



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des sciences et de la technologie

# MÉMOIRE DE MASTER

**Domaine : Sciences et Techniques**  
**Filière : Génie Mécanique**  
**Spécialité : Construction Mécanique**

Réf. : ...

---

Présenté par :

**Diabi Ahlem**

Le 28/09/2020

## **Contribution à l'étude de phénomène du fluage de polyamide 6 sous l'effet des contraintes échelonnées**

---

Jury :

Dr.	DRIAS Nouredine	MCB	Université de Biskra	Président
Dr.	SEDIRA Lakhdar	MCA	Université de Biskra	Rapporteur
Dr.	MEFTAH Kamel	MCA	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2019 - 2020

## **Remerciements**

*Tout d'abord je tiens à remercier Dieu tout puissant*

*Qui m'a donné de la force et du courage pour terminer mes études dans de bonnes conditions.*

*Aussi je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon encadreur, le Docteur **SEDIRA Lakhdar** pour son accueil, sa compréhension, sa patience et son soutien afin de réaliser ce travail.*

*Je remercie vivement au Docteur **DRIAS Noureddine** pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant la présidence de ce jury.*

*J'exprime mes remerciements au Docteur **MEFTAH Kamel** qui a bien voulu accepter d'être examinateur de ce travail.*

*Pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger ce travail.*

*Mes remerciements spéciaux à Mr. **TEDJINI Mohsein**, **REZAG Salah**, **SAHRAOUI Abderrhmane**, **CHRIF MOUAKI Abdessattar**, **DIABI aya**.*

*Un remerciement particulier, docteur **GUERIRA Belhi** pour toute son aide.*

*Je remercie tous les enseignants du département de génie mécanique*

*Aussi, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce projet.*

*Travail a été réalisé au sein du laboratoire LGM et le hall technologique.*

*Merci*

**DIABI AHLEM**

## *Dédicace*

*A Ceux que j'ai le Plus Plus Chers au Monde,  
Mon très Cher Père et ma mère, Mon défunt  
grand-père.*

*Et mes frères et sœurs.*

*A ma famille.*

*A mes amis.*

INTRODUCTION GENERALE..... 1

## CHAPITRE I

# GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

Introduction ..... 5

I.1. Définition des matériaux composites ..... 5

I.1.1. Les constituants de matériaux composites ..... 6

I.2. Classification des composites ..... 6

I.2.1. Classification selon la géométrie..... 7

I.2.1.1. Composites à fibres..... 7

I.2.1.2. Composites à particules..... 7

I.2.1.3. Composites structuraux ..... 8

I.3. Les matrices..... 9

I.3.1. Résines thermodurcissables ..... 10

I.3.1.1. Les résine polyesters ..... 10

I.3.1.2. Les résines de condensation ..... 10

I.3.1.3. Les résines époxydes ..... 11

I.3.2. Résines thermoplastiques..... 11

I.4. Les renforts..... 12

I.4.1. Fibre de verre..... 12

I.4.2. Fibre de carbone ..... 12

I.4.3. Fibre d'aramide ..... 12

I.4.4. Fibre de polyéthylène de haut module..... 13

<b>I. 5. Les charges et les additifs.....</b>	<b>13</b>
<b>I.5.1. Les charges .....</b>	<b>13</b>
<b>a) Charges renforçantes.....</b>	<b>13</b>
<b>b) Charges non renforçantes .....</b>	<b>13</b>
<b>I.5.2. Les additifs .....</b>	<b>13</b>
<b>I.6. Avantages et inconvénients des matériaux composites .....</b>	<b>14</b>
<b>I.7. Type de matériaux composites .....</b>	<b>14</b>
<b>I.7.1. Les composites à grande diffusion .....</b>	<b>15</b>
<b>I.7.2. La composite haute performance .....</b>	<b>15</b>
<b>I.8. Caractéristiques des matériaux composites .....</b>	<b>15</b>
<b>I.9. Domaines d'application.....</b>	<b>16</b>
<b>I.10. Mise en œuvre des matériaux composites.....</b>	<b>16</b>
<b>I.11. Les polymères.....</b>	<b>17</b>
<b>1.11.1. Propriétés du polymère.....</b>	<b>18</b>
<b>I.11.2. Domaine d'applications du polymère.....</b>	<b>18</b>
<b>1.11.3. Matériaux polymères .....</b>	<b>19</b>
<b>I.11.3.1. Le polypropylène .....</b>	<b>19</b>
<b>a) Propriétés du polypropylène .....</b>	<b>19</b>
<b>b) Domaine d'applications du polypropylène .....</b>	<b>20</b>
<b>I.11.3.2. Le polyamide .....</b>	<b>21</b>
<b>a) Propriétés du polyamide.....</b>	<b>21</b>
<b>b) Domaine d'applications du polyamide.....</b>	<b>22</b>
<b>Conclusion .....</b>	<b>22</b>
<b>Bibliographies.....</b>	<b>23</b>

## CHAPITRE II

# PHENOMENE DE FLUAGE, MODELES ET TECHNIQUES

II.1. Introduction .....	27
II.2. Généralités sur les essais mécaniques.....	27
II 2 .1. Les essais mécaniques sous charge variable et constante .....	28
II .2.1.1. Essais sous charge variable.....	28
A. Essais de traction .....	28
B. Courbe d'essai de traction .....	29
II.2.1.2. Essai sous charge constante .....	30
A. Essais de fluage .....	30
II.3. Eprouvettes .....	30
II.4. Analyse et méthodes d'accélération de phénomène de fluage .....	31
II.4.1. Méthodes .....	31
II.4.1.1. Principe de superposition Temps-Température.....	31
II.4.1.2. Principe de superposition temps–contrainte.....	32
II.4.1.3. Méthode isotherme étagé SIM.....	33
II.4.1.4. Méthode iso-contrainte étagé SSM.....	33
II.4.2. Les Machines de fluage .....	36
II.4.2.1. La machine classique.....	36
II.4.2.2. La machine moderne .....	37
II.4.3. Éprouvettes.....	38
II.4.4. Mesure des déformations .....	39

<b>II.4.5. Courbe de fluage.....</b>	<b>40</b>
a) <b>Fluage primaire .....</b>	<b>40</b>
b) <b>Le fluage secondaire .....</b>	<b>41</b>
c) <b>Le fluage tertiaire .....</b>	<b>41</b>
<b>II.5. Rupture par fluage .....</b>	<b>41</b>
<b>II.6. Endommagement par fluage .....</b>	<b>42</b>
<b>II.6.1. Mécanismes physiques d'endommagement par fluage.....</b>	<b>43</b>
<b>II.6.2. Comportement en Fluage des polymères thermoplastiques .....</b>	<b>43</b>
<b>II.7. Modèles rhéologiques.....</b>	<b>43</b>
<b>II.7.1. Modèles élémentaires .....</b>	<b>44</b>
<b>II.7.2. Modèles viscoélastiques.....</b>	<b>44</b>
<b>II.7.3. Modèles plastiques.....</b>	<b>46</b>
<b>Conclusion.....</b>	<b>47</b>
<b>Bibliographes .....</b>	<b>48</b>

## **CHAPITRE III**

### **Méthodes expérimentales, résultats et discussions**

<b>Introduction .....</b>	<b>51</b>
<b>III.1. Matériaux et méthodes.....</b>	<b>51</b>
<b>III.1.1. Préparation du polyamide .....</b>	<b>51</b>
<b>III.1.2. Essai de traction.....</b>	<b>52</b>
<b>III.1.3. Description du comportement de fluage.....</b>	<b>53</b>
<b>III.1.4. Essai de fluage.....</b>	<b>54</b>

<b>III.1.5. Méthode SSM.....</b>	<b>54</b>
<b>A. Ajustement vertical (initial).....</b>	<b>55</b>
<b>B. Le décalage vertical .....</b>	<b>55</b>
<b>C. Remise à l'échelle.....</b>	<b>55</b>
<b>D. Décalage horizontal .....</b>	<b>56</b>
<b>III.2. Résultats et discussion.....</b>	<b>58</b>
<b>III.2.1. Essai de traction.....</b>	<b>58</b>
<b>III.2.2. Test SSM.....</b>	<b>58</b>
<b>Conclusion.....</b>	<b>62</b>
<b>Bibliographes .....</b>	<b>64</b>
<b>CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>67</b>

## CHAPITRE III

### Méthodes expérimentales, résultats et discussions

Tableau III.1. Valeurs de remise à l'échelle avec régression exponentielle..... 61

# CHAPITRE I

## GENERALITES SUR LES MATERIAUX COMPOSITES

Figure I.1. Représentation schématique d'un matériau composite .....	6
Figure I.2. Principaux constituants des matériaux composites .....	6
Figure I.3. Classification schématique des différents types de composites .....	7
Figure I.4. Composite structuraux stratifiés .....	8
Figure I.5. Architectures de composites tissés 3D.....	9
Figure I.6. Matériaux sandwiches à âmes pleines.....	9
Figure I.7. Types de matrice .....	10

# CHAPITRE II

## PHENOMENE DE FLUAGE, MODELES ET TECHNIQUES

Figure II.1. Géométrie des éprouvettes de traction selon la norme NF EN ISO 527 .....	28
Figure II.2. Courbe de traction .....	29
Figure II.3. Exemple d'une éprouvette de traction.....	30
Figure II.4. Schéma d'une machine de fluage.....	31
Figure II.5. Banc d'essai de fluage.....	32
Figure II.6.1. Plaque de polyamide sous sa forme commerciale.....	35
Figure II.6.2. SSM-une série d'expositions temporisées d'isocontrainte à des niveaux élevés de contrainte .....	35

Figure II.7. Schéma de principe de deux types de machine de fluage.....	36
Figure II.8. Machine d'essai statique universel de marque INSTRON 5960 .....	37
Figure II.9. Éprouvette de fluage pour superalliage base nickel .....	38
Figure II.10.Éprouvette de fluage pour alliage base fer.....	39
Figure II.11.Courbe de fluage typique présentant les trois stades du fluage .....	40
Figure II.12.Rupture par fluage en quatre étapes. (a) apparition d'endommagement à l'échelle microscopique, (b) coalescence des cavités conduisant à la formation de microfissures à l'échelle mésoscopique, (c) Endommagement et déformation de fluage localisée sur une tuyauterie, déchirure de la tuyauterie par fluage .....	42
Figure II.13.Ressort modèle rhéologie élastique .....	44
Figure II.14.Amortisseur modèle rhéologie visqueux .....	44
Figure II.15.Modèle de maxwell .....	45
Figure II.16.Modèle de Kelvin-Voigt (ou modèle de Voigt) .....	45
Figure II.17. Modèle de Zener .....	46
Figure II.18.Modèle de Saint-Venant (ou modèle de Prandtl) .....	46

## CHAPITRE III

### Méthodes expérimentales, résultats et discussions

Figure III.1.Préparation des compounds.....	52
Figure III.2.Préparation du matériau et des éprouvettes. ....	53
Figure III.3.(a) Machine d'essai de traction, (b) Extensomètre à vidéo Avancé (AVE).....	53
Figure III.4. a) Fluage conventionnel PA6 à 120°C, b) Charge d'iso tension étagée PA6. ..	54
Figure III.5. Courbe de traction de PA6.....	58
Figure III.6. Traitement des données brutes de SSM.....	60
Figure III.7. Facteurs de décalage vs. Charge de contrainte, (a) $\alpha\sigma$ et (b) $\log(\alpha\sigma)$ .....	62

**Figure III.8. Courbe maîtresse de fluage..... 62**

## Liste des abréviations

Symbol	Nom	Unité
$\eta$	Amortisseur de viscosité	
<b>E</b>	Module de Young	<b>MPa</b>
<b>L</b>	Longueur	<b>mm</b>
<b>S</b>	Section	<b>mm<sup>2</sup></b>
<b>h</b>	Longueur des têtes Conventionnelles	<b>mm</b>
<b>T</b>	Température	<b>C°</b>
$T_f$	Température de fusion	<b>C°</b>
$\sigma$	Contrainte	<b>MPa</b>
$\sigma_r$	Contrainte référence	<b>MPa</b>
$\epsilon$	Déformation	<b>%</b>
$\epsilon_0$	Déformation élastique	<b>%</b>
$\dot{\epsilon}$	Vitesse de déformation	<b>m/s</b>
$\dot{\epsilon}_r$	Vitesse de référence	<b>m/s</b>
<b>Re</b>	Limite apparente d'élasticité	<b>MPa</b>
<b>R<sub>max</sub></b>	Résistance à la traction	<b>MPa</b>
<b>R<sub>p0.2</sub></b>	Limite conventionnelle d'élasticité	<b>%</b>
<b>F</b>	Force	<b>N</b>
<b>A%</b>	Allongement pour cent après rupture	<b>%</b>
$\rho$	Densité	<b>g/cm<sup>3</sup></b>
<b>V*</b>	Volume d'activation	<b>m<sup>3</sup></b>
<b>K</b>	Constante de Boltzmann	<b>MPa</b>
$\alpha_\sigma$	Facteur de décalage	
<b>t</b>	Temps	<b>s</b>

# **Introduction générale**

## **INTRODUCTION GENERALE**

En science des matériaux, le fluage (parfois appelé écoulement à froid) est la tendance d'un matériau solide à se déplacer lentement ou à se déformer de façon permanente sous l'influence de contraintes mécaniques persistantes. Cela peut résulter d'une exposition à long terme à des niveaux élevés de contrainte qui sont toujours inférieurs à la limite d'élasticité du matériau. Le fluage est plus sévère dans les matériaux qui sont soumis à la chaleur pendant de longues périodes et augmente généralement à mesure qu'ils approchent de leur point de fusion.

Le fluage peut se produire dans les polymères et les métaux qui sont considérés comme des matériaux viscoélastiques. Lorsqu'un matériau polymère est soumis à une force brusque, la réponse peut être modélisée à l'aide du modèle Kelvin – Voigt. Dans ce modèle, le matériau est représenté par un ressort (loi de Hooke) et un amortisseur newtonien en parallèle. Lorsqu'ils sont soumis à un niveau de contrainte constante, les matériaux viscoélastiques subissent une augmentation de la contrainte en fonction du temps. Ce phénomène est appelé fluage viscoélastique.

Les tests mécaniques de fluage nécessitent un temps de test très long. L'utilisation du principe de superposition temps-contrainte (TSSP) permet la prédiction de la performance du matériau bien au-delà du temps de test par la construction de la courbe maîtresse de fluage. Récemment, une nouvelle méthode de test de fluage accéléré, appelée méthode iso-contraintes par étapes (SSM) a été développée. La méthode a été testée initialement sur les fils industriels. Cette technique nécessite un traitement des données de test dans la construction de la courbe maîtresse.

Le présent travail consiste en une étude expérimentale du phénomène de fluage d'un polyamide 6 (PA6). Le matériau est préparé sous forme des plaques à épaisseur modérément minces à travers une démarche d'extrusion et de mise en forme détaillée dans la suite du manuscrit. Des tests de traction et de fluage à court terme ont été réalisés pour déduire la limite élastique du matériau d'une part et de collecter les déformations relatives à chaque niveau de contrainte, d'autre part. Un traitement numérique des résultats expérimentaux a été effectué afin de construire une courbe maîtresse à l'aide de la méthode SSM, ce qui nous permet de prédire le comportement du matériau à long terme.

Ce mémoire se scinde en trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une recherche bibliographique sur les matériaux composites, leurs constituants, leur classification et les procédés de leur mise en forme. Une importance particulière est donnée à matériaux polymères.

Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté le phénomène de fluage des matériaux solides et les différents modèles rhéologiques utilisés leur modélisation théorique. L'analyse expérimentale de ce phénomène ne peut s'échapper de l'usage des nouvelles méthodes d'accélération qui sont évoquées dans le présent chapitre.

Le dernier chapitre traite la partie expérimentale de notre travail, y compris la préparation des matériaux (extrusion, moulage par compression, découpage des éprouvettes) et également les tests mécaniques réalisés que ce soient pour la traction ou pour le fluage. La méthode iso-contraintes par étapes (Stepped isoStress Method) a été bien présentée et appliquée. Enfin, nous présentons les résultats obtenus et exploités pour construire les courbes maitresses du fluage de PA6. Le manuscrit est achevé par une analyse des résultats, des interprétations et finalement une conclusion.

# CHAPITRE I

## GENERALITES SUR LES MATERIAUX

### COMPOSITES

<b>Introduction .....</b>	<b>5</b>
<b>I.1. Définition des matériaux composites .....</b>	<b>5</b>
<b>I.1.1. Les constituants de matériaux composites .....</b>	<b>6</b>
<b>I.2. Classification des composites .....</b>	<b>6</b>
<b>I.2.1. Classification selon la géométrie.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.1.1. Composites à fibres.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.1.2. Composites à particules.....</b>	<b>7</b>
<b>I.2.1.3. Composites structuraux .....</b>	<b>8</b>
<b>I.3. Les matrices.....</b>	<b>9</b>
<b>I.3.1. Résines thermodurcissables .....</b>	<b>10</b>
<b>I.3.1.1. Les résine polyesters .....</b>	<b>10</b>
<b>I.3.1.2. Les résines de condensation .....</b>	<b>10</b>
<b>I.3.1.3. Les résines époxydes .....</b>	<b>11</b>
<b>I.3.2. Résines thermoplastiques.....</b>	<b>11</b>
<b>I.4. Les renforts.....</b>	<b>12</b>
<b>I.4.1. Fibre de verre.....</b>	<b>12</b>
<b>I.4.2. Fibre de carbone .....</b>	<b>12</b>
<b>I.4.3. Fibre d'aramide .....</b>	<b>12</b>
<b>I.4.4. Fibre de polyéthylène de haut module.....</b>	<b>13</b>
<b>I. 5. Les charges et les additifs.....</b>	<b>13</b>

<b>I.5.1.</b>	<b>Les charges .....</b>	<b>13</b>
<b>a)</b>	<b>Charges renforçantes.....</b>	<b>13</b>
<b>b)</b>	<b>Charges non renforçantes .....</b>	<b>13</b>
<b>I.5.2.</b>	<b>Les additifs .....</b>	<b>13</b>
<b>I.6.</b>	<b>Avantages et inconvénients des matériaux composites .....</b>	<b>14</b>
<b>I.7.</b>	<b>Type de matériaux composites .....</b>	<b>14</b>
<b>I.7.1.</b>	<b>Les composites à grande diffusion .....</b>	<b>15</b>
<b>I.7.2.</b>	<b>La composite haute performance .....</b>	<b>15</b>
<b>I.8.</b>	<b>Caractéristiques des matériaux composites .....</b>	<b>15</b>
<b>I.9.</b>	<b>Domaines d'application.....</b>	<b>16</b>
<b>I.10.</b>	<b>Mise en œuvre des matériaux composites.....</b>	<b>16</b>
<b>I.11.</b>	<b>Les polymères.....</b>	<b>17</b>
<b>1.11.1.</b>	<b>Propriétés du polymère.....</b>	<b>18</b>
<b>I.11.2.</b>	<b>Domaine d'applications du polymère.....</b>	<b>18</b>
<b>1.11.3.</b>	<b>Matériaux polymères .....</b>	<b>19</b>
<b>I.11.3.1.</b>	<b>Le polypropylène .....</b>	<b>19</b>
<b>a)</b>	<b>Propriétés du polypropylène.....</b>	<b>19</b>
<b>b)</b>	<b>Domaine d'applications du polypropylène .....</b>	<b>20</b>
<b>I.11.3.2.</b>	<b>Le polyamide .....</b>	<b>21</b>
<b>a)</b>	<b>Propriétés du polyamide.....</b>	<b>21</b>
<b>b)</b>	<b>Domaine d'applications du polyamide.....</b>	<b>22</b>
	<b>Conclusion .....</b>	<b>22</b>
	<b>Bibliographies .....</b>	<b>23</b>



**CHAPITRE I**  
**GENERALITES SUR LES MATERIAUX**  
**COMPOSITES**

## Introduction

Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renforts et matrice. Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et il ne peut pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases. Les renforts se présentent sous forme de fibres continues ou discontinues. Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique aux efforts. La matrice assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de renforcer les propriétés mécaniques de la structure. Les pièces structurelles sont réalisées par empilement de nappes en optimisant les directions des renforts en fonction des charges qu'elles doivent subir. La nature de la résine ou du renfort est choisie en fonction de l'application finale visée. Nous présentons les différents types de matrices et renforts classiquement employés dans l'industrie. Les propriétés mécaniques de l'interface entre fibres et matrice sont très importantes dans la réalisation d'une structure composite. En effet, il ne doit y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases de la structure pour obtenir de bonnes caractéristiques mécaniques élastiques [1].

Les matériaux composites (matériaux nouveaux) sont de plus en plus des biens et des services. Ils passent d'une fonction passive à un rôle de plus en plus actif dans les objets ou processus dans lesquels ils sont présents, en modifiant leur comportement selon les variations de leur environnement. Ils intègrent donc une part de service, notamment à travers leur impact sur la qualité des produits dans la composition desquels ils entrent. C'est par exemple le cas des nanotechnologies qui entrent dans la conception et la fabrication des textiles antitache.

### I.1. Définition des matériaux composites

Un matériau composite est défini comme un assemblage de plusieurs matériaux de natures différentes. Il est généralement constitué d'une matrice dans laquelle sont insérés des renforts. La matrice assure le maintien de l'assemblage et le transfert de charges entre les renforts qui assurent la tenue mécanique du composite grâce à leurs caractéristiques mécaniques élevées (module et limites d'élasticité, résistance mécanique,). L'association de ces différents matériaux a pour but d'obtenir un matériau dont les propriétés mécaniques spécifiques sont supérieures à celles de la matrice seule [2].

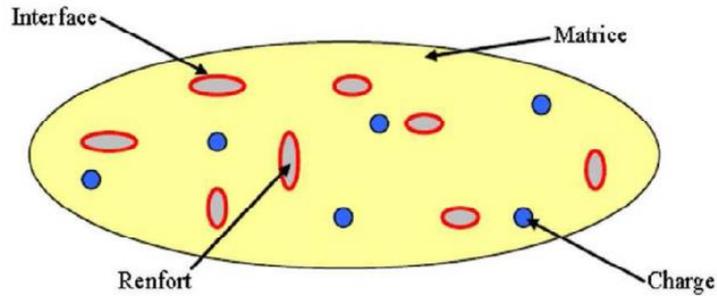


Figure I.1. Représentation schématique d'un matériau composite [2].

### I.1.1. Les constituants de matériaux composites

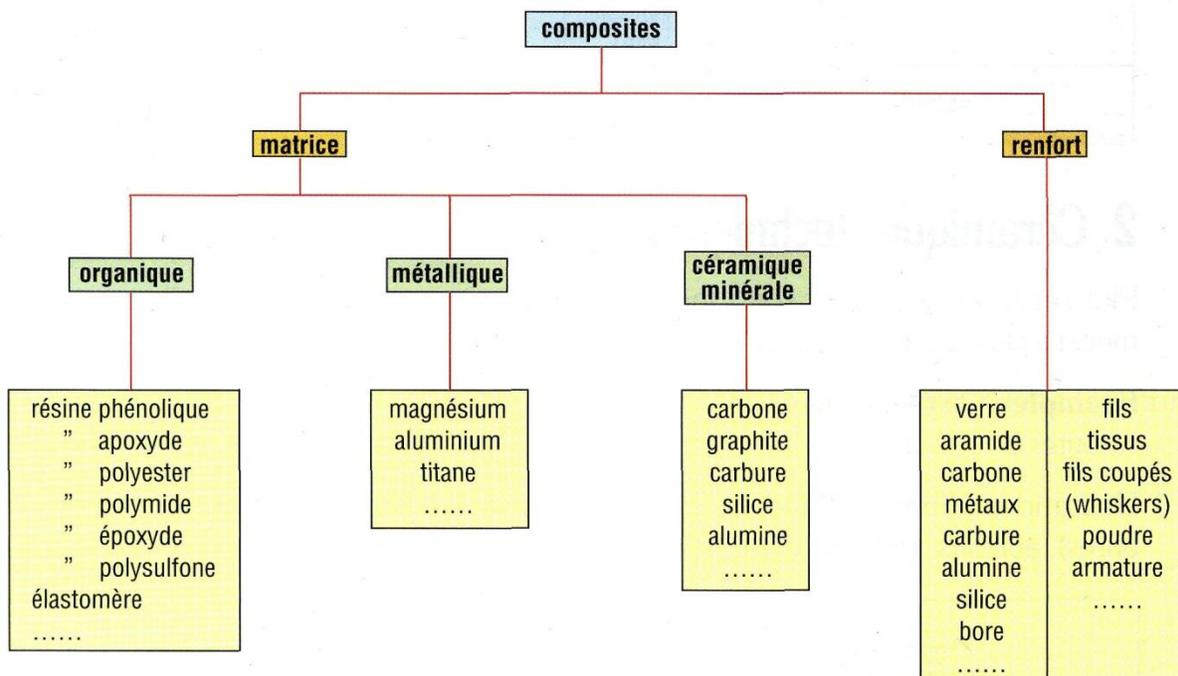
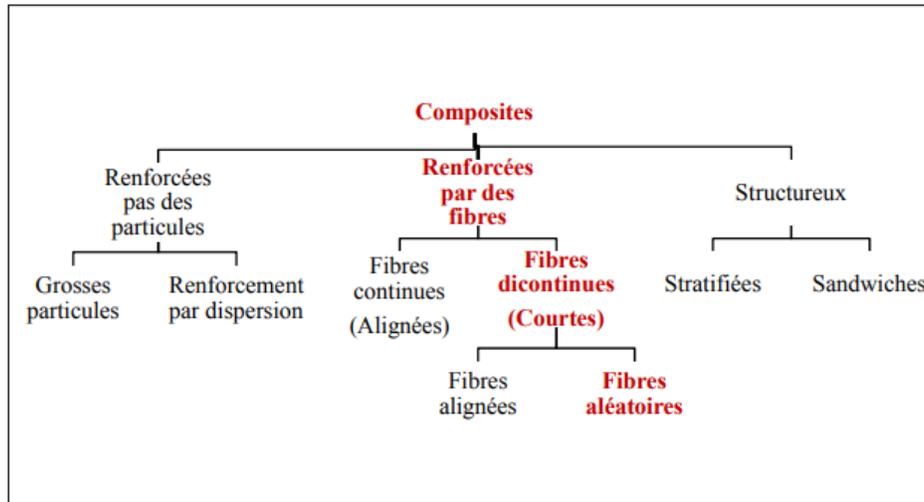


Figure I.2. Principaux constituants des matériaux composites [3].

### I.2. Classification des composites

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites qu'on peut classer soit selon la forme des composants ou suivant la nature des composants [4].



**Figure I.3.** Classification schématique des différents types de composites [4].

## I.2.1. Classification selon la géométrie

### I.2.1.1. Composites à fibres

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan [4].

### I.2.1.2. Composites à particules

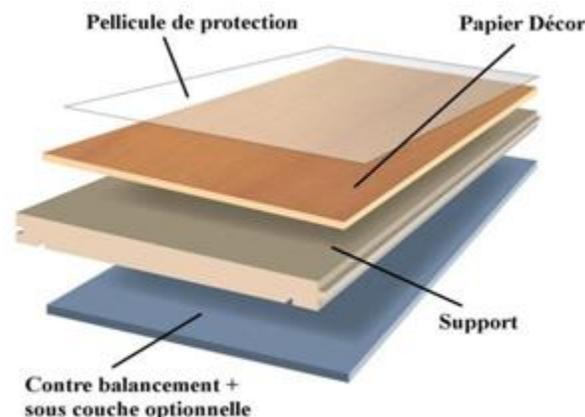
Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques [4].

### I.2.1.3. Composites structuraux

La fabrication d'un renfort peut se faire avec des fibres dispersées au hasard ou orientées dans une ou plusieurs directions. Des axes de renforcement peuvent être définis par le croisement de fils (le tissage). Des structures 3D ont également été développées afin d'améliorer le renforcement du matériau et d'apporter une solution aux problèmes de délaminage [4].

#### ➤ Les stratifiés

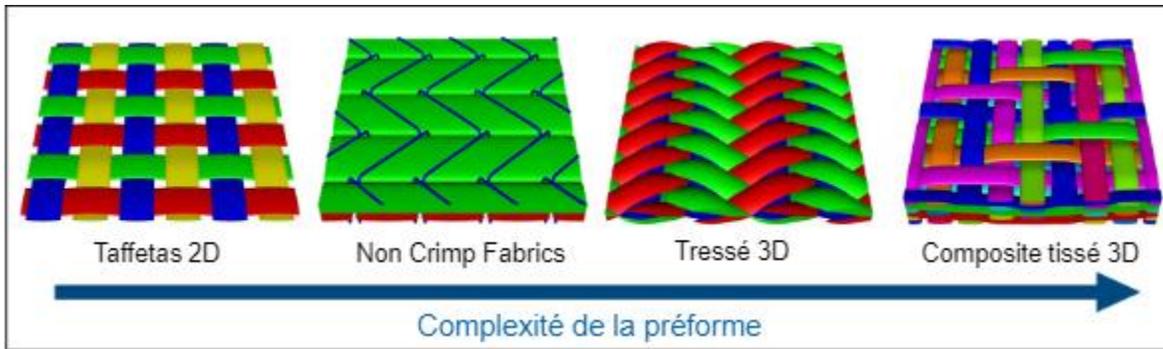
Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié. En jouant sur l'ordre et l'orientation de ces couches, il est possible d'adapter finement les propriétés mécaniques du stratifié aux sollicitations extérieures, et donc d'atteindre un haut niveau d'optimisation en mettant la matière là où elle est le plus utile [4].



**Figure I.4.** Composite structuraux stratifiés [5].

#### ➤ Les composites tissés

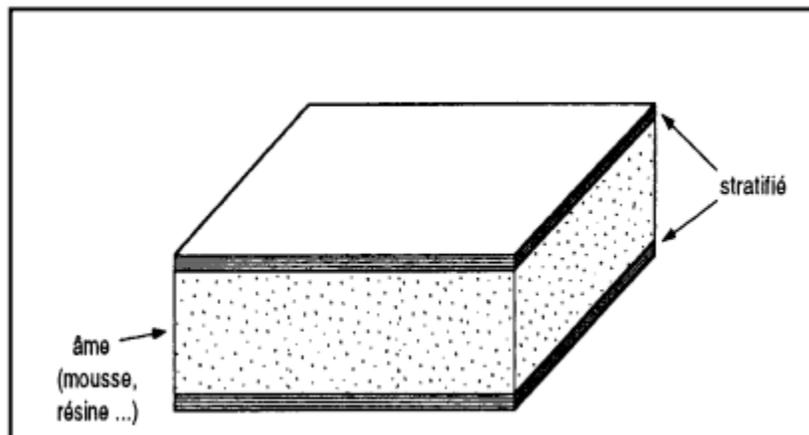
Dans ces structures, les fibres sont tressées ou alignées en "câbles" nommés torons ou simplement fils, comptant chacun quelques centaines ou milliers de fibres. Ces fils sont ensuite tissés selon des motifs plus ou moins sophistiqués, les motifs du tissu peuvent être extrêmement variés selon les caractéristiques voulues du matériau [4].



**Figure I.5.** Architectures de composites tissés 3D.

### ➤ Les sandwichs

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique [4].



**Figure I.6.** Matériaux sandwichs à âmes pleines.

### I.3. Les matrices

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation. Dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont utilisés. Dans le cas des matériaux en carbone des températures de 2 200°C peuvent être atteintes. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure 5, [1].

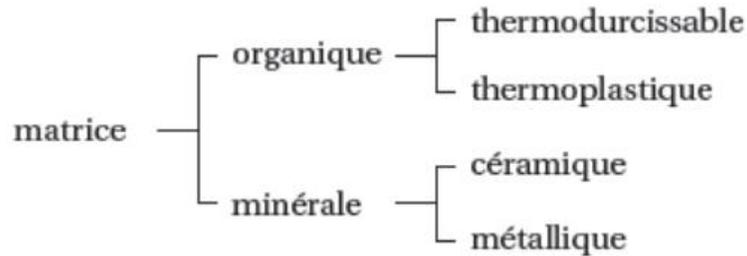


Figure I.7. Types de matrice [1].

### I.3.1. Résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables ont des propriétés mécaniques élevées. Ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants [6].

- Les résines polyesters insaturées
- Les résines de condensation (phénoliques, aminoplastes, furaniques)
- Les résines époxydes sont des résines thermodurcissables.

#### I.3.1.1. Les résine polyesters

Les résines polyesters insaturées viennent de très loin en tête dans la mise en œuvre des matériaux composites. Leur développement est le résultat:

- D'un faible coût de production.
- De leur diversité offrant de multiples possibilités.
- D'une adaptation à des procédés de fabrication faciles à mettre en œuvre et à automatiser.

D'où un développement industriel sans cesse croissant. Suivant leur module d'élasticité, les résines polyesters sont classées en : résines souples, résines semi-rigides et résines rigides. Les résines habituellement utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont du type rigide [6].

#### I.3.1.2. Les résines de condensation

Les résines de condensation comportent les résines phénoliques, les aminoplastes et les résines furaniques.

Les résines phénoliques sont les plus anciennes des résines thermodurcissables dont la plus connue est la bakélite.

Les résines phénoliques seront donc utilisées dans le cas de pièces nécessitant une tenue élevée en température ou une bonne résistance aux agents chimiques.

Les résines aminoplastes sont voisines de celles des résines phénoliques. Les avantages de ces résines, il faut ajouter:

- La possibilité d'utilisations alimentaires,
- La possibilité de colorer les résines.

Les résines furaniques sont assez peu utilisées en France à cause de leur coût, trois fois plus élevé que les résines polyesters. Parmi leurs avantages:

- Un durcissement plus rapide que les résines phénoliques,
- Une grande inertie vis-à-vis des agents chimiques corrosifs.

Cette dernière caractéristique conduit à utiliser les résines furaniques dans le cas de matériaux devant résister aux produits chimiques : citernes, tuyaux, bacs, etc. [6].

### **I.3.1.3. Les résines époxydes**

Les résines les plus utilisées après les résines polyesters insaturées sont les résines époxydes. Elles ne représentent cependant que de l'ordre de 5 % du marché composite, à cause de leur prix élevé (de l'ordre de cinq fois plus que celui des résines polyesters).

Du fait de leurs bonnes caractéristiques mécaniques, les résines époxydes, généralement utilisées sans charges, sont les matrices des composites à hautes performances (constructions aéronautiques, espace, missiles, etc. [6].

### **I.3.2. Résines thermoplastiques**

Les résines thermoplastiques ont des propriétés mécaniques faibles. Ces résines sont solides et nécessitent une transformation à très haute température. Les polychlorures de vinyle (PVC), les polyéthylènes, polypropylène, polystyrène, polycarbonate polyamide sont quelques exemples de ces résines thermoplastiques.

De même que pour les résines thermodurcissables, les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible.

Les divers thermoplastiques peuvent être renforcés par des fibres et font partie alors des matériaux composites. Cependant, dans le domaine des composites, les résines thermoplastiques ont un développement limité, du fait de la nécessité de faire appel à des transformations à hautes températures de produits solides [6].

## **I.4. Les renforts**

### **I.4.1. Fibre de verre**

Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elle est obtenue à partir de sable (silice) et d'additifs (alumine, carbonates de chaux, magnésie, oxyde de bore). On distingue trois types de fibres [2]:

- E : pour les composites de grande diffusion et les applications courantes.
- R : pour les composites hautes performances.
- D : pour la fabrication de circuits imprimés (propriétés diélectrique).

### **I.4.2. Fibre de carbone**

C'est la fibre la plus utilisée dans les applications de haute performance. Elle est obtenue par la Carbonisation de la fibre de PAN (polyacrylonitrile). Selon la température de combustion on distingue deux types de fibres [2] :

- Fibre haute résistance (HR) : pour une combustion de 1000 à 1500 OC ;
- Fibre haut module (HM) : pour une température de combustion de 1800 à 2000 OC.

### **I.4.3. Fibre d'aramide**

La fibre d'aramide ou (KEVLAR) est issue de la chimie des polyamides aromatique. Il est possible de trouver deux types de fibre d'aramide de rigidités différentes [2] :

- Les fibres basses modules : utilisés pour les câbles et les gilets pare-balle ;
- Les fibres hautes modules : employées dans le renforcement pour la composite haute performance.

### **I.4.4. Fibre de polyéthylène de haut module**

Elles présentent une très bonne résistance à la traction mais une mauvaise mouillabilité. Pour des structures peut sollicitées, on peut encore utiliser des fibres synthétiques courantes de polyamides ou polyester [2].

Les résines les plus employées dans les matériaux composites sont les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques [7].

## **I. 5. Les charges et les additifs**

### **I.5.1. Les charges**

#### **a) Charges renforçantes**

L'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Ces charges peuvent être classées suivant leur forme géométrique en [4] :

- Charges sphériques.
- Charges non sphériques.

#### **b) Charges non renforçantes**

Les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines. Parmi ces classes on trouve [4]:

- Charges de faible coût.
- Charges ignifugeantes.
- Charges conductrices et antistatiques.

### **I.5.2. Les additifs**

Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme [4] :

- Lubrifiants et agents de démoulage.
- Pigments et colorants.
- Agents anti-retrait.

- Agents anti-ultraviolets.

## I.6. Avantages et inconvénients des matériaux composites

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à [8] :

- Leur légèreté.
- Leur résistance la corrosion et aussi à la fatigue.
- Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion [8] :

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

L'industrie des matériaux composites doit donc aujourd'hui relever certains défis tels que [8] :

- La maîtrise des émanations de produits organiques volatiles, par exemple le styrène.
- La maîtrise des procédés de transformations et des performances des matériaux qui sous-entend une très bonne connaissance des constituants mis en place.

La mise en place de technologies et des filières pour la gestion des déchets en fin de vie qui est la partie la plus difficile à satisfaire en raison du caractère thermostable de la plupart des composites.

De plus, dans ce dernier point, le recyclage est actuellement très limité parce que le broyage ou les autres procédés sont très coûteux et fournissent une matière de faible qualité.

Ces quelques inconvénients et défis à relever, ont poussé les chercheurs et les pouvoirs publics à investir et orienter les recherches vers les ressources renouvelables et biodégradables [8].

## I.7. Type de matériaux composites

Selon leur taux d'utilisation, les composites sont classés en deux grandes classes : les composites à grande diffusion et la composite haute performance [9].

### **I.7.1. Les composites à grande diffusion**

Ils occupent une portion de 95% des composites utilisés. Ce sont en général des plastiques armés ou des plastiques renforcés, le taux de renfort est de 30%. Dans 90% des cas, l'anisotropie n'est pas maîtrisée car les renforts sont des fibres courtes. Les principaux constituants de bases sont les résines polyesters avec des fibres de verre. Dans ce cas le renfort et la matrice sont à des coûts voisins [10].

### **I.7.2. La composite haute performance**

Ils sont principalement utilisés dans l'aéronautique et sont d'un coût élevé. Les renforts sont plutôt des fibres longues. Le taux de renfort est supérieur à 50%, et ce sont les renforts qui influent sur le coût. Les propriétés mécaniques (résistance mécanique et rigidité) sont largement supérieures à celles des métaux, contrairement aux composites à grande diffusion. Des méthodes de calculs de structures et d'homogénéisations ont été développées pour la composite haute performance [11].

## **I.8. Caractéristiques des matériaux composites**

Les propriétés des matériaux composites dépendent de beaucoup de facteurs et sont différentes selon les divers types de matériaux composites. Ces propriétés résultent:

- Des propriétés, de la nature et de la quantité des matériaux constitutifs.
- Des constituants, de la géométrie et de la distribution du renfort
- De leurs interactions, de la nature de l'interface matrice-renfort, etc. Les principales

Caractéristiques des pièces fabriquées en matériaux composites sont :

- Le gain de masse,
- La bonne tenue en fatigue (durée de vie augmentée),
- L'absence de corrosion,
- L'absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture)
- Le vieillissement sous l'action de l'humidité et de la chaleur,
- L'insensibilité à certains produits chimiques courants (solvants, peinture, huiles, pétroles,),
- Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne,
- Très forte anisotropie [12].

### I.9. Domaines d'application

Les excellentes performances mécaniques des matériaux composites fibres-résine en termes de caractéristiques spécifiques en font des matériaux attrayants pour l'utilisation dans les structures. En outre, l'intérêt de ces matériaux réside dans leur anisotropie aisément contrôlable par le concepteur qui peut ainsi ajuster la rigidité et la résistance en fonction des sollicitations extérieures. Ainsi l'immense avantage des matériaux composites est de pouvoir être optimisé pour chaque application : on peut placer le renfort exactement où il est nécessaire. Cette optimisation résulte en une grande performance de ces matériaux, qui sont souvent de loin les plus légers pour une résistance mécanique spécifiée. Cependant ils restent très chers à fabriquer ! D'où leurs domaines d'application :

- Électricité et électronique.
- Bâtiment et travaux publics.
- Transports routiers, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux (notamment militaire).
- Santé (instrumentation médicale).
- Sports et loisirs (skis, raquette de tennis, planche à voile, surf, club de golf, aviron,) [13].

### I.10. Mise en œuvre des matériaux composites

Le but de ce paragraphe n'est pas de détailler les différentes techniques d'élaboration des matériaux composites mais de les présenter dans leur globalité et de préciser dans quels caselles sont utilisées. Il existe plusieurs méthodes pour élaborer et mettre en forme les composites qui peuvent être regroupées en catégorie [4] :

- Par extrusion, très utilisée avec les thermoplastiques.
- Par imprégnation, utilisée souvent avec les tissus et les fils.
- Par dépôt pour les composites en sandwichs.

Ces techniques sont souvent suivies d'un moulage qui définit les formes du matériau. L'émoulage peut être réalisé de plusieurs façons [4]:

- Par compression (à froid, à chaud, par injection de résine) : pour obtenir des formes profondes et délicates. Il s'agit d'une méthode utilisée pour les composites à fort taux de renfort ou des pièces produites en grande quantité.

- Sous pression (au contact, à injection simultanée) : méthode la plus simple permettant l'obtention de pièces en grande série et à bas prix. Le taux de renfort est toutefois limité.
- Sous vide (pour des pièces de petites et moyennes séries).
- En continu : les pièces obtenues sont planes ou ondulés, les composites en sandwichs sont souvent préparés par cette technique.
- Par pultrusion qui intervient d'habitude après imprégnation des fibres (fils, stratifils, tissus), les profils obtenus sont rectilignes ou en courbes à section constante. Cette technique donne des matériaux à caractéristiques mécaniques élevées suivant l'axe car les taux de fibres peuvent atteindre 80%.
- Par centrifugation : technique réservée pour les formes cylindriques (tubes, tuyaux).
- Par enroulement filamentaire (circonférentiel, hélicoïdal, mandrin) permettant la conception de pièces (cylindriques et sphériques) avancées. La proportion de fibres dans le composite peut atteindre 80% donc de hautes caractéristiques mécaniques. Néanmoins, c'est une méthode très couteuse.

La conception d'un matériau composite dépend du type d'application, de chargement, etc. Ce qui le diffère fortement des matériaux classiques, où la conception d'une structure est adaptée en fonction du matériau constitutif. Il est évident de voir que la qualité et la convenance d'un matériau composite dépendent du choix de ces deux composants de base (matrice et fibres) en fonction des applications spécifiques qui lui sont envisagées. D'après Trejo O'Reilly, l'optimisation des propriétés interraciales entre les composants doit toujours être pris en compte. In addition, spécifiquement, deux dispositifs fondamentaux doivent être atteints [4]:

- Il est essentiel que le liquide qui enveloppe les fibres pendant la formation du composé réalise leur mouillage spontanément, c'est-à-dire que l'énergie d'adhésion résultant de ce contact doit surmonter l'énergie cohésive du polymère.
- Les performances mécaniques seront améliorées si la ligne formée par l'interface comporte des enchevêtrements macromoléculaires résultant de la diffusion dans la matrice polymère et des chaînes greffées sur les fibres.

### **I.11. Les polymères**

Les polymères sont des macromolécules constituées par l'enchaînement d'un grand nombre de molécules de taille beaucoup plus petite. Les petites molécules qui se combinent les unes aux

autres pour former les molécules de polymères sont appelées monomères et les réactions par lesquelles elles se combinent sont appelées polymérisations [16].

Ce processus peut être schématisé comme suit :



Où M est la molécule de monomère,  $M_n$  est la molécule de polymère, n le nombre de motifs monomères de la macromolécule (le degré de polymérisation) [17].

Le terme polymère est plutôt réservé pour définir le matériau obtenu de manière naturelle ou par synthèse organique. Le terme plastique souligne plus fortement le caractère de matériau de synthèse fini (à partir duquel des pièces sont produites selon des technologies spécifiques), il définit moins la structure du matériau et les réactions requises pour son élaboration. L'appellation matériau polymère est une combinaison des définitions d'un plastique et d'un polymère [17].

### 1.11.1. Propriétés du polymère

- Ce sont des matériaux « légers », ils ont une masse volumique faible (en général inférieure à  $1\,500\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ , soit une densité par rapport à l'eau inférieure à 1,5).
- Ils sont en général souples, les polymères thermoplastiques ont un module de Young inférieur à environ 3 GPa, comparé à environ 20 GPa pour les bétons, 70 GPa pour l'aluminium et 200 GPa pour l'acier.
- Ils ne sont stables qu'à des températures modérées. La plupart des polymères thermoplastiques se ramollissent ou fondent à des températures comprises entre  $100\text{ °C}$  et  $250\text{ °C}$  ; un polymère est dit « thermostable » s'il résiste à  $300\text{ °C}$  durant quelques instants, la plupart des polymères se dégradent à des températures supérieures.
- Ce sont des isolants électriques et thermiques, sauf cas particuliers [18].

### 1.11.2. Domaine d'applications du polymère

S'il y a un domaine où les polymères sont le plus utilisé, c'est bien celui du conditionnement. Autant les matériaux polymères sont utilisés pour l'emballage alimentaire, autant ils sont utilisés dans l'emballage des produits pétroliers, des produits pharmaceutiques, des produits pour le revêtement [19].

Les polymères les plus utilisés dans ce domaine sont des thermoplastiques. En effet, ces derniers peuvent facilement être détruits par incinération, ou subir un recyclage. On utilise généralement 7 types de résines. Parmi ceux-ci nous avons les polyoléfines (PEHD, PP, PEBD), le PVC...

On les utilise donc dans le conditionnement des produits de consommation directe (lait, beurre, chocolat, yaourt,) et des produits non corrosifs [19].

### **1.11.3. Matériaux polymères**

#### **1.11.3.1. Le polypropylène**

Le polypropylène (ou polypropène) iso tactique, de sigle PP (ou PPI) et de formule chimique  $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-)_n$ , est un polymère thermoplastique semi-cristallin de grande consommation.

Le polypropylène iso tactique est une polyoléfine résultant de la polymérisation coordinative des monomères propylène  $[(\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3)]$  en présence de catalyseurs, suivant principalement la catalyse de Ziegler-Natta [14].

##### **a) Propriétés du polypropylène**

Module de Young : 1,1 à 1,6 GPa

Retrait : 1 à 2,5 %

Le polypropylène de grade « injection » est très facilement recyclable ; le PP de grade « film » est au contraire beaucoup plus délicat à recycler, surtout s'il est imprimé [14].

Le polypropylène est translucide à opaque, hydrophobe, dur, semi-rigide et très résistant à l'abrasion [14].

Pour augmenter ses propriétés mécaniques, il est courant qu'il soit chargé en fibre de verre, à hauteur de 10 à 30 % en général [14].

Le polypropylène expansé, de sigle EPP en anglais ou PP-E selon la norme EN ISO 1043-1, est une mousse blanche ressemblant au polystyrène expansé, mais avec une mémoire de forme lui permettant de se déformer sans casser et de conserver sa structure [14].

Le propylène peut former des homopolymères (polypropylène), des copolymères statistiques ou des copolymères « bloc ». La cosmopolymère le plus utilisé est l'éthylène pour donner des

polyoléfines élastomères comme l'éthylène-propylène (EPR ou EPM) et l'éthylène-propylène-diène monomère (EPDM) [14].

### **b) Domaine d'applications du polypropylène**

On trouve de nombreuses pièces moulées en polypropylène pour la construction automobile, notamment les pare-chocs, les tableaux de bord, l'habillage de l'habitacle et les réservoirs d'essence et de liquide de frein. Le polypropylène est souvent utilisé pour les emballages alimentaires pour sa résistance à la graisse (ex. : emballages de beurre) et son aspect brillant. Il est également utilisé pour la fabrication de tissus d'ameublement, de vêtements professionnels jetables (combinaisons de peinture, charlottes, masques chirurgicaux, etc.), de sacs tissés à haute résistance, de géotextiles et de géo membranes ; on le trouve aussi sous forme de fibres dans les cordages et les tapis synthétiques. Des pailles à boire sont également fabriquées en polypropylène [14].

En longueur nominale de 6 à 18 mm, la fibre de polypropylène est l'adjuvant idéal au béton pour diminuer le retrait plastique, les fissurations et les lézardes, et augmenter les propriétés de surface. Les fibres ne remplacent pas le renforcement structurel traditionnel en acier ou les procédés habituels de bonne prise du ciment, mais il est très souvent possible de remplacer les treillis par ces fibres [14].

Pour l'alléger tout en renforçant sa rigidité, il peut être moulé comme du carton ondulé ; appelé polypropylène alvéolaire (PPA). Il peut aussi avoir une structure en nid d'abeille (honeycomb en anglais) [14].

Le polypropylène expansé est utilisé en aéromodélisme pour construire les petits modèles (moins d'un mètre d'envergure). Grâce à ses propriétés mécaniques (légèreté, souplesse et mémoire de forme), il permet de créer des modèles très résistants aux chocs, et faciles à réparer (collage rapide à la colle cyanoacrylate) [14].

Dans les domaines de l'électrotechnique et de l'électronique, le polypropylène a de nombreuses applications. Par exemple comme isolant dans les transformateurs, pour les gaines des fils et câbles et en tant que diélectrique de condensateurs à films plastiques et de condensateurs de puissance [14].

### I.11.3.2. Le polyamide

Un polyamide (PA) 1 est un polymère contenant des fonctions amide  $\{C_6H_{11}NO\}$  pouvant résulter de la polycondensation entre les fonctions acides carboxylique et amine [15].

En 1927, la société américaine Du Pont de Nemours constitue un service de recherches pour l'étude de la synthèse des polymères à longues chaînes. La direction en est confiée à Wallace Hume Carothers. Le polyamide 6/6 est découvert en 1936, la production à l'échelle industrielle débute en 1938. Parallèlement, Paul Schlack, un chimiste allemand, obtient par ouverture puis polycondensation d'un caprolactame (amine cyclique), une résine polyamide à six atomes de carbone baptisée Perlon. Certains polyamides sont rapidement utilisés dans l'industrie textile en particulier pour la fabrication des toiles de parachute. Les polyamides seront plus connus par la suite sous l'appellation de nylon [15].

Depuis, la famille des polyamides s'est agrandie ainsi que les producteurs. La consommation a augmenté de façon significative ces dernières décennies face à la demande provenant de l'industrie automobile. Ils trouvent une large variété d'applications techniques grâce à leurs excellentes propriétés, en injection par exemple, en substitution des métaux et autres résines thermodurcissables. Certains grades permettent l'extrusion, voire le thermoformage [15].

#### a) Propriétés du polyamide

Il s'agit de polymères généralement à structures semi-cristallines, qui présentent un bon compromis entre caractéristiques mécaniques et chimiques. La concentration en fonction amide et la régularité de leurs espacements conditionnent les propriétés du matériau. Le point de fusion ( $T_f$ ) augmente avec la concentration en fonction amide, et de surcroît lorsque le nombre de carbone composant les deux segments de chaîne est pair dans le cas d'un système  $-(AA-BB)_n-$  [15].

Les polyamides sont en général des matériaux sensibles à l'humidité par la présence de groupes polaires. Les propriétés mécaniques et dimensionnelles peuvent donc être affectées selon les conditions de stockage et de mise en œuvre. Ils sont également assujettis à l'oxydation à haute température ainsi qu'à une résistance limitée au feu. Pour pallier cette dernière, l'utilisation d'ignifugeants est possible à partir de composés halogénés (bromés 4 ou chlorés) ou bien de composés inorganiques [15].

### b) **Domaine d'applications du polyamide**

BASF, DuPont, Lanxess, Rhodia, A Schulman, ont développé des polyamides 6 et certains 6,6 spécialement adaptés au procédé d'injection assistée par eau (IAE). Ce procédé, couplé à des polyamides de grades spécifiques, devient courant pour des applications sous capot ou destinés au transport de fluides. Par leurs propriétés mécaniques à haute température et leur résistance aux fluides industriels (huile, glycol, etc.), les polyamides transformés par IAE viennent ainsi directement concurrencer le polypropylène [15].

### **Conclusion**

Le présent chapitre constitue une synthèse générale sur les matériaux composites comme matériau révolutionnaire. Cela nous a permis d'avoir une idée sur (i) la composition macroscopique d'un matériau composite, (ii) les différentes classifications des matériaux composites selon la nature des constituants ou leur taille géométrique. Les différentes techniques d'élaboration de tels matériaux sont également présentées ainsi que leurs différents domaines d'application.

## Bibliographies

1. Disponible sur :  
<http://www.univ-bouira.dz/ar/wp-content/uploads/2018/12/Chapitre-3Mat%C3%A9riaux-composites.pdf> le : 20/08/2020
2. Gharbi, A., Analyse des fissurations des matériaux composites et détermination de leur délaminage utilisant des capteurs piézo-électriques. 2005.
3. Disponible sur  
[http://www.zpag.net/Tecnologies\\_Industrielles/Materiaux\\_Generalite.html](http://www.zpag.net/Tecnologies_Industrielles/Materiaux_Generalite.html) le 12/07/2020.
4. BOUDJEMA, H.L., Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables. 2016, Université d'Oran 2 Mohamed Ben Ahmed.
5. Disponible sur :  
<http://cote-parquets.fr/index.php/revetement-stratifie/> le : 1/09/2020.
6. GHIZLANE, Y., et al., Rapport à propos les composites et nanocomposites.
7. Disponible sur :  
<http://biblio.univ-annaba.dz/ingeniorat/wp-content/uploads/2018/10/BakhoucheBochra.pdf>  
le:24/08/2020
8. El Hadji Babacar, L., Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose. 2008, thèse de doctorat, institut national polytechnique de Grenoble.
9. Bonniau, P.a. and A. Bunsell, A comparative study of water absorption theories applied to glass epoxy composites. *Journal of Composite Materials*, 1981. **15**(3): p. 272-293.
10. Hong, T.P., Caractérisation et modélisation du comportement diélectrique d'un matériau composite soumis à un vieillissement hydrothermique. 2005.
11. Núñez, L. and M. Villanueva, Influence of the curing cycle selection on the thermal degradation of an epoxy-diamine system. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 2005. (1): p. 141-146.

12. Guerira, B., ETUDE DU DELAMINAGE EN MODE I DES MATERIAUX COMPOSITES STRATIFIES PAR LA METHODE DES ELEMENTS FINIS. 2005, Université Mohamed Khider-Biskra.
13. Madani, G. and G. Mustapha, Étude de l'effet de l'orientation des fibres sur la rupture des bétons polymères (BP). 2019, UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF-M'SILA.
14. Disponible sur :  
<https://fr.wikipedia.org/wiki/Polypropyl%C3%A8ne> le : 18/07/2020
15. Disponible sur :  
<https://fr.wikipedia.org/wiki/Polyamide> le : 20/08/2020
16. Combette, P. and I. Ernoult, Physique des polymères. Vol. 1. 2005: Presses inter Polytechnique.
17. DJOUDI, L., ETUDE DE LA STABILISATION DU POLYCHLORURE DE VINYLE (PVC) ET LES PHENOMENES DE DEGRADATION. 2007, Université Mohamed Khider-Biskra.
18. Disponible sur :  
<https://fr.wikipedia.org/wiki/Polym%C3%A8re> le :29/05/2020
19. Disponible sur :  
[https://www.memoireonline.com/01/14/8519/m\\_Les-polymeres-dans-l-industrie9.html](https://www.memoireonline.com/01/14/8519/m_Les-polymeres-dans-l-industrie9.html) le : 15/04/2020

# CHAPITRE II

## PHENOMENE DE FLUAGE, MODELES ET TECHNIQUES

II.1. Introduction .....	27
II.2. Généralités sur les essais mécaniques.....	27
II 2.1. Les essais mécaniques sous charge variable et constante .....	28
II .2.1.1. Essais sous charge variable.....	28
A. Essais de traction .....	28
B. Courbe d'essai de traction .....	29
II.2.1.2. Essai sous charge constante .....	30
A. Essais de fluage .....	30
II.3. Eprouvettes .....	30
II.4. Analyse et méthodes d'accélération de phénomène de fluage .....	31
II.4.1. Méthodes .....	31
II.4.1.1. Principe de superposition Temps-Température.....	31
II.4.1.2. Principe de superposition temps–contrainte.....	32
II.4.1.3. Méthode isotherme étagé SIM.....	33
II.4.1.4. Méthode iso-contrainte étagé SSM.....	33
II.4.2. Les Machines de fluage .....	36
II.4.2.1. La machine classique.....	36
II.4.2.2. La machine moderne .....	37
II.4.3. Éprouvettes.....	38
II.4.4. Mesure des déformations .....	39

<b>II.4.5. Courbe de fluage.....</b>	<b>40</b>
a) Le fluage primaire.....	40
b) Le fluage secondaire .....	41
c) Le fluage tertiaire .....	41
<b>II.5. Rupture par fluage .....</b>	<b>41</b>
<b>II.6. Endommagement par fluage .....</b>	<b>42</b>
<b>II.6.1. Mécanismes physiques d'endommagement par fluage.....</b>	<b>43</b>
<b>II.6.2. Comportement en Fluage des polymères thermoplastiques .....</b>	<b>43</b>
<b>II.7. Modèles rhéologiques.....</b>	<b>43</b>
<b>II.7.1. Modèles élémentaires .....</b>	<b>44</b>
<b>II.7.2. Modèles viscoélastiques.....</b>	<b>44</b>
<b>II.7.3. Modèles plastiques.....</b>	<b>46</b>
<b>Conclusion.....</b>	<b>47</b>
<b>Bibliographes .....</b>	<b>48</b>



**CHAPITRE II**  
**PHENOMENE DE FLUAGE, MODELES ET**  
**TECHNIQUES**

## II.1. Introduction

La viscoélasticité est la propriété de matériaux qui présentent des caractéristiques à la fois visqueuses et élastiques, lorsqu'ils subissent une déformation. Les matériaux visqueux, comme le miel, résistent à un écoulement en cisaillement et présentent une déformation qui augmente linéairement avec le temps lorsqu'une contrainte est appliquée. Les matériaux élastiques se déforment lorsqu'ils sont contraints, et retournent rapidement à leur état d'origine une fois la contrainte retirée. En rhéologie, le comportement d'un matériau viscoélastique linéaire est ainsi intermédiaire entre celui d'un solide élastique idéal symbolisé par un ressort de module  $E$  (ou  $G$ ) et celui d'un liquide visqueux newtonien symbolisé par un amortisseur de viscosité  $\eta$  éta. L'élasticité d'un matériau traduit sa capacité à conserver et restituer de l'énergie après déformation. La viscosité d'un matériau traduit sa capacité à dissiper de l'énergie. Les polymères, en fait la plupart des matériaux, ont un comportement viscoélastique.

## II.2. Généralités sur les essais mécaniques

Les essais mécaniques sont des expériences dont le but est de caractériser les lois de comportements des matériaux (*mécanique des milieux continus*). La loi de comportement établit une relation entre les contraintes (*pression = force/surface*) et les déformations (*allongement unitaire sans dimensions*). Il est à noter qu'il ne faut pas confondre une déformation avec un déplacement ou une dilatation. Cependant, la déformation d'une pièce dépend de la forme de la pièce et de la manière dont sont exercés les efforts extérieurs sur cette pièce. Il faut donc normaliser les essais. Des normes définissent donc : la forme de la pièce dont est fait le matériau on parle d'éprouvette, Comment sont exercés les efforts sur l'éprouvette on parle d'essai normalisé [1].

## II 2.1. Les essais mécaniques sous charge variable et constante

### II .2.1.1. Essais sous charge variable

#### A. Essais de traction

L'essai de traction est le moyen le plus couramment employé pour caractériser le comportement mécanique d'un matériau sous une sollicitation progressive à vitesse de chargement faible ou modérée.

Une éprouvette de géométrie parfaitement définie est encastrée à ses deux extrémités dans des mors ou des mâchoires. L'un de ces mors, fixe, est relié pour la mesure des efforts, à un système dynamométrique par une rotule, de telle sorte que l'axe des efforts appliqués soit confondu avec celui de l'éprouvette ; l'autre mors, mobile, est relié à un système d'entraînement à vitesse de déplacement, ou plus rarement de charge, constante.

Les mors (ou mâchoires) sont à serrage direct par vis (*pneumatiques ou auto – serrant*) ou à serrage sur empreinte. Leur choix dépend essentiellement de la forme de l'éprouvette et de la consistance de la matière. Les mâchoires pneumatiques ou auto serrantes sont recommandées dans la mesure où elles permettent d'obtenir un serrage reproductible, indépendant de l'opérateur [2].

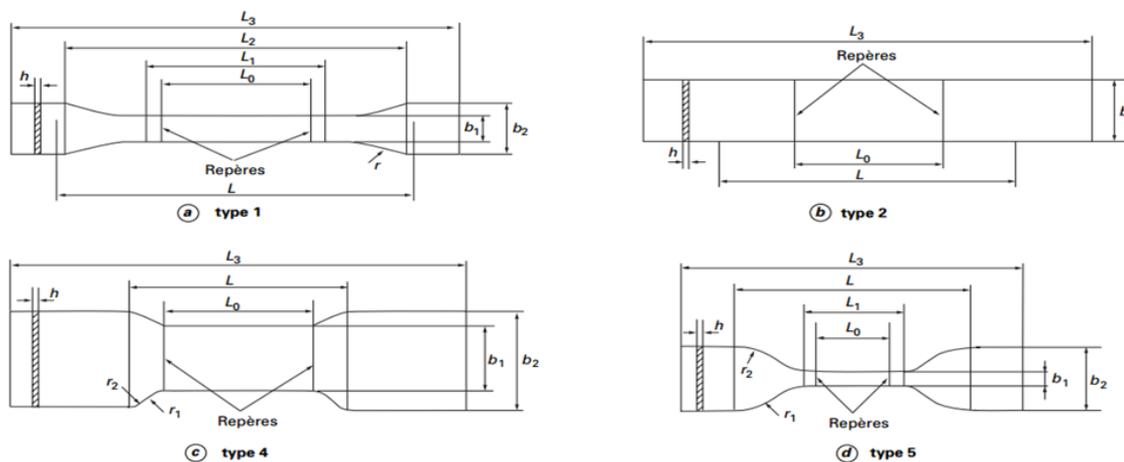
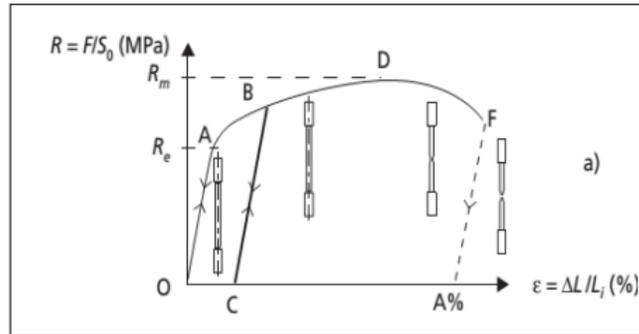


Figure II.1. Géométrie des éprouvettes de traction selon la norme NF EN ISO 527 [2].

## B. Courbe d'essai de traction



**Figure II.2.** Courbe de traction [3].

La suppression de la force appliquée ( $BC$ ) laisse apparaître un allongement plastique rémanent ( $OC$ ). Une remise en charge conduit à une nouvelle limite d'élasticité ( $CB$ ).

**OA** : Allongement élastique linéaire, réversible.

**A** : Déformation plastique permanente + déformation élastique.

**$R_e = F_e / S_0$**  : limite apparente d'élasticité ( $MPa$ ).

**$R_{p0.2}$**  : Limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 % d'allongement plastique.

**AD** : Allongement élastique + allongement plastique réparti.

**$R_{max} = F_m / S_0$**  : Résistance à la traction ( $MPa$ ).

**DF** : Apparition et progression d'une striction (réduction de section localisée) dans les matériaux ductiles.

**F** : Rupture.

**$A\%$  =  $\Delta L_U / L$**  : Allongement pour cent après rupture (%) [3].

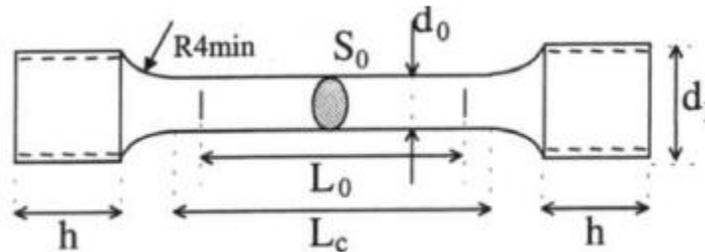
### II.2.1.2. Essai sous charge constante

#### A. Essais de fluage

À basse température et en l'absence d'effet d'environnement, l'application d'une contrainte statique sur une éprouvette lisse (*élément de volume*) provoque, si celle-ci est suffisante, une déformation plastique qui très rapidement demeure constante. À haute température un matériau se déforme plastiquement sous l'application d'une contrainte constante, même si elle est inférieure à la limite élastique. Ce phénomène est appelé fluage, le domaine (haute température) correspond à  $T/T_f > 0,3$ . Pour un matériau donné la résistance au fluage dépend du domaine de température, du niveau de contrainte appliqué et des paramètres microstructuraux [4].

### II.3. Eprouvettes

L'essai de traction est exécuté soit sur des barres de section constante, soit sur des éprouvettes cylindriques (*Figure II. 3*), ou prismatiques prolongées de part et d'autre par des têtes d'attache de forme appropriée pour la fixation. Afin de garantir des résultats obtenus sous contrainte uni axiale, toutes les déterminations faites au cours de l'essai ne portent que sur une partie de la longueur de l'éprouvette.



**Figure II.3.** Exemple d'une éprouvette de traction [4].

$d_0 = \varnothing$  partie calibrée  $d_1 = \varnothing$  des têtes filetées ou diamètre initial

$L_0 =$  longueur entre repère  $= 5 d_0$   $L_c =$  longueur calibrée  $S_0 =$  section initiale

$h =$  longueur des têtes Conventionnelles :  $h_0 = 5,65\sqrt{S_0}$

## II.4. Analyse et méthodes d'accélération de phénomène de fluage

### II.4.1. Méthodes

#### II.4.1.1. Principe de superposition Temps-Température

En utilisant le principe de superposition de température de temps (*TTSP*), qui suppose généralement que le fluage est un procédé thermiquement activé, plusieurs spécimens sont testés sous une charge constante à différentes températures, ce qui entraîne des parcelles distinctes de souche de fluage versus  $\log(\text{temps})$  à différentes températures. Une température de référence est ensuite sélectionnée, généralement proche de l'environnement, et toutes les courbes individuelles sont décalées le long de l'axe du journal (temps) pour compenser les différentes températures. En appliquant le principe de superposition, on produit une courbe maîtresse de fluage.

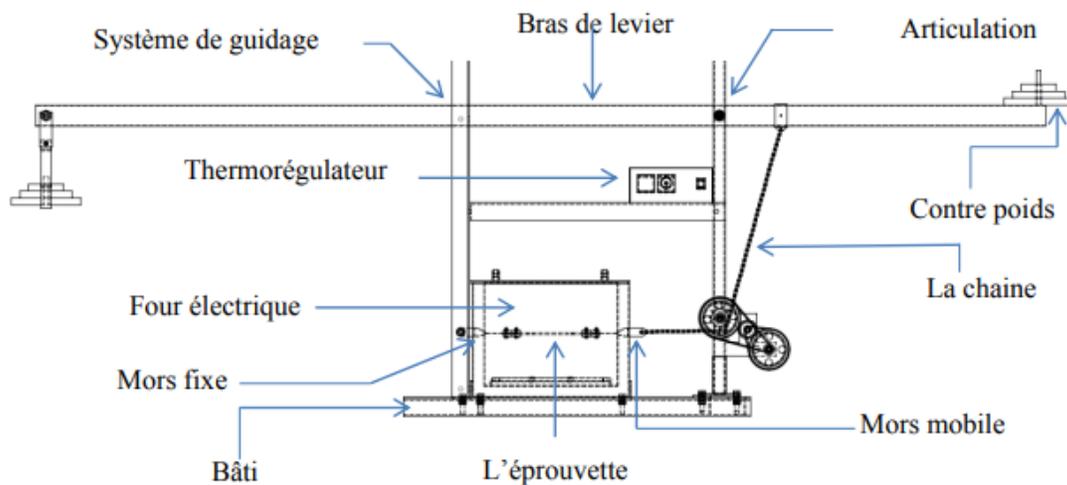


Figure II.4. Schéma d'une machine de fluage.



Figure II.5. Banc d'essai de fluage.

#### II.4.1.2. Principe de superposition temps–contrainte

D'une manière analogue au principe de superposition temps-température, le principe de superposition temps-contrainte (*TSSP*) est énoncé, le concept de superposition de contrainte temporelle (*TSS*) a été utilisé pour prédire le comportement de fluage de divers matériaux polymériques. [5] ont effectué des essais de fluage sur des spécimens de polyéthylène à divers niveaux de stress et à la température ambiante, et ont construit une courbe maîtresse à une contrainte de référence en utilisant le principe de superposition de contrainte temporelle (*TSSP*). [6] ont effectué des essais de fluage sur des spécimens de polyamide renforcés de fibres de verre à divers niveaux de stress ; la durée de chaque test était de 30 minutes et en combinant les résultats, ils ont construit une courbe maîtresse lisse à une contrainte de référence. [7] a étudié le comportement de fluage du polycarbonate en testant divers spécimens à température ambiante et sous diverses charges soutenues pendant une heure seulement. Ils ont ensuite utilisé ces résultats pour construire une courbe maîtresse lisse pendant un an. Par analogie avec l'énergie d'activation, où la chaleur fournit l'énergie nécessaire pour le fluage de se produire, TSS suppose que le stress peut fournir de l'énergie. Cela conduit au concept d'un volume d'activation qui sera décrit ultérieurement peut fournir de l'énergie.

En tenant compte de l'effet combiné de la température et du stress sur le fluage des matériaux viscoélastiques, des déformations de fluage à long terme peuvent être prédites. Cette méthode est basée sur le concept de superposition temps-température-contrainte (*TTSS*) et consiste à tester différents spécimens à différentes températures et contraintes. Premièrement, le principe de la

température temporelle est appliqué pour produire des courbes principales à différents niveaux de contrainte à une température de référence sélectionnée

### II.4.1.3. Méthode isotherme étagé SIM

La méthode isotherme étagée (*SIM*) est une variante dérivée de la méthode classique *TTSP*. La méthode *SIM* a été proposée pour la première fois [8]. Elle a été utilisée pour prédire le comportement du fluage à long terme de géogrilles utilisés dans les applications de renforcement des sols, plus tard, [9] a utilisé cette technique pour le fluage des fils de Kevlar 49.

La méthode consiste à charger un spécimen unique, au lieu des nombreux spécimens exigés par le *TSSP*.

Ce spécimen unique est soumis à une augmentation progressive du stress (similaire à l'approche isotherme, qui utilisait les pas de température) à une température constante. Ces contraintes élevées seront appelées des contraintes d'accélération, pour les distinguer de la contrainte de référence à laquelle il est souhaitable de construire la courbe principale de fluage. Dans le travail qui suit, la contrainte de référence est toujours la contrainte initiale sur la file, mais ce n'est pas nécessairement le cas. À chaque étape de contrainte, une courbe de fluage (*déformation versus temps*) est obtenue ; ceux-ci peuvent être ajustés pour compenser les différents niveaux de contrainte et une courbe principale de fluage à un niveau de contrainte de référence est produite. Un point de fluage – rupture peut alors être déterminé comme le dernier point de chaque courbe principale de fluage. Comme pour un test *SIM*, quatre ajustements sont nécessaires (réglage vertical initial, déplacement vertical, détartrage, décalage horizontal) pour obtenir la courbe principale finale.

### II.4.1.4. Méthode iso-contrainte étagé SSM

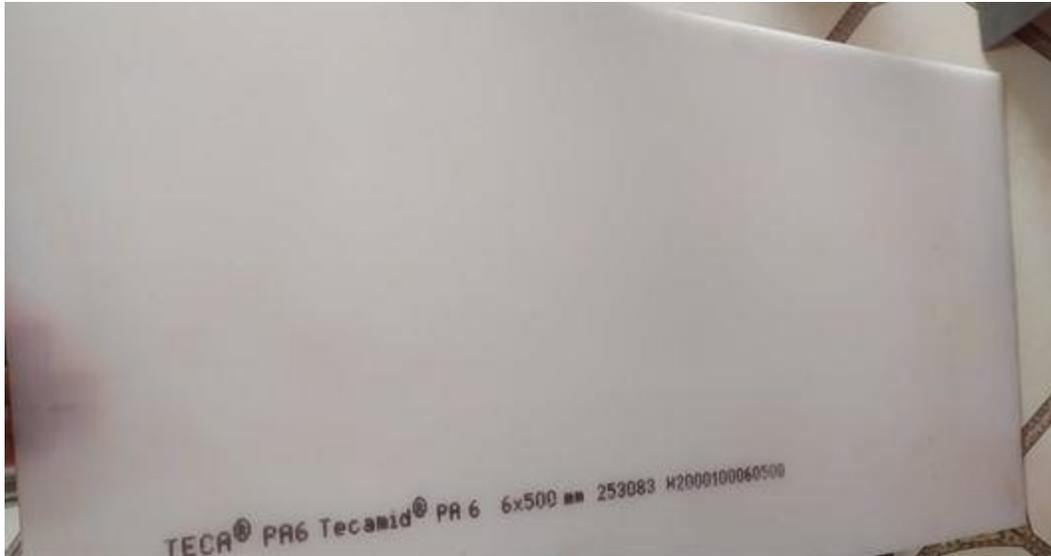
Plus récemment, quelques études [11-12] ont proposé une autre la méthode appelée la méthode iso-contrainte étagées (*SSM*), cette technique est similaire à la méthode *SIM*. L'approche adoptée pour les essais *SSM*, mais l'accélération du fluage est obtenue en gardant la température constante et en augmentant le niveau de contrainte par palier.

L'augmentation de la contrainte fournit de l'énergie au matériau testé de façon similaire au procédé *SIM* qui fournit de l'énergie sous forme de chaleur. Comparé à la méthode *SIM*, la méthode *SSM* présente l'avantage étant donné qu'il n'est pas nécessaire d'utiliser des températures élevées, les

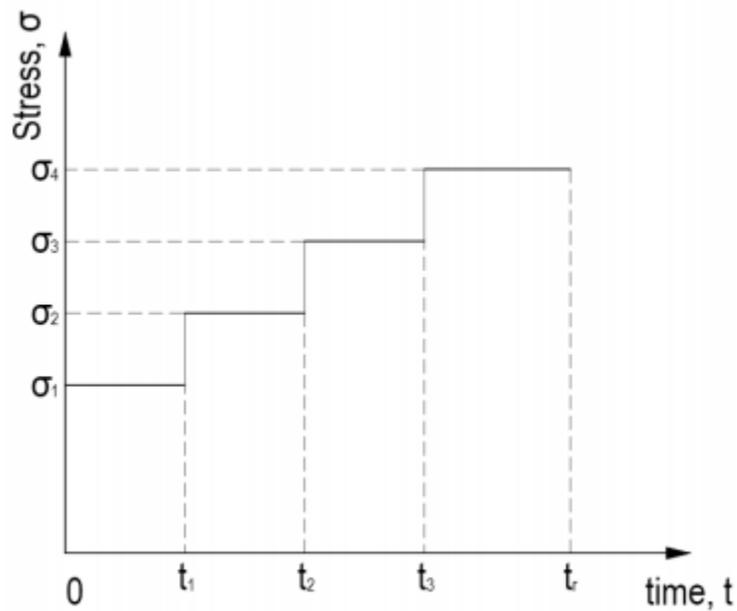
propriétés chimiques des matériaux testés ne sont pas affectées et surtout d'éviter le problème de la lenteur et de la non uniformité d'échauffement des échantillons à épaisseurs importante. En effet, le procédé SIM lorsqu'il s'agit d'échantillons épais est confronté aux problèmes de la mauvaise conductivité thermique des polymères lors de l'augmentation la température en palier, une période de chauffage est alors nécessaire pour avoir une température uniforme dans tout l'échantillon, ceci qui entraîne une phase de transition avec des conditions de fluage incontrôlables et plutôt variables. La méthode SSM impose sa supériorité, parce que en chaque point de l'échantillon et à tout moment, il est imposé le même état de contrainte. Les quelques travaux antérieurs portant sur la technique SSM [11-12] ont considéré que les fibres techniques admettent un comportement viscoplastique relativement faible. Au contraire, dans le présent travail, il est prévu, un comportement viscoplastique plus prononcé lié à la nature du polymère thermoplastique, l'exemple du (polyamide). En effet, la courbe contrainte / déformation de traction représenté sur La figure II.6. Montre une petite zone élastique suivie par une partie non linéaire étendue.

Le travail discute et analyse en détail les étapes de traitement des données d'essais brutes obtenues [10-12], pour produire la courbe maitresse de fluage selon la méthode SSM ou bien la méthode SIM. Les sections qui suivent vont illustrer les étapes du processus de traitement de données de la méthode SSM. Aussi sa validité pour les échantillons de polyamide qui ont une épaisseur conséquente qui sera vérifiée. Une Courbe maitresse obtenue avec la Méthode SSM sera comparée à celle obtenue avec la Méthode classique TSSP. La disposition proposée pour l'essai de fluage de nos éprouvettes qui sont soumises à un effort lors de l'essai de traction jusqu'à rupture. Précédemment, nous avons vu que sur la machine de fluage et celle de l'essai de traction, les éprouvettes sont supposées soumises au même niveau de contrainte. Chaque essai peu duré un temps bien déterminé, à savoir 02 heures, 05 heures ,10 heures, ou même 72

Heures. Avant de placer les éprouvettes entre les mâchoires, les dimensions de chacune d'elles sont mesurées(*longueur L, largeur b et épaisseur h*), à partir de là l'épaisseur et la largeur il est déduit la section  $S$ , avec la force appliquée il est obtenu la contrainte, celle-ci est enregistré avec tous les résultats de l'essai dans un fichier. Les valeurs numériques des résultats sont ensuite traitées avec un tableur (*Excel*) pour déduire l'allure de la courbe à étudier (les déformations par rapport au temps). La courbe de l'exemple traite la déformation enregistrée au cours du temps de trois éprouvettes qui sont soumises à une contrainte de valeur  $07 \text{ MPa}$ .



**Figure II.6.1.** Plaque de polyamide sous sa forme commerciale.



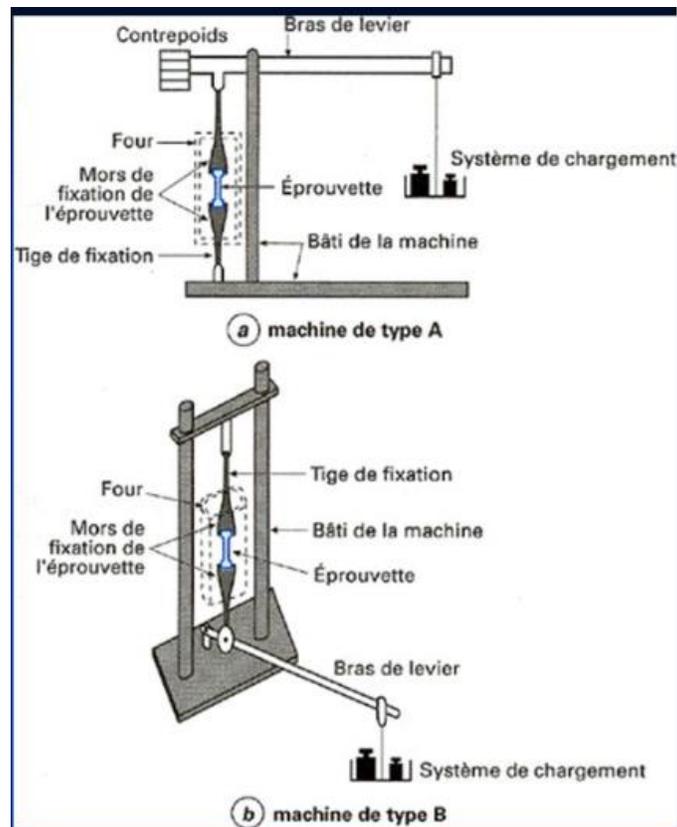
**Figure II.6.2.** SSM-une série d'expositions temporisées d'isocontrainte à des niveaux élevés de contrainte [12].

## II.4.2. Les Machines de fluage

### II.4.2.1. La machine classique

En général, les essais de fluage sont réalisés sur des machines à charge constante utilisant la force de pesanteur. Une masse est fixée à l'éprouvette ou, bien souvent, pour les essais de longue durée, un système d'amplification de la charge à bras de levier est utilisé. Les schémas de principe de deux machines de fluage sont représentés sur la figure (II.7).

- La machine de type A pour laquelle le contrepoids permet d'assurer l'horizontalité du bras de levier avant le chargement, figure. (II.7.a).
- La machine de type B, figure. (II.7.b) sur laquelle on peut ajouter un système hydraulique permettant de mettre progressivement en charge [14].



**Figure II.7.** Schéma de principe de deux types de machine de fluage [14].

### II.4.2.2. La machine moderne

Les systèmes 5960 d'essai de table à colonne double sont des systèmes d'essai statiques universels qui effectuent des tests de résistance et de compression ; et également effectuer des essais de cisaillement, de flexion, de fluage, de peau, de déchirure, de cyclique et de courbure. La série 5900 est conçue pour la précision, conçue pour la durabilité, et offre la flexibilité pour changer les exigences. Ils sont conçus avec des caractéristiques standard et facultatives qui augmentent l'efficacité des tests et améliorent l'expérience de test pour l'opérateur. Les systèmes à double colonne sont des instruments polyvalents qui sont couramment utilisés pour les plastiques, les métaux, les matériaux en caoutchouc, les composants automobiles, les composites et les applications de température non ambiante.

#### Principe d'exploitation

Le système communique principalement par l'intermédiaire du contrôleur. Le contrôleur contient un capteur cartes de conditionnement pour les transducteurs du système et transfère des données entre les transducteurs et l'ordinateur. Le contrôleur communique également avec le cadre de charge via une interface de trame (FIB) à l'intérieur du cadre de charge. La FIB relie tous les composants électriques du cadre ensemble.



**Figure II.8.** Machine d'essai statique universel de marque INSTRON 5960 [15].

### II.4.3. Éprouvettes

Les dimensions des éprouvettes sont directement liées aux capacités de la machine et aux types de mesures à réaliser. Pour de faibles déformations de fluage, il est nécessaire de prendre des longueurs de section utile (zone centrale de l'éprouvette à géométrie constant servant de base de mesure) importante pour augmenter la sensibilité des mesures. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes normalisées cylindriques ou plates. Les figures (II.9) et (II.10) donnent des dessins d'éprouvettes types de fluage, employées respectivement par l'industrie aéronautique (Société Nationale d'Étude et de Construction de Moteurs d'Avions SNECMA) et nucléaire (Électricité de France EDF) [14].

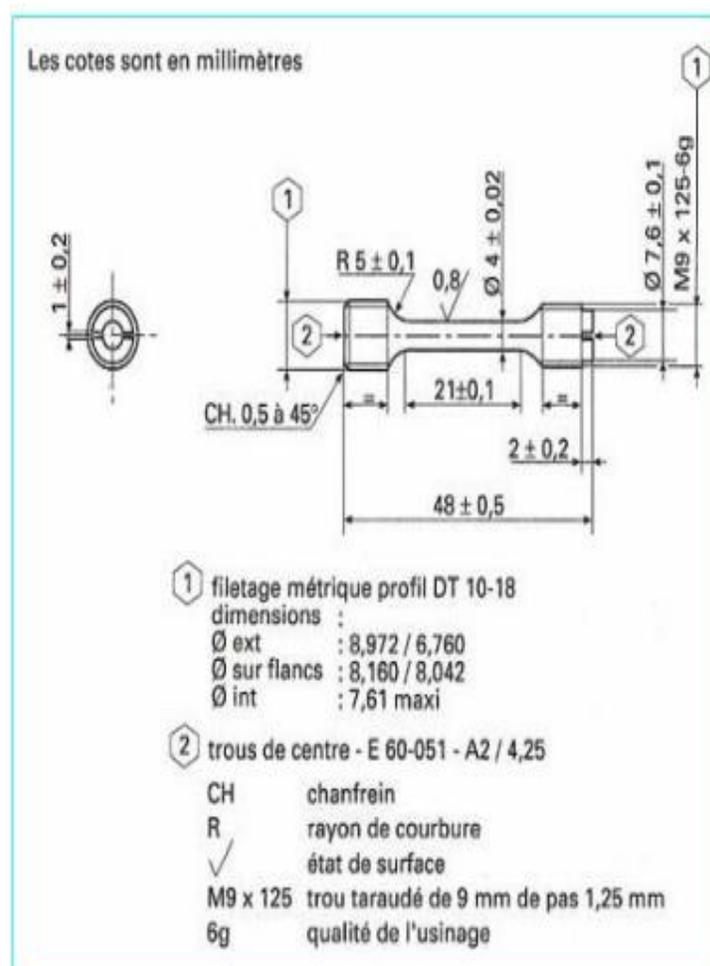


Figure II.9. Éprouvette de fluage pour superalliage base nickel [13].

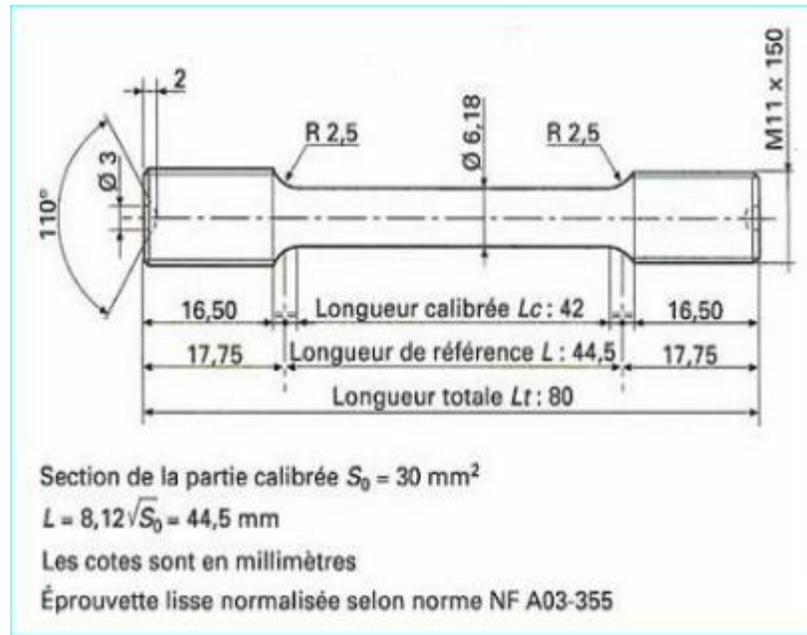


Figure II.10. Éprouvette de fluage pour alliage base fer.

#### II.4.4. Mesure des déformations

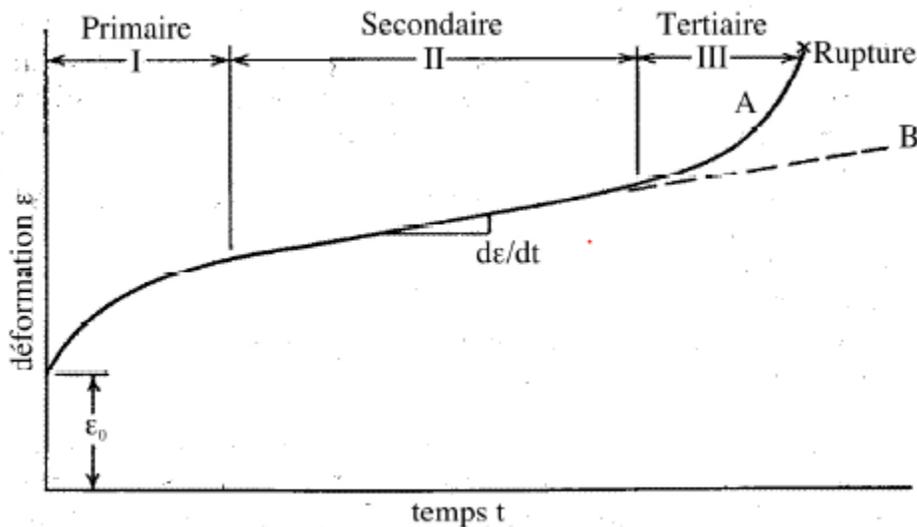
Suivant la précision recherchée et les possibilités d'équipement, différentes techniques sont utilisées.

- La mesure entre mors qui consiste à mesurer le déplacement relatif des systèmes de fixation de l'éprouvette ; cette méthode peut introduire des erreurs importantes.
- L'utilisation d'un extensomètre pouvant être fixé sur les têtes d'éprouvette ou sur la longueur utile de l'éprouvette ; cette dernière méthode est la plus fiable et permet d'approcher au mieux la déformation de l'éprouvette ; si des capteurs électroniques sont associés à l'extensomètre, il est important de les isoler, car ils sont, en général, sensibles aux variations de température et parfois d'humidité.
- La mesure optique qui nécessite une fenêtre de mesure quand un système de chauffage de l'éprouvette est utilisé et des repères précis sur l'éprouvette [13].
- Les extensomètres vidéos sont soit montés sur un pied, soit intégrés à la machine.  
 Une application dédiée gère l'extensomètre et transmet en temps réel les informations mesurées comme le déplacement ou la déformation.

### II.4.5. Courbe de fluage

La Figure II.10 donne la forme classique d'une courbe de fluage donnant la déformation  $\epsilon$  en fonction du temps  $t$ . Un essai de fluage se pratique très généralement sous une contrainte inférieure à la limite d'élasticité macroscopique du matériau. L'étape de mise en charge se traduit alors par une déformation élastique  $\epsilon_0$  de l'éprouvette.

La courbe de fluage permet généralement de différencier trois stades de fluage avant la rupture [9].



**Figure II.11.** Courbe de fluage typique présentant les trois stades du fluage [9].

#### a) Le fluage primaire

La première partie de la courbe correspond à une décroissance de la vitesse de déformation avec le temps. Ce premier stade du fluage est appelé fluage primaire, ou fluage transitoire. A basse température et basse contrainte, comme dans le fluage du plomb à température ambiante, le fluage primaire est le régime de fluage prédominant [9].

$$\epsilon = \epsilon_0 + \beta t^m \text{ ou } 0 < m < 1 \quad (\text{II. 1})$$

La mise en équation du fluage primaire fait intervenir le temps. On retiendra essentiellement la loi du fluage parabolique ou fluage  $\beta$ .

### b) Le fluage secondaire

Le deuxième stade du fluage est nommé fluage secondaire ou fluage stationnaire (en fait « en régime stationnaire »). Il se caractérise par une vitesse de déformation constante. Cette vitesse de déformation est appelée vitesse de déformation minimale et correspond au paramètre de dimensionnement le plus important que l'on puisse tirer de la courbe de fluage [9].

$$\dot{\epsilon} = \beta \sigma^n \exp\left(-\frac{\Delta H}{kT}\right) \quad (\text{II. 2})$$

Où B et n sont des constantes du matériau et DH l'énergie d'activation du mécanisme contrôlant la vitesse de déformation.  $\dot{\epsilon}$  est compris entre 3 et 8 pour la plupart des métaux purs et alliages courants.

### c) Le fluage tertiaire

Le troisième stade du fluage est nommé fluage tertiaire. Il apparaît essentiellement dans les essais menés sous charge constante, à haute température et forte contrainte, lorsque la réduction de la section de l'éprouvette devient effective, soit lors de l'apparition d'une striction, soit à cause de la formation de vides internes à l'éprouvette. Ce troisième stade du fluage est souvent associé à des modifications métallurgiques comme le grossissement des précipités, la recristallisation...

Les modèles théoriques du comportement en fluage déformation et en fluage rupture ne sont pas encore suffisamment au point pour que l'on puisse en tirer des prédictions suffisamment précises pour être utilisées en ingénierie. Il est donc nécessaire de se référer à des données expérimentales fiables [9].

## II.5. Rupture par fluage

Les machines modernes contiennent de plus en plus de composants métalliques susceptibles de travailler longtemps, à haute température et dans des environnements chimiques agressifs.

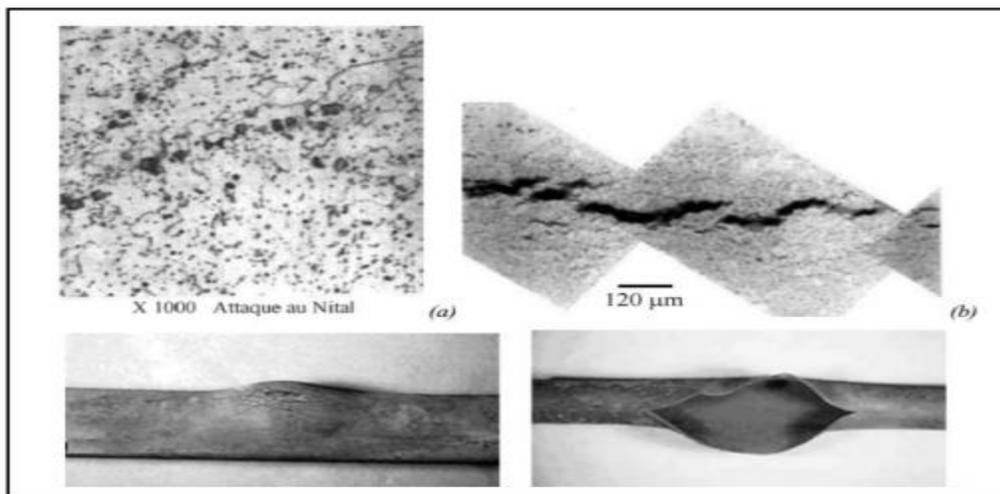
A haute température, il ne suffit plus de se placer en dessous de la limite d'élasticité pour éviter de provoquer l'apparition de déformations irréversibles, il faut en outre tenir compte du facteur temps, car les métaux deviennent viscoplastiques à haute température. En outre, il est observé que le matériau s'endommage au cours du temps ce qui conduit finalement à sa rupture par fluage.

Le fluage est un mode d'endommagement lent et progressif qui a conduit par le passé à plusieurs accidents industriels importants. L'accident le plus catastrophique s'est produit à Bhopal, Inde en décembre 1984 et a causé la mort de plus de trois mille personnes. Cet accident a été attribué à la rupture par fluage d'une tuyauterie transportant un fluide toxique sous pression et à haute température [16].

## II.6. Endommagement par fluage

Lors de la phase de fluage tertiaire, l'endommagement du matériau peut être observé. On parle d'endommagement lorsque de nouvelles surfaces sont créées dans la matière, cavités ou fissures. Plusieurs mécanismes permettent d'expliquer l'apparition d'endommagement de fluage à l'échelle microscopique dans le matériau. Dans tous les cas, ces cavités ou microfissures tendent à coalescer et à former de nombreuses fissures de taille supérieure.

L'endommagement est assez diffus et s'accompagne de déformations plastiques importantes. Enfin, une fissure principale finit par se former et le matériau peut se déchirer ce qui conduit à la rupture (Figure.II.12).



**Figure II.12.** Rupture par fluage en quatre étapes. (a) apparition d'endommagement à l'échelle microscopique, (b) coalescence des cavités conduisant à la formation de microfissures à l'échelle mésoscopique, (c) Endommagement et déformation de fluage localisée sur une tuyauterie, déchirure de la tuyauterie par fluage [16].

### II.6.1. Mécanismes physiques d'endommagement par fluage

Selon la température et la vitesse de déformation, divers mécanismes peuvent être à l'origine de la déformation et de l'endommagement de fluage, à basse température ou forte vitesse de déformation, si l'on observe du fluage se sera généralement un fluage associé au glissement de dislocations, lorsque la température augmente, la diffusion d'atomes en volume devient possible, d'abord près des joints de grains puis partout dans la matière. Dans tous les cas, il est rare que l'endommagement de fluage ne soit pas accompagné de phénomènes de corrosion ou d'oxydation en surface qui sont également plus actifs lorsque la température augmente et pour des temps longs [16].

### II.6.2. Comportement en Fluage des polymères thermoplastiques

Au-delà du comportement mécanique instantané, l'étude de comportement à long terme revêt un intérêt majeur dès lors que les pièces sont soumises à un chargement permanent pendant de longues périodes. Dans ce cas apparaît en effet le fluage caractérisé par l'évolution de la déformation avec le temps. Ce phénomène est amplifié lorsque la température environnante est élevée. Après un rappel des principales notions relatives au fluage et des modèles analytiques disponibles pour décrire ce phénomène, cette partie se focalisera sur le comportement en fluage des polymères thermoplastique [17].

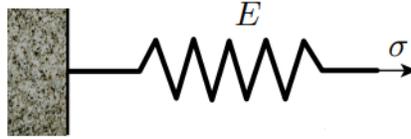
### II.7. Modèles rhéologiques

Un modèle rhéologique est un modèle utilisé pour modéliser le comportement d'un matériau, c'est-à-dire pour simuler sa réponse à une sollicitation mécanique. Concernant la viscoélasticité linéaire, des modèles analogiques empiriques ont été proposés ; ils sont composés d'une combinaison de connexions en série et/ou parallèle de ressorts (de coefficients d'élasticité  $E_i$ ) et d'amortisseurs (de coefficients de viscosité  $\eta_i$ ) élémentaires.

### II.7.1. Modèles élémentaires

- Ressort

Le ressort modélise le comportement du solide élastique et répond à la loi de Hooke [18].



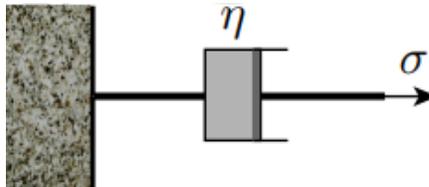
**Figure II.13.** Ressort modèle rhéologie élastique [19].

On désigne par  $E$  la raideur de l'élément définie par la relation linéaire indépendante du temps :

$$\sigma(t) = E\varepsilon(t) \quad (\text{II. 3})$$

- Amortisseur

Modélise le comportement du liquide et répond à la loi de Newton [18].



**Figure II.14.** Amortisseur modèle rhéologie visqueux [18].

Cet élément porte aussi parfois le nom anglais de « dashpot », Son coefficient de viscosité est noté  $\eta$  défini par la relation linéaire indépendante du temps [19] :

$$\sigma(t) = \eta\dot{\varepsilon}(t) \quad (\text{II. 4})$$

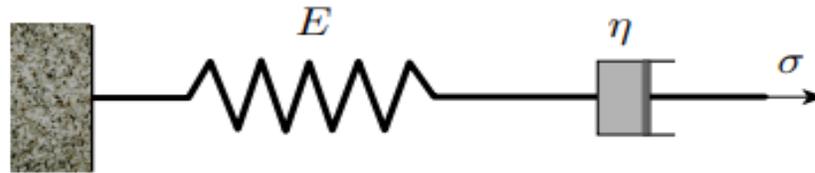
### II.7.2. Modèles viscoélastiques

Comme les polymères présentent ces deux aspects, on utilise généralement des combinaisons de ces deux éléments pour décrire leur réponse mécanique. Deux modèles élémentaires, sont particulièrement utilisés : celui de Maxwell (composé d'un ressort et d'un amortisseur montés en

série, adapté pour décrire les essais de relaxation de contrainte), et celui de Kelvin-Voigt (représenté par un ressort et un amortisseur montés en parallèle) [18].

- **Modèle de Maxwell**

Représente le modèle le plus simple du liquide viscoélastique ; ne décrit pas le fluage ; voir aussi Relaxation de contrainte [18].



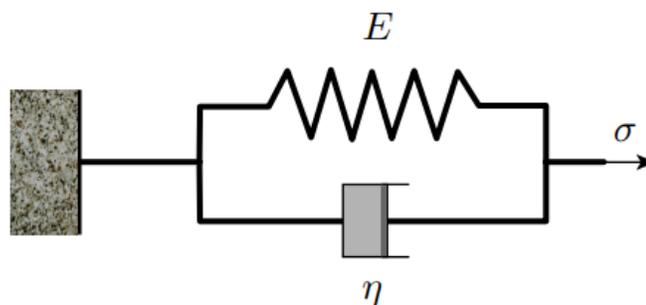
**Figure II.15.** Modèle de maxwell [19].

Vous écrivez une relation sous la forme suivante [19]:

$$f(t) = \left(\frac{1}{E} + \frac{1}{\eta}\right) Y(t) \text{ et } f^*(p) = \frac{1}{E} + \frac{1}{\eta p} \quad (\text{II. 5})$$

- **Modèle de Kelvin-Voigt (ou modèle de Voigt)**

Représente le solide de Kelvin-Voigt ; ne décrit pas la relaxation de contrainte d'un matériau



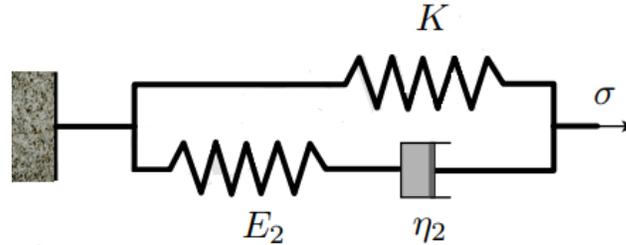
**Figure II.16.** Modèle de Kelvin-Voigt (ou modèle de Voigt) [19].

Vous écrivez une relation sous la forme suivante [19] :

$$r^*(p) = E + \eta p \text{ et } r = \eta \delta + EY \quad (\text{II. 6})$$

- **Modèle de Zener ou modèle du solide linéaire standard (en) (SLS)**

Composé d'un modèle de Maxwell et d'un ressort (apportant l'élasticité instantanée) assemblés en parallèle ; le modèle le plus simple prédisant à la fois le fluage et la relaxation de contrainte ; simule de façon satisfaisante un polymère densément réticulé [18].



**Figure II.17.** Modèle de Zener [19].

Vous écrivez une relation sous la forme suivante [19]:

$$r(t) = [K + E_2 e^{-\frac{E_2 t}{\eta_2}}] Y(t) \quad (\text{II. 7})$$

### II.7.3. Modèles plastiques

- **Modèle de Saint-Venant (ou modèle de Prandtl)**

Ressort et patin assemblés en série ; décrit un comportement solide élastique linéaire parfaitement plastique (élasto-plastique) sans écoulement ; les déformations sont élastiques sous faible contrainte (sous le seuil de plasticité) [18].



**Figure II.18.** Modèle de Saint-Venant (ou modèle de Prandtl) [18].

## Conclusion

Le phénomène de fluage est une évolution des déformations au cours du temps qui peut engendrer l'endommagement du matériau à faible charge, Ce phénomène est sensiblement affecté par l'effet de la température. Différents modèles rhéologiques peuvent être considérés pour mieux modéliser le comportement de fluage des matériaux. L'analyse expérimentale de ce phénomène fait généralement recours à différentes techniques d'accélération, en basant sur le principe de superposition temps-température ou temps-contrainte. Ces techniques sont les seules qui permettent de calculer la durée de vie d'un matériau et prédire son endommagement au court du temps.

## Bibliographes

1. LAOUINI, Abdeldjalil. *Réalisation d'un appareil de fluage des métaux*. Diss. Université Mohamed Khider-Biskra, 2012
2. P. Krawcwak, « Essais mécaniques des plastiques », Enseignant-chercheur au Département Technologie des Polymères et Composites ; de l'École des Mines de Douai.
3. M. Dupeux, Aide-mémoire Science Des Matériaux, Nouveau tirage corrigé DUNOD Paris 2005.
4. F. Saint-Antonin, "Essais de fluage", Techniques de l'ingénieur, M140, 1995.
5. 7Lai J, Bakker A (1995) Analysis of the non-linear creep of high-density polyethylene. *Polymer* 36(1):93-99
6. Hadid M, Rechak S., Tati A. (2004) Long-term bending creep behavior prediction of injection molded composite using stress–time correspondence principle. *Materials Science and Engineering* 385:54–58
7. Jazouli S, Luo W, Bremand F., Vu-Khanha T. (2006) Application of Time-Temperature-Stress Superposition Principle to Nonlinear Creep of Poly (methyl methacrylate). *Key Engineering Materials*. 340-341:1091-1096.
8. Ando N, Matsukawa T, Hattori M, Mashima M (1997) Experimental studies of the long term International Symposium on Non-metallic tensile properties of FRP tendons Proceedings of the 3rd Reinforcement for Concrete Structures (FRPRCS-3) 2:203–210.
9. Ward IM, Sweeney J (2004) an introduction to the mechanical properties of solid polymers. John Wiley & Sons Ltd. , 12 Geosynthetics, Atlanta, USA characterizing long term creep strength of polystergeogrids. Sixth International Conference.
10. Cohen, M. H., & Turnbull, D. (1959). Molecular transport in liquids and glasses. *The Journal of Chemical Physics*, 31(5), 1164-1169.
11. Mercier, J. P., Zambelli, G., & Kurz, W. (1999). Introduction à la science des matériaux (Vol. 1). PPUR presses polytechniques.
12. Bartczak, Z., Galeski, A., Argon, A. S., & Cohen, R. E. (1996). On the plastic deformation of the amorphous component in semicrystalline polymers. *Polymer*, 37(11), 2113-2123.
13. F. Saint-Antonin, "Essais de fluage", Techniques de l'ingénieur, M140, 1995.
14. J. Lai, A. Bakker Analysis of the non-linear creep of high-density polyethylene.
15. Disponible sur :

<https://www.google.com/search?client=opera&q=https.%2F%2Fwww.instron.us%2Fen-us%2Fproducts%2Ftesting-systems%2Funiversal-testing-systems%2Felectromechanical%2F5900-series%2F5960-dual-column&sourceid=opera&ie=UTF-8&oe=UTF-8> le 02 /06/2020.

16. ABDELATIF, B. (2014). Comportement des films métalliques lors d'un essai de fluage (Doctoral dissertation, Université de Biskra-Mohamed Khider).
17. P. Dasappa, Constitutive Modelling of Creep in a Long Fiber Random Glass Mat Thermoplastic Composite (2009).
18. Disponible sur :  
[https://fr.wikipedia.org/wiki/Mod%C3%A8le\\_rh%C3%A9ologique](https://fr.wikipedia.org/wiki/Mod%C3%A8le_rh%C3%A9ologique) le:6/08/2020.
19. Salençon, J. (2009). *Viscoélasticité pour le calcul des structures*. Editions Ecole Polytechnique.

# CHAPITRE III

## Méthodes expérimentales, résultats et discussions

Introduction .....	51
III.1. Matériaux et méthodes .....	51
III.1.1. Préparation du polyamide .....	51
III.1.2. Essai de traction .....	52
III.1.3. Description du comportement de fluage.....	53
III.1.4. Essai de fluage .....	54
III.1.5. Méthode SSM.....	54
A. Ajustement vertical (initial).....	55
B. Le décalage vertical .....	55
C. Remise à l'échelle.....	55
D. Décalage horizontal .....	56
III.2. Résultats et discussion .....	58
III.2.1. Essai de traction.....	58
III.2.2. Test SSM.....	58
Conclusion.....	62
Bibliographes .....	64

## **CHAPITRE III**

### **Méthodes expérimentales, résultats et discussions**

## Introduction

Le fluage est le phénomène physique qui provoque la déformation irréversible différée (non – instantanée) d'un matériau soumis à une contrainte constante (notée  $\sigma_0$ ), même inférieure à la limite d'élasticité du matériau, pendant une durée suffisante. Le fluage ainsi que la relaxation de contrainte sont deux méthodes en quasi statique de caractérisation des matériaux. Les tests et les mesures servent à tester et prédire les déformations et dégradation des constructions (ponts, bâtiments réacteurs (BR) de centrales nucléaires en béton précontraint, etc.) qui influenceront sur leurs performances et qualité au cours de leur vieillissement ou en cas d'aléa sismique. Il y a deux types de comportement liés au fluage : le comportement viscoélastique que l'on rencontre principalement dans les polymères et le comportement viscoplastique qui concerne plutôt les métaux et céramiques, [1].

Dans la présente partie, une étude expérimentale est effectuée sur un Polyamide PA6 en utilisant la méthode des iso-contraintes par étapes(SSM). La démarche de traitement des données et la construction de la courbe maitresse de fluage seront détaillées pour prévoir le comportement viscoélastique du matériau à long terme. Une fonction de régression exponentielle sera utilisée à cet effet.

### III.1. Matériaux et méthodes

#### III.1.1. Préparation du polyamide

Le matériau utilisé dans la partie expérimentale est un polyamide 6, marque de fabrique DOMAMID 6BKBL, fourni sous forme granulaire, avec une température de fusion  $T_f = 221^\circ\text{C}$  et une densité  $\rho = 1,1 \text{ g/cm}^3$  (ISO 1183). Pour préparer les échantillons d'essai, les procédés de formage suivants sont effectués :

- i) Extrusion : Les composés polyamides sont mélangés à l'aide d'une extrudeuse Thermo Scientific HAAKE PolyLab QC (vitesse de rotation de 30 tr/min et des zones chauffées d'environ  $221^\circ\text{C}$  en température moyenne), figure III.1.
- ii) Moulage par compression : des plaques de Polyamide 6, d'une épaisseur de 4 mm, sont fabriquées par moulage par compression. Les compounds de PA6 sont chauffés à une

température de fusion et pressés dans un moule rectangulaire sous pression progressive(jusqu'à 200 bars). La presse hydraulique de laboratoire (Schwabenthan Polystat 300 S) est utilisée pour une durée totale de 10 minutes (4 minutes pour le préchauffage et 6 minutes pour la compression), figure III.2.

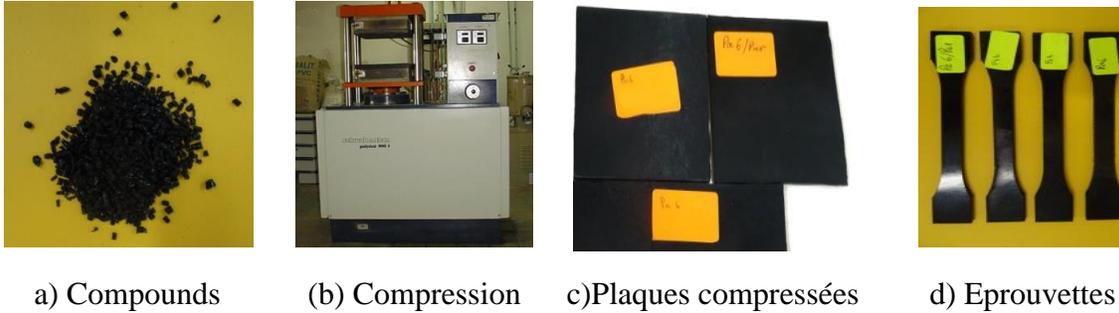
iii) Découpage des plaques de polyamide : une fraiseuse C.N.C. est utilisée pour l'usinage des éprouvettes sous forme d'haltère.



**Figure III.1.** Préparation des compounds.

### III.1.2. Essai de traction

Des essais de traction ont été effectués à l'aide des éprouvettes de PA6 modérément minces. Les tests sont effectués sur une machine d'essai Instron5960 équipée d'un capteur de Force 5 kN, selon la norme ASTM D-638. La déformation est mesurée avec un extensomètre vidéo avancé (AVE). Cette technique est basée sur la mesure des déformations longitudinales et transversales dans une surface élémentaire définie à l'aide d'un système à 4 points marqués sur l'échantillon, Figure III.3. Les éprouvettes sont parfaitement serrées aux deux extrémités dans les mâchoires, une de ces mâchoires est fixée ; l'autre est mobile et lié à un système d'entraînement avec une vitesse de déformation de 1 mm/min. Les échantillons sont chargés à la température ambiante (25 °C) et à 30 % de l'humidité.



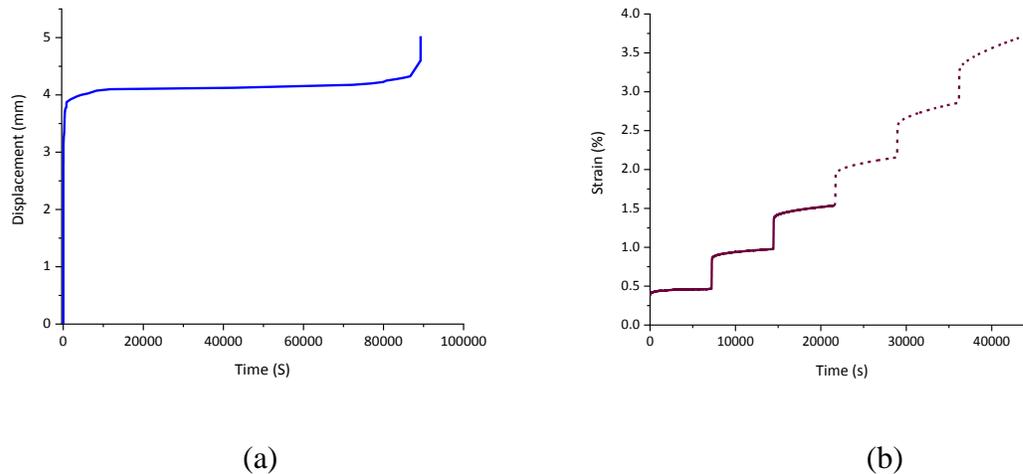
**Figure III.2.** Préparation du matériau et des éprouvettes.

### III.1.3. Description du comportement de fluage

Lorsqu'un matériau plastique est soumis à une charge ou à une contrainte constante, il peut subir une déformation plastique progressive pendant un certain temps, même si la contrainte appliquée est inférieure à la limite d'élasticité à cette température. La déformation initiale est approximativement prédite par son module d'élasticité. Le matériau continue de se déformer lentement au cours du temps, indéfiniment ou jusqu'à la rupture. La phase de charge initiale est définie pour un taux de fluage qui diminue rapidement au cours du temps, ensuite il atteint un état stable appelé phase de fluage secondaire, suivie d'une augmentation rapide (phase tertiaire) et d'une rupture. Ce phénomène de déformation sous charge dans le temps est appelé fluage. Le degré de fluage dépend de plusieurs facteurs, comme le type de plastique, la charge, la température et le temps requis, Figure III.4a.



**Figure III.3.** (a) Machine d'essai de traction, (b) Extensomètre à vidéo Avancé (AVE).



**Figure III.4.** a) Fluage conventionnel PA6 à 120°C, b) Charge d'iso tension étagée PA6.

### III.1.4. Essai de fluage

L'éprouvette a été fixée d'abord aux mâchoires mécaniques. Avant d'appliquer une charge, une température de 25 °C a été réglée et maintenue constante pendant toute la durée des essais. La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre de pinces et la machine est contrôlée par un logiciel d'acquisition de données permet d'effectuer des séquences de chargement complexes. Une charge de référence de départ a initialement été appliquée à l'échantillon (5 MPa), et cinq étapes d'augmentation des charges sont poursuivies (10, 15, 20, 25, 30 MPa). Une telle étape de charge a été choisie pour un essai de 2 heures. La cellule de mesure était connectée à un ordinateur, où les séquences de charge désirées sont programmées. Le saut de charge d'un niveau à l'autre a été effectué le plus rapidement possible.

### III.1.5. Méthode SSM

La méthode par étapes (SSM) est une évolution de la méthode classique du TSSP. La technique SSM permet de réduire davantage le nombre requis d'éprouvettes pour construire la courbe maîtresse, d'où une seule éprouvette est nécessaire. Cependant, l'approche classique TSSP exige au moins une éprouvette par chaque niveau de contrainte pour produire l'ensemble des courbes de fluage et par la suite la courbe maîtresse [2-4]. Les résultats des tests expérimentaux sont utilisés et traités par niveau pour créer cette courbe finale qui décrit le comportement de l'échantillon et la

prévision à long terme. Le test SSM peut être effectué dans les 24 heures en choisissant à la fois le saut de charge et la durée de chaque étape, ce qui réduit considérablement le temps des tests. Une courbe de fluage SSM typique est illustrée à la figure 4b, où une séquence de chargement d'une éprouvette par un saut de contrainte de 5 MPa et 2 heures comme temps de séjour ont été utilisés. La méthode dépend généralement d'un ensemble de processus clairement exécutés pour atteindre le résultat final et obtenir la courbe maîtresse ; ceci peut se résumer comme suit :

### **A. Adjustment vertical (initial)**

Au début de l'expérience, une fois l'éprouvette est soumise à la charge, un glissement se produit au niveau du contact entre l'échantillon et la mâchoire de la machine. Une étape initiale de réglage vertical est nécessaire pour permettre la correspondance du vrai point de départ de chaque courbe.

### **B. Le décalage vertical**

La base de SSM est d'effectuer des sauts instantanés de la charge appliquée avec des valeurs croissantes pendant des périodes du temps. Le passage d'une charge à un niveau supérieur est instantané et aucune déformation réelle n'est observée. Cependant, un changement de déformation est observé principalement en raison de la nature élastique du matériau. Cette étape thématique dépend de l'effacement d'un élément d'élasticité, pour lier le début de l'allure de la courbe actuelle avec à la fin de la courbe précédente.

### **C. Remise à l'échelle**

En fait, le fluage à chaque étape est l'accumulation de la déformation de fluage résultant de la contrainte appliquée dans le niveau de contrainte actuel, et aussi de la déformation de fluage des étapes précédentes. Ainsi, une série de courbes consécutives et dépendantes devrait être séparée. Cependant, la réponse de fluage du matériau est considérée comme un comportement invariant, car si la charge appliquée est différée d'une période de temps la réponse de l'éprouvette est différée d'autant. Dans cette étape, on vise à chercher un temps de remise à l'échelle qui reflète physiquement un point de départ de chargement, en supposant que l'essai ait été effectué sous la même contrainte, mais sur une éprouvette non soumise à des contraintes auparavant. Selon le

principe de superposition temps-température (TTSP), ce prétraitement est essentiel pour remplir les conditions unifiées du principe de Boltzmann.

Afin de calculer les facteurs de la remise à l'échelle, une fonction exponentielle est proposée pour extrapoler les courbes expérimentales du fluage brut à court terme, Eq.III.1.

$$y = y_0 + A_1 \cdot \exp(-x/t_1) + A_2 \cdot \exp(-x/t_2) \quad (\text{III.1})$$

Où  $y_0$ ,  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $t_1$  et  $t_2$  sont des constantes, qui peuvent être calculées en comparant avec les données expérimentales.

Deux autres fonctions d'ajustement sont généralement utilisées : Les fonctions polynômiales de troisième degré ont été utilisées dans le travail [5], définies par l'Eq.III.2 et la fonction de puissance présentée et analysée par plusieurs auteurs, entre autre Hadid et al. [6] Les deux fonctions nécessitent une marge limitée dans le processus d'extrapolation, d'autres détails sont discutés dans la section suivante.

$$y = y_0 + a_1 \cdot x + a_2 \cdot x^2 + a_3 \cdot x^3 \quad (\text{III.2})$$

$$y = c_0 \cdot (x - x_0)^n \quad (\text{III.3})$$

$a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$ ,  $y_0$ ,  $c_0$ ,  $x_0$  et  $n$  sont des constantes calculées à partir de données expérimentales.

#### D. Décalage horizontal

Le décalage horizontal est un déplacement horizontal des courbes en termes du temps logarithmique. Elle peut être obtenue en calculant le facteur de décalage ( $\alpha_\sigma$ ), qui est le rapport entre le temps pour qu'un processus viscoélastique se dérouler à une contrainte arbitraire et le temps pour que le même processus se déroule à une contrainte de référence. La déformation de fluage est définie comme suit :

$$\varepsilon(\sigma_r, t) = \varepsilon(\sigma, t / \alpha_\sigma) \quad (\text{III.4})$$

Où  $\varepsilon$  est la contrainte de fluage en fonction de la contrainte et du temps,  $\sigma_r$  est la contrainte de référence,  $\sigma$  est la contrainte élevée et  $\alpha_\sigma$  est le facteur de décalage.

Les courbes de fluage indépendantes peuvent être décalées le long de l'axe logarithmique du temps pour obtenir la courbe maîtresse de fluage pour une contrainte de référence. L'évolution du facteur de décalage qui exprime le taux de fluage peut être représenté par deux modèles, à savoir le modèle modifié de Williams-Landel-Ferry donné par l'Eq. III.5, ou le modèle Eyring donné dans Eq. III.6, [4].

$$\log(\alpha_\sigma) = \frac{C_1 \cdot (\sigma - \sigma_r)}{(C_2 + \sigma - \sigma_r)} \quad (\text{III.5})$$

Où  $C_1$  et  $C_2$  sont des constantes matérielles

$$\log(\alpha_\sigma) = \log\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_r}\right) = \frac{V^*}{2.30 \cdot k \cdot T} (\sigma - \sigma_r) \quad (\text{III.6})$$

Où  $\dot{\varepsilon}$  et  $\dot{\varepsilon}_r$  sont la vitesse de déformation et la vitesse de référence respectivement,  $V^*$  volume d'activation,  $k$  est la constante de Boltzmann,  $\sigma$  et  $\sigma_r$  sont les valeurs de contrainte et de référence, respectivement.

L'équation III.6 convient mieux au cas présent, puisque la température de fluage est inférieure à la température de transition vitreuse. De plus, le polyamide 6 est un polymère semi-cristallin, et il est plus approprié d'utiliser le modèle Eyring [3, 4, 7].

Toutefois, la vitesse de déformation est considérée comme un facteur de contrôle de la réponse au polyamide et du comportement de fluage. Il peut être déterminé graphiquement pour chaque niveau de contrainte à partir de la pente de la partie de fluage secondaire de la courbe déformation/temps de résultat expérimental, Eq. III.7.

$$\dot{\varepsilon}_i = \Delta\varepsilon_i / \Delta t_i \quad (\text{III.7})$$

La remise à l'échelle et le décalage logarithmique peuvent être effectués graphiquement, mais il est préférable de suivre une procédure numérique à chaque étape de contrainte.

## III.2. Résultats ET discussion

### III.2.1. Essai de traction

Les essais de traction sont effectués à une vitesse de déformation constante à l'aide d'un extensomètre non destructif pour analyser la courbe de traction monotone du matériau polyamide préparé en laboratoire. La figure III.5 illustre l'évolution de la contrainte par rapport à la déformation mesurée jusqu'à 0,042%. Le matériau présente une relation linéaire suivant une loi de Hooke. La pente de la tangente à la courbe contrainte-déformation dans toute la gamme élastique est mesurée (2,9 GPa) et une valeur de 61 MPa est enregistrée comme une résistance à la traction à l'allongement de l'élasticité. Le plus important dans cette courbe est la limite élastique 37 MPa à utiliser ensuite comme un pilote dans l'expérience de fluage. Le reste de l'étude porte sur les caractéristiques évoluent lorsque ce matériau est exposé à des contraintes qui augmentent progressivement avec des sauts réguliers.

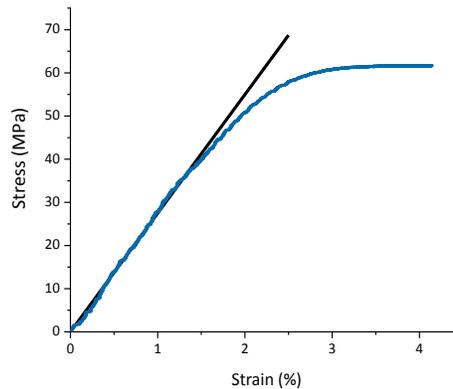


Figure III.5. Courbe de traction de PA6.

### III.2.2. Test SSM

Un simple glissement des mâchoires est exclu lors du chargement des éprouvettes. Un ajustement vertical initial est effectué sur les données enregistrées. Toutes les courbes de fluage sont tracées en référence à un décalage constant ( $\epsilon_0=0.369\%$ ). Cependant, une augmentation de la déformation est observée à chaque saut de contrainte de la figure 6a.

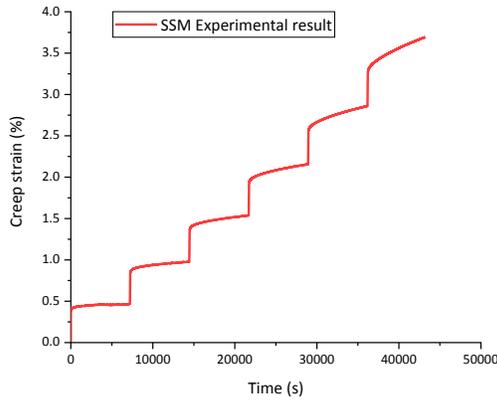
En fait, une partie élastique qui est une réponse réelle de la fonction rampe (pente) appliquée au début de chaque contrainte est observée entre les niveaux de contrainte successifs. La déformation élastique de polyamide est mesurée et éliminée dans les courbes de déformation/ temps. Comme le module élastique est affecté après une période de fluage, les courbes de fluage à court terme sont ajustées verticalement selon la référence [3]. Ceci est réalisé graphiquement en faisant correspondre chaque point final de la courbe de déformation actuelle avec le point de départ de la courbe suivante. Ainsi, une série de courbes de fluage pure pour chaque niveau de contrainte est illustrée sur la figure III.6b.

D'autre part, afin de tenir compte de l'historique des contraintes et de construire une courbe maitresse de fluage, une remise à l'échelle horizontale est nécessaire. Les résultats de fluage à court terme sont des réponses dépendantes, qui reflètent un comportement de fluage sous une contrainte accumulée. De la même manière que la méthode TSSP, ces courbes à court terme sont décalées vers la gauche afin de rechercher le temps approprié qui correspond à la déformation initiale de la contrainte de référence. À cette fin, les données expérimentales sont ajustées à l'aide du modèle exponentiel décrit ci-dessus (Eq.III.1).

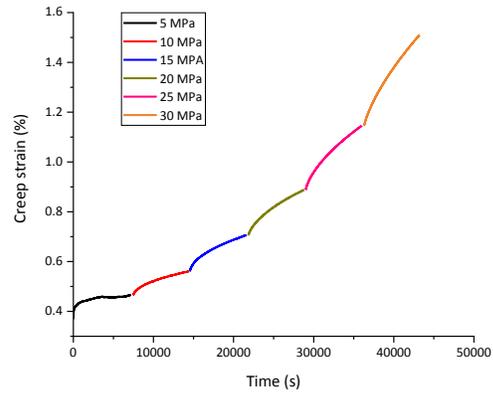
Notant qu'une régression non linéaire est effectuée à l'aide d'un outil numérique selon un processus itératif (algorithme Levenberg-Marquardt). La figure 6c montre une excellente régression des résultats expérimentaux. On remarque que courbe exponentielle s'adapte parfaitement aux données expérimentales de la courbe à court terme avec une valeur  $R^2$  de 0,999.

Cependant, la première valeur du tableau 1 montre que la régression de la première courbe de fluage (5 MPa) obtenue par la fonction exponentielle est en bon accord avec la prévision de  $\epsilon_0$  à  $t=0$  ( $t \approx -20$  s).

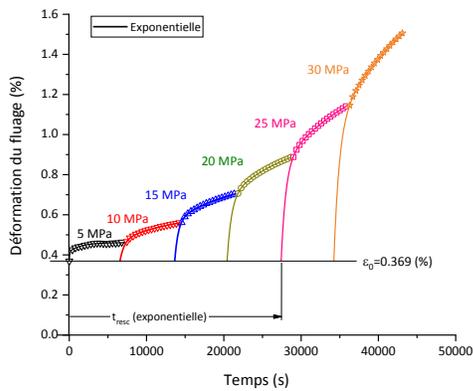
Contrairement à certains travaux [8], on peut voir que les résultats obtenus dans le présent travail concernant le temps de remise à l'échelle sont plus long avec la courbe de régression exponentielle. Physiquement, ceci est en bon accord avec l'effet de la vitesse de déformation, une fois que cette vitesse augmente, la pente de la courbe est systématiquement élevée, et donc, le temps de remise à l'échelle est susceptible de prendre des valeurs significatives.



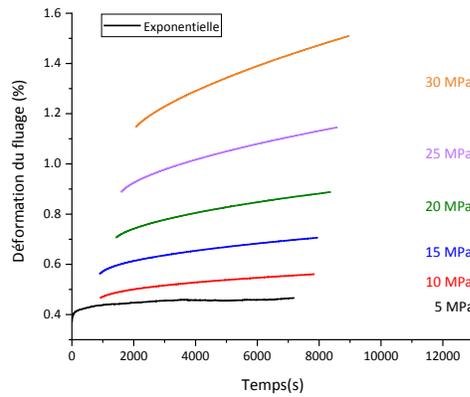
(a) Test de fluage par SSM



(b) Elimination de la zone élastique et le décalage vertical



(c) Extrapolation des courbes de fluage à court terme



(d) Remise à l'échelle

**Figure III.6.** Traitement des données brutes de SSM.

La méthode la plus avantageuse de la présente approche consiste à considérer la totalité de données de l'intervalle du temps dans le processus de lissage. Contrairement à d'autres travaux [3, 9, 10] où seule une période limitée avant et après le moment d'application de la contrainte est extrapolée. De plus, la performance de la fonction exponentielle est encore confirmée ici.

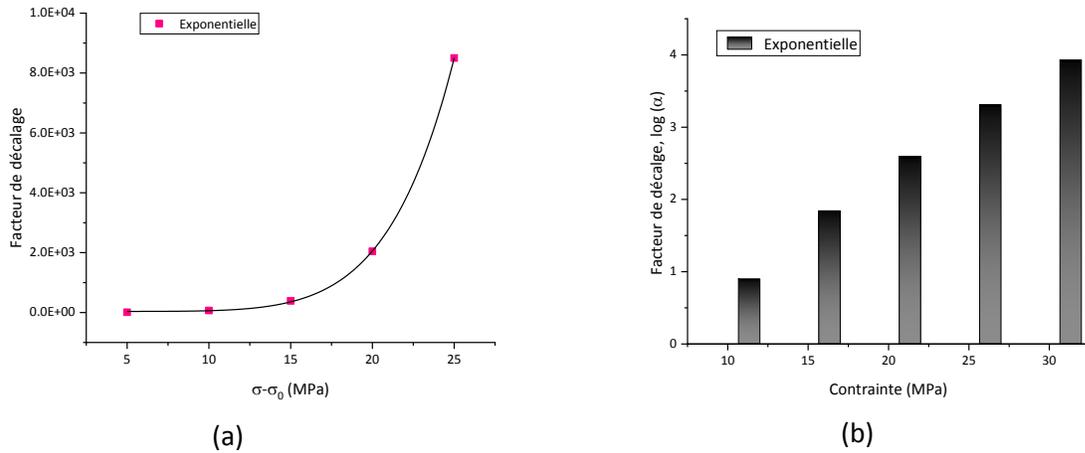
**Tableau III.1.** Valeurs de remise à l'échelle avec régression exponentielle.

Charge (MPa)	Temps de remise à l'échelle (h)
5	-0,0056
10	1,8194
15	3,7889
20	5,6722
25	7,6139
30	9,5083

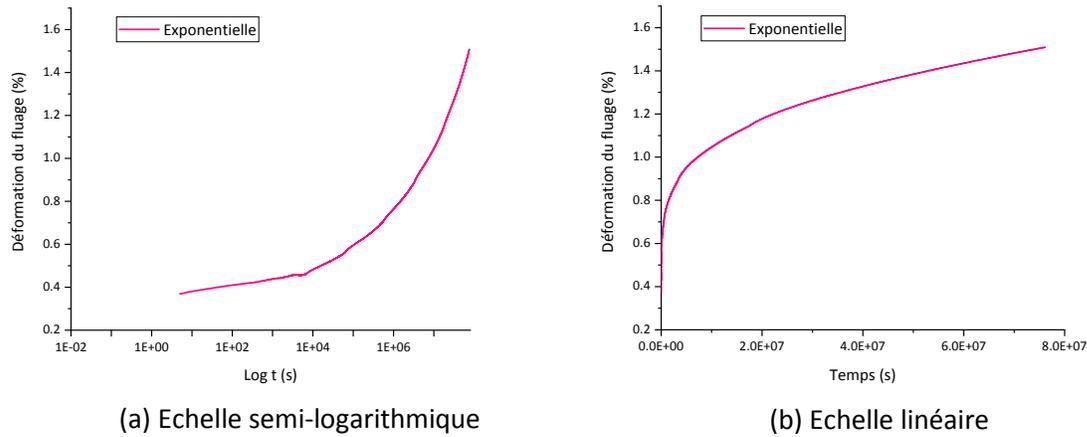
L'étape de remise à l'échelle conduit à un ensemble de courbes de fluage indépendantes sous plusieurs niveaux de contrainte comme illustré sur la figure III.6d.

Afin d'achever la construction de la courbe maîtresse, par le biais des facteurs de décalage, l'égalité entre la déformation au départ du niveau actuel et celle à la fin de niveau précédent doit être établie. Le décalage logarithmique peut être fait graphiquement, mais un processus numérique est adopté. La figure III.7a illustre les facteurs de décalage calculés pour un ensemble de courbes indépendantes obtenues pour la fonction de régression exponentielle. On constate que les valeurs sont croissantes et suivent une fonction de puissance. La figure 7b représente les histogrammes de  $\log(\alpha_\sigma)$ , à première vue, une variation presque linéaire peut être notée.

Le même processus numérique est appliqué pour dresser le décalage des courbes indépendantes de fluage par rapport à l'axe du temps  $t$ . Deux courbes maîtresses pour la prédiction de fluage à long terme en échelle du temps semi-logarithmique et linéaire sont tracées sur les figures III.8a et III.8b, respectivement. La présente technique a permis d'obtenir des courbes maîtresses de fluage lisses et continues entre les déformations de chaque niveau. La courbe maîtresse unifiée obtenue par la remise à l'échelle exponentielle couvre une période de 2.45 ans.



**Figure III.7.** Facteurs de décalage vs. Charge de contrainte, (a)  $\alpha\sigma$  et (b)  $\log(\alpha\sigma)$ .



**Figure III.8.** Courbe maîtresse de fluage.

## Conclusion

Le comportement vicoélastique de plaques de polyamide 6 modérément minces préparées au laboratoire a été examiné. Les propriétés élastiques du présent matériau sont dans la plage des normes des polyamides industriels fournis sous forme de plaques épaisses. La méthode iso-contraintes par étapes est utilisée pour construire la courbe maîtresse de fluage du PA6 avec une seule éprouvette. Le traitement des données brutes de la SSM a révélé que l'étape de remise à l'échelle est la plus importante par rapport aux autres étapes. En conséquence, une attention particulière doit être accordée à la fonction d'extrapolation qui peut remplir avec précision le temps initial pour atteindre la déformation maximale du niveau de référence.

Cependant, des facteurs de décalage appréciables sont estimés par la fonction exponentielle, et par conséquent, une courbe maîtresse à long terme a été obtenue. La construction de la courbe maîtresse montre que l'équation d'Eyring décrit bien la relation entre les facteurs de décalage et les contraintes de fluage.

## Bibliographers

1. Disponible sur :  
<http://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Fluage&action=history>, Fluage, in: Wikipédia (Ed.) Wikipédia, 2020.
2. Ş. Dan-Andrei, Viscoplastic behaviour of polyamides, in: Viscoelastic and viscoplastic materials, IntechOpen, 2016.
3. G. Atidel, N. Saintier, A. Dhiab, F. Dammak, Étude du comportement mécanique d'un polyamide 66 chargé de fibres de verre courtes, *Mécanique & industries*, 12 (2011) 333-342.
4. I. Gnip, V. Kersulis, S. Vaitkus, S. Veyelis, Long-term prediction of creep strain of expanded polystyrene, *Mechanics of Composite Materials*, 41 (2005) 535-540.
5. F. Achereiner, K. Engelsing, M. Bastian, P. Heidemeyer, Accelerated creep testing of polymers using the stepped isothermal method, *Polymer Testing*, 32 (2013) 447-454.
6. M. Hadid, B. Guerira, M. Bahri, A. Zouani, Assessment of the stepped isostress method in the prediction of long term creep of thermoplastics, *Polymer testing*, 34 (2014) 113-119.
7. J. Raghavan, M. Meshii, Creep of polymer composites, *Composites Science and Technology*, 57 (1998) 1673-1688.
8. M. Hadid, B. Guerira, M. Bahri, K. Zouani, The creep master curve construction for the polyamide 6 by the stepped isostress method, *Materials Research Innovations*, 18 (2014) S6-336-S336-339.
9. J.-L. Yang, Z. Zhang, A.K. Schlarb, K. Friedrich, On the characterization of tensile creep resistance of polyamide 66 nanocomposites. Part I. Experimental results and general discussions, *Polymer*, 47 (2006) 2791-2801.
10. D. Dean, M. Husband, M. Trimmer, Time–temperature-dependent behavior of a substituted poly (paraphenylene): Tensile, creep, and dynamic mechanical properties in the glassy state, *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 36 (1998) 2971-2979.



## **Conclusion générale**

## CONCLUSION GENERALE

Dans le présent travail, le phénomène de fluage des matériaux polymères a été étudié. Une étude expérimentale est réalisée sur le Polyamide 6. Le matériau est préparé au sein de laboratoires de l'université et l'usine des câbles (Biskra) suivant un protocole de mise en forme standard (extrusion, moulage par compression, découpage des éprouvettes).

Afin de définir le domaine d'élasticité, des tests de traction sont effectués. D'ailleurs, tous les matériaux sont sujets à perdre leurs caractéristiques mécaniques au cours de temps. A cet effet, des essais de fluage seront réalisés sur le polyamide pour prédire son comportement viscoélastique à long temps. Puisque le fluage est un mode d'endommagement lent et progressif, plusieurs méthodes à court terme (accélérer) sont adoptées. L'objectif essentiel de ce travail est de construire la courbe maitresse de fluage en utilisant la méthode dite des iso-contraintes par étapes (SSM).

L'élaboration de la courbe de fluage utilisant la technique SSM contrôlé par le logiciel d'accusation *Bluehill* fourni avec la machine de traction Instron 5960, nous a permis de maîtriser les tests de fluage avec un minimum d'éprouvettes. La présente technique est basée sur l'application des charges à plusieurs niveaux et à temps déferés, contrairement à la méthode classique où les éprouvettes sont soumises à des niveaux de températures pour accélérer le fluage. Cependant, et durant le traitement des résultats, une fonction exponentielle est adoptée dans la régression des courbes dans la phase de remise à l'échelle des déformations de chaque niveau. Parallèlement, le principe de superposition a été utilisé dans la méthode SSM avec succès. Les résultats des courbes maitresses de fluage obtenus montrent des courbes lisses et en bon accord avec la courbe typique de fluage. Les zones primaires et secondaires de fluage sont bien représentées. Une prédiction de la déformation due au fluage est estimée de l'ordre de 30 mois.

## Résumé

Dans le présent travail, une étude expérimentale de phénomène du fluage des matériaux polymères (Polyamide 6) est réalisée. On premier lieu, on a procédé à la préparation des matériaux (extrusion, moulage à chaud et découpage des éprouvettes) et à la réalisation des tests de traction simples afin de déterminer le domaine élastique du matériau. Dans une seconde étape, la méthode d'accélération de ce phénomène dite "iso-contraintes par étapes" (SSM) a été appliquée sur une seule éprouvette pour prédire la courbe maitresse du fluage avec plusieurs niveaux de contraintes différés d'une période de deux heures. Cependant, une fonction exponentielle est utilisée dans l'étape de la remise à l'échelle des courbes à court terme de chaque niveau. Les résultats obtenus ont montré des courbes maitresses lisses et en bon accord avec la courbe typique de fluage.

## Mots clés

Fluage, méthode SSM, polyamide 6, Fonction exponentielle.

## Abstract

In the present work, an experimental study of the creep phenomenon of polymer materials (Polyamide 6) is carried out. The first step was to prepare the materials (extrusion, hot molding and cutting of the specimens) and to carry out simple tensile tests in order to determine the elastic range of the material. In a second step, the method of acceleration of this phenomenon known as "Stepped iso-stress Method" (SSM) was applied on a single specimen to predict the master curve of creep with several levels of stresses deferred by a period of two hours. However, an exponential function is used in the step of rescaling of the short-term curves of each level. The results obtained showed smooth master curves in good agreement with the typical creep curve.

## Keywords

Creep, SSM method, polyamide 6, Exponential function.

## ملخص

في هذا البحث تم إجراء دراسة تجريبية لظاهرة زحف المواد البوليميرية (بولي أميد 6). لجأنا في المرحلة الأولى إلى تحضير المواد (البثق والتشكيل الساخن وقطع العينات) وإجراء اختبارات شد بسيطة لتحديد النطاق المرن للمادة. في الخطوة الثانية، تم تطبيق طريقة تسريع هذه الظاهرة المعروفة باسم "إجهادات متساوية على مراحل (SSM)" على عينة واحدة للتنبؤ بالمنحنى الرئيسي للزحف مع عدة مستويات من الإجهادات المطبقة لمدة ساعتين لكل منها، يتم استخدام دالة أسية في مرحلة توحيد سلم الزمن للمنحنيات قصيرة المدى لكل مستوى. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها منحنيات رئيسية سلسة و في توافق جيد مع منحنى الزحف النموذجي.

## الكلمات المفتاحية

الزحف، طريقة SSM، مادة البولي أميد 6، الدالة الأسية.