

Influence du temps d'immersion dans l'eau de mer sur la tenue en fatigue d'un matériau composite multidirectionnel verre-polyester

B. REDJEL¹, D. DJEGHADER²

¹Laboratoire de Génie Civil, Université Badji Mokhtar, BP 12, 23000, Annaba, Algérie.

E.mail : bredjel@yahoo.fr

²Département de Génie Civil, Université Mohammed Sedik Benyahia, 18000, Jijel, Algérie.

E.mail : djameldjehader@yahoo.fr

Résumé :

Des courbes de Wöhler obtenues à partir d'essais en fatigue répétée sur un matériau composite multidirectionnel à fibres courtes verre-polyester immergé pendant les périodes de 0, 3, 6 et 9 mois dans l'eau de mer ont été tracées. Ces courbes qui se caractérisent par une dispersion importante dans les valeurs des durées de vie ont été modélisées par des droites. Ce matériau composite verre-polyester se détériore en fatigue à un taux constant par décade de cycle. Ce taux augmente avec l'augmentation du temps d'immersion dans l'eau de mer à vitesse constante. Une comparaison des différents modèles de représentation mathématique des courbes d'endurance montre que l'équation de Wöhler donne de la partie moyenne de la courbe une représentation souvent bonne.

Mots clés : eau de mer – verre-polyester – fatigue – endommagement.

Abstract :

Wöhler curves obtained from repetitive fatigue tests carried out on randomly short fibers reinforced glass-polyester composite material immersed during 0, 3, 6 and 9 months in sea water were drawn. These curves which characterized by an important scatter in their lifetime, have been modeling by straight line. This glass-polyester composite material deteriorates in fatigue tests at a constant rate by cycle decade. This rate increases with the increasing of immersion time in seawater with a constant speed. A comparison between different mathematical models of endurance curves, shows that Wöhler's equation gives a good representation of average part of curve.

Key words: seawater – glass-polyester – fatigue – damage.

1 Introduction

Les matériaux composites stratifiés sont très sensibles aux dommages induits par l'environnement et qui dégradent de façon sévère leurs propriétés physiques et mécaniques [1-2]. Des études intéressantes

sur les effets des conditions de l'environnement sur le comportement des composites ont été rapportées ces dernières années [3-4-5-6-7]. Dans un environnement d'eau de mer et des applications marines, la dégradation des propriétés de ces matériaux qui s'endommagent après un service à long terme est inévitable ce qui constitue un obstacle empêchant leur utilisation étendue [8-9]. Aussi, importe-t-il de comprendre comment ces matériaux se comportent-ils pendant des applications à long terme. L'ensemble des études réalisées dans ce domaine rapportent que l'absorption d'eau constitue un paramètre important dans la dégradation des composés de polymères appliqués dans le domaine marin. Le gain de la teneur en eau augmente la probabilité de la dégradation matérielle. L'absorption d'eau et la longévité d'un composite à base de résine polyester et de résine époxyde pour des applications marines corrélées avec les modifications mécaniques d'exécution ont fait l'objet d'investigations diverses [10-11]. L. Gautier et al [12] rapportent que la dégradation mécanique des résines de polyester n'est pas seulement la conséquence du vieillissement hydraulique mais elle est principalement provoquée par la formation de fentes et de boursouffures. En général, de nombreux facteurs environnementaux à l'origine de l'initiation et du développement des endommagements dans les matériaux composites sont présents en états réels de service. Il paraît donc essentiel que ces matériaux maintiennent leurs propriétés mécaniques avec moins de dégradation dans un environnement d'humidité ou à l'exposition de l'eau. Le comportement en fatigue des matériaux composites renforcés par des fibres courtes aléatoires est encore moins bien compris que celui des composites unidirectionnels. Diverses études se sont consacrées à la prévision et à la caractérisation du comportement en fatigue de ces matériaux dans le but de développer des méthodes analytiques et expérimentales améliorées ainsi que l'établissement de modèles fiables de prévision du comportement mécanique durant la durée de vie. En général, la fatigue des matériaux composites reste un phénomène assez complexe dans la mesure où le dommage qui s'initie est diffus et ses mécanismes qui sont nombreux sont difficiles à identifier et à quantifier. Ceci rend complexe la modélisation et la prévision des durées de vie.

Cet travail a pour but d'étudier l'effet de l'absorption d'eau de mer sous différents temps d'immersion sur la tenue en fatigue d'un matériau composite verre polyester multidirectionnel fabriqué par l'UPS de Chlef (Algérie) et utilisé pour la conduite de l'eau d'irrigation pour l'agriculture ainsi que pour la construction de barques.

2 Protocole expérimental

Le matériau étudié est un composite à matrice polyester renforcé de quatre couches de fibres de verre courtes multidirectionnelles, orientées au hasard. Il est fabriqué par la méthode de moulage au contact sous forme de plaques de 300 x 300 mm², d'épaisseur 4±0,5 mm avec une fraction volumique de fibres de verre de 30%.

Les éprouvettes utilisées ont été découpées aux dimensions de 80 mm de longueur et de 15 mm de largeur comme le recommande la norme EN ISO 14125 [13]. Les échantillons ont été traités dans l'eau de mer pendant 30, 60 et 90 jours, respectivement. Les essais cycliques ont été effectués à charge imposée en flexion trois points sur une machine de type Zwick/Roell de capacité 20 KN pilotée par un microordinateur et dotée d'un logiciel « test expert » permettant l'acquisition et le traitement des données. La distance entre appuis est prise égale à 64 mm. Les échantillons ont été chargés et déchargés de façon répétée avec un rapport R de fatigue de la contrainte minimale sur la contrainte maximale de cyclage égal à zéro et un signal sinusoïdal. La fréquence de chargement a été fixée au minimum possible de 75 cycles /minute soit une fréquence de 1,25 Hz. Le choix de la faible fréquence permet d'éviter tout effet secondaire dû essentiellement à l'échauffement du matériau.

Les éprouvettes ont subi différents niveaux de chargement par rapport à la charge maximale de rupture statique en flexion trois points, soit, 80%, 70%, 60%, 55%, 45%, 35% et 25%. Pour chaque niveau de charge, un minimum de trois éprouvettes a été testé. La résistance à la flexion statique trois points σ_{st} des échantillons avant le traitement a été mesurée sur une machine d'essai mécanique universelle Zwick/Roell à une vitesse de déplacement de la traverse de 2 mm/min. Elle est d'environ 180 MPa et rentre dans l'ordre de grandeur des valeurs mesurées sur des matériaux composites similaires.

3 Résultats et discussions

3.1 Mesure du taux d'absorption d'eau

Le taux d'augmentation ρ de la masse des échantillons en fonction de leur durée d'immersion dans l'eau a été calculé par la formule suivante : $\rho = (M_f - M_i) / M_i$ où M_f représente la masse finale de l'échantillon après immersion dans l'eau et M_i sa masse initiale avant immersion dans l'eau. La masse des éprouvettes avant et après immersion est mesurée à l'aide d'une balance électronique à affichage digital avec une précision de 0,1 mg.

Le changement de masse des échantillons est apparent dès le début de la saturation en eau de mer. Il semble ainsi que la prise d'eau dans une période courte comme utilisée dans cette investigation s'accompagne d'une augmentation monotone du poids avec l'augmentation du temps d'immersion durant les 6 premiers mois comme le montre la figure 1.

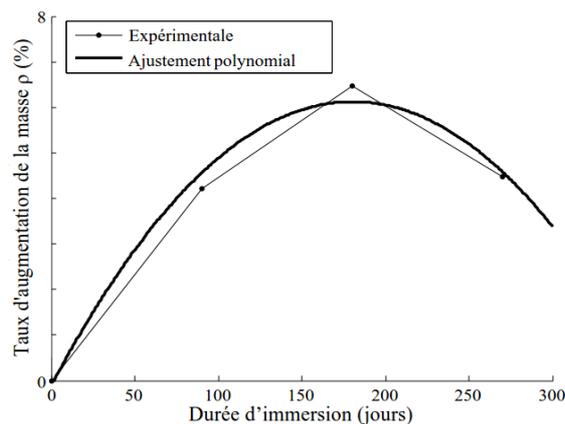


Figure 1 : Gain de masse en fonction du temps d'immersion en eau de mer

On pourrait imaginer qu'au début de l'immersion, les molécules d'eau diffusent et pénètrent rapidement dans le volume du matériau pour occuper les nombreux vides existant, conduisant à une forte augmentation du poids de l'échantillon. Il est considéré que la présence d'un taux de vide élevé dans la matrice et à l'interface fibre-matrice faciliterait cet effet comme signalé par G. Huang [14] sur l'étude du comportement en eau de mer d'un composite verre-polyester. Les éprouvettes immergées dans l'eau de mer pour une durée de six mois présentent la forte augmentation de la masse. Il est clair que l'immersion prolongée dans l'eau peut finalement saturer l'échantillon. Quand les échantillons sont immergés dans l'eau, des molécules de cette dernière pourraient être attirées par les groupes hydrophiles dans les fibres de verre et dans le polyester insaturé. Après un traitement de 6 mois dans cet environnement, un composé soluble serait extrait dans la solution d'eau de mer qui pourrait provoquer la perte de masse à moyen terme expliquant la chute à 9 mois du taux d'absorption par rapport à celui enregistré à 6 mois. De petites taches blanchâtres locales émergentes sur les bords et dans les coins des échantillons se manifestent ce qui pourrait probablement être attribué à l'extraction des matières solubles à l'interface fibre-matrice qui endommage sa cohérence par une dégradation

chimique irréversible. Ce phénomène a été observé aussi par B. Wei et al [15] sur des composites verre-epoxy et basalt-epoxy exposés à l'eau de mer et par M.C. Wang et al [16] dans une étude sur la durabilité chimique d'un composite basalt-epoxy immergé dans l'eau de mer. Ainsi, le comportement illustré par la figure 1 peut résulter probablement de la combinaison de ces deux effets. Notons qu'en raison du phénomène de capillarité, les molécules d'eau présentes dans un matériau composite occupent rapidement l'interphase des composés entre la fibre et la résine [10]. L'interphase fibre/matrice peut alors subir un désossement et peut être dégradée par une réaction d'hydrolyse des groupes insaturés dans la résine [11-12-14]. Par ailleurs différentes études ont montré que si la prise d'eau augmente généralement la masse de l'éprouvette, dans d'autres cas c'est plutôt l'effet inverse qui se manifeste par une diminution du poids due à la destruction de la résine par un phénomène de lessivage [17]. Il est à signaler que la variation de ce comportement peut être simulée dans le cas de cette étude par un ajustement polynomial d'ordre 2 comme l'illustre la figure 1.

3.2 Courbes de Wöhler

Les figures 2, 3, 4 et 5 montrent les résultats des essais de fatigue décrits selon l'équation linéaire de Wöhler : $\sigma_{\text{fat}} = A - B \cdot \log N_R$ où σ_{fat} et N_R représentent respectivement la contrainte maximale appliquée et le nombre de cycles à la rupture. A et B sont des constantes du matériau. Selon de nombreux auteurs A représente la contrainte à la rupture statique de l'échantillon [18-19].

Le critère adopté est la rupture totale de l'éprouvette. La limite d'endurance est fixée à 10^5 cycles pour des raisons pratiques au niveau du laboratoire. Un calcul par régression linéaire a permis d'identifier les valeurs des deux coefficients A et B de la courbe d'endurance pour chaque durée d'immersion.

Le tableau 1 rassemble ces valeurs, les coefficients de corrélation des droites de régression linéaires ainsi que la contrainte à la rupture statique relative à l'environnement normal sans immersion.

Tableau 1 : valeurs des coefficients A et B des courbes de Wöhler

environnement	sec	3 mois	6 mois	9 mois
B	33	32	34	35
A	234	214	212	209
Coef. Cor.	0,86	0,82	0,85	0,91
σ_s	180	-	-	-

Comme il apparaît sur le tableau 1, la comparaison entre les valeurs du coefficient A et de σ_{st} à l'état non immergé montre un écart de 30 % en faveur du premier. Cet écart qui reste significatif peut s'expliquer en partie par l'écart important entre les vitesses de chargements dans ces deux types de sollicitations ainsi que par la dispersion importante des résultats de l'essai de fatigue. Par ailleurs en comparant les pentes des droites de régression des courbes de Wöhler (coefficient B dans le tableau 1), il apparaît qu'elles sont très proches et que les écarts qui les séparent ne sont pas significatifs ; le plus important étant de 9%. Ce constat indique l'effet négatif de l'eau sur la résistance à long terme des matériaux composite verre-polyester. L'augmentation de la durée d'immersion permet à l'eau de diffuser et de pénétrer facilement dans les pores et dans les microfissures de la matrice ce qui amplifie et accélère la détérioration de la structure du matériau et provoque l'altération de l'interface fibre matrice qui se dégrade ainsi dans le temps affectant progressivement les performances du matériau et les diminuant par un effet d'endommagement progressif et diffus. Les groupes d'ester de la résine polyester subissent dans l'environnement marin des réactions d'hydrolyse qui favorisent l'extraction des molécules légères de styrène et de glycol du composite dans l'eau de mer. Ainsi à l'état de dissolution, le chlorure de sodium NaCl se rompt dans l'eau en pièces permettant aux ions de diffuser en parallèle avec les molécules d'eau dans le composite provoquant des endommagements de la matrice, des fibres et des interfaces. Ainsi, malgré la dispersion des essais de fatigue, cette

détérioration progressive du matériau composite engendre une réduction de la durée de vie avec l'augmentation du temps d'immersion dans l'eau de mer pour un niveau de chargement donné.

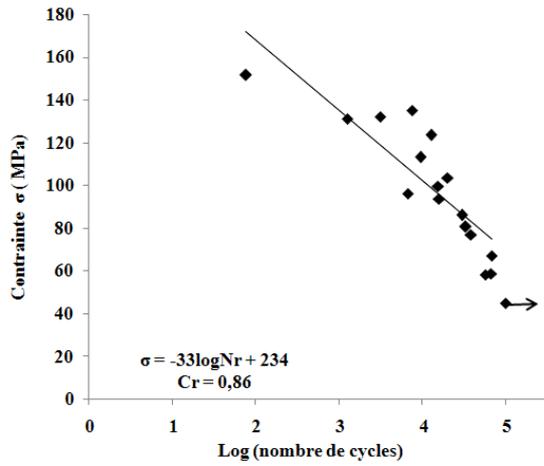


Figure 2 : courbe de Wöhler en milieu sec

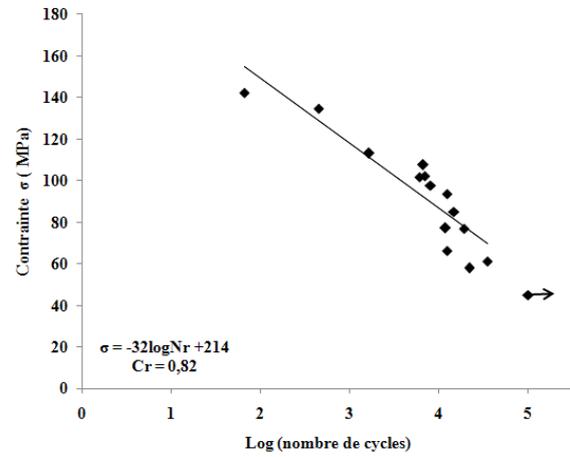


Figure 3 : courbe de Wöhler après 3 mois d'immersion dans l'eau de mer

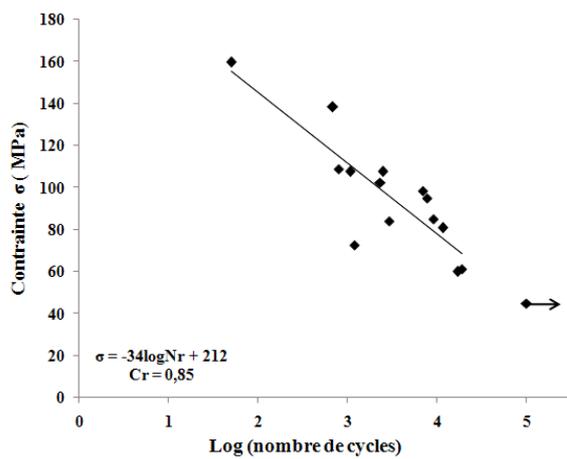


Figure 4 : courbe de Wöhler après 6 mois d'immersion dans l'eau de mer

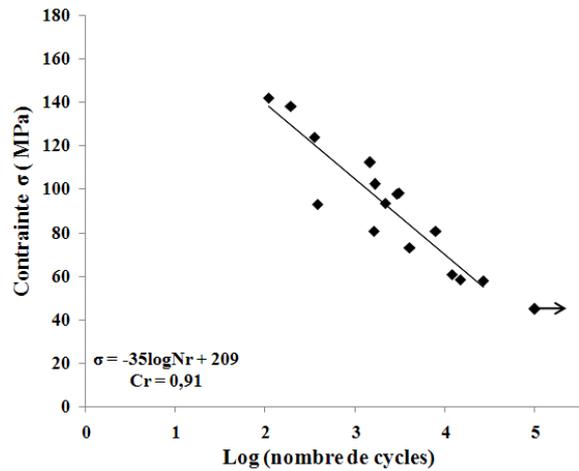


Figure 5 : courbe de Wöhler après 9 mois d'immersion dans l'eau de mer

La figure 6 qui rassemble les 4 courbes de Wöhler correspondantes aux 4 environnements illustre ce comportement. Ces courbes qui montrent des pentes très voisines sont ainsi légèrement parallèles.

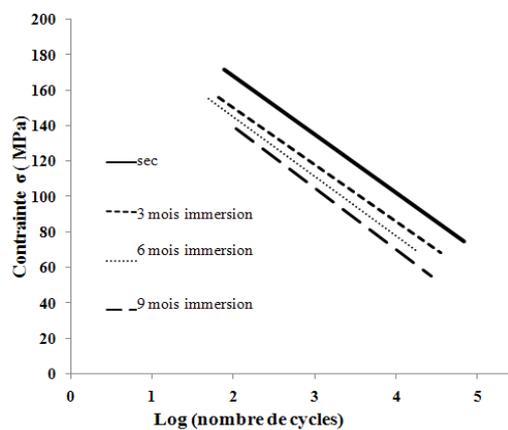


Figure 6 : courbes de Wöhler idéalisées pour les 4 environnements

3.3 Causes de la dispersion

Les valeurs légèrement faibles des coefficients de corrélation linéaires des courbes de Wöhler ne font que traduire l'importante dispersion des durées de vie liée en grande partie à la nature hétérogène des composites étudiés ainsi qu'à la nature des éprouvettes qui ont rarement des caractéristiques comparables. En effet la fraction volumique, la longueur et l'orientation des fibres, la densité et la distribution des défauts ainsi que les caractéristiques physiques et mécaniques diffèrent d'une éprouvette à une autre et d'un endroit à un autre d'une même éprouvette. Ainsi tous les événements précédents la rupture en fatigue dépendent d'une série de processus aléatoires dont la conjugaison se traduit par une importante dispersion dans les résultats de durée de vie entre les éprouvettes soumises à un même niveau de chargement et sollicitées dans les mêmes conditions. Ainsi, il apparaît clairement qu'outre la dispersion naturelle du matériau, le comportement en fatigue possède une dispersion propre couramment admise comme un fait physique du phénomène de fatigue. L'état d'endommagement en fatigue est en général caractérisé par une combinaison de densité et d'orientation des fibres et des microfissures qui semblent être affectées par le chargement ainsi que les états de conditionnement des éprouvettes. L'accumulation et l'évolution de cet endommagement dans le cas des composites étudiés est dû principalement à des mécanismes de microfissuration de la matrice, de décohésion inter faciale, de déchaussement et de rupture des fibres qui confèrent au composite des cinétiques d'endommagement variables conditionnées par sa microstructure et par le type de chargement. De nombreuses études rapportent que les stades d'évolution de l'endommagement dans le cas de chargement cyclique sont de même nature que ceux rencontrés en chargement statique mais de chronologie et d'ampleur différentes. La détérioration des composites s'opère dès les premiers cycles de chargement en fatigue et augmente progressivement en densité jusqu'à la rupture finale. Par ailleurs, la ruine totale ne semble plus être un concept à adopter comme une description qualitative du critère de rupture. L'utilisation des techniques de l'émission acoustique couplées à celles de la vidéosurveillance microscopique pourraient mieux renseigner sur les mécanismes majoritaires d'endommagement en fatigue pour aboutir à un critère de rupture plus descriptif et réduire la dispersion des résultats de durée de vie de ces matériaux.

3.4 Courbes de Wöhler normalisées

Des courbes de Wöhler normalisées pour tous les environnements étudiés sont illustrées par la figure 7. Cette forme de représentation permet de mettre en évidence un taux de dégradation quantifié par la pente (B/A) en valeur absolue de l'équation de Wöhler constant par décade de cycle.

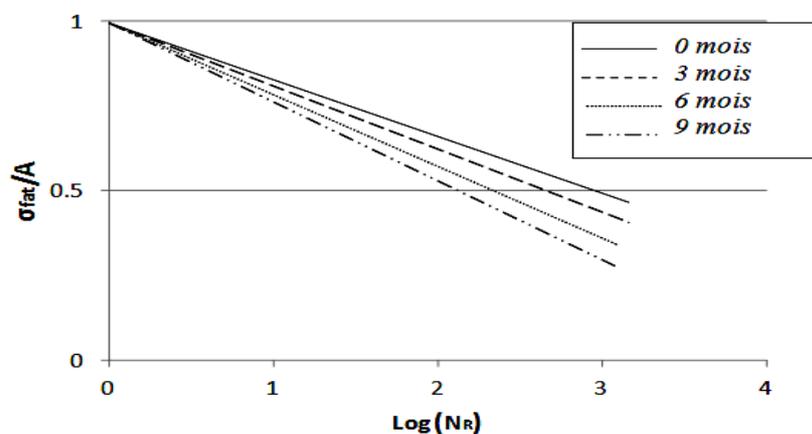


Figure 7: Courbes de Wöhler normalisées à la contrainte à la rupture statique

Ce taux de dégradation augmente avec l'augmentation du temps d'immersion dans l'eau de mer comme l'illustre la figure 8. Cette évolution semble obéir à une loi linéaire

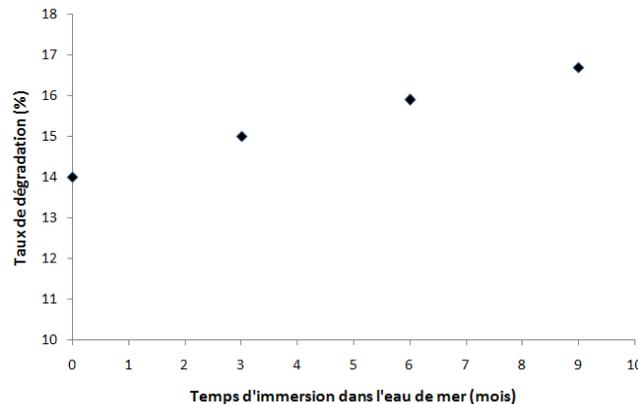


Figure 8 : Variation du taux de dégradation en fonction du temps d'immersion dans l'eau de mer

3.5 Autres formes de représentation

Parmi les différents modèles de représentation des résultats des essais de fatigue synthétisés dans la littérature, ceux dont les coefficients sont faciles à identifier à partir de l'expérience ont été confrontés à la courbe de Wöhler. Ainsi et afin de rendre compte d'une branche asymptotique pour les grands nombre de cycles, Basquin [20] proposa : $\sigma_{\max} = \sigma_{\text{fat}} (2N_R)^x$. σ_{\max} et N_R représentent respectivement la contrainte maximale du cycle considérée et le nombre de cycle à la rupture. σ_{fat} et x sont des constantes du matériau et représentent respectivement le coefficient de contrainte en fatigue et l'exposant de Basquin.

W. Hwang et K.S. Han [21] proposent : $N_R = [C (1-r)]^{1/c}$

C et c sont des constantes du matériau et r le niveau de contrainte appliquée égal à $\sigma_{\max} / \sigma_{\text{st}}$.

Les tracés de $\ln(\sigma_{\max})$ en fonction de $\ln(2N_R)$ pour l'équation de Basquin et de $\ln(1-r)$ en fonction de $\ln(N_R)$ pour celle de W. Hwang et K.S. Han sont des droites dont les coefficients permettent d'identifier les constantes de chaque équation. Ces valeurs sont regroupées dans le tableau 2 avec les coefficients de corrélation R de chaque droite. La figure 9 montre le tracé de ces deux modèles avec celui de l'équation de Wöhler autour des points expérimentaux pour le cas de l'environnement sec.

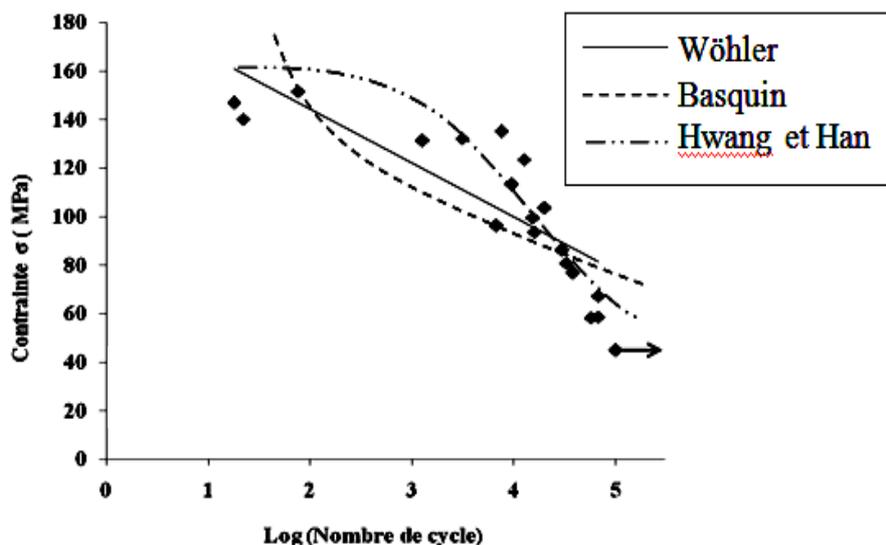


Figure 9: Différentes représentations de σ_{\max} en fonction de $\text{Log } N_R$

Tableau 2 : valeurs des coefficients des équations de Basquin et de Hwang et Han

σ_{fat}	x	R	C	c	R
230	-0,089	0,84	8,85	0,145	0,95

Des constats apparaissent ainsi. Dans le domaine de la fatigue olygocyclique les points expérimentaux sont mieux décrits par l'équation de Hwang et Han. Dans le domaine d'endurances supérieures à 10^5 cycles, l'équation de Basquin qui semble présenter une courbure tendant vers une asymptote, permet de déterminer une limite d'endurance. Cependant étant donné la dispersion importante des points expérimentaux, il apparaît que la courbe de Wöhler de part sa simplicité et bien qu'elle ne puisse rendre compte d'une branche horizontale, donne de la partie moyenne une représentation souvent bonne. Elle peut être utilisée pour des comparaisons de variation de tracé de courbes d'endurance correspondantes à des variations de composition de matériaux, de fréquence d'essai, d'environnement, d'amplitude de sollicitation, etc...

4 Conclusion

- Le changement de masse du composite verre-polyester après avoir subi une immersion dans l'eau de mer est une combinaison de deux effets: l'absorption d'eau et l'extraction de matière soluble. Au stade initial, l'absorption de l'eau est prédominante ce qui engendre une augmentation de la masse et au stade tardif après un traitement dépassant les 6 mois dans l'eau de mer, l'extraction des matières solubles joue un rôle majeur.

- Les résultats de fatigue présentent une dispersion importante caractéristique de ces matériaux composites en sollicitation cyclique. Les courbes de Wöhler modélisées par des droites de régressions linéaires donnent de la partie moyenne une représentation assez bonne.

- Le dommage qui s'initie en fatigue dans ces matériaux est diffus et ses mécanismes qui sont nombreux se développent par le décollement des fibres ou pontage des fissures, par la microfissuration de la matrice et la rupture des fibres, par la décohésion fibre/matrice et par le délaminage. Cette complexité des mécanismes d'endommagement et de rupture rendent complexe la modélisation du comportement ainsi que la prévision des durées de vie en fatigue avec une bonne précision.

- Les matériaux composites verre-epoxy se caractérisent par un taux de dégradation constant au cours de leur durée de vie. Ce taux semble augmenter avec le temps d'immersion à une vitesse constante.

Remerciements

Les auteurs remercient la direction de l'Unité de Recherches Matériaux, Procédés et Environnement UR-MPE de l'Université de Boumerdes pour l'aide apportée à la fabrication des plaques composites.

Références

- [1] G. Huang & S. Hong xia, Effect of water absorption on the mechanical properties of glass-polyester composites, *Materials and Design* 28 (2007), 1647–1650.
- [2] S. Pavlidou, C.D. Papaspyrides, The effect of hygrothermal history on water absorption and interlaminar shear strength of glass-polyester composites with different interfacial strength *Composites: Part A* 34 (2003) 1117–1124.

- [3] K. Takafumi, R.A. Pearson, The moisture effect on the fatigue crack of glass particle and fibre reinforced epoxies with strong and weak bending conditions Part 2: A microscopic study on toughening mechanism *Composite Science and Technology* 64 (2004) 1991–2007.
- [4] J. Zhang, M. Zhan, Visual experiments for water absorbing process of fibre-reinforced composites *Journal of Composite Materials* 38 (2004) 779–90.
- [5] A. Kootsookos, A.P. Mouritz, Seawater durability of glass and carbon polymer composites *Composite Science and Technology* 64 (2004) 1503–11.
- [6] V.A. Alvarez, A. Vazquez, Effect of water absorption on the flexural properties of fully biodegradable composites *Journal of Composite Materials* 38 (2004) 1165–81.
- [7] I. Krystyna, G. Laurent, The effect of water immersion ageing on low-velocity impact behaviour of woven aramid-glass fibre/epoxy composites *Composite Science and Technology* 64 (2004) 2271–8.
- [8] Y. Shan, K. Liao, Environmental fatigue of unidirectional glass-carbon fiber reinforced hybrid composite *Composites : Part B* 32 (2001) 355–363.
- [9] T.K. Tsotsis, S. Keller, K. Lee, J. Bardisc, J. Bishd, Aging of Polymeric composite specimens for 5000 hat elevated pressure and temperature *Composite Science and Technology* 61 (2001) 75–86.
- [10] S. Marais, M. Metayer M, T.Q. Nguyen, M. Labbe, J.M. Saiter, Diffusion and permeation of water through unsaturated polyester resins- influence of resin curing *European Polymer Journal* 36 (2000) 453–62.
- [11] L.H. Strait, M.L. Karasek, M.F. Amateau, Effects of seawater immersion on impact resistance of glass fibre reinforced epoxy composites *Journal of Composite Materials* 26 (1992) 2118–33.
- [12] L. Gautier, B. Mortaigne, V. Bellenger, J. Verdu, Osmotic cracking in unsaturated polyester matrices under humid environment, *Journal of Applied Polymer Science* 79 (2001) 2517–26.
- [13] P. Krawczak, *Essais des plastiques renforcés Techniques de l'Ingénieur, traité plastiques et composites*, AM5 405, Doc. 1-10, 26 pages, p.8.
- [14] G. Huang, Behavior of glass fiber/unsaturated polyester composites under sea water environment”, *Material and Design* 30 (2009) 1337–1340.
- [15] B. Wei, H. Cao, S. Song, Degradation of basalt fibre and glass fibre/epoxy resin composites in seawater, *Corrosion Science* 53 (2011), 426–431
- [16] M.C. Wang, Z.G. Zhang, Y.B. Li, M. Li, Z.J. Sun, Chemical Durability and Mechanical Properties of Alkali-proof Basalt Fiber and its Reinforced Epoxy Composites, *J. Reinf. Plast. Compos.* 27 (2008) 393–407.
- [17] Y. Menail, A. El Mahi, B. Redjel, M. Assarar, Vieillessement en eau de mer d'un matériau composite Kevlar époxyde, *J. of Materials, Processes and Environment*, V2, N1, Mai 2014, pp. 59-66.
- [18] J.F. Mandell, D.D. Huang, F.J. Mc Garry, ASTM STP 772, B.A. Sanders Editor, 1982, pp. 3-32.
- [19] B. Redjel, Fatigue damage in short fiber reinforced composite materials in 8th International Conference on Fatigue of Composites, SF2M, Eighth International Spring Meeting, Ed. S. Degallaix, C. Bathias, R. Fougères, Paris 3-4-5 June 1997, pp. 165-172.
- [20] C. Bathias, J.P. Baillon, *La fatigue des matériaux et des structures* Collection UTC Ed. SA Maloine Paris - France 1980, 547p.
- [21] H. Hwang, K.S. Han, Fatigue of composites-Fatigue modulus concept and life prediction *Journal of Composite Materials* 20 March (1986) 154-165.