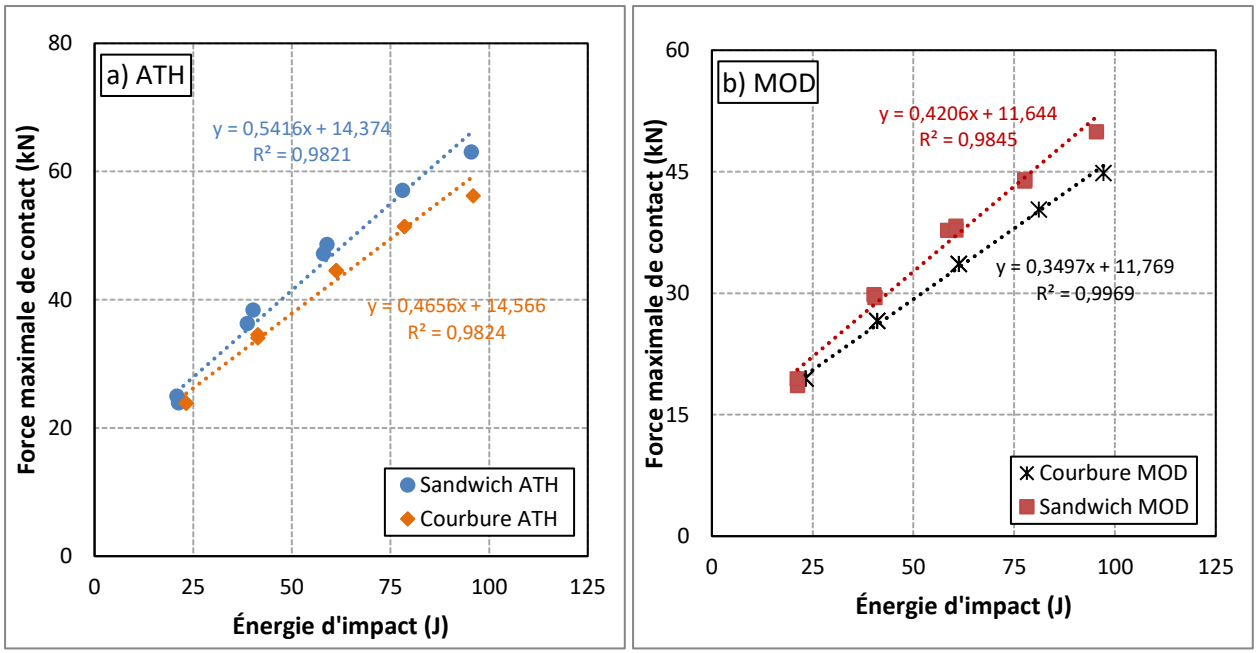


Figure 7.12: Effet de la courbure sur l'évolution de la force maximale de contact en fonction de l'énergie d'impact

La figure 7.13 présente les courbes d'évolution de la profondeur d'indentation permanente en fonction de l'énergie d'impact du sandwich plat et avec courbure pour les deux types d'âme (la figure 7.13.a pour une âme sans modificateur et la figure 7.13.b pour une âme avec modificateur). Nous pouvons remarquer que même pour les structures avec courbure, la profondeur d'indentation permanente augmente quasi linéairement avec l'énergie d'impact. De plus, pour les deux types d'âme, la profondeur de l'indentation des structures avec courbure de rayon 60 mm est légèrement inférieure à celle des sandwichs plats.

Les figures 7.14.a et 7.14.b présentent, respectivement, les dommages des sandwichs plats et les structures avec courbure, qui ont une âme sans modificateur, testés à différentes énergies d'impact. Comme nous pouvons le voir sur ces figures, l'aire de dommage augmente avec l'énergie d'impact. De plus, nous pouvons remarquer que, pour la plage d'énergie d'impact étudiée, la forme de

dommage des sandwichs plats est circulaire. Pour les structures avec courbure, le dommage est circulaire pour les faibles énergies d'impact mais à partir de 40 J, l'aire du dommage passe progressivement d'une forme circulaire à une forme elliptique. Notons que les directions du petit et grand axe de l'ellipse correspondent respectivement au diamètre de la courbure et à l'axe longitudinal de la structure. Une autre remarque peut être tirée également de la figure 7.14 concernant l'aire de la zone de dommage des structures avec courbure, qui est légèrement plus petite que celle des sandwichs plats. Cette remarque vient en accord avec la conclusion précédente sur la différence d'énergie absorbée (figure 7.11.a) et la profondeur de l'indentation (figure 7.13.a) entre les sandwichs plats et les structures avec courbure.

Les figures 7.15.a et 7.15.b présentent, respectivement, les dommages des sandwichs plats et les structures avec courbure, qui ont une âme sans modificateur, testés à différentes énergies d'impact. La comparaison entre les dommages des deux types de structure confirme toutes les remarques et les conclusions déjà tirées à partir de la comparaison entre les dommages des structures plates et courbées ayant une âme sans modificateur, présentés à la figure 7.14. En effet, les structures avec courbure ont absorbé moins d'énergie que les sandwichs plats et présentent une taille de dommage et une profondeur d'indentation légèrement plus faible que celles des sandwichs plats.

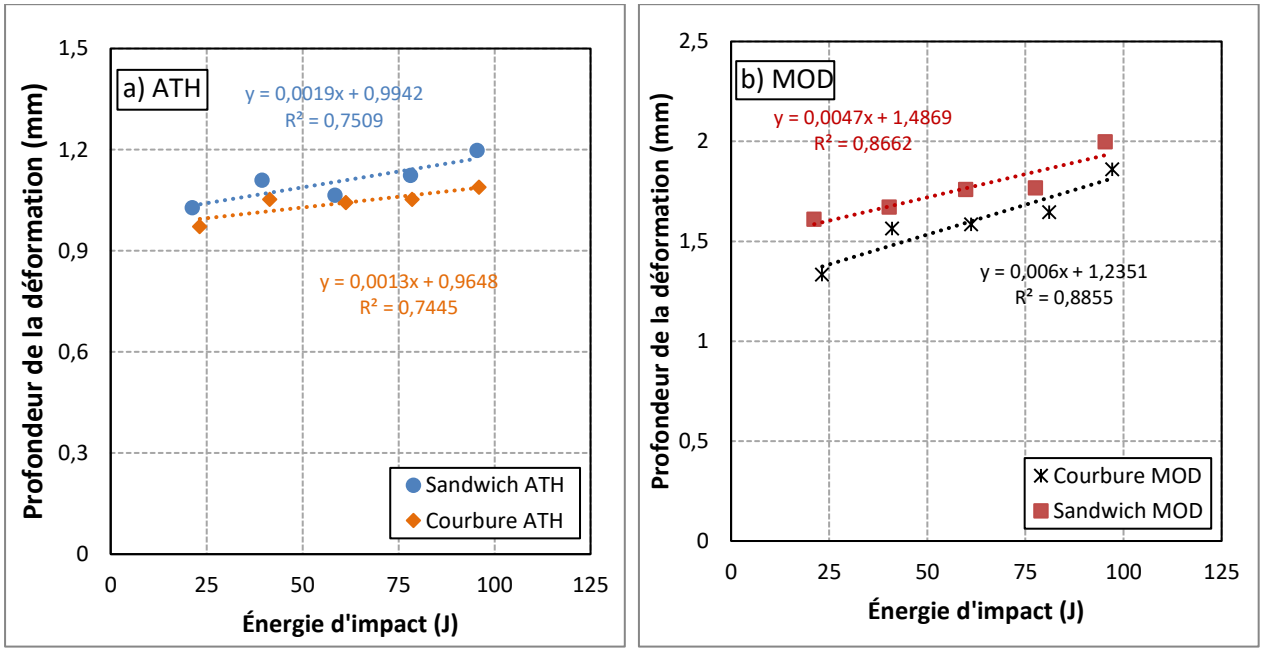
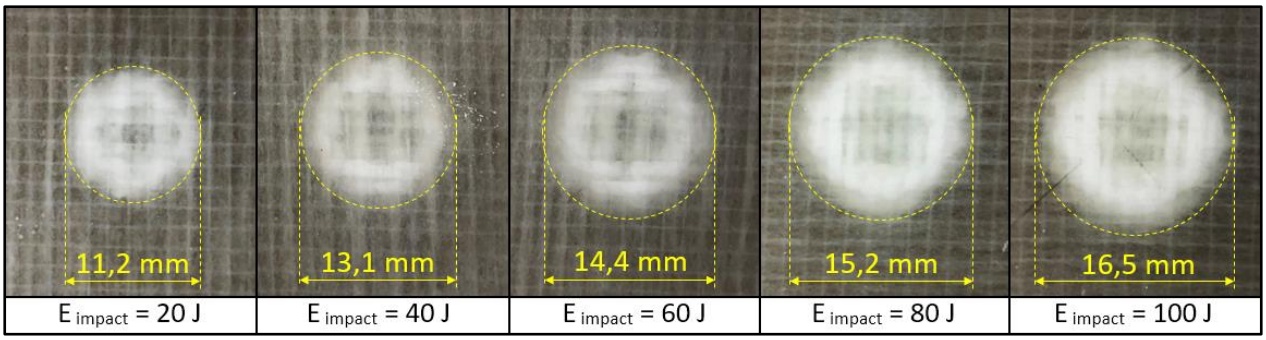
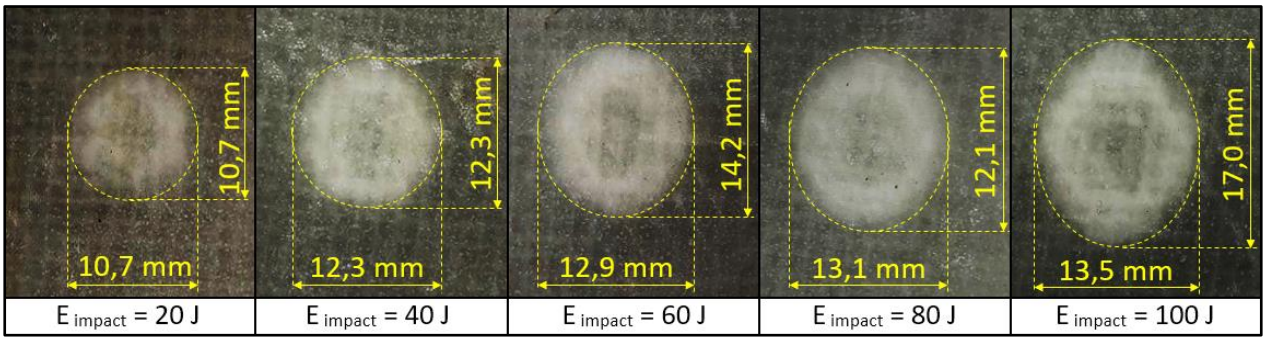


Figure 7.13: Effet de la courbure sur l'évolution de la profondeur de l'indentation permanente en fonction de l'énergie d'impact

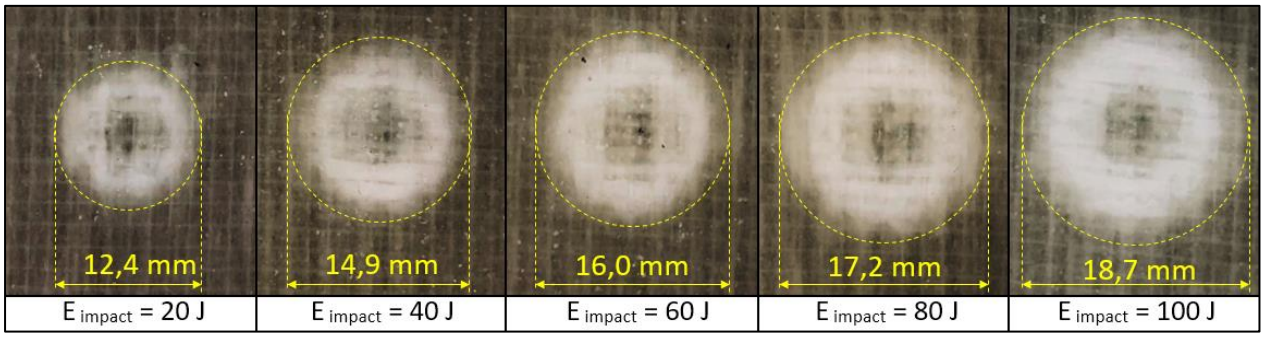


a) Sandwich plat avec une âme sans modificateur

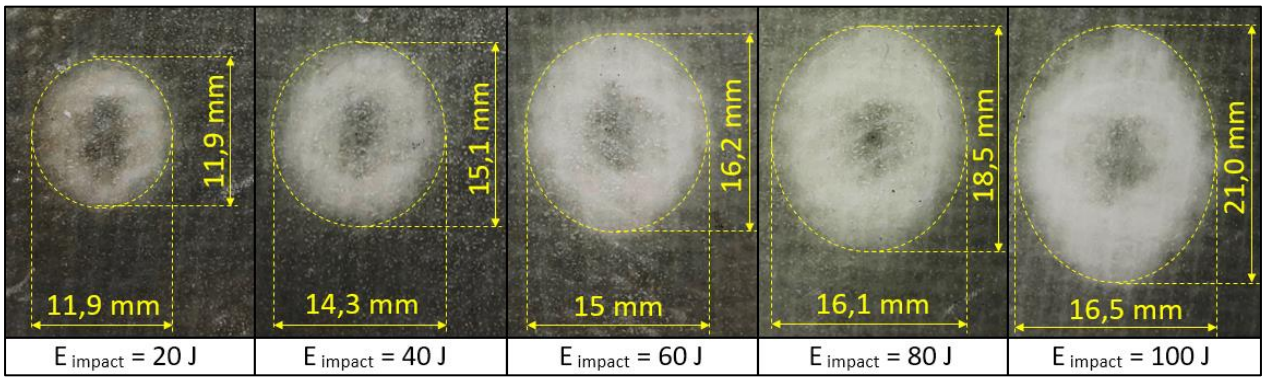


b) Structure courbée avec une âme sans modificateur

Figure 7.14: Effet de la courbure sur la zone de dommage (cas d'une âme sans modificateur)



a) Sandwich plat avec une âme sans modificateur



b) Structure courbée avec une âme sans modificateur

Figure 7.15: Effet de la courbure sur la zone de dommage (cas d'une âme avec modificateur)

7.3 Effets du vieillissement sur les propriétés à l'impact des structures sandwich

L'influence de l'humidité sur les propriétés à l'impact des structures sandwich est très peu discutée dans la littérature. Dans cette section, les effets du vieillissement hygrothermique sur la réponse à l'impact des structures sandwich plats et courbées ont été étudiés, pour deux types d'âme différents. Les échantillons ont subi un vieillissement en immersion dans l'eau à deux températures différentes, 40 et 23 °C, pendant trois ans. Par la suite, les échantillons vieillis ont été testés à l'impact à différentes énergies, et les résultats comparés avec les réponses des échantillons non vieillis. Dans cette section, les résultats des tests d'impact effectués sur des sandwichs plats avec une âme en époxy chargé d'ATH sont présentés et discutés. Les résultats des structures courbées sont présentés à l'annexe D.

La figure 7.16 illustre les courbes de l'évolution de la force de contact en fonction du temps pour des échantillons non vieillis et des échantillons vieillis à 23 et 40 °C, testés à différentes énergies d'impact. La comparaison entre les courbes révèle que, pour les énergies d'impact entre 20 et 100J, les échantillons non vieillis ont la force maximale la plus élevée et la durée de contact la plus courte. Alors que les échantillons vieillis à 40 °C ont la force maximale la plus faible et la durée de contact la plus longue. La réponse à l'impact des échantillons vieillis à 23 °C se situe entre les réponses à l'impact des échantillons non vieillis et ceux vieillis à 40°C. Il est important de préciser qu'après trois ans dans l'eau, les peaux des échantillons vieillis à 40°C ont atteint la saturation en humidité alors que pour les échantillons vieillis à 23 °C, la saturation en humidité n'est pas encore atteinte, comme le montre la figure 6.1.f. Ceci nous mène à conclure que la force de contact maximale diminue avec l'augmentation du taux d'humidité dans le sandwich, alors que la durée de contact augmente.

Les courbes d'évolution de la force de contact maximale en fonction du déplacement sont importantes pour une meilleure compréhension de l'effet du vieillissement sur le comportement au choc des structures composites. La figure 7.17 présente les courbes de la force de contact en fonction du déplacement pour des échantillons non vieillis et vieillis (à 40 et 23 °C) testés à différentes énergies d'impact. L'allure des courbes indique qu'aucun dommage grave n'a été causé aux échantillons. La comparaison entres les courbes révèle que les échantillons non vieillis ont la plus faible déflexion par rapport aux échantillons vieillis. En effet, la déflexion maximale et la

déflexion finale augmentent avec l'augmentation du taux d'humidité dans le sandwich. Ce qui signifie que la rigidité en flexion a été influencée par l'humidité absorbée et que les échantillons non vieillis sont plus rigides que les échantillons vieillis.

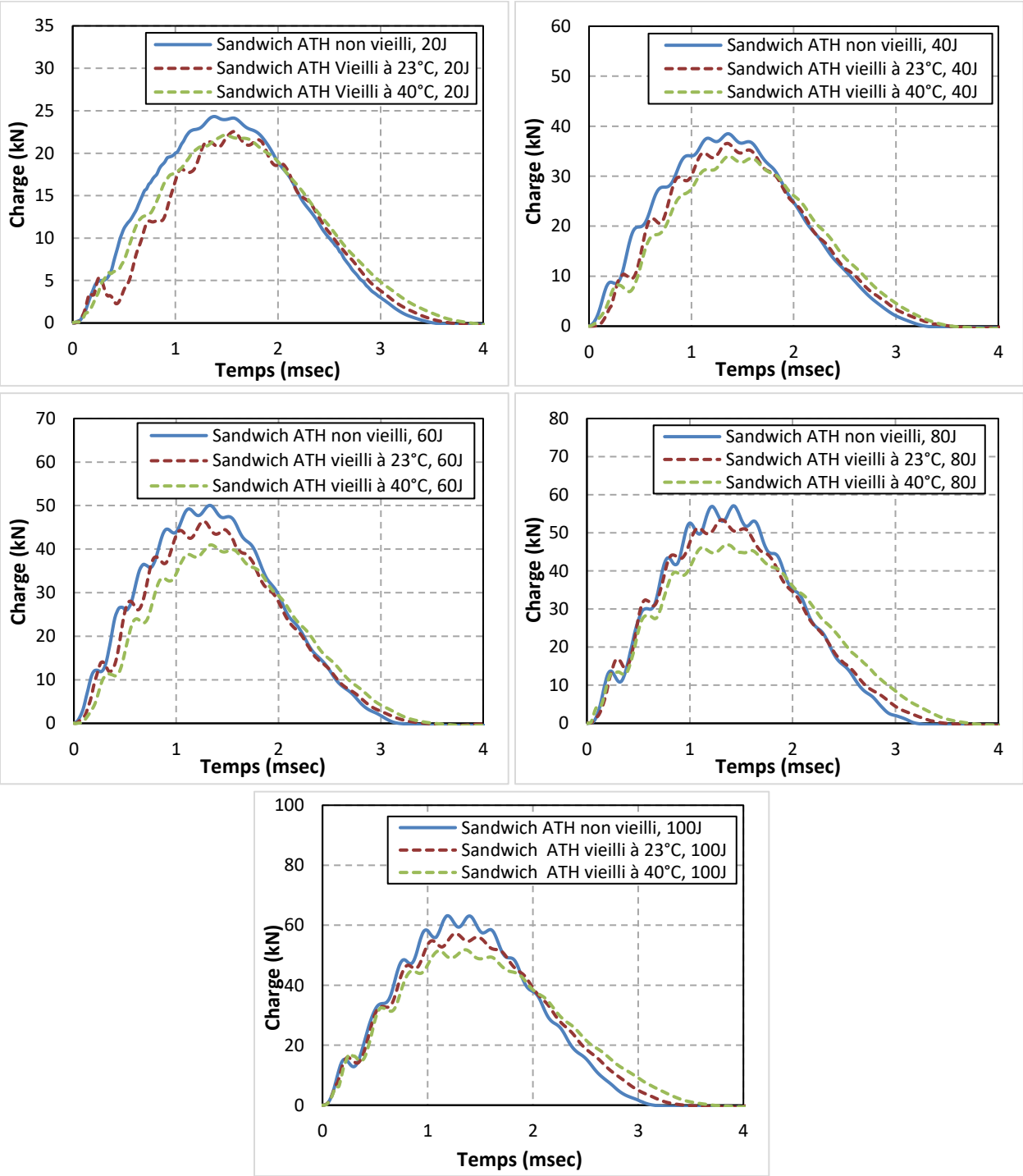


Figure 7.16: Effet du vieillissement sur les courbes d'évolution de la charge en fonction du temps des sandwichs testés à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur)

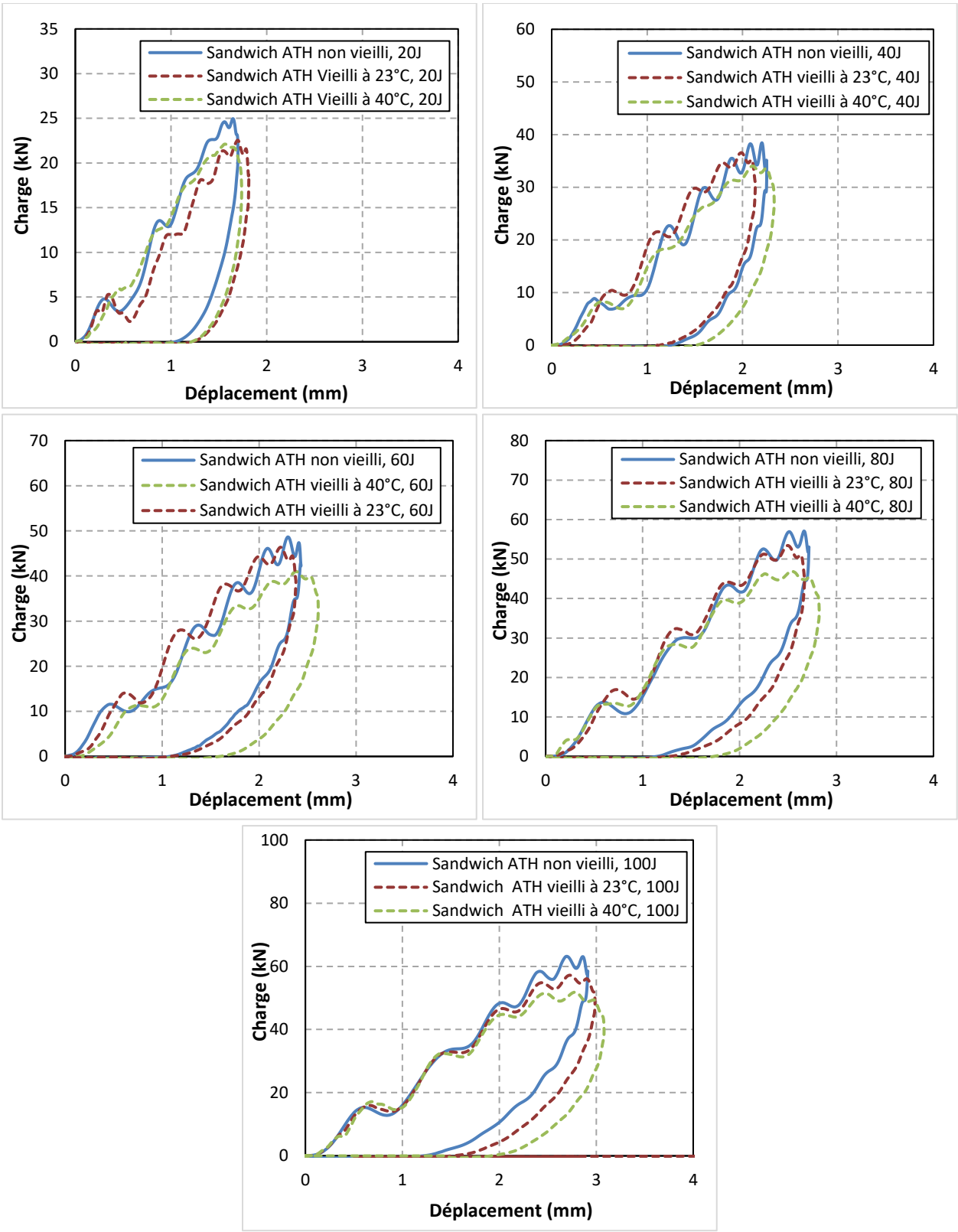


Figure 7.17: Effet du vieillissement sur les courbes charge-déplacement des sandwichs testés à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur)

L'énergie absorbée représente un autre paramètre important pour évaluer l'effet du vieillissement sur le comportement à l'impact des structures en composite. La figure 7.18 illustre les courbes d'évolution de l'énergie en fonction du temps des structures en composite impactées à différentes énergies d'impact. Comme nous pouvons le voir sur cette figure, les échantillons non vieillis ont absorbé moins d'énergie que les échantillons vieillis à 23 et 40 °C.

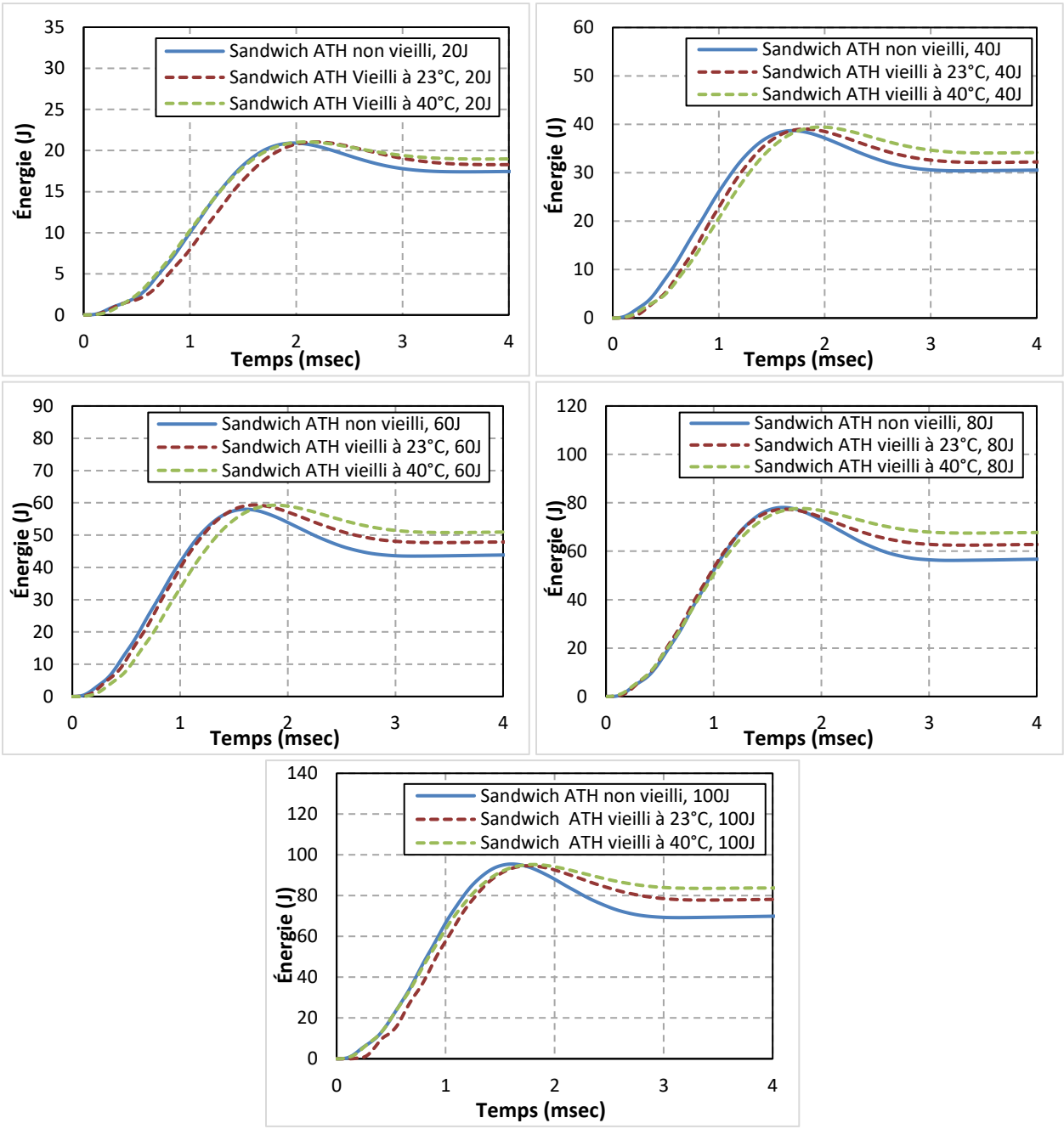


Figure 7.18: Effet du vieillissement sur les courbes d'évolution de l'énergie en fonction du temps des sandwichs testés à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur)

La figure 7.19 illustre les courbes d'évolution de la charge de contact maximale en fonction de l'énergie d'impact pour des échantillons non vieillis et vieillis à 23 et 40 °C. Comme nous pouvons le voir sur la figure, les forces de contact maximales des échantillons non vieillis sont les plus élevées suivies par celles des échantillons vieillis à 23°C et les forces de contact maximales des échantillons vieillis à 40 °C sont les plus faibles. Ceci nous permet de conclure que, pour chaque énergie d'impact, la force de contact maximale diminue quand le taux d'humidité absorbée augmente.

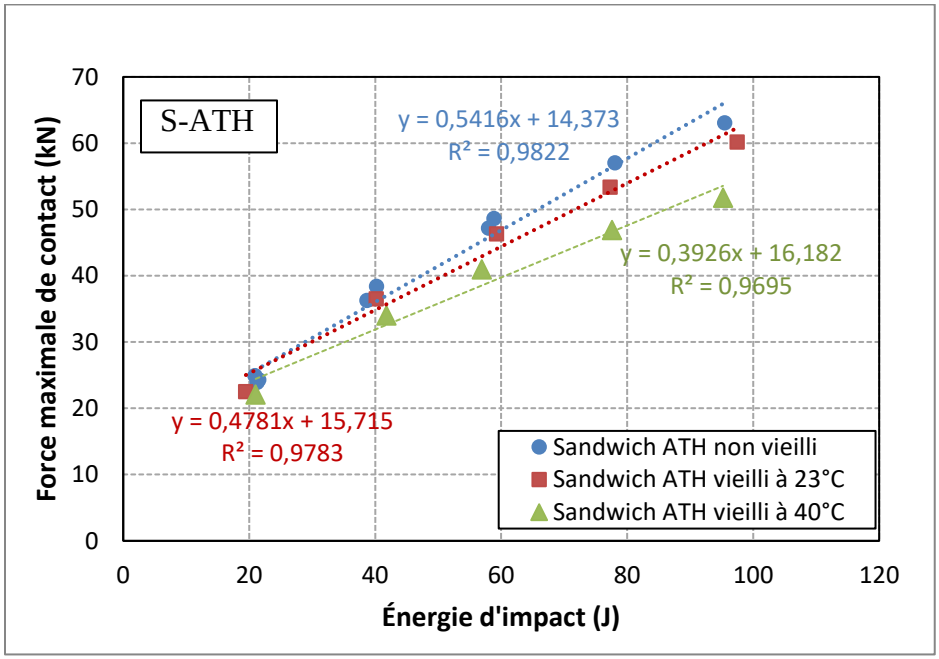


Figure 7.19: Effet du vieillissement sur l'évolution de la force maximale de contact en fonction de l'énergie d'impact (sandwich plat avec une âme sans modificateur)

Les courbes donnant l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact pour des échantillons non vieillis et vieillis à deux températures différentes sont présentées à la figure 7.20. Ces courbes démontrent que les échantillons non vieillis ont absorbé moins d'énergie que les échantillons vieillis. La différence au niveau d'énergie absorbée amène à supposer que les dommages des échantillons vieillis sont plus importants que ceux des échantillons non vieillis. C'est ce que nous avons vérifié en comparant la profondeur de l'empreinte résiduelle et la taille de la zone de dommage des échantillons non vieillis à celle des échantillons vieillis testés à l'impact avec différentes énergies d'impact.

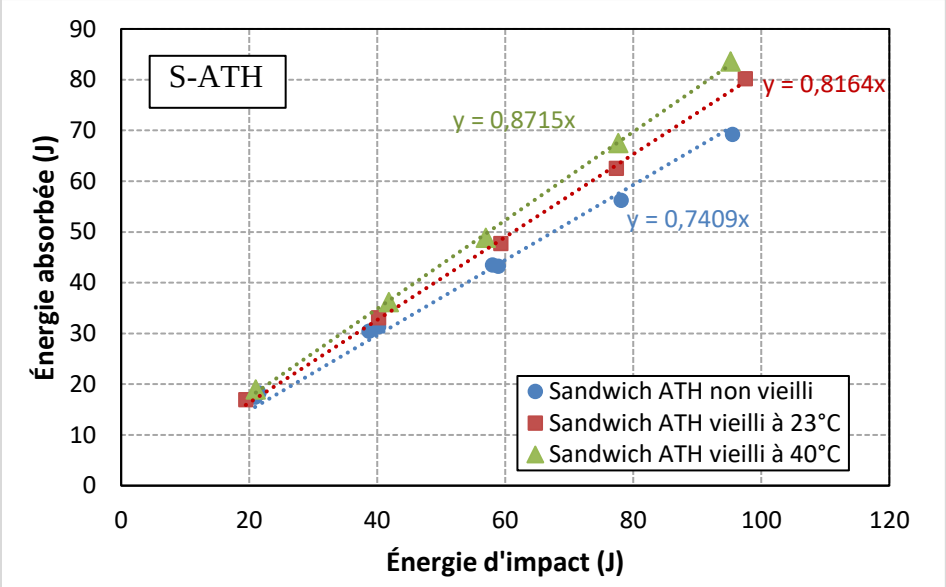


Figure 7.20: Effet du vieillissement sur l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact (sandwich plat avec une âme sans modificateur)

La figure 7.21 illustre les courbes d'évolution de la profondeur d'indentation permanente en fonction de l'énergie d'impact des échantillons vieillis et non vieillis. La comparaison entre les courbes révèle que pour chaque énergie d'impact, l'indentation permanente des échantillons vieillis à 40°C est la plus profonde alors que pour les échantillons non vieillis la profondeur de l'indentation permanente est la plus faible. Ceci nous mène à conclure que la profondeur de l'indentation augmente avec le taux d'humidité absorbée par le sandwich. Dans l'ensemble, la profondeur de l'empreinte résiduelle est relativement faible, même pour une énergie d'impact de 100 J. En effet, la profondeur est d'environ 1,2 mm pour le sandwich non vieilli et 2 mm pour le sandwich vieilli en immersion dans l'eau à 40 °C pendant 3 ans.

Les effets du vieillissement hygrothermique sur l'énergie absorbée, la force de contact maximale et la profondeur d'indentation permanente sont dus à la diffusion d'eau dans la matrice et la région d'interface fibre/matrice de la peau ainsi que dans la matrice de l'âme et l'interface âme/peau. Il est important de rappeler que les peaux des échantillons vieillis à 40°C ont atteint la saturation en humidité avec un taux d'environ 6%, alors que les peaux des échantillons vieillis à 23°C n'ont pas encore atteint la saturation (le taux d'humidité est environ 4,5%). En effet, les molécules d'eau qui s'infiltrent entre les macromolécules de l'époxy agissent comme un plastifiant, car elles les

décalent. Ceci affecte physiquement les composites et cause une diminution de la rigidité du sandwich.

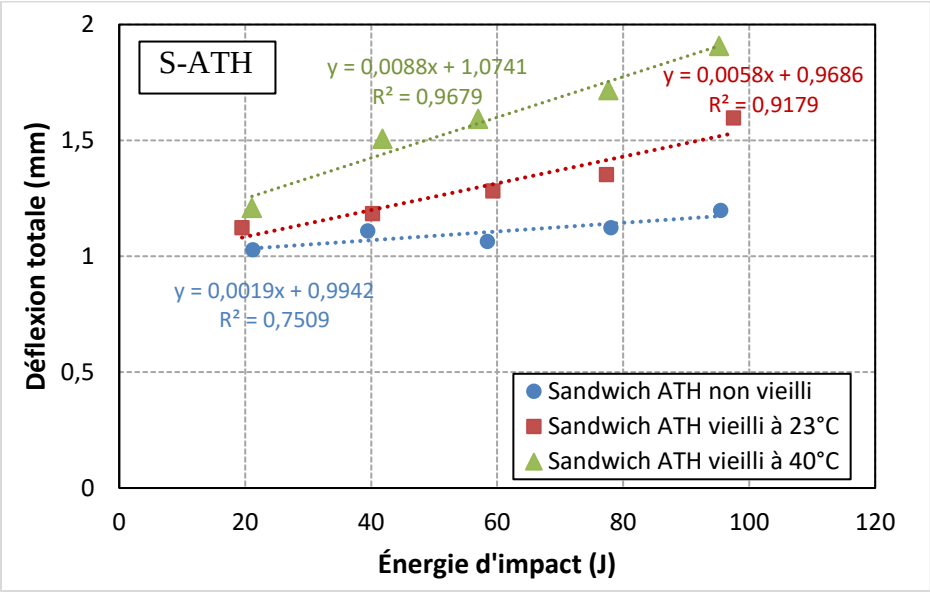


Figure 7.21: Effet du vieillissement sur l'évolution de la déflexion totale en fonction de l'énergie d'impact (sandwich plat avec une âme sans modificateur)

La figure 7.22 présente les images des dommages des sandwichs non vieillis et ceux vieillis à 40°C, testés à l'impact avec différentes énergies d'impact. Il est clair que la taille de la zone de dommage augmente avec l'augmentation de l'énergie d'impact. De plus, nous pouvons remarquer que la taille du dommage des échantillons vieillis est plus importante que celle des échantillons non vieillis. Bien évidemment, la taille de la zone de dommage causé par l'impact est un indicateur de la capacité du matériau à absorber de l'énergie. L'inspection visuelle des échantillons testés à l'impact avec des énergies entre 20 et 100J a révélé que les dommages sont juste des microfissures au niveau de la matrice de la peau supérieure qui a été en contact avec l'impacteur. De plus, aucune rupture de fibres, de pénétration ou perforation de la peau n'a été observée lors des essais pour les niveaux d'énergie d'impact sélectionnés.

Une autre observation a été tirée également de la figure 7.22: pour les sandwichs qui ont subi un vieillissement à 40°C, de petites taches blanches ont été remarquées sur les peaux quelques jours après la réalisation des tests. Ces taches sont des micro-vides causés par le vieillissement. En effet, au cours du processus de vieillissement, la présence de l'humidité dans l'échantillon gonfle la matrice, ce qui provoque une dégradation de la liaison fibres/matrice et le décollement interfacial.

Les molécules d'eau s'infiltrent le long des nano-pores du réseau de polymères et causent la rupture des liaisons hydrogène entre les segments des réseaux de polymères. Les chaînes polymères vont se détendre, ce qui peut créer plus de volume qui va être rempli d'eau. Après séchage de l'échantillon, les zones de décollement interfacial fibres/matrice et les zones de gonflement dans la matrice (le volume qui a été occupé par l'eau), vont devenir des micro-vides comme ceux que nous pouvons voir sur la figure 7.22.

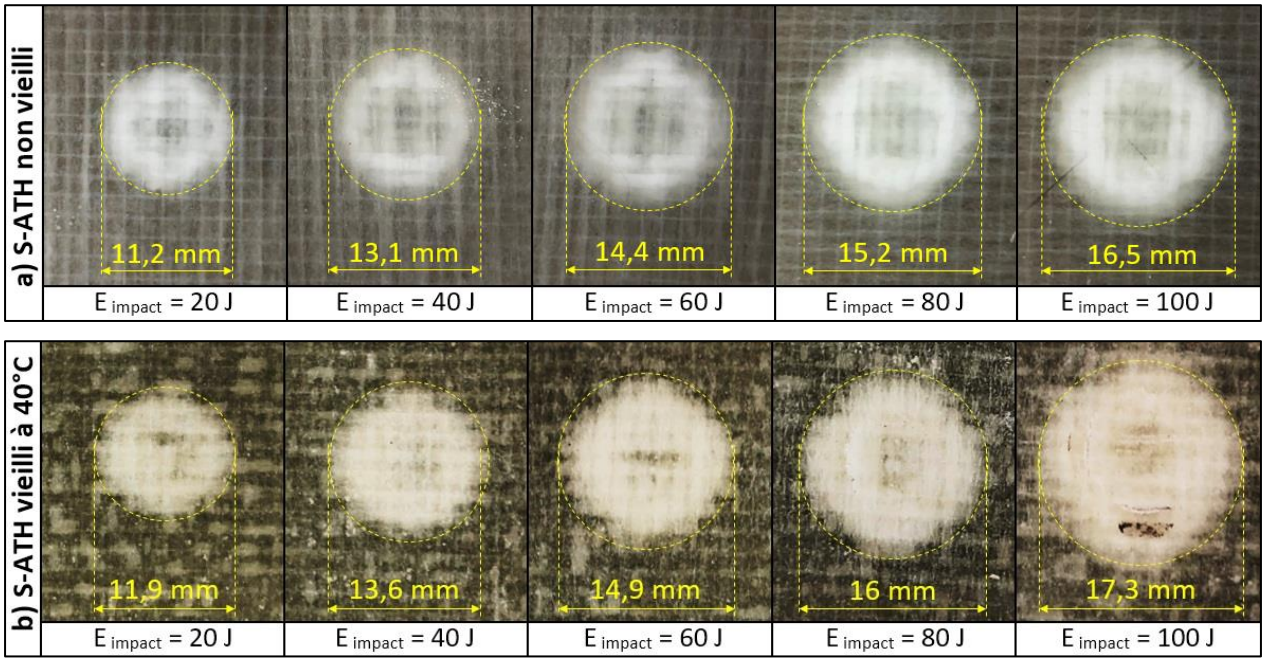


Figure 7.22: Effet du vieillissement sur la zone de dommage des sandwichs plats (cas d'une âme sans modificateur)

7.4 Conclusion

Dans ce chapitre, les propriétés à l'impact de deux sandwichs en composite ont été étudiées. Le premier est constitué de deux peaux en verre/époxy (ENV) et une âme en époxy chargé de 60% d'ATH et le deuxième se distingue du premier par l'ajout de 30 phr du modificateur (diluant) à la formulation de l'âme. La comparaison entre les résultats des tests d'impact à faible vitesse a démontré que l'ajout du modificateur à la formulation de l'âme du sandwich cause une diminution de la force de contact maximale d'environ 21% par rapport à celle caractérisant la réponse à l'impact du sandwich avec une âme sans modificateur. De plus, le sandwich sans modificateur (ATH) absorbe moins d'énergie que celui avec modificateur (MOD). À certains égards, ce

comportement peut être justifié par les dommages observés sur le sandwich qui a une âme avec modificateur. En effet, à partir de l'inspection visuelle des échantillons impactés, la profondeur d'indentation et la zone de dommage du sandwich avec modificateur sont plus importantes de celles du sandwich sans modificateur. La différence entre les deux sandwichs étudiés, aux niveaux de la force maximale, le temps de contact, l'énergie absorbée, la déflexion maximale et la déflexion finale, est principalement dû à la différence de rigidité entre les âmes des deux sandwichs.

De plus, des tests d'impact à différentes énergies ont été effectués sur des structures avec courbure de rayon 60 mm afin d'étudier l'effet de la géométrie sur les propriétés à l'impact des structures en composite. La comparaison entre les résultats des structures a révélé que la force de contact maximale des structures avec courbure est plus faible que celle des sandwichs plats. De plus, on a montré que l'énergie absorbée et la taille du dommage des structures avec courbure sont légèrement plus faibles que celles des sandwichs plats.

Un autre paramètre très important pour notre application industrielle est l'effet de l'humidité sur les propriétés à l'impact des structures composites, qui a été étudié dans ce chapitre. À cette fin, les résultats des tests d'impact effectués sur des échantillons non vieillis ont été comparés aux résultats des échantillons qui ont subi un vieillissement en immersion dans l'eau à deux températures différentes de 23 et 40 °C pendant trois ans. Les résultats obtenus permettent de conclure que la force de contact maximale diminue avec l'augmentation du taux d'humidité dans le sandwich, tandis que la déflexion maximale augmente en raison du comportement des échantillons vieillis qui est plus élastique. Dans l'ensemble, la profondeur de l'empreinte résiduelle et la taille des dommages sont relativement faibles même pour une énergie d'impact de 100 J. En effet, la profondeur est d'environ 1,2 mm pour le sandwich non vieilli et 2 mm pour le sandwich vieilli et l'aire de dommage ne dépasse pas 2,5 cm^2.

En comparant les différents résultats obtenus aux exigences de l'application industrielle, nous avons été convaincus que les deux sandwichs étudiés dans ce chapitre (le premier a une âme sans modificateur alors que le second contient le modificateur) répondent adéquatement aux exigences de l'application industrielle. Il est important de mentionner que le sandwich avec une âme sans modificateur s'endommage moins à l'impact, car son âme est plus rigide que l'âme avec modificateur. Cependant, la viscosité de la coulée avec modificateur est beaucoup plus faible que celle sans modificateur, ce qui facilite l'étape de fabrication de l'extension de l'avant-directrice.

CHAPITRE 8 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Dans ce dernier chapitre, nous présentons une synthèse des résultats des travaux effectués qui avaient pour objectif de proposer une structure performante et durable en matériaux composites capable de remplir le rôle d'une d'extension d'avant-directrice de turbine hydraulique. Par la suite des recommandations sont proposées pour la suite des travaux.

8.1 Conclusions

La première partie de ce travail de recherche a été consacré à l'étude de l'effet de la taille des particules et de la fraction massique d'ATH sur les propriétés physiques et mécaniques d'une résine époxy, destinée à être utilisée comme coulée pour l'extension de l'avant-directrice. Cette étude a été effectuée pour déterminer l'influence des charges sur le comportement de la résine époxy et ses propriétés, afin de pouvoir choisir la taille des particules et le taux d'ATH les mieux adaptés à cette application industrielle. Le pic exothermique, le temps de polymérisation, la viscosité du mélange et les propriétés mécaniques de la coulée sont fortement influencés par la taille des particules et la fraction massique des charges d'ATH ajoutés à la résine époxy. En effet, nous avons remarqué que la polymérisation est retardée et que la température maximale est réduite pendant le durcissement. Ces effets deviennent progressivement de plus en plus importants avec l'augmentation de la fraction massique d'ATH. Par ailleurs, la diminution de la taille des particules augmente leurs surfaces spécifiques, ce qui favorise le transfert de chaleur entre le polymère et les particules de charge, causant la réduction de la température interne du composite, et ainsi un ralentissement de la vitesse de polymérisation. De plus, on a pu démontrer que la viscosité du mélange, qui présente un paramètre très important pour éviter le piégeage de gaz pendant le mélange et la préparation de la coulée, augmente considérablement avec l'ajout d'ATH. Nous avons aussi remarqué que pour les faibles fractions massiques (inferieures à 20 %) l'effet de la taille des particules sur la viscosité est presque négligeable. Par contre, au-delà de 20 % d'ATH, l'effet de la taille devient de plus en plus évident avec l'augmentation de la fraction massique de charge. Ceci permet de conclure que pour la même fraction massique, plus les particules de charge sont petites, plus le mélange est visqueux. La comparaison entre les résultats de cette étude et les exigences de l'application industrielle, en prenant en considération les conditions d'installation de l'extension à l'avant-directrice existante, a permis de conclure que la formulation de la coulée la plus adéquate pour

notre application est celle composée de résine époxy chargée de 60 % d'ATH et ayant une taille 8 µm.

Après avoir décidé de la formulation de la coulée, une structure sandwich à double âme a été fabriquée et testée à l'impact dans le but de caractériser les propriétés de la structure sandwich proposée pour l'avant-directrice. Ce panneau sandwich est constitué de deux peaux en époxy renforcé de fibres de verre NCF et d'une âme double, composée de deux couches d'époxy chargé de 60 % de trihydrate d'alumine (ATH / époxy) séparées au centre par une mousse de polystyrène extrudé (XPS). Pour les énergies d'impact de 8 à 24J, le panneau sandwich étudié absorbe environ 50 % de l'énergie d'impact et le principal mécanisme d'absorption d'énergie est la compression de la mousse XPE.

Un modèle numérique 3D a été développé pour simuler les essais d'impact, déterminer la distribution d'énergie dans les différents constituants du sandwich et prédire les dommages. Dans l'ensemble, le modèle numérique a réussi à reproduire à la fois les caractéristiques qualitatives et quantitatives de la réponse aux chocs du panneau sandwich à double âme étudié. En outre, les résultats numériques ont révélé qu'un panneau sandwich composé d'une âme rigide à haute densité (époxy chargé d'ATH) et d'une âme souple à faible densité (mousse XPS), subissait à la fois une déformation locale et une déformation globale sous une charge d'impact. Considérant les résultats obtenus, le sandwich à double âme étudié dans ce travail répond adéquatement aux exigences de l'application industrielle. Cependant, il reste à vérifier l'effet de l'absorption d'eau sur les propriétés de la coque ainsi que les caractéristiques d'impact de la structure proposée comme extension de l'avant-directrice d'une turbine hydroélectrique.

Afin de pouvoir choisir la meilleure formulation pour la coque, le vieillissement de six configurations différentes de stratifiés a été étudié. Ceci a permis de mieux comprendre l'influence des différents paramètres, tels que la température, la nature de la résine et l'utilisation d'un voile de surface, sur le processus de diffusion de l'humidité dans le composite. De plus, les effets de l'humidité sur les propriétés physiques et mécaniques des stratifiés ont été pris en compte. Les résultats obtenus ont démontré que l'absorption de l'humidité cause une diminution de la température de transition vitreuse et un gonflement de la matrice ainsi qu'une dégradation des propriétés mécanique. De plus, un modèle analytique a été utilisé pour simuler la diffusion d'eau dans le cas d'un échantillon soumis à l'humidité d'un seul côté. Ce modèle a permis de suivre en

continu au cours du temps de vieillissement, l'évolution de l'humidité en chaque point de l'échantillon. Le taux d'humidité en un point particulier et le temps nécessaire pour atteindre l'état de saturation sont des paramètres qui peuvent aussi être déterminés. Différentes conditions de diffusion peuvent également être traitées par ce modèle en modifiant les conditions de vieillissement qui peuvent être symétriques ou dissymétriques. En effet, il est possible d'imposer des conditions de vieillissement différentes sur les deux faces latérales de l'échantillon. À partir des résultats sur la cinétique d'absorption d'humidité et les essais effectués sur les différentes configurations étudiées, le stratifié en vinylester renforcé de fibres de verre NCF avec un voile de surface est la configuration la plus adaptée pour fabriquer la coque de l'extension de l'avant-directrice. En effet, cette configuration est caractérisée par un faible taux d'absorption d'humidité à la saturation et par des propriétés mécaniques et physiques qui sont les moins dégradées au cours du vieillissement comparé aux autres configurations étudiées.

Dans le but d'optimiser la formulation de l'âme, en tenant compte des conditions de fabrication et de l'installation de l'extension à l'avant-directrice existante, 30 phr du modificateur (diluant) a été ajouté à l'époxy chargé de 60% d'ATH, pour diminuer la viscosité de la coulée. Afin de vérifier l'effet de l'ajout du modificateur à la formulation de l'âme sur les propriétés à l'impact du sandwich, une étude comparative entre le comportement des deux structures sandwichs composites soumises aux chocs a été effectuée. Le premier sandwich est constitué de deux peaux en époxy renforcé par des fibres de verre et une âme en époxy chargé de 60% d'ATH, et le deuxième se distingue du premier par l'ajout à la formulation de l'âme de 30 phr de modificateur (diluant). En plus des structures sandwich plats qui représentent les côtés de l'extension de l'avant-directrice, des structures avec courbure de rayon 60 mm ont été testées à l'impact à différentes énergies. Ces structures représentent le bord d'attaque de l'extension de l'avant-directrice qui est la partie la plus susceptible à recevoir des impacts par des roches charriées par l'eau. La comparaison des résultats a révélé que la force de contact maximale des structures avec courbure est plus faible que celle des sandwichs plats. De plus, l'énergie absorbée et la taille du dommage des structures avec courbure sont légèrement plus faibles que celles des sandwichs plats.

Finalement, un autre paramètre très important dans cette application industrielle est l'effet de l'humidité sur les propriétés à l'impact des structures composites. Les résultats obtenus permettent de conclure que la force de contact maximale diminue avec l'augmentation du taux d'humidité dans le sandwich, tandis que la déflexion maximale augmente, car le comportement des

échantillons vieillis qui devient plus élastique. Dans l'ensemble, la profondeur de l'empreinte résiduelle et la taille des dommages restent relativement faibles, même pour une énergie d'impact atteignant 100 J.

8.2 Recommandations et perspectives et de l'étude

Cette étude peut être étendue pour couvrir d'autres aspects concernant l'extension de l'avant-directrice. Parmi les perspectives qui peuvent être suggérées, nous pouvons citer l'étude du comportement de l'extension sous chocs répétés. En effet, les avant-directrice et leurs extensions sont fortement susceptible d'être soumis à des chocs répétés par des roches charriées par l'eau, tout au long de leur vie de service. Donc, il serait primordial d'examiner l'effet de l'impact répété sur les propriétés des structures proposées et vérifier l'évolution des dommages et de la rigidité structurelle en fonction de nombre de chocs.

Il serait intéressant aussi d'améliorer le modèle numérique, qui simule les essais d'impact afin de tenir en compte le phénomène d'absorption d'humidité. Cela pourrait permettre de prédire l'évolution des propriétés à l'impact et l'effet de chocs répétés au cours du vieillissement.

En fin, ce projet visait à ajouter une extension à l'avant-directrice existante. L'étude de l'assemblage entre l'extension en composite et l'avant-directrice en acier est aussi importante pour l'application industrielle. De plus, la durabilité de la liaison entre le composite et l'acier devrait aussi être étudiée.

BIBLIOGRAPHIE

[1] International Hydropower Association, " Hydropower Status Report," 2017.

[2] Statistics Canada, "Table 127-0007 Electric power generation, by class of electricity producer, annual (megawatt hour)," 2017. Available: http://www.statcan.gc.ca/

[3] Association Internationale de l'Hydroélectricité, "Rapport 2015 sur le statut de l'hydroélectricité," 2015. Available: https://www.hydropower.org/

[4] Office national de l'énergie, "Panorama de l'électricité renouvelable au Canada – Analyse des marchés de l'énergie " 2016, Available: https://www.neb-one.gc.ca/

[5] *Hydro-quebec. Construction et réfection de centrales* Available: http://www.hydroquebec.com/

[6] L. Bornard, F. Debeissat, Y. Labrecque, M. Sabourin, and L. Tomas, "Turbine hydraulic assessment and optimization in rehabilitation projects," in *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2014, vol. 22, no. 1, p. 012033: IOP Publishing.

[7] *Les turbines*. Available: http://ressources2.techno.free.fr/

[8] P. K. Mallick, *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*. CRC press, 2007.

[9] C. Bathias, *Matériaux composites*. Dunod, 2009.

[10] L. Gornet, *"Généralités sur les matériaux composites"*, 2008.

[11] G. Wypych, *Handbook of fillers*. Elsevier, 2016.

[12] W. S. Lee and J. Yu, "Comparative study of thermally conductive fillers in underfill for the electronic components," *Diamond and related Materials*, vol. 14, no. 10, pp. 1647-1653, 2005.

[13] Z. Shi, R. Fu, S. Agathopoulos, X. Gu, and W. Zhao, "Thermal conductivity and fire resistance of epoxy molding compounds filled with Si3N4 and Al(OH)3," *Materials & Design*, vol. 34, pp. 820-824, 2012/02/01/ 2012.

[14] H. Wang, Y. Bai, S. Liu, J. Wu, and C. Wong, "Combined effects of silica filler and its interface in epoxy resin," *Acta Materialia*, vol. 50, no. 17, pp. 4369-4377, 2002.

[15] Y. Nakamura, M. Yamaguchi, M. Okubo, and T. Matsumoto, "Effect of particle size on mechanical properties of epoxy resin filled with angular-shaped silica," *Journal of applied polymer science,* vol. 44, no. 1, pp. 151-158, 1992.

[16] A. Rapacz-Kmita, E. Stodolak-Zych, B. Szaraniec, M. Gajek, and P. Dudek, "Effect of clay mineral on the accelerated hydrolytic degradation of polylactide in the polymer/clay nanocomposites," *Materials Letters,* vol. 146, pp. 73-76, 2015/05/01/ 2015.

[17] K. Piekarska, E. Piorkowska, and J. Bojda, "The influence of matrix crystallinity, filler grain size and modification on properties of PLA/calcium carbonate composites," *Polymer Testing,* vol. 62, pp. 203-209, 2017/09/01/ 2017.

[18] T. Thenepalli, A. Y. Jun, C. Han, C. Ramakrishna, and J. W. Ahn, "A strategy of precipitated calcium carbonate (CaCO 3) fillers for enhancing the mechanical properties of polypropylene polymers," *Korean Journal of Chemical Engineering,* vol. 32, no. 6, pp. 1009-1022, 2015.

[19] M. Sánchez-Soto, P. Pagés, T. Lacorte, K. Briceño, and F. Carrasco, "Curing FTIR study and mechanical characterization of glass bead filled trifunctional epoxy composites," *Composites Science and Technology,* vol. 67, no. 9, pp. 1974-1985, 2007.

[20] S. M. Uddin *et al.*, "Effect of size and shape of metal particles to improve hardness and electrical properties of carbon nanotube reinforced copper and copper alloy composites," *Composites Science and Technology,* vol. 70, no. 16, pp. 2253-2257, 2010.

[21] H. Chen *et al.*, "Thermal conductivity of polymer-based composites: Fundamentals and applications," *Progress in Polymer Science,* vol. 59, pp. 41-85, 2016/08/01/ 2016.

[22] B. Luo, S. Jiang, W. Zhu, Y. Hu, Y. Qin, and X. Tang, "Laser joining of Al2O3 liners with Al2O3–MgO–SiO2 glass-ceramic fillers," *Journal of Materials Processing Technology,* vol. 260, pp. 48-56, 2018/10/01/ 2018.

[23] S.-Y. Fu, X.-Q. Feng, B. Lauke, and Y.-W. Mai, "Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate–polymer composites," *Composites Part B: Engineering,* vol. 39, no. 6, pp. 933-961, 2008.

[24] K. A. Feichtinger, "Test methods and performance of structural core materials-1. Static properties," *Journal of reinforced plastics and composites,* vol. 8, no. 4, pp. 334-357, 1989.

[25] L. Marsavina, T. Sadowski, D. M. Constantinescu, and R. Negru, "Failure of polyurethane foams under different loading conditions," in *Key Engineering Materials*, 2008, vol. 385, pp. 205-208: Trans Tech Publ.

[26] V. Rao, "Fatigue Behavior and Failure Mechanism of PU Foam Core E-glass Reinforced Vinyl Ester Sandwich Composites," *International Journal of Materials Engineering,* vol. 3, no. 4, pp. 66-81, 2013.

[27] Z. Tan, H. Luo, W. Long, and X. Han, "Dynamic response of clamped sandwich beam with aluminium alloy foam core subjected to impact loading," *Composites Part B: Engineering,* vol. 46, pp. 39-45, 2013.

[28] C. A. Steeves and N. A. Fleck, "Collapse mechanisms of sandwich beams with composite faces and a foam core, loaded in three-point bending. Part II: experimental investigation and numerical modelling," *International Journal of Mechanical Sciences,* vol. 46, no. 4, pp. 585-608, 2004.

[29] N. Fleck and I. Sridhar, "End compression of sandwich columns," *Composites Part A: applied science and manufacturing,* vol. 33, no. 3, pp. 353-359, 2002.

[30] I. H. Choi, "Contact force history analysis of composite sandwich plates subjected to low-velocity impact," *Composite Structures,* vol. 75, no. 1-4, pp. 582-586, 2006.

[31] P. M. Schubel, J.-J. Luo, and I. M. Daniel, "Low velocity impact behavior of composite sandwich panels," *Composites Part A: applied science and manufacturing,* vol. 36, no. 10, pp. 1389-1396, 2005.

[32] P. M. Schubel, J.-J. Luo, and I. M. Daniel, "Impact and post impact behavior of composite sandwich panels," *Composites Part A: applied science and manufacturing,* vol. 38, no. 3, pp. 1051-1057, 2007.

[33] J. Christopherson, M. Mahinfalah, G. N. Jazar, and M. R. Aagaah, "An investigation on the effect of a small mass impact on sandwich composite plates," *Composite Structures,* vol. 67, no. 3, pp. 299-306, 2005.

[34] R. A. Hunter-Alarcón *et al.*, "Effect of the natural aging process on the shear strength of FRP composite single lap joints," *International Journal of Adhesion and Adhesives,* vol. 86, pp. 4-12, 2018/11/01/ 2018.

[35] P. Davies and Y. D. Rajapakse, *Durability of composites in a marine environment*. Springer, 2016.

[36] L. Liu, Z. Zhao, W. Chen, C. Shuang, and G. Luo, "An experimental investigation on high velocity impact behavior of hygrothermal aged CFRP composites," *Composite Structures,* vol. 204, pp. 645-657, 2018/11/15/ 2018.

[37] B. Ray, "Temperature effect during humid ageing on interfaces of glass and carbon fibers reinforced epoxy composites," *Journal of Colloid and Interface Science,* vol. 298, no. 1, pp. 111-117, 2006.

[38] M. J. Adamson, "Thermal expansion and swelling of cured epoxy resin used in graphite/epoxy composite materials," *Journal of Materials Science,* vol. 15, no. 7, pp. 1736-1745, 1980.

[39] C.-H. Shen and G. S. Springer, "Moisture absorption and desorption of composite materials," *Journal of Composite Materials,* vol. 10, no. 1, pp. 2-20, 1976.

[40] S. A. Grammatikos, R. J. Ball, M. Evernden, and R. G. Jones, "Impedance spectroscopy as a tool for moisture uptake monitoring in construction composites during service," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* vol. 105, pp. 108-117, 2018/02/01/ 2018.

[41] H. Choi, K. Ahn, J.-D. Nam, and H. Chun, "Hygroscopic aspects of epoxy/carbon fiber composite laminates in aircraft environments," *Composites Part A: applied science and manufacturing,* vol. 32, no. 5, pp. 709-720, 2001.

[42] F. Perrin, M. H. Nguyen, and J. Vernet, "Water transport in epoxy–aliphatic amine networks–Influence of curing cycles," *European Polymer Journal,* vol. 45, no. 5, pp. 1524-1534, 2009.

[43] R. Delasi and J. Whiteside, "Effect of moisture on epoxy resins and composites," in *Advanced Composite Materials, Environmental Effects: A Symposium, Dayton, Ohio, 29-30 Sept. 1977*, 1978, p. 1: ASTM International.

[44] Y. Weitsman, "Effects of fluctuating moisture and temperature on the mechanical response of resin-plates," *Journal of Applied Mechanics,* vol. 44, no. 4, pp. 571-576, 1977.

[45] A. C. Loos and G. S. Springer, "Moisture absorption of graphite-epoxy composition immersed in liquids and in humid air," *Environmental effects on composite materials,* vol. 15, pp. 34-55, 1981.

[46] R. Leger, A. Roy, and J. Grandidier, "Non-classical water diffusion in an industrial adhesive," *International Journal of Adhesion and Adhesives,* vol. 30, no. 8, pp. 744-753, 2010.

[47] Y. J. Weitsman, *Fluid effects in polymers and polymeric composites*. Springer Science & Business Media, 2011.

[48] T. S. Gates, "Durability assessment of polymeric composites for high speed civil transport," *Recent Dev Durability Anal Compos Syst,* pp. 387-392, 2000.

[49] A. C. Loos and G. S. Springer, "Moisture absorption of graphite-epoxy composites immersed in liquids and in humid air," *Journal of Composite Materials,* vol. 13, no. 2, pp. 131-147, 1979.

[50] E. L. McKague, J. D. Reynolds, and J. E. Halkias, "Swelling and glass transition relations for epoxy matrix material in humid environments," *Journal of Applied Polymer Science,* vol. 22, no. 6, pp. 1643-1654, 1978.

[51] P. Bonniau and A. Bunsell, "A comparative study of water absorption theories applied to glass epoxy composites," *Journal of Composite Materials,* vol. 15, no. 3, pp. 272-293, 1981.

[52] B. Dewimille and A. Bunsell, "Accelerated ageing of a glass fibre-reinforced epoxy resin in water," *Composites,* vol. 14, no. 1, pp. 35-40, 1983.

[53] V. Bellenger, J. Verdu, and E. Morel, "Structure-properties relationships for densely cross-linked epoxide-amine systems based on epoxide or amine mixtures," *Journal of materials science,* vol. 24, no. 1, pp. 63-68, 1989.

[54] S. Popineau, "Durabilité en milieu humide d'assemblages structuraux collés type aluminium/composite," École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.

[55] J. Mercier, A. Bunsell, P. Castaing, and J. Renard, "Characterisation and modelling of aging of composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* vol. 39, no. 2, pp. 428-438, 2008.

[56] P. Bonniau, "effets de l'absorption d'eau sur les propriétés électriques et mécaniques des matériaux composites à matrice organique," thèse, Mars 1983. H, 1983.

[57] N. Guermazi, N. Haddar, K. Elleuch, and H. F. Ayedi, "Investigations on the fabrication and the characterization of glass/epoxy, carbon/epoxy and hybrid composites used in the reinforcement and the repair of aeronautic structures," *Materials & Design,* vol. 56, no. 0, pp. 714-724, 2014.

[58] M. L. Costa, M. C. Rezende, and S. F. M. De Almeida, "Effect of void content on the moisture absorption in polymeric composites," *Polymer-Plastics Technology and Engineering,* vol. 45, no. 6, pp. 691-698, 2006.

[59] P. K. Mallick, *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*. CRC press, 2010.

[60] B. E. Sar, S. Fréour, P. Davies, and F. Jacquemin, "Coupling moisture diffusion and internal mechanical states in polymers–A thermodynamical approach," *European Journal of Mechanics-A/Solids,* vol. 36, pp. 38-43, 2012.

[61] D. Gueribiz, F. Jacquemin, and S. Fréour, "A moisture diffusion coupled model for composite materials," *European Journal of Mechanics-A/Solids,* vol. 42, pp. 81-89, 2013.

[62] P. ODRU, "Calcul et conception des structures composites," *Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites,* no. A7792, pp. A7792. 1-A7792. 24, 1992.

[63] G. Marom, "The Role of Water Transport in Composite Materials," in *Polymer Permeability*, J. Comyn, Ed. Dordrecht: Springer Netherlands, 1985, pp. 341-374.

[64] Y. Yu, P. Li, G. Sui, X. Yang, and H. Liu, "Effects of hygrothermal aging on the thermal–mechanical properties of vinylester resin and its pultruded carbon fiber composites," *Polymer Composites,* vol. 30, no. 10, pp. 1458-1464, 2009.

[65] A. Mouritz, "Delamination properties of z-pinned composites in hot–wet environment," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* vol. 52, pp. 134-142, 2013.

[66] S. Kumar, I. Sridhar, and S. Sivashanker, "Influence of humid environment on the performance of high strength structural carbon fiber composites," *Materials Science and Engineering: A,* vol. 498, no. 1, pp. 174-178, 2008.

[67] S. Zhao and M. Gaedke, "Moisture effects on mode II delamination behavior of carbon/epoxy composites," *Advanced Composite Materials,* vol. 5, no. 4, pp. 291-307, 1996.

[68] R. Zenasni, A. Bachir, M. Garcia, A. Argüelles, and J. Viña, "Hygrothermal Aging Effect on the Interlaminar Fracture of Woven Fabric Fibre/PEI Composite Material," *Science and Engineering of Composite Materials,* vol. 11, no. 4, pp. 225-230, 2004.

[69] T. Nakamura, R. Singh, and P. Vaddadi, "Effects of environmental degradation on flexural failure strength of fiber reinforced composites," *Experimental mechanics,* vol. 46, no. 2, pp. 257-268, 2006.

[70] C. Atas and A. Dogan, "An experimental investigation on the repeated impact response of glass/epoxy composites subjected to thermal ageing," *Composites Part B: Engineering,* vol. 75, pp. 127-134, 2015/06/15/ 2015.

[71] H. Dhakal, Z. Zhang, N. Bennett, and P. Reis, "Low-velocity impact response of non-woven hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites: Influence of impactor geometry and impact velocity," *Composite Structures,* vol. 94, no. 9, pp. 2756-2763, 2012.

[72] J. M. George, "Effects of UV light and moisture absorption on the impact resistance of three different carbon fiber-reinforced composites," Wichita State University, 2014.

[73] G. Bibo, P. Hogg, and M. Kemp, "Mechanical characterisation of glass-and carbon-fibre-reinforced composites made with non-crimp fabrics," *Composites science and technology,* vol. 57, no. 9, pp. 1221-1241, 1997.

[74] S. Adden and P. Horst, "Damage propagation in non-crimp fabrics under bi-axial static and fatigue loading," *Composites science and technology,* vol. 66, no. 5, pp. 626-633, 2006.

[75] K. Dransfield, C. Baillie, and Y.-W. Mai, "Improving the delamination resistance of CFRP by stitching—a review," *Composites science and technology,* vol. 50, no. 3, pp. 305-317, 1994.

[76] G. Bibo, P. Hogg, R. Backhouse, and A. Mills, "Carbon-fibre non-crimp fabric laminates for cost-effective damage-tolerant structures," *Composites science and technology,* vol. 58, no. 1, pp. 129-143, 1998.

[77] G. S. Dhaliwal and G. M. Newaz, "Compression after impact characteristics of carbon fiber reinforced aluminum laminates," *Composite Structures,* vol. 160, pp. 1212-1224, 2017.

[78] F. J. Silva, F. Ferreira, C. Costa, M. Ribeiro, and A. M. Castro, "Comparative study about heating systems for pultrusion process," *Composites Part B: Engineering,* vol. 43, no. 4, pp. 1823-1829, 2012.

[79] F. A. Miller, "Disinfection with Liquid Sodium Hypochlorite: Principles, Methods, and Lessons Learned," *Florida Water Resources Journal,* vol. 27, pp. 4-8, 2012.

[80] R. Ouadday, "Étude des structures sandwichs verre/époxy de grandes épaisseurs utilisées comme extension d'avant directrices de turbines hydroélectriques," École Polytechnique de Montréal, 2013.

[81] S. M. B. Nachtigall, M. Miotto, E. E. Schneider, R. S. Mauler, and M. M. Camargo Forte, "Macromolecular coupling agents for flame retardant materials," *European Polymer Journal,* vol. 42, no. 5, pp. 990-999, 2006/05/01/ 2006.

[82] M. Batistella, B. Otazaghine, R. Sonnier, A.-S. Caro-Bretelle, C. Petter, and J.-M. Lopez-Cuesta, "Fire retardancy of ethylene vinyl acetate/ultrafine kaolinite composites," *Polymer Degradation and Stability,* vol. 100, pp. 54-62, 2014/02/01/ 2014.

[83] C. Hoffendahl, G. Fontaine, S. Duquesne, F. Taschner, M. Mezger, and S. Bourbigot, "The combination of aluminum trihydroxide (ATH) and melamine borate (MB) as fire retardant additives for elastomeric ethylene vinyl acetate (EVA)," *Polymer Degradation and Stability,* vol. 115, pp. 77-88, 2015/05/01/ 2015.

[84] C. Hoffendahl, G. Fontaine, S. Duquesne, F. Taschner, M. Mezger, and S. Bourbigot, "The fire retardant mechanism of ethylene vinyl acetate elastomer (EVM) containing aluminium trihydroxide and melamine phosphate," *RSC Advances,* vol. 4, no. 39, pp. 20185-20199, 2014.

[85] C. Hoffendahl, S. Duquesne, G. Fontaine, F. Taschner, M. Mezger, and S. Bourbigot, "Decomposition mechanism of fire retarded ethylene vinyl acetate elastomer (EVA)

containing aluminum trihydroxide and melamine," *Polymer Degradation and Stability,* vol. 113, pp. 168-179, 2015.

[86] F. Cavodeau, B. Otazaghine, R. Sonnier, J.-M. Lopez-Cuesta, and C. Delaite, "Fire retardancy of ethylene-vinyl acetate composites – Evaluation of synergistic effects between ATH and diatomite fillers," *Polymer Degradation and Stability,* vol. 129, pp. 246-259, 2016/07/01/ 2016.

[87] L. Tibiletti *et al.,* "Thermal degradation and fire behaviour of unsaturated polyesters filled with metallic oxides," *Polymer Degradation and Stability,* vol. 96, no. 1, pp. 67-75, 2011/01/01/ 2011.

[88] M. R. Petersen, A. Chen, M. Roll, S. Jung, and M. Yossef, "Mechanical properties of fire-retardant glass fiber-reinforced polymer materials with alumina tri-hydrate filler," *Composites Part B: Engineering,* vol. 78, pp. 109-121, 2015.

[89] A. u. R. Shah *et al.,* "Effect of concentration of ATH on mechanical properties of polypropylene/aluminium trihydrate (PP/ATH) composite," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China,* vol. 24, pp. s81-s89, 2014/07/01/ 2014.

[90] M. R. Petersen, A. Chen, M. Roll, S. J. Jung, and M. Yossef, "Mechanical properties of fire-retardant glass fiber-reinforced polymer materials with alumina tri-hydrate filler," *Composites Part B: Engineering,* vol. 78, pp. 109-121, 2015/09/01/ 2015.

[91] O. A. Stapountzi, M. N. Charalambides, and J. G. Williams, "Micromechanical models for stiffness prediction of alumina trihydrate (ATH) reinforced poly (methyl methacrylate) (PMMA): Effect of filler volume fraction and temperature," *Composites Science and Technology,* vol. 69, no. 11, pp. 2015-2023, 2009/09/01/ 2009.

[92] R. H. Halvorson, R. L. Erickson, and C. L. Davidson, "The effect of filler and silane content on conversion of resin-based composite," *Dental Materials,* vol. 19, no. 4, pp. 327-333, 2003/06/01/ 2003.

[93] M. Mooney, "The viscosity of a concentrated suspension of spherical particles," *Journal of colloid science,* vol. 6, no. 2, pp. 162-170, 1951.

[94] D. Quemada, "Rheology of concentrated disperse systems and minimum energy dissipation principle," *Rheologica Acta,* vol. 16, no. 1, pp. 82-94, 1977.

[95] I. M. Krieger and T. J. Dougherty, "A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres," *Trans. Soc. Rheol,* vol. 3, no. 1, pp. 137-152, 1959.

[96] D. He and B. Jiang, "The elastic modulus of filled polymer composites," *Journal of applied polymer science,* vol. 49, no. 4, pp. 617-621, 1993.

[97] P. Mareri, S. Bastide, N. Binda, and A. Crespy, "Mechanical behaviour of polypropylene composites containing fine mineral filler: Effect of filler surface treatment," *Composites Science and Technology,* vol. 58, no. 5, pp. 747-752, 1998/01/01/ 1998.

[98] H. Unal, "Morphology and mechanical properties of composites based on polyamide 6 and mineral additives," *Materials & Design,* vol. 25, no. 6, pp. 483-487, 2004/09/01/ 2004.

[99] R. Boukhili, H. Boukehili, H. B. Daly, and A. Gasmi, "Physical and mechanical properties of pultruded composites containing fillers and low profile additives," *Polymer composites,* vol. 27, no. 1, pp. 71-81, 2006.

[100] C. A. Wah, L. Y. Choong, and G. S. Neon, "Effects of titanate coupling agent on rheological behaviour, dispersion characteristics and mechanical properties of talc filled polypropylene," *European Polymer Journal,* vol. 36, no. 4, pp. 789-801, 2000.

[101] S. C. Zunjarrao and R. P. Singh, "Characterization of the fracture behavior of epoxy reinforced with nanometer and micrometer sized aluminum particles," *Composites Science and Technology,* vol. 66, no. 13, pp. 2296-2305, 2006/10/01/ 2006.

[102] T. Chaowasakoo and N. Sombatsompop, "Mechanical and morphological properties of fly ash/epoxy composites using conventional thermal and microwave curing methods," *Composites Science and Technology,* vol. 67, no. 11, pp. 2282-2291, 2007/09/01/ 2007.

[103] W.-Y. Chiang and C.-H. Hu, "Approaches of interfacial modification for flame retardant polymeric materials," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* vol. 32, no. 3, pp. 517-524, 2001/03/01/ 2001.

[104] U. Hippi, J. Mattila, M. Korhonen, and J. Seppälä, "Compatibilization of polyethylene/aluminum hydroxide (PE/ATH) and polyethylene/magnesium hydroxide (PE/MH) composites with functionalized polyethylenes," *Polymer,* vol. 44, no. 4, pp. 1193-1201, 2003/02/01/ 2003.

[105] H. Unal, A. Mimaroglu, and M. Alkan, "Mechanical properties and morphology of nylon-6 hybrid composites," *Polymer international,* vol. 53, no. 1, pp. 56-60, 2004.

[106] G. Tagliavia, M. Porfiri, and N. Gupta, "Analysis of flexural properties of hollow-particle filled composites," *Composites Part B: Engineering,* vol. 41, no. 1, pp. 86-93, 2010/01/01/ 2010.

[107] H. G. B. Premalal, H. Ismail, and A. Baharin, "Comparison of the mechanical properties of rice husk powder filled polypropylene composites with talc filled polypropylene composites," *Polymer Testing,* vol. 21, no. 7, pp. 833-839, 2002/01/01/ 2002.

[108] R. Ouadday, A. Marouene, G. Morada, A. Kaabi, R. Boukhili, and A. Vadean, "Experimental and numerical investigation on the impact behavior of dual-core composite sandwich panels designed for hydraulic turbine applications," *Composite Structures,* 2017.

[109] H. Wang, K. R. Ramakrishnan, and K. Shankar, "Experimental study of the medium velocity impact response of sandwich panels with different cores," *Materials & Design,* vol. 99, pp. 68-82, 2016.

[110] V. Tita, J. De Carvalho, and D. Vandepitte, "Failure analysis of low velocity impact on thin composite laminates: Experimental and numerical approaches," *Composite Structures,* vol. 83, no. 4, pp. 413-428, 2008.

[111] G. Schoeppner and S. Abrate, "Delamination threshold loads for low velocity impact on composite laminates," *Composites Part A: applied science and manufacturing,* vol. 31, no. 9, pp. 903-915, 2000.

[112] P. Feraboli, "Some recommendations for characterization of composite panels by means of drop tower impact testing," *Journal of aircraft,* vol. 43, no. 6, pp. 1710-1718, 2006.

[113] E.-H. Kim, M.-S. Rim, I. Lee, and T.-K. Hwang, "Composite damage model based on continuum damage mechanics and low velocity impact analysis of composite plates," *Composite Structures,* vol. 95, pp. 123-134, 2013.

[114] P. Feraboli and K. T. Kedward, "A new composite structure impact performance assessment program," *Composites science and technology,* vol. 66, no. 10, pp. 1336-1347, 2006.

[115] S. Gordon, R. Boukhili, and N. Merah, "Impact behavior and finite element prediction of the compression after impact strength of foam/vinylester-glass composite sandwiches," *Journal of Sandwich Structures & Materials,* vol. 16, no. 5, pp. 551-574, 2014.

[116] G. Caprino and V. Lopresto, "The significance of indentation in the inspection of carbon fibre-reinforced plastic panels damaged by low-velocity impact," *Composites science and technology,* vol. 60, no. 7, pp. 1003-1012, 2000.

[117] J. O. Hallquist, "LS-DYNA keyword user's manual," *Livermore Software Technology Corporation,* vol. 970, 2007.

[118] S. T. Pinho, L. Iannucci, and P. Robinson, "Physically-based failure models and criteria for laminated fibre-reinforced composites with emphasis on fibre kinking: Part I: Development," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* vol. 37, no. 1, pp. 63-73, 2006/01/01/ 2006.

[119] A. Puck and H. Schürmann, "Failure analysis of FRP laminates by means of physically based phenomenological models," *Composites Science and Technology,* vol. 58, no. 7, pp. 1045-1067, 1998.

[120] B. Falzon and P. Apruzzese, "Numerical analysis of intralaminar failure mechanisms in composite structures. Part I: FE implementation," *Composite Structures,* vol. 93, no. 2, pp. 1039-1046, 2011.

[121] M. Donadon, L. Iannucci, B. G. Falzon, J. Hodgkinson, and S. F. de Almeida, "A progressive failure model for composite laminates subjected to low velocity impact damage," *Computers & Structures,* vol. 86, no. 11, pp. 1232-1252, 2008.

[122] G. Catalanotti, P. Camanho, and A. Marques, "Three-dimensional failure criteria for fiber-reinforced laminates," *Composite Structures,* vol. 95, pp. 63-79, 2013.

[123] S. Pinho, R. Darvizeh, P. Robinson, C. Schuecker, and P. Camanho, "Material and structural response of polymer-matrix fibre-reinforced composites," *Journal of Composite Materials,* vol. 46, no. 19-20, pp. 2313-2341, 2012.

[124] G. J. Frank and R. A. Brockman, "A viscoelastic–viscoplastic constitutive model for glassy polymers," *International Journal of Solids and Structures,* vol. 38, no. 30, pp. 5149-5164, 2001.

[125] R. K. Goldberg, "Strain rate dependent deformation and strength modeling of a polymer matrix composite utilizing a micromechanics approach. NASA TM-1999-209768, National Aeronautics and Space Administration, Washington (DC)," 1999.

[126] T. Besant, G. Davies, and D. Hitchings, "Finite element modelling of low velocity impact of composite sandwich panels," *Composites Part A: applied science and manufacturing,* vol. 32, no. 9, pp. 1189-1196, 2001.

[127] B. Croop, H. Lobo, and N. DatapointLabs, "Selecting material models for the simulation of foams in LS-DYNA," in *Proceedings of the 7th European LS-DYNA conference, Dynamore Gmbh, Salzburg, Germany; ,* 2009.

[128] M. S. H. Fatt and K. S. Park, "Dynamic models for low-velocity impact damage of composite sandwich panels–Part A: Deformation," *Composite Structures,* vol. 52, no. 3, pp. 335-351, 2001.

[129] W.-M. Ni, *The mathematics of diffusion*. Siam, 2011.

[130] D. Olmos, A. J. Aznar, J. Baselga, and J. González-Benito, "Kinetic study of epoxy curing in the glass fiber/epoxy interface using dansyl fluorescence," *Journal of Colloid and Interface Science,* vol. 267, no. 1, pp. 117-126, 2003/11/01/ 2003.

[131] Y. C. Kim *et al.*, "Nonlinear and complex cure kinetics of ultra-thin glass fiber epoxy prepreg with highly-loaded silica bead under isothermal and dynamic-heating conditions," *Thermochimica Acta,* vol. 644, pp. 28-32, 2016/11/20/ 2016.

[132] I. Baran, J. H. Hattel, R. Akkerman, and C. C. Tutum, "Mechanical modelling of pultrusion process: 2D and 3D numerical approaches," *Applied composite materials,* vol. 22, no. 1, pp. 99-118, 2015.

[133] J. Liu, J. Li, M. Fan, J. Zhang, and J. Cheng, "Comparative curing kinetics of 1, 4-bis (4-diaminobenzene-1-oxygen) n-butane and 4, 4′-bis-(diaminodiphenyl) methane with tetraglycidyl methylene dianiline systems," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry,* vol. 117, no. 2, pp. 603-610, 2014.

[134] A. Apicella, C. Migliaresi, L. Nicolais, L. Iaccarino, and S. Roccotelli, "The water ageing of unsaturated polyester-based composites: influence of resin chemical structure," *Composites,* vol. 14, no. 4, pp. 387-392, 1983.

[135] H. Narasimha Murthy, M. Sreejith, M. Krishna, S. Sharma, and T. Sheshadri, "Seawater durability of epoxy/vinyl ester reinforced with glass/carbon composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites,* vol. 29, no. 10, pp. 1491-1499, 2010.

[136] S. Grammatikos, B. Zafari, M. Evernden, J. Mottram, and J. Mitchels, "Moisture uptake characteristics of a pultruded fibre reinforced polymer flat sheet subjected to hot/wet aging," *Polymer Degradation and Stability,* vol. 121, pp. 407-419, 2015.

[137] G. Capiel, J. Uicich, D. Fasce, and P. E. Montemartini, "Diffusion and hydrolysis effects during water aging on an epoxy-anhydride system," *Polymer Degradation and Stability,* vol. 153, pp. 165-171, 2018/07/01/ 2018.

[138] H. Xin, Y. Liu, A. Mosallam, Y. Zhang, and C. Wang, "Hygrothermal aging effects on flexural behavior of pultruded glass fiber reinforced polymer laminates in bridge applications," *Construction and Building Materials,* vol. 127, pp. 237-247, 2016/11/30/ 2016.

[139] W. Fan and J. l. Li, "Rapid evaluation of thermal aging of a carbon fiber laminated epoxy composite," *Polymer Composites,* vol. 35, no. 5, pp. 975-984, 2014.

[140] M. G. Phillips, "Prediction of long-term stress-rupture life for glass fibre-reinforced polyester composites in air and in aqueous environments," *Composites,* vol. 14, no. 3, pp. 270-275, 1983/07/01/ 1983.

[141] L. S. Kistler and A. M. Waas, "On the response of curved laminated panels subjected to transverse impact loads," *International Journal of Solids and Structures,* vol. 36, no. 9, pp. 1311-1327, 1999/03/01/ 1999.

[142] G. J. Short, F. J. Guild, and M. J. Pavier, "Post-impact compressive strength of curved GFRP laminates," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* vol. 33, no. 11, pp. 1487-1495, 2002/11/01/ 2002.

[143] C. You, D. Kim, S. Cho, and W. Hwang, "Impact behavior of composite antenna array that is conformed around cylindrical bodies," *Composites Science and Technology,* vol. 70, no. 4, pp. 627-632, 2010/04/01/ 2010.

[144] F. Pascal, P. Navarro, S. Marguet, J. Ferrero, J. Aubry, and S. Lemaire, "Experimental and numerical study of oblique impact on helicopter blades–influence of the curvature," in *16th European conference on composite materials (ECCM 2014), Seville*, 2014, pp. 22-26.

[145] B. O. Baba, "Curved sandwich composites with layer-wise graded cores under impact loads," *Composite Structures,* vol. 159, pp. 1-11, 2017/01/01/ 2017.

[146] M. E. Deniz and R. Karakuzu, "Seawater effect on impact behavior of glass–epoxy composite pipes," *Composites Part B: Engineering,* vol. 43, no. 3, pp. 1130-1138, 2012/04/01/ 2012.

[147] Y. Joliff, W. Rekik, L. Belec, and J. F. Chailan, "Study of the moisture/stress effects on glass fibre/epoxy composite and the impact of the interphase area," *Composite Structures,* vol. 108, no. 0, pp. 876-885, 2014.

[148] J. Tang and G. S. Springer, "Effects of cure and moisture on the properties of Fiberite 976 resin," *Journal of Composite Materials,* vol. 22, no. 1, pp. 2-14, 1988.

[149] E. P. Gellert and D. M. Turley, "Seawater immersion ageing of glass-fibre reinforced polymer laminates for marine applications," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing,* vol. 30, no. 11, pp. 1259-1265, 1999.

[150] A. C. Loos and G. S. Springer, "Effects of thermal spiking on graphite-epoxy composites," *Journal of Composite Materials,* vol. 13, no. 1, pp. 17-34, 1979.

[151] M. Blikstad, P. O. Sjöblom, and T. R. Johannesson, "Long-term moisture absorption in graphite/epoxy angle-ply laminates," *Journal of Composite Materials,* vol. 18, no. 1, pp. 32-46, 1984.

[152] L. H. Strait, M. L. Karasek, and M. F. Amateau, "Effects of seawater immersion on the impact resistance of glass fiber reinforced epoxy composites," *Journal of Composite Materials,* vol. 26, no. 14, pp. 2118-2133, 1992.

[153] K. Imielińska and L. Guillaumat, "The effect of water immersion ageing on low-velocity impact behaviour of woven aramid–glass fibre/epoxy composites," *Composites Science and Technology,* vol. 64, no. 13–14, pp. 2271-2278, 2004.

ANNEXE A – ABSORPTION D'HUMIDITÉ DANS DIVERSES ÉTUDES

Réf.	Matériau	Caractéristique	Condition d'immersion	Taux d'humidité	Coefficient de diffusion (m^2/s)	Temps requis (jours)
[147]	Époxy (LY556 Araldite par Ciba-Geigy)	plaque 75 × 75 × 2 mm^3	eau distillée 70°C	2,3%	15×10^{-13}	21
[148]	Fiberite 976	3,05mm; 60% cuisson	air 55°C, RH%=100%	2,7%	-	40
	〃	3,05mm; 90% cuisson	〃	3,2%	–	〃
	〃	3,05mm; 60% cuisson	air 75°C, RH%=100%	3,2%	–	〃
	〃	3,05mm; 90% cuisson	〃	3,9%	–	〃
[149]	Polyester (A 2785 CV)	Plaque 150 × 140 × 4 mm3	eau de mer à 30°C	1,4%	$22,8\times 10^{-13}$	900
	Phénolique (CL 1723)	〃	〃	>20%	$3,5\times 10^{-13}$	900
	Vinylester A (Hetron 922-6)	〃	〃	0,8%	$29,1\times 10^{-13}$	900
	Vinylester B (Norpol 92-20)	〃	〃	0,8%	$25,3\times 10^{-13}$	900
	Verre/ Polyester	V_f = 45%,4 mm,	〃	0,85%	$2,5 \times 10^{-13}$	900
	Verre/ Phénolique	V_f = 33%, 4 mm	〃	8,8%	$2,3 \times 10^{-13}$	900
	Verre/Vinylester A	V_f = 45%, 4 mm	〃	0,44%	$4,3 \times 10^{-13}$	900
	Verre/VinylesterB	V_f =45%, 4 mm	〃	0,44%	$4,3 \times 10^{-13}$	900
[55]	verre-E /époxy (LY5052/HY5052)	Plaque 100 × 100 ×1mm^3	air 40°C, RH%=100%	1,21%	2×10^{-13}	38
	〃	〃	air 40°C, RH%=75%	1,03%	$2,2 \times 10^{-13}$	34
	〃	〃	air 40°C, RH%=68%	0,74%	$2,1 \times 10^{-13}$	25
	〃	〃	air 40°C, RH%=32%	0,33%	$2,3 \times 10^{-13}$	18
	〃	〃	air 60°C, RH%=100%	1,26%	$7,5 \times 10^{-13}$	36
	〃	〃	air 60°C, RH%=75%	1,1%	8×10^{-13}	34
	〃	〃	air 60°C, RH%=68%	0,75%	$7,7 \times 10^{-13}$	30
	〃	〃	air 60°C, RH%=32%	0,29%	$7,8 \times 10^{-13}$	20
[150]	T-300	8 plis, 0,91 mm	air 71°C, RH%=100%	1,5%		12

	T-300	〃	vap. saturée 149°C	4,0%		9
	AS/3501	〃	〃	2,1%		6
[151]	T-300/1034		air 57°C, RH%=70%	1,0%		290
	〃		air 50°C, RH%=98%	1,3%		290
	T-300/914		air 50°C, RH%=98%	2,1%		400
	T-300/920		air 50°C, RH%=98%	3,0%		400
[152]	verre/époxy	16 plis, V_f = 53%	Eau salée, 60°C	0,8%		90
	verre/époxy (marie)	13 plis, V_f = 46%	〃	0,7%		90
[49]	T-300/1034	8 plis, 1,04 mm	eau distillée 49°C	1,6%		50
	〃	〃	eau salée 49°C	1,2%		50
	T-300/5208	〃	eau distillée 49°C	1,5%		50
	〃	〃	eau salée 49°C	1,2%		60
	AS/3501-5	〃	eau distillée 49°C	1,9%		40
	〃	〃	eau salée 49°C	1,3%		50
[57]	carbone (G814)/époxy (Hysol EA 9396)	17 plis, V_f = 58%	eau distillée 90°C	4,1%	$9{,}50\times 10^{-13}$	31
	〃	17 plis, V_f = 48%	〃	2,6%	$7{,}18\times 10^{-13}$	26
	〃	17 plis, V_f = 61%	〃	4,2%	$1{,}72\times 10^{-12}$	28
	〃	17 plis, V_f = 56%	〃	3,5%	$9{,}10\times 10^{-13}$	28
	verre-R (1581)/époxy (Hysol EA 9396)	17 plis, V_f = 66%	〃	5,8%	$2{,}61\times 10^{-12}$	21
	Échantillon hybride (8CF + 9GF)/époxy	17 plis, V_f = 57%	〃	4,7%	$2{,}12\times 10^{-12}$	17
[37]	verre-E (FGP, RP-10)/ epoxy (Ciba-Geigy, araldite LY-556 / HY-951)	V_f = 60%, 6 mm	air 70°C, RH%=95%	2,4%	-	13
		〃	air 50°C, RH%=95%	1,2%	-	13
	carbone / époxy	V_f = 60%, préimprégné unidirectionnel, 2 mm	air 70°C, RH%=95%	1,1%	-	50
	carbone / époxy(		air 60°C, RH%=95%	0,9%	-	50
[153]	"Hybride" aramide verre A-E / époxy	10 plis, V_f= 45 à 50%, 4,1 mm	eau distillée 70°C	4,1%	$3{,}34\times 10^{-13}$	50
	Interlayer" aramide/verre/époxy	10 plis, V_f= 45 à 50%, 4,8 mm	eau distillée 70°C	4,4%	$4{,}83\times 10^{-13}$	50

ANNEXE B – EFFETS DE L'AJOUT DU MODIFICATEUR À L'ÉPOXY CHARGÉ D'ATH

Le modificateur utilisé est le " HELOXY™ Modifier 61" qui est le nom commercial de l'Éther glycidylique de butyle. Ce modificateur, connu par sa faible viscosité (entre 1 et 2 cP), est largement utilisé pour réduire la viscosité des résines époxy. L'objectif de cette partie est d'étudier l'effet de l'ajout du modificateur sur les propriétés de la résine époxy chargée d'ATH. La quantité du modificateur utilisé durant cette étude est de 30 phr. Donc ce nouveau matériau, désigné par « MOD », est constitué de résine époxy + 30 phr modificateur + 60% ATH.

Des mesures de viscosité ont été effectuées afin de vérifier l'effet de l'ajout du modificateur sur la viscosité de la résine époxy chargée de 60% d'ATH (É/ATH). La figure B-1 présente les viscosités des trois matériaux différents : époxy non chargé, É/ATH et MOD, en fonction de la température maximale atteinte de la polymérisation. Ces températures ont été enregistrées, durant le durcissement des échantillons, à l'aide d'un fils thermocouple.

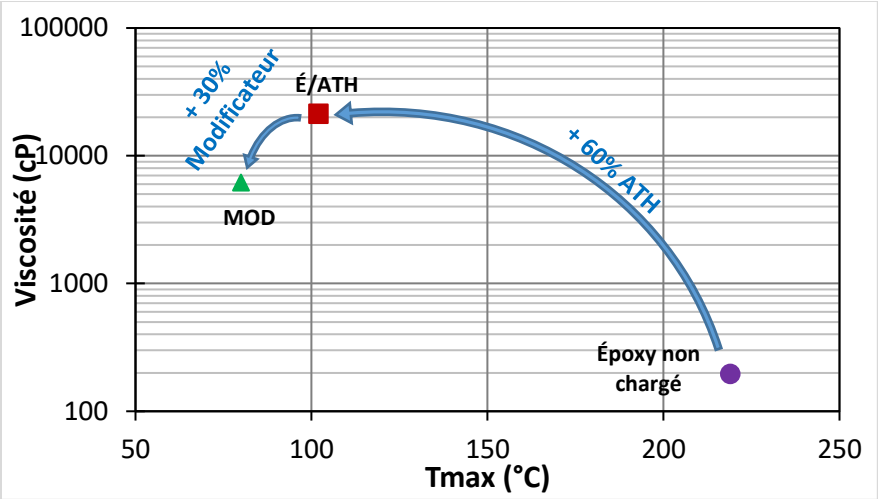


Figure B-1: Viscosités des différents matériaux en fonction de la température maximale atteinte lors de la polymérisation

D'après les résultats déjà présentés dans le chapitre 4, on a pu conclure que l'ajout d'ATH a fortement augmenté la viscosité de la résine époxy qui était d'environ 200 cP avant l'ajout de charge. La viscosité de l'époxy chargé de 60% d'ATH, qui est égale à 21400 cP, peut créer des difficultés lors de l'installation de l'avant-directrice à cause de la viscosité relativement élevée. L'ajout de 30% du modificateur à la résine chargée a diminué la viscosité jusqu'à 6100 cP, qui est

presque le tiers de celle du mélange sans modificateur. De plus, en se référant à la figure B-2, on constate que l'ajout du modificateur a diminué l'exotherme et a retardé la réaction de polymérisation.

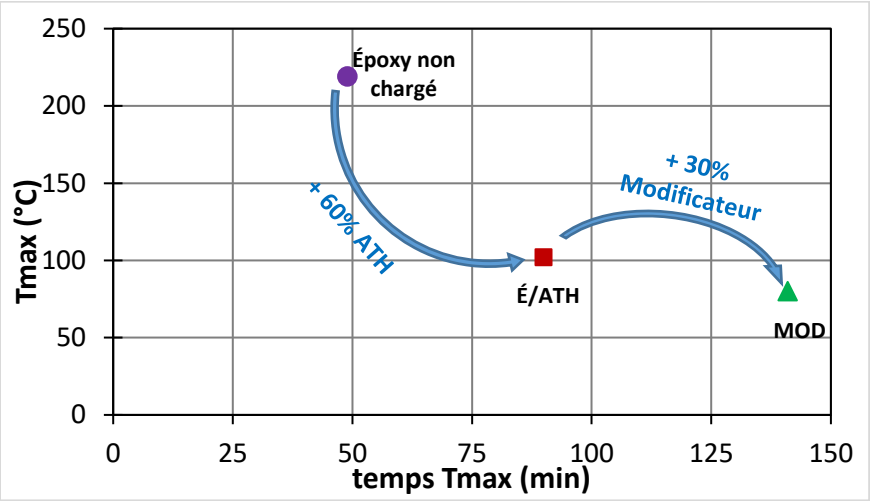


Figure B-2: Température maximale lors du durcissement des différents matériaux en fonction du temps

Afin de déterminer l'effet du modificateur sur les propriétés mécaniques, des tests de flexion trois points ont été effectués sur des échantillons en époxy chargé d'ATH avec et sans modificateur. Les résultats obtenus sont présentés à la figure B-3. En comparant les courbes, on peut remarquer que l'ajout du modificateur a fortement diminué la rigidité du matériau et a affaibli sa résistance. Par contre, il a augmenté sa capacité de déformation avant la rupture.

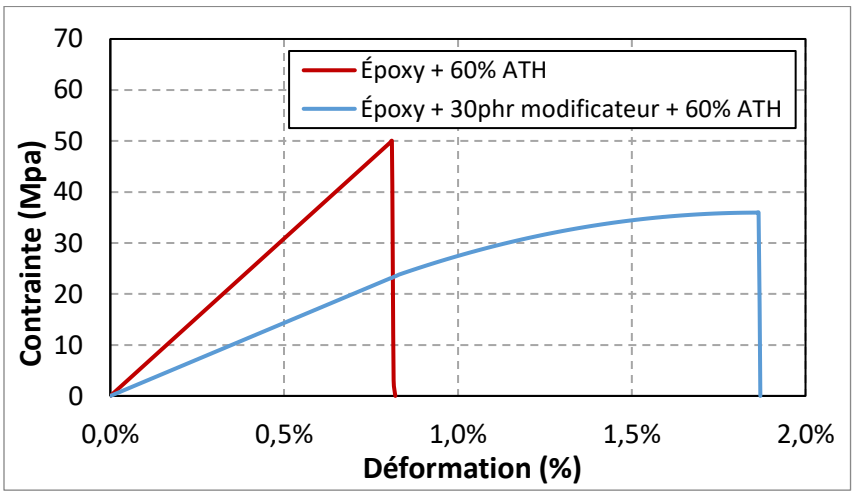


Figure B-3: Courbes contrainte-déformation des échantillons en époxy chargé d'ATH, avec et sans modificateur, testés en flexion trois points

ANNEXE C – COMPARAISON ENTRE LES COURBES DES ESSAIS DE CHOC EFFECTUÉS SUR DES STRUCTURES PLATES ET AVEC COURBURE AYANT UNE ÂME AVEC MODIFICATEUR

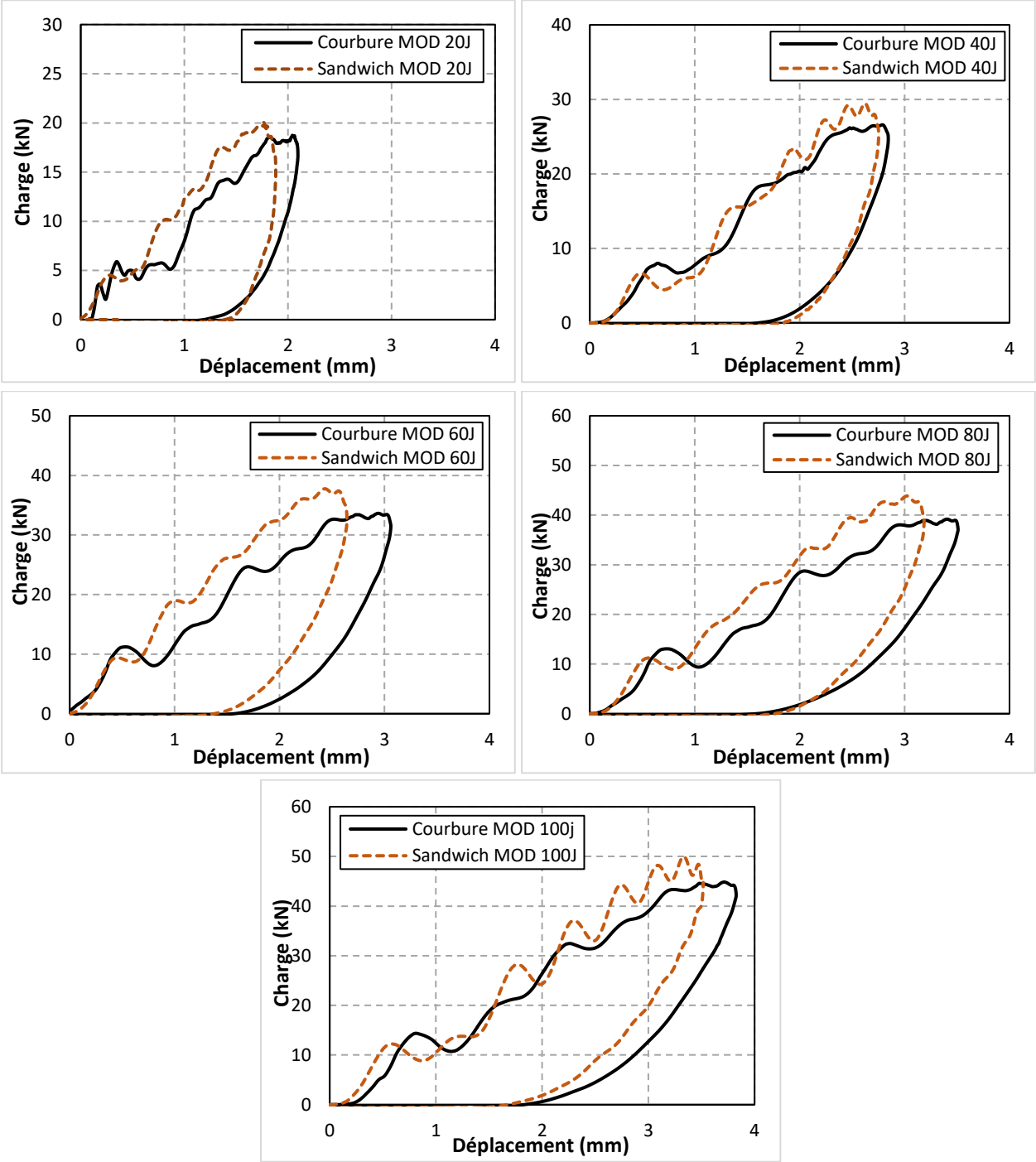


Figure C-1: Courbes d'évolution de la charge en fonction du déplacement des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact

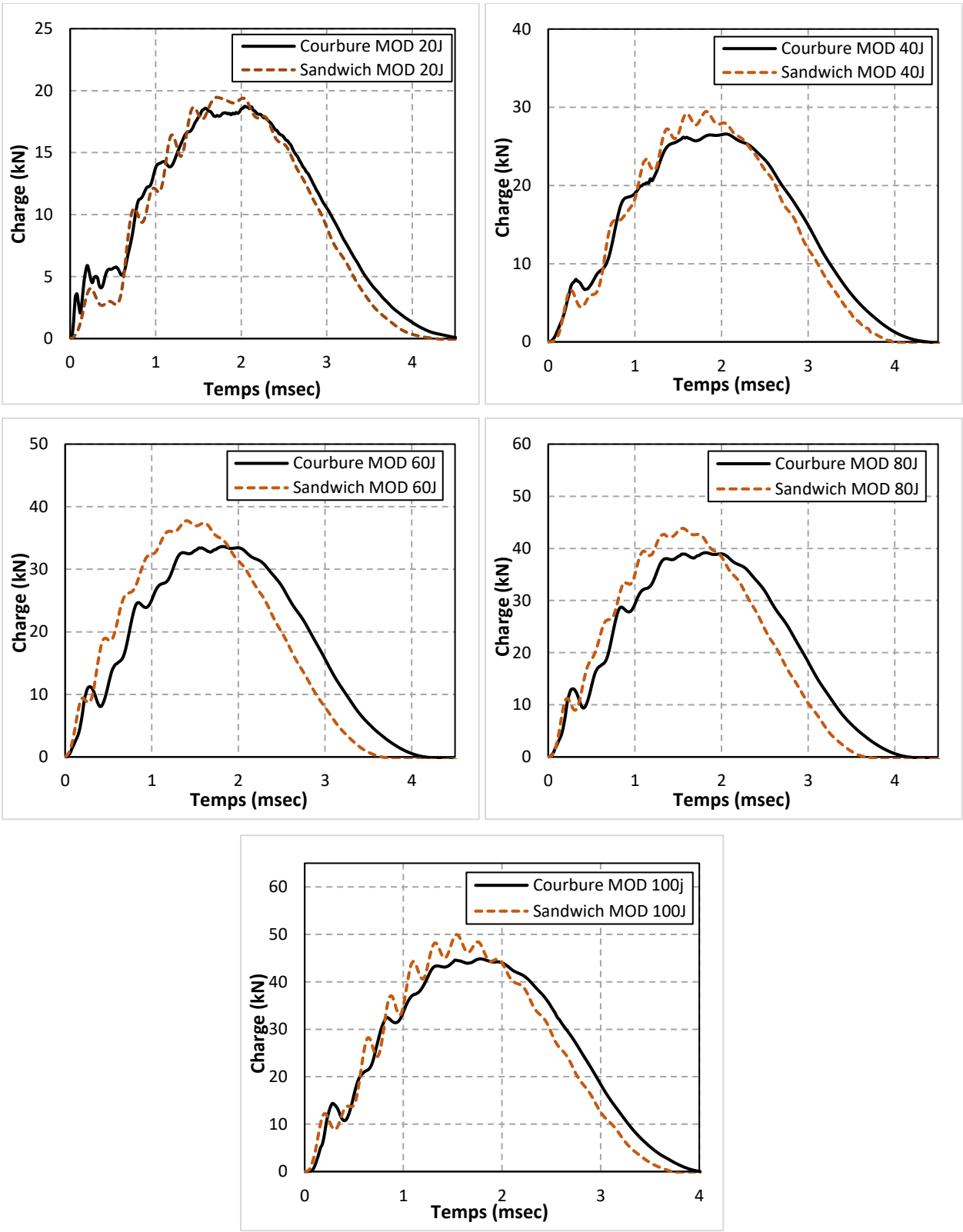


Figure C-2: Courbes d'évolution de la charge en fonction du temps des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact

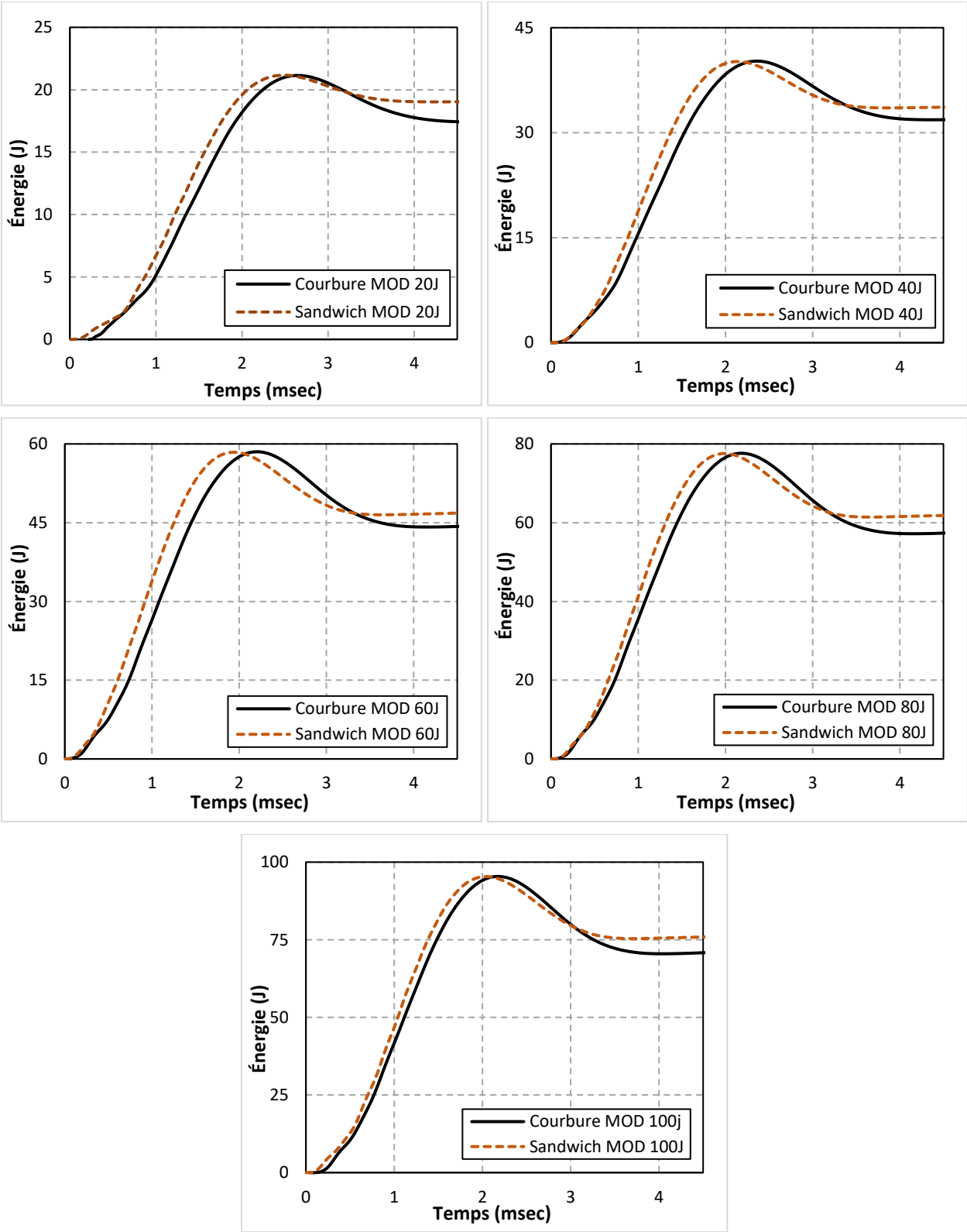


Figure C-3: Courbes d'évolution de l'énergie en fonction du temps des sandwichs plats et avec courbure testés à différentes énergies d'impact

ANNEXE D – EFFETS DU VIEILLISSEMENT SUR LE COMPORTEMENT À L'IMPACT DES STRUCTURES EN COMPOSITE

D.1. Structure courbée avec une âme sans modificateur

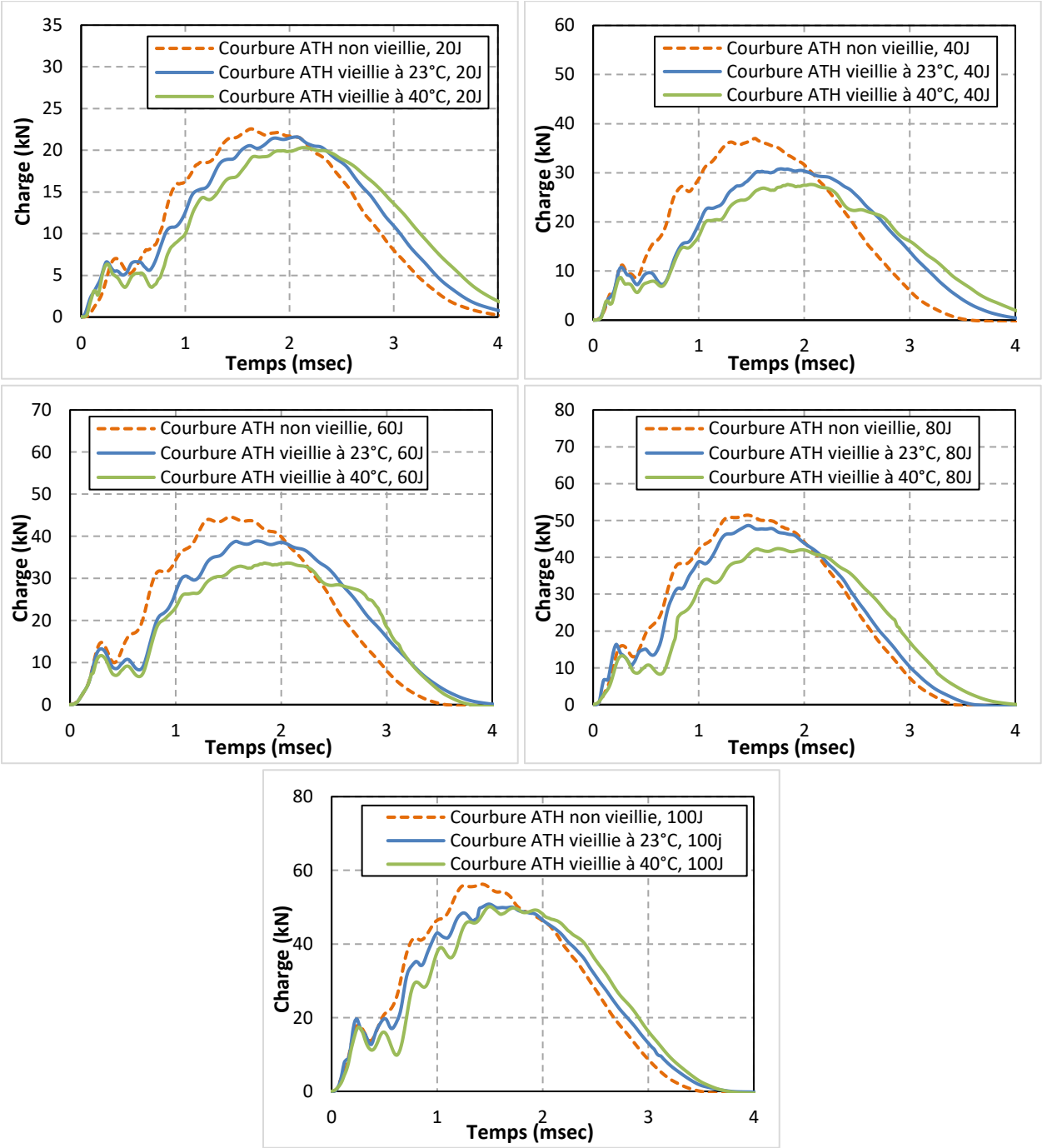


Figure D-1: Effet du vieillissement sur les courbes d'évolution de la charge en fonction du temps des structures avec courbure testées à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur)

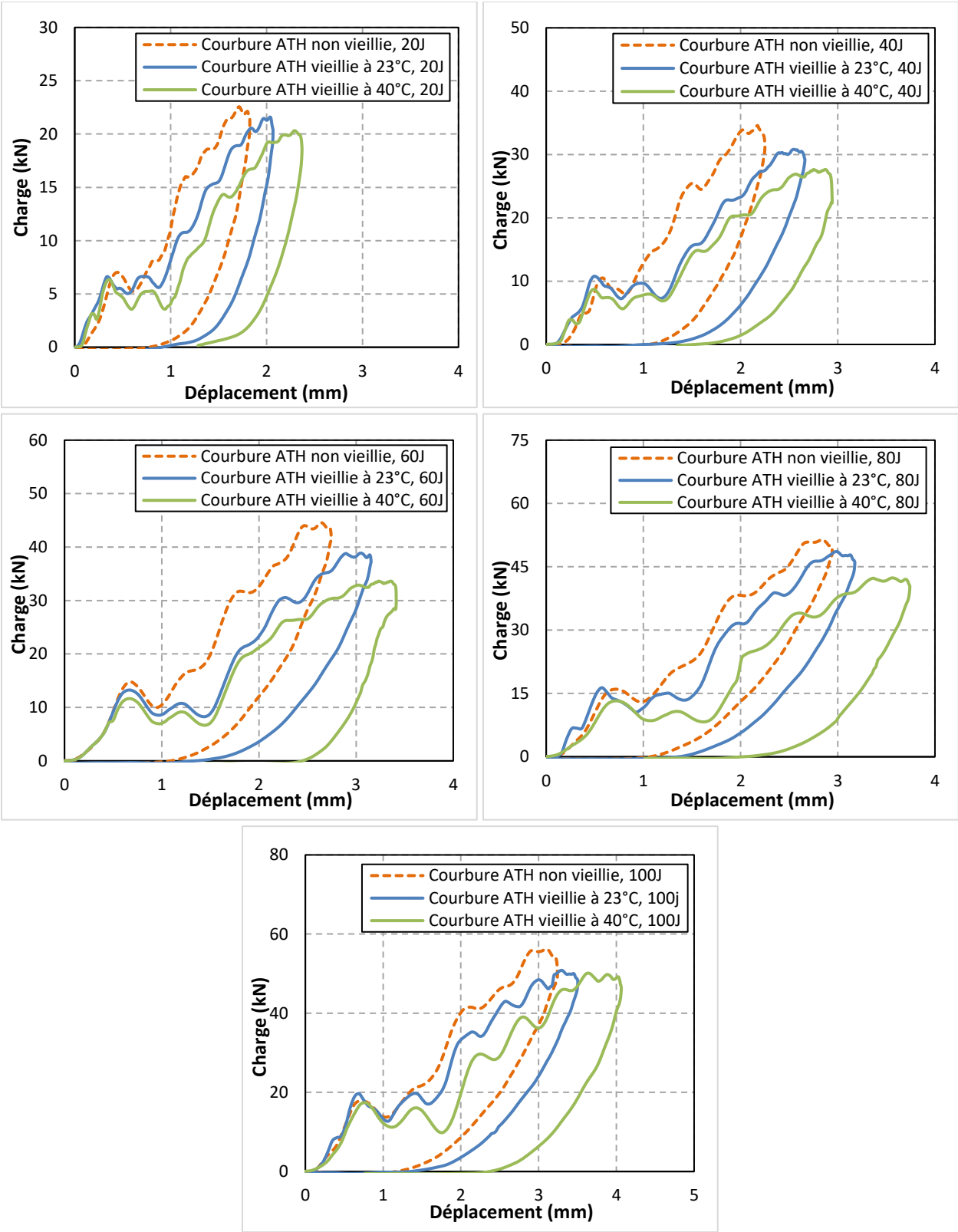


Figure D-2: Effet du vieillissement sur les courbes charge-déplacement des structures avec courbure testées à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur)

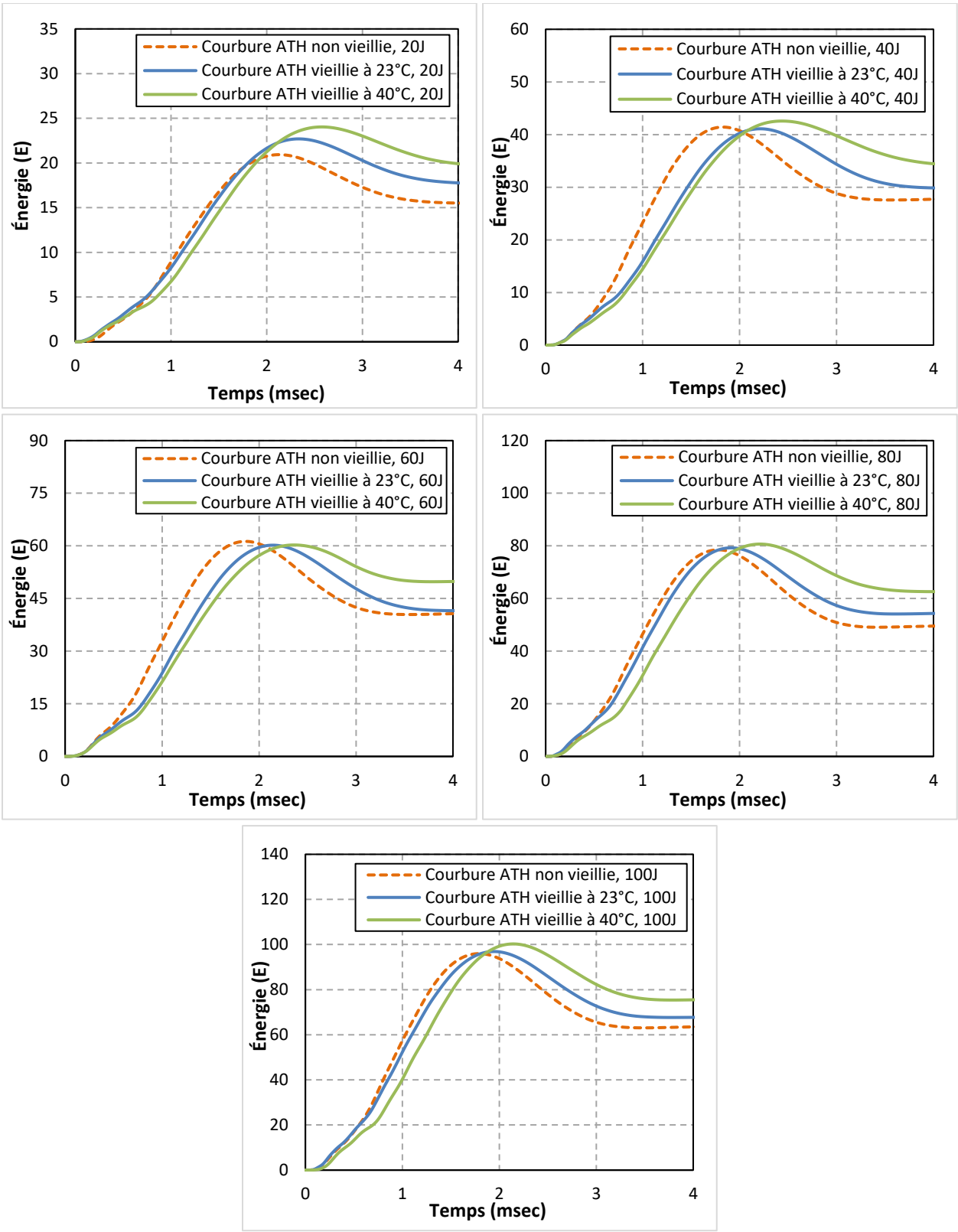


Figure D-3: Effet du vieillissement sur les courbes d'évolution de l'énergie en fonction du temps des structures avec courbure testées à différentes énergies d'impact (âme sans modificateur)

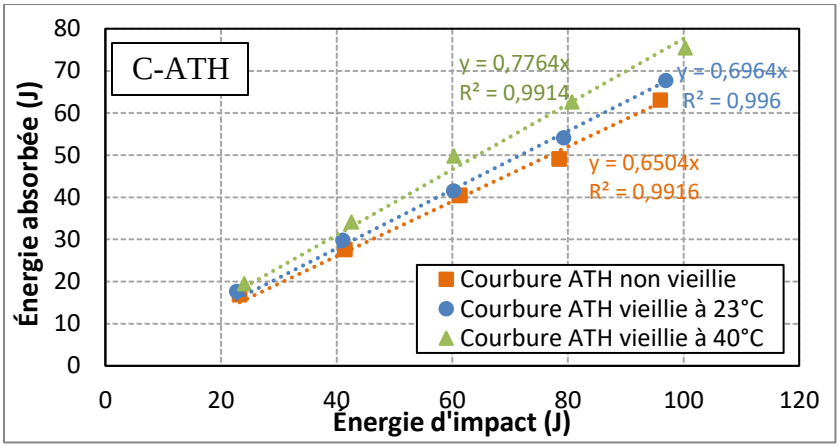


Figure D-4: Effet du vieillissement dur l'évolution de l'énergie absorbée en fonction de l'énergie d'impact

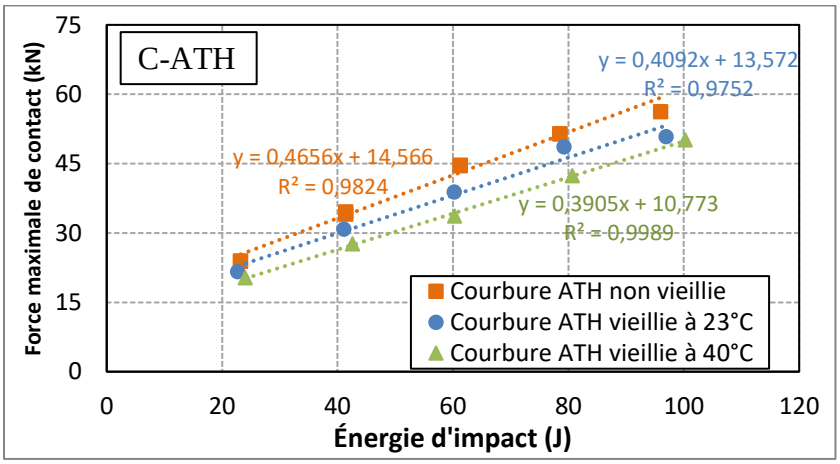


Figure D-5: Effet du vieillissement sur l'évolution de la force maximale de contact en fonction de l'énergie d'impact

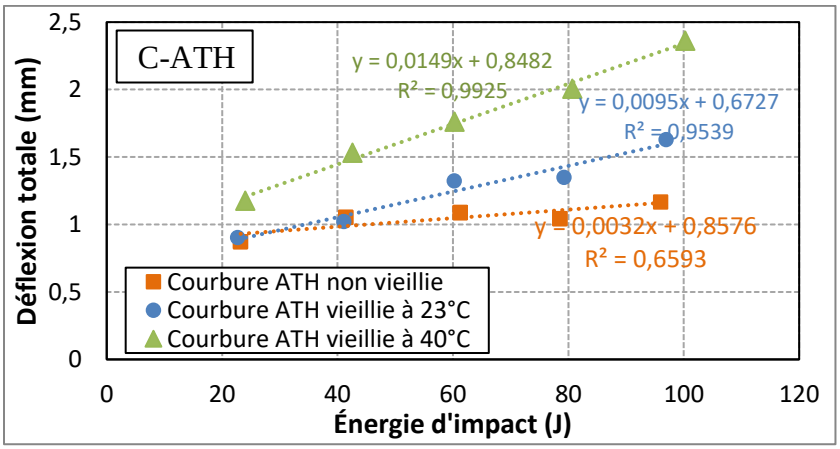


Figure D-6: Effet du vieillissement sur l'évolution de la déflexion totale en fonction de l'énergie d'impact