HESAM UNIVERSITÉ

Arts et Métiers Sciences et Technologies

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES DES MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR
[Laboratoire PIMM – Campus de PARIS]

THÈSE

présentée par : **Eeva MOFAKHAMI**

soutenue le : **04 mars 2020**

pour obtenir le grade de : **Docteur d'HESAM Université**

préparée à : **École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

Spécialité : **Mécanique - Matériaux**

Effets du soudage par vibration sur la microstructure et le comportement en traction de polymères semi-cristallins renforcés par des fibres de verre

THÈSE dirigée par :
M. MIQUELARD-GARNIER Guillaume

co-dirigée par :
M. LAIARINANDRASANA Lucien

et co-encadrée par :
M. FAYOLLE Bruno

Jury

M. Costantino CRETON, Directeur de Recherche CNRS, Laboratoire SIMM, ESPCI	Président
M. Andrea BERNASCONI, Professeur des Universités, Politecnico di Milano	Rapporteur
Mme Fabienne TOUCHARD, Directeur de Recherche CNRS, Institut P', ENSMA	Rapportrice
Mme Nadia BAHLOULI, Professeur des Universités, ICube, Université de Strasbourg	Examinatrice
M. Bruno FAYOLLE, Professeur des Universités, Laboratoire PIMM, ENSAM	Examinateur
M. Lucien LAIARINANDRASANA, Directeur de recherche, CdM, Mines ParisTech	Examinateur
M. Guillaume MIQUELARD-GARNIER, Maître de Conférences HDR, PIMM, CNAM	Examinateur
M. Laurent GERVAT, Ingénieur de recherche, Technocentre, Groupe Renault	Examinateur
M. Cristian OVALLE-RODAS, Chargé de recherche, CdM, Mines ParisTech	Invité

THÈSE

Remerciements

Au-delà du travail effectué, je retiens de cette thèse, les belles rencontres humaines réalisées tout au long de ces 3 années. Ainsi, je remercie tout d'abord les membres du jury pour leur regard critique sur mon travail. M. Creton, Mme Touchard, M. Bernasconi et Mme Bahlouli, merci pour votre lecture attentionnée de mon manuscrit et vos questions pertinentes.

Je tiens également à remercier l'ensemble de mon équipe encadrante pour leur implication dans ce projet. Merci Laurent pour ton accueil au sein du département matériaux de Renault, je n'oublierais pas nos nombreuses discussions sur les polymères qui ont débuté… dans un télésiège à Aussois ! Côté PIMM, merci Guillaume pour ta confiance et ton implication dans le projet. Merci Bruno pour ton positivisme quotidien, ces 3 années n'auraient pas été les mêmes sans ta présence. Côté CdM, merci Cristian d'avoir rejoint le projet pour me partager tes connaissances en analyse d'images, à la fois sur Avizo et Python. Merci Lucien, je te suis grandement reconnaissante pour les nombreuses heures passées à m'initier à la simulation numérique ainsi que pour nos discussions toujours très intéressantes, stimulantes et passionnées sur les polymères et la mécanique.

Je remercie également l'ensemble des partenaires du projet : Marc Cognet à BASF, Nicolas Schlutig chez Sumika Polymer Coumpouds et Nicolas Dargère de Novares pour leur collaboration à ce projet à travers le partage de connaissance, la fourniture des matériaux de l'étude et l'accès aux machines de soudage.

Merci aux collègues qui ont participé à la réalisation de ce projet : Sylvie Tencé-Girault pour l'analyse SAXS/WAXS et Emmanuel Richaud pour la SEC ainsi que Henri Proudhon, Jan Rojek et Théophile Hourdoux pour leur aide précieuse lors des essais de tomographie au synchrotron SOLEIL. Merci aussi aux scientifiques de la ligne Anatomix de nous avoir permis de réaliser ces analyses : Timm Weitkamp, Mario Scheel et Jonathan Perrin.

Merci à Gaëlle, Laurianne, Anne, Paulo, Frédéric, Alain, Cyril, Jean-Baptiste et Stéphanie pour leur aide précieuse sur les différents équipements que j'ai utilisés pour réaliser mes essais et caractérisations.

Une partie de ce travail a été réalisée par Antoine Vezien, lors de son stage au PIMM. Encadrer un stagiaire aussi intéressé, curieux et motivé a été un réel plaisir. Je te souhaite, Antoine, une belle continuation dans ta vie professionnelle et personnelle !

J’en viens à remercier mes collègues au sein des différentes institutions que j’ai pu intégrer. Chez Renault, merci aux membres de la DEA-TCP pour leur accueil et leur partage de connaissances ainsi qu’à Jean Baptiste Blumenfeld et Nathalie Oudin-Barrois pour la partie tomographie.

Merci à tous les doctorants (mais pas que) du PIMM pour cette ambiance endiablée pendant ces 3 années : les pauses café et les rendez-vous du vendredi soir (mais pas que) à la Fufu ! Merci aux postdocs pour leurs conseils avisés, Pierre et Tiphaine. Aux doctorants passés qui m’ont montré le chemin : Estève, Nicolas, Sebastian, Justine, Maxime Sagnard, Maxime Lacuve, Clément, Gabriel, Yann, Jing, Antoine. Merci à ceux pour qui la rédaction arrive à grand pas (voire même a déjà bien commencé) : Nyhal, Hajar, Khaoula, Antoine-E, Fred, Antoine, Anne, Kheireddin. Merci à la nouvelle génération qui est là pour la relève. Sans oublier une mention spéciale pour mes supers co-bureaux, Romain et Corentin. Merci de m’avoir supporté pendant la phase de rédaction et merci pour votre présence qui a rendu le bureau 9-3/4 si accueillant et chaleureux !

J’ai également eu la chance de pouvoir passer cette dernière année de thèse au Centre des Matériaux. Merci à mes collègues de promo pour nos échanges chaleureux. Alexiane, ton accueil dans le B108 m’a sauvé de la solitude, j’ai beaucoup aimé partager ces journées de rédaction avec toi et ton aide sur python a toujours été la bienvenue ;) ! Merci aussi à tous les locataires de ce bureau : Natan, Rafaelle, Jordan, Moad, Alexandre et Aldo pour votre bonne humeur constante ! Merci Julie pour les nombreuses discussions devant Avizo en salle calcul et surtout pour ton énergie contagieuse ! Merci au couloir de l’aile B avec qui j’ai partagé de nombreux repas de midi autour de discussions toujours intéressantes même quand c’était à propos de la formule 1 !

Merci aussi aux amis de longue date de l’UTT et aux petits nouveaux de *La Flore* pour tous les bons moments partagés à Paris et ailleurs et pour votre présence le 4 mars !

Merci Martin pour tout et en particulier pour la planification de ce beau voyage autour du monde qui m’a motivé à finir ce manuscrit au plus vite (même si le SARS-CoV-2 risque fortement de transformer ce projet en tour du salon…).

C’est au tour de ma famille sans qui la vie n’aurait pas le même parfum ! Merci à mes grands-parents, mes oncles et tantes, mes cousins, maman, papa et mes frères et sœurs pour tous les moments de bonheur partagés et pour votre soutien inconditionnel dans les moments difficiles.

Être en thèse en même temps que mes deux frères a été une expérience originale que nous avons souhaité souligner en concoctant une énigme à résoudre à travers nos trois manuscrits. Le mystère de cette Trinithèse ne sera solvable que lorsque la dernière thèse sera achevée mais je vous en livre dès à présent une clé :

« Non, la science ne dit pas le Vrai »

Eppur si muove !

Sommaire

Liste des abréviations et notations 1

Introduction générale 3

Chapitre 1 : Etude bibliographique 7

1.1 Contexte industriel : le répartiteur d'air, une pièce du circuit d'admission 7
1.1.1 Cahier des charges et validation usuelle du répartiteur d'air 7
1.1.2 Matériaux et procédés utilisés pour la fabrication du répartiteur d'air 9
1.2 Microstructure multi-échelle des polymères thermoplastiques 12
1.2.1 Morphologie des polymères semi-cristallins 12
1.2.2 Les différentes phases cristallines des polymères de l'étude 15
1.2.3 Les mécanismes de déformation au sein des polymères semi-cristallins 19
1.2.4 Les polymères renforcés par des fibres de verre courtes 21
1.3 Les procédés de mise en forme 24
1.3.1 Le procédé d'injection 24
1.3.2 Le procédé de soudage par vibration 28
1.4 Les modifications de la microstructure lors de l'opération de soudage 31
1.4.1 Interdiffusion macromoléculaire à l'interface 31
1.4.2 Variation de la morphologie cristalline au sein de la zone affectée thermiquement (ZAT) 34
1.4.3 Réarrangement spatial des fibres de verre au sein de la zone soudée 42
1.5 Conclusions de l'étude bibliographique 47

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes 49

2.1 La campagne de soudage du polyamide 49
2.2 La campagne de soudage du polypropylène 51
2.3 Les essais de traction 52
2.3.1 Justification du choix de chargement 52
2.3.2 Géométrie des éprouvettes 53
2.3.3 Vitesse de sollicitation 54
2.3.4 Séchage des éprouvettes 55
2.3.5 Mesure de la déformation à l'aide d'un extensomètre vidéo 56
2.3.6 Mesure de la déformation par corrélation d'images numériques 2D 57
2.4 La Chromatographie d'Exclusion Stérique (SEC) 60
2.5 La Microscopie optique en transmission sous lumière polarisée 61
2.6 La Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) 61
2.6 La diffraction des rayons X (SAXS et WAXS) 63
2.7 La tomographie aux rayons X (tomographie RX) 64
2.7.1 Le principe de fonctionnement 64
2.7.2 L'acquisition des données au synchrotron et la reconstruction des fichiers volumiques 64
2.7.3 Le post-traitement des données 65

Chapitre 3 : Effets du soudage sur la microstructure et le comportement en traction du PA66-GF30 71

3.1 Les propriétés mécaniques en traction des assemblages soudées en PA66-GF30 71
3.2 Caractérisation de la matrice polymère 74
3.2.1 Caractérisation de la longueur des chaînes polymères 74
3.2.2 Caractérisation de la morphologie cristalline de la matrice dans la zone soudée 75
3.3 Analyse de la microstructure des zones soudées par microtomographie RX 78
3.3.1 Analyse qualitative de l'orientation des fibres au sein des différents échantillons 80
3.3.2 Epaisseur de la zone soudée 81
3.3.2 Caractérisation des cavités 83
3.3.3 Analyse tridimensionnelle de l'orientation des fibres 86
3.3.4 Agglomération des fibres dans la zone soudée 89
3.4 Observation de la microstructure des échantillons soudés pré-déformés 91
3.5 Conclusion de l'étude sur le soudage du PA66-GF30-AN 94
3.6 Comparaison avec les autres grades de polyamides étudiés 95

Chapitre 4 : Effets du taux de fibres sur la soudabilité du polypropylène 101

4.1 Etude de la microstructure de la zone soudée du polypropylène 101
4.1.1 Effet des étapes de mises en forme sur la masse molaire du polypropylène 101
4.1.2 Observation en microscopie optique sous lumière polarisée 102
4.1.3 Analyse DSC 105
4.1.4 Observation qualitative des éprouvettes en tomographie RX 106
4.1.5 Epaisseur de la zone soudée 108
4.1.6 Cavités 109
4.1.7 Réorientation des fibres 111
4.1.8 Agglomération des fibres 113
4.2 Essais de traction sur les assemblages soudés 115
4.2.1 Soudage transversal 115
4.2.2 Soudage longitudinal 116
4.2.3 Comparaison des différentes soudures réalisées 117
4.2.4 Analyse du phénomène « d'adoucissement prononcé » des échantillons LW1,5 120
4.2.5 Soudage transversal sur faces usinées du PP-GF35 (configuration TW*) 123
4.2.6 Analyse en tomographie RX des essais interrompus sur PP-GF50 LW1,5 et TW1,5* 124
4.3 Conclusions 127

Chapitre 5 : Modélisation par éléments finis des éprouvettes soudées 131

5.1 Enjeux de la modélisation 131
5.2 Présentation des modèles choisis 132
5.2.1 Matériaux non soudés : loi élastoplastique 132
5.2.2 Matériaux soudés : loi élastoporoplastique 132
5.3 Simulation de l'éprouvette non soudée 134
5.3.1 Maillage et conditions aux limites de l'éprouvette non soudée 134

5.3.2 Identification des coefficients pour le matériau non soudé 135
5.4 Simulation de l'éprouvette soudée 136
5.4.1 Maillage et conditions aux limites de l'éprouvette soudée 136
5.4.2 Identification des coefficients du matériau soudé 137
5.5 Résultats de la simulation 140
5.5.1 Répartition des contraintes et des déformations 140
5.5.2 Taux de porosités 142
5.6 Conclusions et perspectives de la simulation 143

Conclusions et perspectives de l'étude 145

Conclusions 145
Perspectives 150

Annexes 153

Annexe 1 : Visualisation des cavités dans les éprouvettes pré-déformées en PA66-GF30 153
Annexe 2 : Visualisation des cavités dans la zone soudée des polyamides A, B et BG 154
Annexe 3 : Visualisation de la zone soudée du PP-GF20, PP-GF35 et PP-GF50 156
Annexe 4 : Visualisation des cavités dans la zone soudée du PP-GF20, PP-GF35 et PP-GF50 159
Annexe 5 : Résultats sur le PP avec toutes les configurations de soudage 160
Annexe 6 : Comparaison des soudures en PA-GF30 et en PP-GF35 161

Table des illustrations 164

Table des tableaux 168

Références 169

Liste des abréviations et notations

σ : Contrainte

ε : Déformation

Backfire : Explosion du mélange air-essence dans le répartiteur d'air

CdM : Centre des Matériaux, laboratoire de Mines ParisTech

CNAM : Conservatoire National des Arts et Métiers

Coefficient de soudage : contrainte à la rupture de l'échantillon soudé divisé par la contrainte à la rupture de l'échantillon non soudé correspondant

Configuration de soudage LW1 / LW1,5 / LW4 : échantillon soudé avec une orientation initiale des fibres majoritairement longitudinale (par rapport à la direction d'assemblage) à une pression de 1 / 1,5 / 4 MPa

Configuration de soudage TW1 / TW1,5 / TW4 : échantillon soudé avec une orientation initiale des fibres majoritairement transversale (par rapport à la direction d'assemblage) à une pression de 1 / 1,5 / 4 MPa

DSC : Calorimétrie Différentielle à Balayage (*Differential Scanning Calorimetry*)

ENSAM : Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers

GF 20 / 30 / 35 / 50 : Renforcé à 20 / 30 / 35 / 50 % de fibres de verre

GTN : Modèle Gurson-Tvergaard-Needleman

PA : Polyamide

PIMM : Laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux

PP : Polypropylène

Répartiteur d'air : pièce automobile permettant la distribution de l'air au sein des cylindres du moteur

SAXS / WAXS : Diffraction des rayons X aux petits / grands angles (*Small / Wide Angle X-ray Scattering*).

ZAT : Zone Affectée Thermiquement

Introduction générale

Introduction générale

Cette thèse résulte d'un partenariat, à travers une Convention Industrielle de Formation par la Recherche (CIFRE), entre le groupe Renault, le laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux, PIMM (UMR 8006 CNRS - ENSAM, CNAM) et le Centre des Matériaux, CdM (UMR 7633 CNRS, Mines ParisTech). Le sujet de cette étude porte sur les relations procédés – microstructure – propriétés dans le cas de la soudure par vibration des polymères renforcés.

La problématique industrielle de cette étude provient de la fabrication du répartiteur d'air, une pièce située sous le capot du véhicule, permettant de distribuer et répartir l'air au sein des différents cylindres du moteur. Initialement fabriquée en aluminium, cette pièce est désormais majoritairement réalisée en utilisant des polymères thermoplastiques pour des raisons d'allègement. Ces thermoplastiques peuvent être mis en forme par injection avec des temps de cycles inférieurs à la minute, adaptés aux cadences de production de l'automobile. Or, le procédé d'injection ne permet pas de réaliser des pièces creuses avec une géométrie complexe comme c'est le cas pour le répartiteur d'air. Sa fabrication passe donc par l'injection de deux moitiés de pièce qui sont ensuite assemblées par soudage. Cependant l'introduction d'une soudure sur la pièce modifie sa tenue mécanique. En effet, la rupture de la pièce lors des essais de validation a systématiquement lieu dans la zone soudée qui semble donc être la zone de fragilité. Différents polymères peuvent être utilisés tels que le polyamide 66 (PA66), le polyamide 6 (PA6) ou le polypropylène (PP) selon la température du moteur à équiper. En raison des sollicitations thermiques et mécaniques relativement importantes subies par le répartiteur d'air, des fibres de verre sont ajoutées afin de renforcer le polymère. Afin d'optimiser la fabrication de cette pièce, l'objectif de cette étude est de quantifier la tenue mécanique, en traction monotone, d'assemblages soudés selon différentes configurations pour les différentes matières, PA66, PA6, PP avec des taux de fibres variables.

La problématique scientifique consiste en l'identification des mécanismes physiques qui gouvernent les propriétés mécaniques de l'assemblage. Lors de l'opération de soudage, une couche fondue se forme à l'interface au sein de laquelle les conditions de refroidissement diffèrent de celles du reste de la pièce, formée pendant l'opération d'injection. En se figeant cette couche va constituer une zone affectée thermiquement (ZAT) présentant une microstructure, et donc des propriétés mécaniques propres. En effet, la réponse mécanique de cette zone peut être grandement modifiée en raison d'une morphologie cristalline du

polymère et d'une répartition spatiale des fibres différentes sans oublier la formation de cavités au sein du matériau.

Le chapitre 1 de ce manuscrit débute par la présentation de la pièce du véhicule automobile à l'origine de la problématique industrielle, à savoir le répartiteur d'air, ainsi que ses principaux procédés de fabrication et les matériaux correspondants utilisés. La description des polymères semi-cristallins et leurs mécanismes de déformation sont ensuite exposés. La section suivante aborde le cas des polymères renforcés par des fibres. Le fonctionnement des procédés d'injection et de soudage par vibration est détaillé pour pouvoir ensuite présenter l'état de l'art actuel sur les relations procédés-microstructures-propriétés mécaniques dans le cadre du soudage par vibration. La conclusion de ce chapitre situe les enjeux scientifiques du présent travail dans le contexte de cette revue de la littérature.

Le chapitre 2 présente les grades de polyamide 6, polyamide 66 et polypropylène sélectionnés pour l'étude. Le choix du mode de chargement, à savoir traction uniaxiale à différentes vitesses de sollicitation, pour quantifier la tenue des assemblages soudés est justifié et les différentes techniques de caractérisations utilisées pour analyser la microstructure sont détaillées.

Le chapitre 3 traite de l'influence des paramètres de soudage sur les propriétés mécaniques et la microstructure du PA66-GF30, l'objectif étant d'identifier les paramètres de la microstructure à l'origine de la mauvaise tenue mécanique de l'assemblage. Des comparaisons de la microstructure et des propriétés mécaniques sont également réalisées entre les polyamides de l'étude afin de déterminer l'origine de la différence de soudabilité de ces différents grades commerciaux.

Le soudage du polypropylène renforcé à différents taux de fibres est étudié dans le chapitre 4 et permet de quantifier l'influence du taux de fibres sur les propriétés mécaniques des assemblages obtenus ainsi que sur la microstructure des zones soudées.

Enfin, dans le chapitre 5, une modélisation par éléments finis des éprouvettes soudées est proposée afin d'évaluer l'effet de la géométrie de la zone soudée sur la tenue mécanique des assemblages en lien avec les résultats expérimentaux obtenus dans les chapitres 3 et 4.

Chapitre 1 : Etude bibliographique

Chapitre 1 : Etude bibliographique 7

1.1 Contexte industriel : le répartiteur d'air, une pièce du circuit d'admission 7
1.1.1 Cahier des charges et validation usuelle du répartiteur d'air 7
1.1.2 Matériaux et procédés utilisés pour la fabrication du répartiteur d'air 9
1.2 Microstructure multi-échelle des polymères thermoplastiques 12
1.2.1 Morphologie des polymères semi-cristallins 12
1.2.2 Les différentes phases cristallines des polymères de l'étude 15
1.2.3 Les mécanismes de déformation au sein des polymères semi-cristallins 19
1.2.4 Les polymères renforcés par des fibres de verre courtes 21
1.3 Les procédés de mise en forme 24
1.3.1 Le procédé d'injection 24
1.3.2 Le procédé de soudage par vibration 28
1.4 Les modifications de la microstructure lors de l'opération de soudage 31
1.4.1 Interdiffusion macromoléculaire à l'interface 31
1.4.2 Variation de la morphologie cristalline au sein de la zone affectée thermiquement (ZAT) 34
1.4.3 Réarrangement spatial des fibres de verre au sein de la zone soudée 42
1.5 Conclusions de l'étude bibliographique 47

Chapitre 1 : Etude bibliographique

1.1 Contexte industriel : le répartiteur d'air, une pièce du circuit d'admission

Le répartiteur d'air est la pièce qui permet la distribution de l'air au sein des différents cylindres du moteur. L'air, qui provient de l'extérieur du véhicule, passe d'abord à travers un filtre puis est acheminé à travers un tuyau d'admission jusqu'au boitier papillon. Ce dernier consiste en une valve qui s'ouvre de façon proportionnelle à l'accélération demandée par le conducteur pour laisser entrer plus ou moins d'air dans le répartiteur d'air situé en aval. Le flux d'air poursuit ensuite son parcours en passant par le *plenum* du répartiteur d'air avant de se diviser dans les différents *runners* qui sont les conduits du répartiteur permettant l'accès de l'air dans les cylindres du moteur. Il y a donc un *runner* par cylindre. Le schéma de la Figure 1 présente la vue éclatée d'un moteur 4 cylindres, le répartiteur d'air (*Air Intake Manifold* en anglais) représenté sur le schéma de la Figure 1 comporte ainsi 4 *runners*. L'injection de l'essence se fait après le répartiteur d'air, généralement dans les cylindres dans le cas de l'injection directe ou dans la tubulure d'admission, en amont de la soupape, pour les moteurs à injection indirecte.

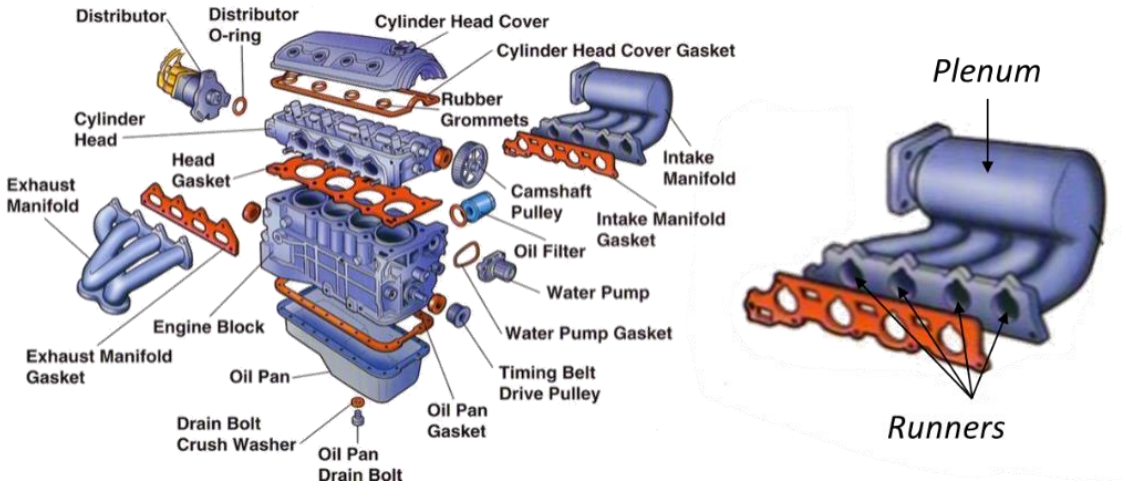


Figure 1 : Vue éclatée d'un moteur automobile présentant le répartiteur d'air (Intake Manifold)

1.1.1 Cahier des charges et validation usuelle du répartiteur d'air

Au cours de son utilisation, les sollicitations mécaniques subies par le répartiteur d'air sont multiples. Il existe notamment une sollicitation de pression cyclée due à la variation de la pression de l'air entrant dans la pièce ainsi qu'une sollicitation ponctuelle répétée générant des contraintes élevées et se manifestant lors de l'occurrence de *backfires.* Ces derniers sont

des explosions du mélange air-carburant ayant lieu au sein du répartiteur d'air alors qu'elles devraient normalement se produire dans la chambre de combustion. La sollicitation mécanique la plus critique pour les répartiteurs d'air est celle liée à l'occurrence de *backfires* car une rupture de la pièce peut intervenir assez tôt dans la vie du véhicule si la pièce est mal dimensionnée.

La pression générée par un *backfire* dépend de plusieurs variables dont le ratio air/carburant, le volume du répartiteur d'air et les éventuelles fuites du circuit d'admission. A titre d'exemple, la procédure de test de Raetech corporation (Raetech Corporation, Document technique) décrit le protocole de mesure et les profils de pression obtenus à l'aide de capteurs lors d'explosions provoquées dans un répartiteur d'air. Les valeurs retenues pour le *backfire* sont une montée en pression dans le répartiteur d'air d'environ 1 bar/ms atteignant une valeur maximale de 7 bars.

L'évaluation de la tenue aux *backfires* des répartiteurs d'air diffère selon les procédures des équipementiers et constructeurs mais se fait généralement selon deux types d'essais (BASF, 2002) :

- Des essais d'éclatement quasi-statique correspondant à une montée en pression inférieure à 1 bar/s. Lors de ces tests la pièce doit résister à des pressions généralement comprises entre 5 et 8 bars pendant 1 minute. Ces essais ne correspondent pas à une sollicitation subie par le répartiteur en termes de vitesse de sollicitation mais permettent de discriminer les pièces les unes par rapport aux autres vis-à-vis de la tenue à une pression interne et donc aux *backfires*. L'avantage de cet essai est qu'il est simple à mettre en place et peut donc servir à réaliser un suivi de production sur la chaîne d'assemblage. Ces essais peuvent être réalisés en utilisant de l'eau ou de l'air (DSM Engineering Plastics, 2011).

- Des essais d'éclatement dynamiques cyclés qui permettent de reproduire les sollicitations ayant lieu lors des *backfires*. Ces essais permettent ainsi d'évaluer la durée de vie de la pièce en fonction du nombre de *backfires* subis. Dans ce cas, les valeurs de montée en pression sont proches de 1 bar/ms et les valeurs maximales de pression comprises entre 3 et 7 bars. Pour appliquer ces sollicitations, deux options sont possibles : utiliser un mélange air/carburant et l'allumer dans le répartiteur afin de provoquer son explosion ou utiliser de l'air sous pression. Le point délicat lors de cette dernière solution est de réussir à atteindre les vitesses d'augmentation de pression effectives lors de l'explosion.

1.1.2 Matériaux et procédés utilisés pour la fabrication du répartiteur d'air

Les répartiteurs d'air ayant une géométrie complexe et creuse, leur fabrication n'est pas aisée. Ces pièces étaient initialement réalisées en aluminium à l'aide du procédé de moulage au sable ou par usinage de blocs. Cependant, des répartiteurs en polymères ont ensuite été développés afin notamment d'alléger les véhicules. Pour obtenir des propriétés mécaniques correspondant au cahier des charges et améliorer la stabilité thermique du matériau, des fibres de verre sont ajoutés dans la formulation, généralement à hauteur de 30-35% en masse. Ces nouveaux matériaux composites ouvrent la voie à d'autres techniques de mise en forme dont l'injection sur noyau fusible mise au point dans les années 70, puis l'injection-soudage qui a maintenant remplacé cette première technique (Fischer, Document technique).

1.1.2.1 Procédé d'injection sur noyau fusible

Le procédé d'injection sur noyau fusible permet de réaliser des répartiteurs en polyamide 66 (matériau dont la température de fusion avoisine les 260°C) renforcé par des fibres de verre courtes. La production industrielle de pièces à l'aide de ce procédé a commencé dans les années 80. Le procédé de moulage sur noyau fusible consiste à surmouler la matière plastique sur un modèle en alliage étain-bismuth à basse température de fusion (138°C). Le modèle représente alors le contour intérieur du répartiteur d'air et est inséré dans le moule de la presse à injecter. La matière plastique est ensuite injectée, à pression plus basse que lors d'une injection classique car le modèle en alliage métallique présente une résistance mécanique faible. Les pièces ainsi obtenues passent ensuite dans des bains d'huile à environ 220°C afin de fondre le noyau de la pièce tout en préservant la partie moulée en composite qui fond à une température plus élevée. Une illustration des principales étapes est visible sur la Figure 2 (Fischer, Document technique).

Figure 2 : Etapes de fabrication des répartiteurs selon le procédé de moulage sur noyau fusible (Fischer, Document technique)

L'inconvénient de ce procédé est l'utilisation de bains d'huile pour la fusion du noyau. En effet, cette étape est relativement longue : il faut 1 heure pour faire fondre le noyau en alliage contre 1 minute pour le moulage du polymère. Cela implique donc d'avoir des bains de grandes dimensions pouvant contenir au moins 60 pièces, et donc des investissements initiaux élevés. De plus, une erreur de production n'est détectable qu'à la fin du procédé de fabrication, ce qui complique grandement les réglages le long de la chaîne. Une amélioration du procédé consiste à utiliser des bobines d'induction pour accélérer la vitesse de fusion de l'alliage métallique. Des noyaux de 40 kg peuvent ainsi être fondus en 2 minutes. Cependant, les coûts de telles installations sont élevés et d'un point de vue environnemental le recyclage des huiles de bains contaminées n'est pas aisé étant donné la toxicité que présente l'alliage utilisé (Fischer, Document technique). C'est pourquoi le procédé d'injection-assemblage, décrit ci-dessous, s'est grandement développé comme alternative.

1.1.2.2 Procédé d'injection-assemblage

Le procédé de moulage sur noyau fusible étant complexe et nécessitant un investissement important, il a été progressivement remplacé à la fin des années 90 par la méthode d'injection-assemblage qui consiste à injecter plusieurs parties de la pièce, généralement deux coques, puis à les assembler entre elles, comme illustré sur la Figure 3. Cet assemblage peut se faire de plusieurs manières mais la plus répandue est la technologie de soudage par vibration. Cette dernière consiste à mettre les pièces à assembler en contact puis mettre en vibration une des deux pièces. Le frottement entre la pièce vibrante et la pièce statique va alors générer de la chaleur par friction et permettre la fusion locale de la matière.

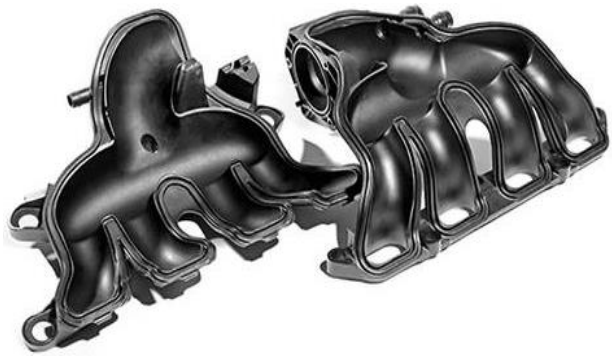


Figure 3 : Deux moitiés d'un répartiteur en polymère renforcé fibres de verre avant soudage

A l'inverse du procédé d'injection sur noyau fusible qui ne permettait d'utiliser que du PA66 pour la fabrication des pièces (notamment en raison de sa température de fusion élevée), le procédé d'injection-assemblage est compatible avec une plus large gamme de matières plastiques. Les polymères les plus utilisés pour la fabrication des répartiteurs d'air sont des polyamides (6 ou 66) et depuis le milieu des années 2000, certains répartiteurs sont désormais fabriqués en polypropylène. Le temps de cycle de fabrication de la pièce est considérablement raccourci par rapport à l'injection sur noyau fusible en raison de la rapidité de l'opération de soudage (durée inférieure à la minute).

Cependant, l'inconvénient du procédé d'injection-soudage réside dans le fait que la soudure constitue généralement le point faible de la pièce. C'est pourquoi il est nécessaire d'améliorer la compréhension des mécanismes de fragilisation intervenant lors des opérations de soudage afin de trouver des solutions permettant d'améliorer le procédé ou du moins de mieux prendre en compte la modification locale des propriétés mécaniques lors du développement de nouvelles pièces. Malgré cela, la substitution du métal par des polymères permet d'apporter plusieurs bénéfices au répartiteur d'air dont (Lee & Roessler, 1997) :

- La diminution du poids de la pièce puisque le composite a une densité typiquement deux fois plus faible que l'aluminium des répartiteurs métalliques (2,74 pour l'aluminium contre 1,36 pour le PA66-GF30, 1,18 pour le PA6-GF30 et 1,13 pour le PP-GF30).

- La réduction du coût de production de la pièce en raison d'un procédé de fabrication plus économe. Au sein des différents polymères, le PP ayant une température de fusion plus faible (165°C contre 220°C pour le PA6 et 260°C pour le PA66) et ne nécessitant pas d'opération de séchage (car moins hygroscopique que le PA), son utilisation permet de réduire encore d'avantage les coûts de production.

- Une amélioration de la combustion du carburant en raison du caractère isolant thermique de la matière constituant le répartiteur.

- Une réduction du bruit due aux propriétés d'amortissement des vibrations de la matière plastique. L'utilisation de polypropylène permet de réduire encore davantage les émissions acoustiques d'environ 10 à 15 dB.

- L'augmentation de la performance de la pièce et donc du moteur. En effet, les répartiteurs en polymères ont un état de surface plus lisse et permettent ainsi d'augmenter le flux d'air et donc d'atteindre une puissance de moteur plus élevée (d'environ 3%).

1.2 Microstructure multi-échelle des polymères thermoplastiques

1.2.1 Morphologie des polymères semi-cristallins

1.2.1.1 L'échelle de la macromolécule

Les polymères sont des macromolécules constituées d'un grand nombre (n) d'unités répétitives liées entre elles par des liaisons covalentes. Au sein d'un échantillon, des chaînes macromoléculaires de tailles (et donc de masses) différentes coexistent. Pour caractériser cette population, on utilise généralement deux principales grandeurs : la masse molaire moyenne en nombre M_n et la masse molaire moyenne en masse M_w, définies de la manière suivante :

$$\overline{M_n} = \frac{\sum_i n_i M_i}{\sum_i n_i} \qquad (1) \qquad\qquad \overline{M_w} = \frac{\sum_i n_i {M_i}^2}{\sum_i n_i M_i} \qquad (2)$$

où i est le nombre d'unité de répétition par chaîne. n_i et M_i sont respectivement le nombre et la masse de macromolécules ayant i unités répétitives, sachant que $M_i = iM_0$ avec M_0 la masse molaire de l'unité répétitive. Une autre grandeur caractérisant une population de chaînes est la dispersité Đ, définie comme le ratio $\overline{M_w}/\overline{M_n}$, qui permet d'évaluer la distribution des masses molaires des différentes macromolécules.

La Figure 4 présente les motifs de répétition des différents polymères étudiés : PA6, PA66 et PP. Ces trois polymères étant des polymères semi-cristallins, ils sont formés d'une phase amorphe qui comporte des chaînes macromoléculaires arrangées de manière désordonnée et d'une phase cristalline constituée d'un arrangement régulier des chaînes.

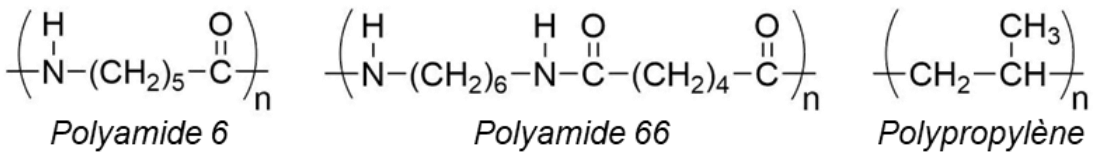


Figure 4 : Unités répétitives des trois polymères étudiés

1.2.1.2 La phase amorphe

Au sein de la phase amorphe, les chaînes polymères sont à l'état désordonné. En effet, chaque macromolécule possède plusieurs axes de rotations autour des segments de chaîne qui lui confèrent la possibilité de s'arranger selon différentes conformations. L'ensemble de ces configurations permises est désigné par le terme de pelote statistique. Cependant, lorsque les chaînes sont suffisamment longues, les mouvements des pelotes statistiques sont entravés par la présence des chaînes voisines. Il s'agit de contraintes topologiques nommées enchevêtrements qui participent à la cohésion des chaînes entre elles. Chaque polymère possède ainsi une masse molaire critique, appelée masse entre enchevêtrement M_e, au-delà de laquelle les chaînes s'enchevêtrent. La valeur de M_e dépend des mouvements de torsion de la chaîne qui sont liés à l'encombrement stérique et donc à la nature de l'unité répétitive de la macromolécule (Fontanille & Gnanou, 2009). Les valeurs de M_e pour chacun des polymères de l'étude sont données dans le Tableau 1.

Les mouvements moléculaires responsables des changements de conformation, dits mouvements coopératifs, sont activés par la température : lors d'un refroidissement par exemple, les chaînes se figent au-dessous de la température de la transition vitreuse T_g (état vitreux) dans des conformations associées à l'état caoutchoutique. Ainsi, le passage de cette température seuil affecte les propriétés macroscopiques du matériau (Fontanille & Gnanou, 2009).

1.2.1.2 Morphologie lamellaire

Dans un polymère semi-cristallin, une fraction des macromolécules est susceptible de s'arranger en lamelles cristallines par repliement des chaînes. La morphologie lamellaire résultante de la cristallisation d'une chaîne est illustrée sur la Figure 5, qui représente le modèle de Fischer (Fischer, 1978). Une structure constituée d'un empilement de lamelles cristallisées entre lesquelles se situent des zones constituées de matière amorphe se forme (Haudin, 2015). Ces empilements étant réguliers, l'ensemble de la phase cristalline est ainsi caractérisé par l'épaisseur des lamelles cristallines l_c, celle des zones amorphes l_a, et la longue période L définie comme la somme des épaisseurs l_a et l_c.

Il est intéressant de noter que si les enchevêtrements sont rejetés dans la phase amorphe interlamellaire, la chaîne participe à plusieurs lamelles. Autrement dit son rayon de giration R_g, défini comme le rayon de la sphère contenant l'ensemble de la chaîne et permettant donc de

mesurer l'espace occupé par une macromolécule, est supérieur à une longue période L ($L = l_c + l_a$). Il en résulte la présence de molécule liens reliant les lamelles et permettant le transfert de contraintes entre elles. On se rappellera cependant que la densité d'enchevêtrement ($1/M_e$) assure sans doute la majorité de la connexion interlamellaire (Seguela, 2005).

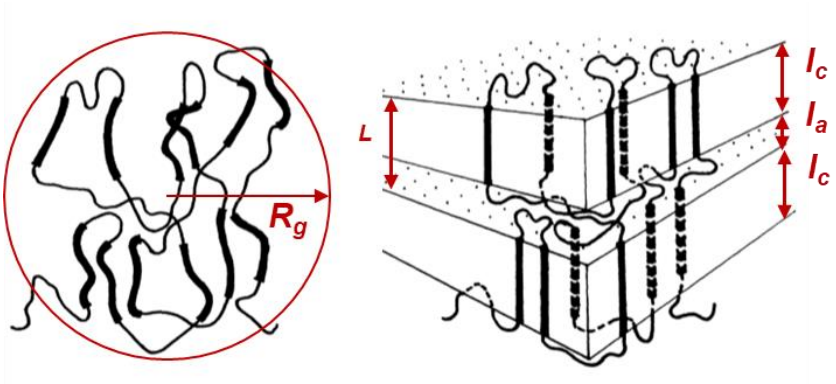


Figure 5 : Schéma illustrant la cristallisation d'une chaîne depuis l'état amorphe (à gauche) vers une morphologie lamellaire (à droite) (Fischer, 1978)

Lors de la cristallisation depuis le fondu, la croissance des lamelles débute à partir d'un germe, (généralement une impureté étant un résidu de catalyse ou agent nucléant), et conduit à la création d'axialites, illustrés sur la Figure 6, qui sont un empilement planaire de lamelles cristallines (Bernard & Advani, 2003). Les axialites sont ensuite susceptibles de donner naissance à des structures cristallines sphériques (ou ellipsoïdales), appelés sphérolites, constitués de lamelles organisées radialement, comme illustré sur la Figure 7. Plusieurs germes s'activant en parallèle, il est fréquent de rencontrer des sphérolites adoptant un contour d'aspect polygonal en raison de la rencontre avec les sphérolites voisins lors de la croissance. Leur diamètre est ainsi limité par cette rencontre et des zones amorphes subsistent à l'interface entre sphérolites voisins. Cette zone amorphe présente entre les sphérolites est qualifiée d'inter-sphérolitique ou également appelée phase amorphe libre et se distingue de la zone amorphe intra-sphérolitique ou interlamellaire, également appelée phase amorphe confinée (Poulet, 2017).

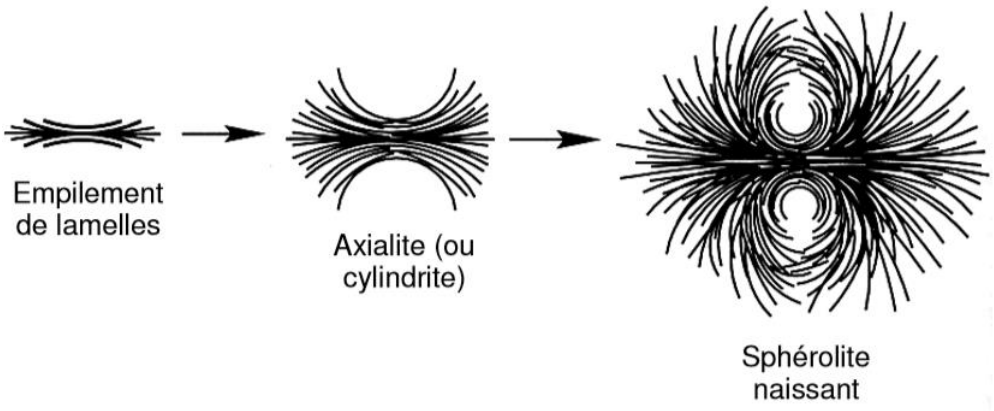


Figure 6 : Naissance d'un sphérolite depuis un empilement de lamelles (Bernard & Advani, 2003)

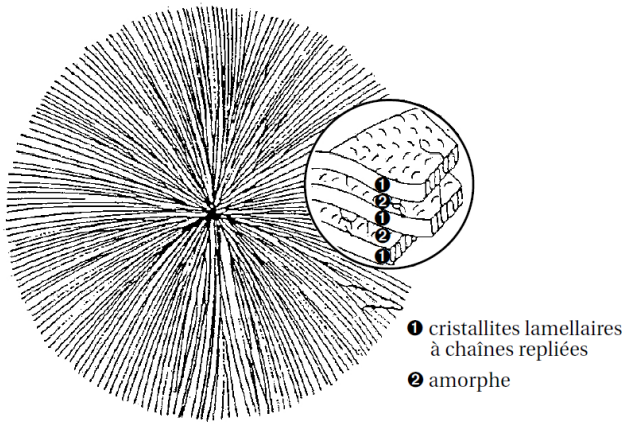


Figure 7 : Schéma illustrant les arrangements cristallins des chaînes polymères (Haudin, 2015) (Poulet, 2017)

1.2.2 Les différentes phases cristallines des polymères de l'étude

La phase cristalline est ainsi constituée de l'assemblage périodique de chaînes ayant une conformation régulière. Ces dernières sont alors liées entre elles par des liaisons physiques (interactions de van der Waals ou ponts hydrogènes lorsque les macromolécules contiennent des groupements polaires). La grandeur permettant de caractériser la quantité de phase cristalline au sein d'un polymère est le taux (massique) de cristallinité, χ_C.

1.2.2.1 Le polyamide 6 (PA6)

Le polyamide 6 est dit polymorphe : deux phases cristallines principales ont été identifiées dans la littérature, à savoir la phase α et la phase γ qui sont toutes les deux des phases monocliniques mais avec des paramètres de mailles différents (Ibanes, 2003) (Regrain, 2009).

Dans la phase α, des liaisons hydrogènes se forment entre les chaînes antiparallèles, c'est-à-dire entre les chaînes dont les groupes amides ne sont pas dirigés dans le même sens, comme illustré sur la Figure 8. La phase α est la plus stable thermodynamiquement, elle se forme lors de refroidissements lents ou lors de l'application de recuit à haute température (Gurato, et al., 1974). La température de fusion de cette phase est de 222°C et sa densité de 1,23 g/cm^3 (Holmes, et al., 1955). A titre comparatif, la densité de la phase amorphe est de 1,08 g/cm^3.

La phase γ se forme lors de refroidissements rapides. Dans cette phase, les liaisons hydrogènes (liaisons H) se forment entre chaînes parallèles, les groupes amides sont dirigés dans le même sens (Figure 8). A la différence de la configuration présente dans la phase α, les liaisons H ainsi formées impliquent une torsion des chaînes (Arimoto, et al., 1965). C'est pourquoi, la phase γ est moins stable thermodynamiquement. Enfin, la température de fusion de la phase γ est de 214°C et sa densité de 1,17 g/cm^3.

La phase amorphe du PA6 possède une température de transition vitreuse autour de 50°C lorsque le polymère est sec mais cette température varie en fonction de la quantité d'eau absorbée par le matériau (Parodi, 2017). En effet, les molécules d'eau étant des groupements polaires de petites dimensions, elles pénètrent dans le réseau macromoléculaire et se lient au groupements amides. Cela entraine donc une plastification du matériau qui se manifeste par une baisse de la T_g.

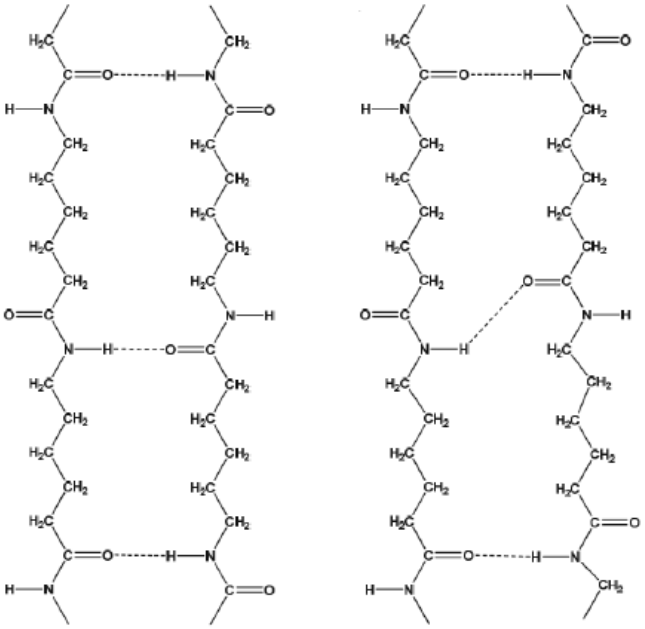


Figure 8 : Phase alpha (à gauche) et gamma (à droite) du PA6 (Chung, 2006)

1.2.2.2 Le polyamide 66 (PA66)

Contrairement au PA6, seule une phase cristalline est observée au sein du PA66 à température ambiante (Bunn & Garner, 1947) (Coquet, 2015) (Dausseins, 2015) (Giraudeau, 2018). Nommée α, cette phase correspond à une maille triclinique au sein de laquelle des liaisons H sont présentes entre les groupements amides des chaînes en « conformation parallèle ». Cette structure cristalline peut se distordre pour former deux phases différentes : α_I et α_{II} (Haberkon, et al., 1979). La première de ces formes est la plus stable et se forme lors de refroidissements isothermes au-dessus de 170°C environ alors que la deuxième apparait lors de refroidissements rapides (Starkweather, et al., 1984). Il existe également une forme pseudo-hexagonale γ, qui a été identifié au-delà de 162°C quand le polymère est chauffé depuis la température ambiante. Cette phase est à l'origine de la *transition Brill* dans le polyamide 66 (Feldman, et al., 2006) (Brill, 1942). Il s'agit d'une transition cristalline réversible observée à l'état solide dans de nombreux polyamides. Elle a été identifiée dans le polyamide 66 par Brill en 1942 pour la première fois au passage de la température de 162°C. Enfin, comme le PA6, le PA66 est également sensible à l'humidité en raison des groupements amides présents entre les chaines polymères. Sa T_g est légèrement supérieure et atteint environ 57°C lorsque le polymère est sec (Dausseins, 2015).

1.2.2.3 Le polypropylène (PP)

Le polypropylène isotactique cristallise sous deux formes principales : α et β (Castelein, 1996) qui présentent des températures de fusion respectivement comprises entre 160 et 175°C et entre 145 et 169° (Vite, 2009). La phase α est la principale forme cristalline du PP et la quantité de phase β ne concerne jamais plus de 10% des chaînes polymères. La croissance des cristallites dans un sphérolite commence au niveau du centre sur le germe et se propage le long de l'axe radial. La particularité de la phase α réside dans l'apparition d'un phénomène de branchement lamellaire lors de la croissance des cristallites (Lotz, et al., 1996). Le sphérolite ainsi formé contient donc des lamelles radiales et des lamelles tangentielles. Différentes organisations de ces lamelles sont proposées dans la littérature et deux cas sont illustrés sur la Figure 9. Cette organisation particulière complexifie les mécanismes de déformation et rend la phase α moins ductile que la phase β. Ces deux phases ayant des propriétés mécaniques différentes, il est possible d'ajouter des agents nucléants favorisant l'apparition de la phase α ou β lors de la formulation pour ajuster les propriétés du polymère final (Damodoran, et al., 2015). Enfin, une autre particularité du PP réside dans l'état généralement caoutchoutique de sa phase amorphe à température ambiante car sa T_g se situe aux alentours de -10°C.

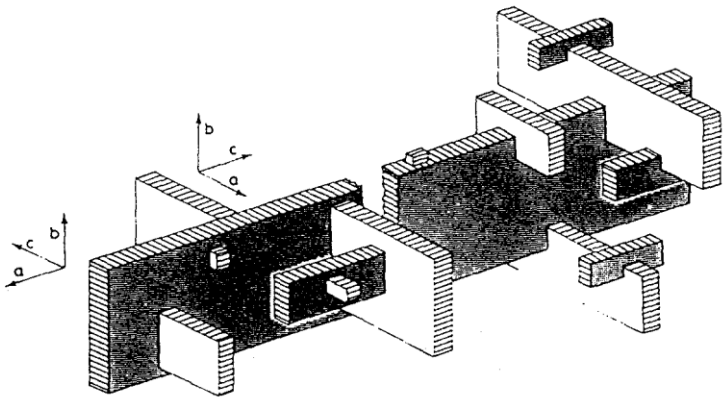


Figure 9 : Modèle de (Khoury, 1966) à gauche et de (Padden & Keith, 1973) à droite pour l'interprétation des branchements lamellaires dans la phase α du PP (Castelein, 1996)

Le Tableau 1 récapitule l'ensemble des principales caractéristiques des phases présentes au sein des trois polymères étudiés.

Polymère	Phase amorphe		Phases cristallines			
	M_e (kg/mol)	T_g (°C)	Phases cristallines	Maille	Stabilité	T_f (°C)
PA6	2 (Wu, 1989)	≈ 50	α	Monoclinique	Stable	222
			γ	Monoclinique	Métastable	214
PA66	2,5 (Wu, 1989)	≈ 57	α_I	Triclinique	Stable +	252 et 264
			α_{II}	Triclinique	Stable -	262
			γ	Pseudo-hexagonale	Métastable	162
PP	3,5 (Fetters, et al., 1994)	≈ -10	α	Monoclinique	Stable +	166
			β	Monoclinique	Stable -	159

Tableau 1: Tableau récapitulatif des principales caractéristiques des matériaux de l'étude

1.2.3 Les mécanismes de déformation au sein des polymères semi-cristallins

La déformation dans les polymères semi-cristallins s'initie logiquement au sein de la phase amorphe puisque sa rigidité est inférieure à celle de la phase cristalline (Billon & Bouvard, 2015). A l'échelle d'un sphérolite, la phase amorphe est localisée entre les lamelles cristallines (G'Sell & Haudin, 1995). Lors de l'application d'une sollicitation de traction sur un matériau polymère, trois zones distinctes, illustrées sur la Figure 10, peuvent être distinguées au sein du sphérolite en fonction de l'orientation des lamelles par rapport à la direction de sollicitation : la zone polaire A où les lamelles sont parallèles à la direction de sollicitation, la zone équatoriale C où elles sont orientées perpendiculairement et la zone diagonale B où elles sont orientées à 45°. Pour un même chargement macroscopique, ces différentes zones vont se déformer selon différents mécanismes (Plummer, 2004).

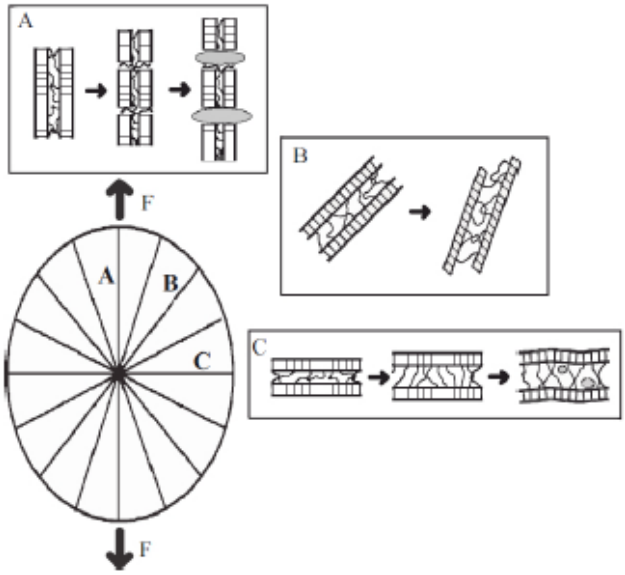


Figure 10 : Schéma représentant les différentes zones : A) polaire, B) diagonale et C) équatoriale d'un sphérolite soumis à un chargement de traction F (Friedrich, 1983)

Lorsque le polymère est sollicité à une température supérieure à sa température de transition vitreuse, la phase amorphe est à l'état caoutchoutique et va donc grandement se déformer. Ainsi, l'endommagement débute dans la zone équatoriale C avec un phénomène de déformation plastique prépondérant correspondant à la séparation interlamellaire. Ce mécanisme génère la formation de cavités qui évoluent en craquelures (Pawlak & Galeski, 2005). Les craquelures sont des cavités présentant une structure interne particulière constituée de vacuoles séparées par des fibrilles (Friedrich, 1983). En raison du réseau de fibrilles, ces craquelures continuent à transmettre les efforts. Pour cela, leur apparition est

beaucoup moins critique pour le matériau que les cavités sans microstructure apparente. La Figure 11 illustre la microstructure des craquelures (Jang, et al., 1985).

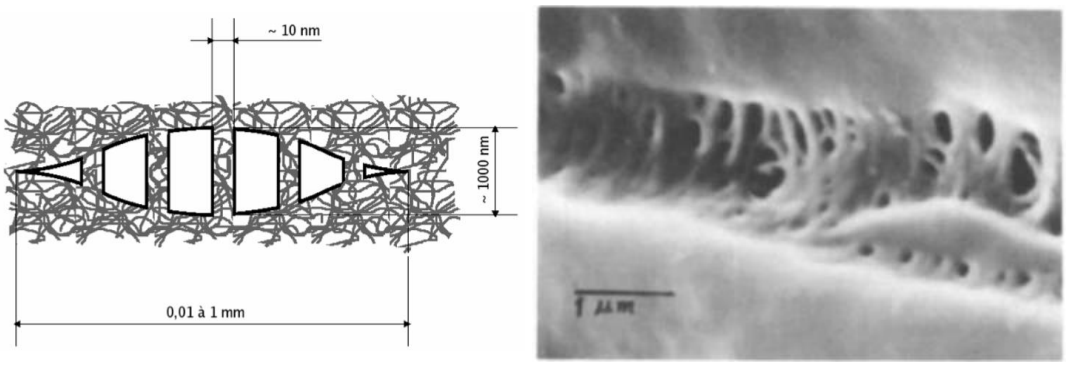


Figure 11 : Schéma et cliché MEB de la morphologie d'une craquelure dans le PP (après polissage et traitement au benzène) (Jang, et al., 1985)

A l'inverse, si le polymère semi-cristallin est sollicité au-dessous de sa T_g, il a été proposé que la déformation se localise dans la zone polaire A où la direction de sollicitation est confondue avec l'alignement des lamelles (Fond & G'sell, 2002). En effet, à l'intérieur des lamelles, les chaînes macromoléculaires sont orientées perpendiculairement à la direction de chargement. Ainsi, cela engendre la fraction des lamelles en rompant les liaisons physiques entre les macromolécules. Il en résulte la formation de cavités appelées « polar fans ». Ce phénomène est visible sur la Figure 12 qui montre des clichés obtenus par microtomographie RX sur des échantillons en PP et PA6 endommagés après sollicitation (Laiarinandrasana, et al., 2016).

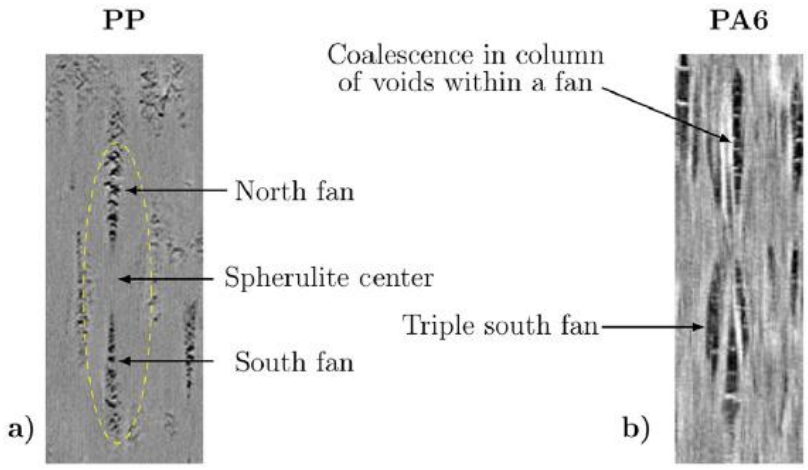


Figure 12 : Polar fans observés par tomographie RX (Laiarinandrasana, et al., 2016)

Enfin, la zone diagonale B subit une déformation de cisaillement qui peut se manifester par glissement interlamellaire (Young & Bowden, 1974). Comme illustré sur la Figure 13, deux types de glissement existent : le glissement homogène et le glissement hétérogène (Bowden & Young, 1974). Dans le premier cas, le glissement induit un angle d'inclinaison entre la direction des chaînes $\vec{c}$ et la normale aux lamelles $\vec{n}$ alors que dans le deuxième cas ces directions n'évoluent pas.

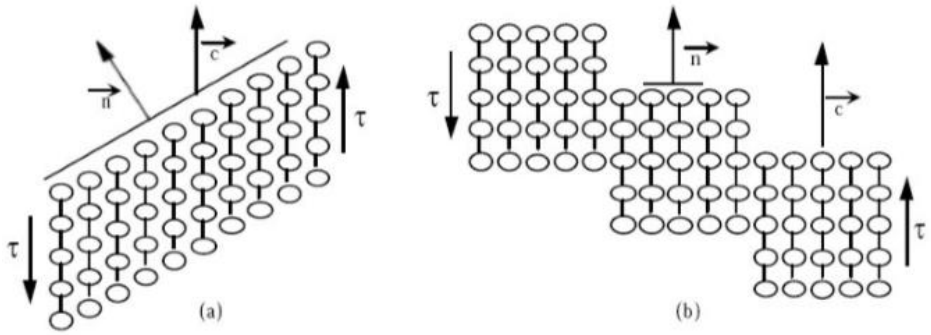


Figure 13 : Représentation schématique du (a) glissement homogène et (b) glissement hétérogène

1.2.4 Les polymères renforcés par des fibres de verre courtes

1.2.4.1 Fabrication et composition des fibres de verre

Pour des applications en température, les polymères sont généralement renforcés par l'ajout de fibres de verre dans leur formulation afin d'améliorer la stabilité thermique (autrement dit la conservation des propriétés mécaniques aux températures élevées). C'est notamment le cas de la plupart des pièces sous-capot dont les répartiteurs d'air. Dans le langage courant, la plupart des utilisateurs de matériaux polymères distinguent les composites à matrice organique des polymères renforcés. Dans le premier cas, les composites désignent généralement des matériaux constitués d'un renfort tissé (fibres continues) placé dans une matrice thermodurcissable qui réticule au moment de la mise en œuvre. A l'inverse, les polymères renforcés sont généralement des polymères thermoplastiques contenant des fibres courtes (de longueur inférieure au millimètre). L'avantage de l'utilisation de fibres courtes, par rapport aux fibres continues, réside dans le fait que le matériau peut être mis en forme avec les mêmes procédés que les polymères thermoplastiques non renforcés tels que l'injection. En effet, le matériau est ainsi fourni sous forme de granulés contenant déjà les fibres de verre intégrées à la matrice polymère.

Les fibres de verre utilisées pour le renfort des polymères sont principalement réalisées avec du verre de type E (classification ASTM D578). Il s'agit de verres alumino-borosilicates qui contiennent environ 50% d'oxyde de silice (SiO_2), 15% d'alumine et 20% de chaux (CaO) auxquels viennent s'ajouter d'autres oxydes dont près de 5% d'oxyde de bore (B_20_3). Cette composition permet d'obtenir des fibres avec de bonnes caractéristiques mécaniques (module d'élasticité et contrainte à la rupture élevés), une résistance hydrolytique améliorée et des capacités d'isolation électrique tout en conservant une facilité de fibrage et un coût modéré (Berthereau & Dallies, 2008).

Au-delà de la composition du verre, la mise en forme a également une influence non négligeable sur les propriétés des fibres obtenues. Les fibres textiles sont obtenues par étirage mécanique. La première étape du procédé consiste à fondre les matières premières en élevant la température à environ 1500°C tout en affinant la matière fondue (opération qui consiste à retirer les bulles du mélange en fusion). La matière fondue s'écoule ensuite par gravité au travers de filières et est étirée mécaniquement par enroulement sur la broche d'un bobinoir ou sous l'effet d'un courant d'air ou de vapeur d'eau afin d'obtenir le diamètre voulu. Les fils sont ensuite coupés à la longueur désirée. L'étirage mécanique est la technique qui permet le meilleur contrôle du diamètre final des fibres. Pour le renforcement de polymères thermoplastiques, le diamètre est généralement compris entre 10 et 13 micromètres.

De plus, un ensimage est appliqué sur le verre en sortie de filière. Cet ensimage permet de protéger la fibre de l'abrasion (due au frottement avec les fibres voisines) pendant la mise en forme mais aussi d'assurer la compatibilité entre le verre et la matrice polymère. La composition des ensimages diffère selon le fabricant et n'est généralement pas communiquée mais ils contiennent principalement des lubrifiants et des agents filmogènes qui permettent de faciliter l'imprégnation, d'améliorer la résistance à l'abrasion et d'augmenter la raideur du fil. Enfin, les ensimages des fibres destinés aux polymères renforcés contiennent systématiquement des agents de pontage afin de réaliser des liaisons chimiques entre le verre et la matrice polymère et améliorer ainsi l'adhésion fibres-matrice (Berthereau & Dallies, 2008).

1.2.4.2 L'endommagement des polymères renforcés

Un certain nombre de travaux ont permis de mettre à jour les mécanismes d'endommagement au sein des polymères renforcés par des fibres. Des mesures réalisées par émission acoustique lors d'essais mécaniques prouvent que des micro-ruptures ont lieu à une force bien inférieure à la force à rupture (Sato, et al., 1991). De fait, comme pour les polymères sans

renforts, la rupture macroscopique telle qu'elle est identifiée sur une courbe contrainte – déformation est la résultante de l'accumulation d'une multitude de ruptures à l'échelle de la microstructure.

Une chronologie de l'endommagement a été proposée (Sato, et al., 1991) d'après des essais de flexion trois points réalisés in-situ sur du PA66-GF dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB). Ce scénario est résumé sur le schéma de la Figure 14. Les auteurs ont remarqué que l'endommagement commence à environ 50% de la charge à la rupture et se manifeste par l'apparition de clusters de microfissures en bout de fibres. A 75% de la charge à rupture, les fissures se propagent le long des fibres comme illustré sur la Figure 14-2. A partir de 90%, des bandes de microfissures traversent la matrice et relient les endommagements des extrémités de fibres entre eux. Enfin, pour une charge encore plus élevée, la fissure s'ouvre et se propage doucement puis lorsqu'elle atteint une taille critique la propagation de la fissure devient fragile et entraine la rupture macroscopique de l'éprouvette.

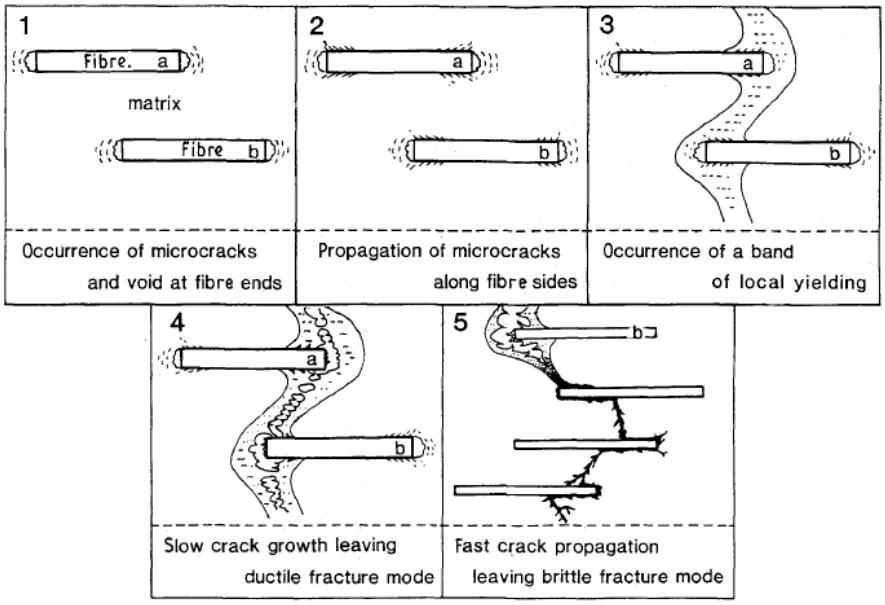


Figure 14 : Schéma présentant la chronologie de l'endommagement dans un polymère renforcé par des fibres de verre (Sato, et al., 1991)

Depuis la publication de cette étude expérimentale issue d'observations 2D, d'autres travaux ont été réalisés sur la caractérisation des mécanismes d'endommagement à partir d'observations, obtenues par microtomographie aux rayons X (RX), permettant une observation 3D de l'échantillon avant rupture. Ainsi, différents types d'endommagement ont été identifiés et quantifiés sur un échantillon de PA66-GF30 conditionné à 50% d'humidité

relative et sollicité en traction (Rolland, et al., 2016). Les auteurs ont identifié quatre catégories de marqueurs d'endommagement : l'endommagement en bout de fibres, la décohésion fibres – matrice, la rupture de fibres et la croissance de cavités au sein de la matrice polymère.

La décohésion en bout de fibres est dû à deux raisons principales. D'une part, il s'agit d'une zone n'étant pas ensimée ; ainsi, la cohésion fibre – matrice est plus faible. D'autre part, les extrémités de fibres jouent le rôle de concentrateur de contraintes. Contrairement au scénario précédemment décrit (Sato, et al., 1991), des zones de décohésion fibres-matrice ont été observées le long des fibres mais ne sont pas issues de la propagation d'un endommagement en bout de fibre. Cette décohésion est majoritairement visible lorsque les fibres sont très proches les unes des autres. Il semble donc qu'elle soit induite par le confinement. La troisième catégorie d'endommagement observée à l'échelle de la microstructure est la rupture de fibres. Ce phénomène est assez surprenant car la rupture des fibres de verre a généralement lieu pour des valeurs de contraintes d'environ 2000 MPa. Cependant, ce mécanisme d'endommagement peut s'expliquer par la présence de défauts à l'intérieur des fibres qui ont été remarqués sur des observations en MEB des faciès de rupture des fibres ainsi que par des effets de concentration de contraintes. Enfin, la croissance de cavités au sein de la matrice polymère a aussi été observée par les auteurs par microtomographie RX. Cet endommagement est une conséquence des endommagements précédemment décrits et se manifeste à des contraintes élevées. Les cavités qui se forment alors dans la matrice ont un volume beaucoup plus important que les trois autres types d'endommagements liés à la présence des fibres.

1.3 Les procédés de mise en forme

1.3.1 Le procédé d'injection

1.3.1.1 Description du procédé

L'injection est une technique de mise en forme des matériaux polymères qui consiste à chauffer la matière afin de la ramollir suffisamment pour pouvoir l'injecter dans un moule dont les parois sont refroidies en dessous de T_f pour les polymères semi-cristallins ou de T_g pour les polymères amorphes. La pièce désirée prend ainsi forme en se solidifiant (Vincent, 2019). Le cycle du moulage par injection dure entre quelques secondes et plusieurs minutes et est composé de plusieurs étapes détaillées ci-après (Agassant, et al., 1996).

- La phase de dosage, qui consiste à insérer les granulés de matière dans le fourreau à l'aide d'une trémie.
- La phase de plastification, illustrée sur la Figure 15, au cours de laquelle la matière sous forme de granulés est fondue et homogénéisée grâce à la rotation d'une vis sans fin et au maintien du fourreau à une température élevée via des colliers chauffants ou des résistances. Lors de l'injection de granulés contenant des fibres de verre, cette étape génère la casse de ces dernières et diminue leur longueur moyenne tout en induisant une distribution de longueur non homogène dans l'écoulement (Megally, 2005).
- La phase de remplissage du moule, où la vis se déplace axialement afin de jouer le rôle de piston. L'injection de la matière a alors lieu dans la cavité du moule. Ce faisant, les fibres s'orientent préférentiellement en fonction de l'écoulement induit.
- La phase de compactage, qui consiste à maintenir une pression élevée jusqu'au figeage de la matière. Pour cela, de la matière supplémentaire est ajoutée dans le moule afin de limiter le retrait thermique.
- Enfin, les dernières étapes sont le refroidissement et l'éjection. Le refroidissement débute au moment du retrait de la pression jusqu'à l'ouverture du moule et la pièce est ensuite retirée du moule à l'aide d'éjecteurs ou de robots en fonctions de ces dimensions. Pendant l'étape de refroidissement et d'éjection, la vis recule axialement afin de commencer la phase de plastification de la prochaine pièce à mouler.

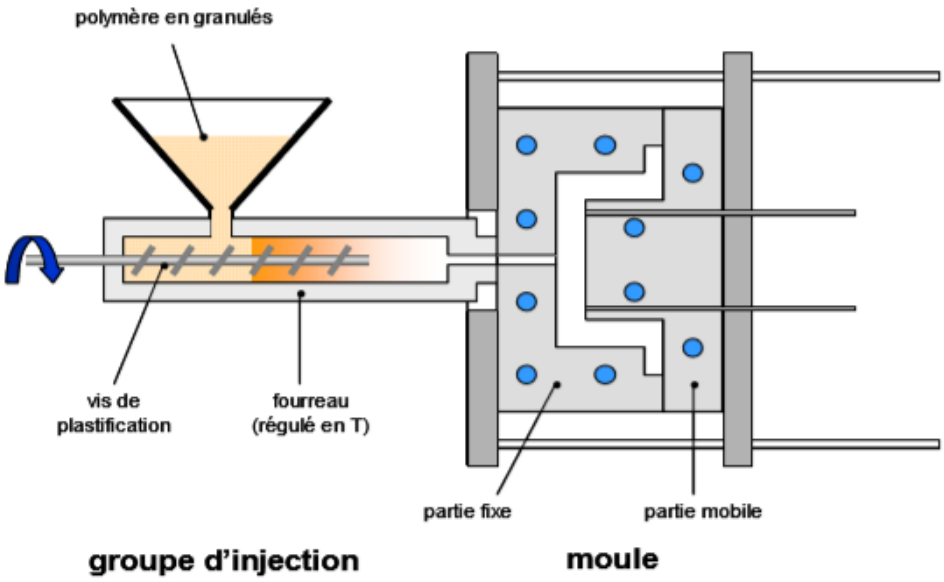


Figure 15 : Schéma d'une presse à injecter pendant la phase de plastification (El Otmani, 2009)

1.3.1.2 Effets du procédé sur la morphologie cristalline du polymère

Le choix des paramètres procédés de l'injection joue un rôle non négligeable sur les propriétés du matériau final puisque de ces choix vont dépendre l'historique thermique, notamment la cinétique de refroidissement, de la matière et donc la morphologie cristalline du polymère. L'augmentation de la vitesse de refroidissement diminue la taille des sphérolites du fait de l'augmentation du nombre de germes de croissance. De plus, la présence d'un gradient thermique, dû au refroidissement au contact des parois du moule, a également un impact sur la morphologie des structures cristallines avec des sphérolites qui vont croitre dans la direction des températures décroissantes pour donner forme à des structures parallèles au gradient de température (Haudin, 2015).

L'écoulement de la matière impacte également la cristallinité du polymère puisqu'il augmente sa température de cristallisation. Ceci s'explique par le fait que l'écoulement, en orientant les macromolécules, diminue le nombre de conformations possibles, ce qui abaisse l'entropie et augmente donc la température d'équilibre thermodynamique qui résulte du ratio entre l'enthalpie et l'entropie. De plus, des études expérimentales ont également montré que le nombre de germes activé croit avec l'écoulement. Ainsi, l'effet de l'écoulement se traduit par des morphologies cristallines plus petites et anisotropes. Enfin, de la même manière que l'écoulement, la pression augmente également la température de cristallisation en diminuant le volume libre et donc l'entropie (Haudin, 2015).

1.3.1.2 Effets du procédé sur l'orientation des fibres

Deux types d'écoulement sont présents lors de l'injection de la matière : les écoulements de cisaillement, présents dans les canaux d'injection ou dans les cavités minces, et les écoulements élongationnels, qui peuvent être divergents ou convergents, présents au front de matière ou dans les zones à géométrie changeante (Vincent, et al., 1997). Dans un écoulement de cisaillement simple, une fibre isolée est animée d'un mouvement périodique tel qu'illustré sur la Figure 16, avec un temps de séjour significativement plus long dans la configuration parallèle à la direction d'injection. Ainsi, dans la plupart des pièces injectées, les fibres s'orientent dans le sens de l'injection mais pour les zones présentant des singularités géométriques capables d'induire des contraintes d'élongation, les fibres vont s'orienter dans la direction d'étirement du fluide (Redjeb, 2007).

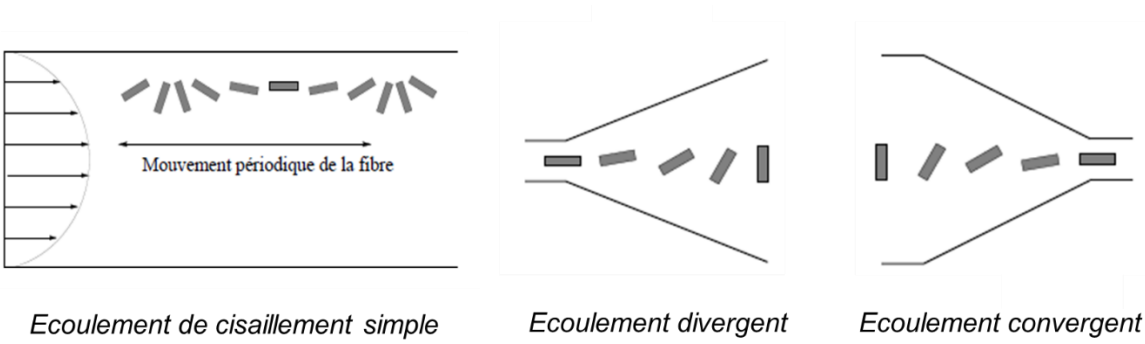


Figure 16 : Orientation d'une fibre en fonction du type d'écoulement (Redjeb, 2007)

Lors de l'injection d'une plaque, le front de matière subit un *effet fontaine* qui entraine un flux d'élongation à mi- épaisseur de la plaque (El Otmani, 2009). Cela crée donc une zone de cœur au centre de la plaque au sein de laquelle les fibres sont orientées perpendiculairement à la direction d'injection. La Figure 17 atteste de l'orientation obtenue grâce à l'analyse par microtomographie aux rayons X pour une plaque de PA66-GF30 injecté (Arif, 2014). Cette microstructure est rencontrée très fréquemment pour les polymères renforcés par des fibres mis en forme par injection. L'épaisseur de la couche de cœur au sein de laquelle les fibres s'orientent perpendiculairement varie en fonction des paramètres procédés et du matériau. De plus, comme illustré sur la Figure 18, des effets de bords sont également présents au sein des pièces et réorientent les fibres le long des parois (Horst & Spoormaker, 1997). Ainsi, il est important de caractériser ou modéliser la microstructure obtenue car elle influence les propriétés mécaniques de la pièce réalisée.

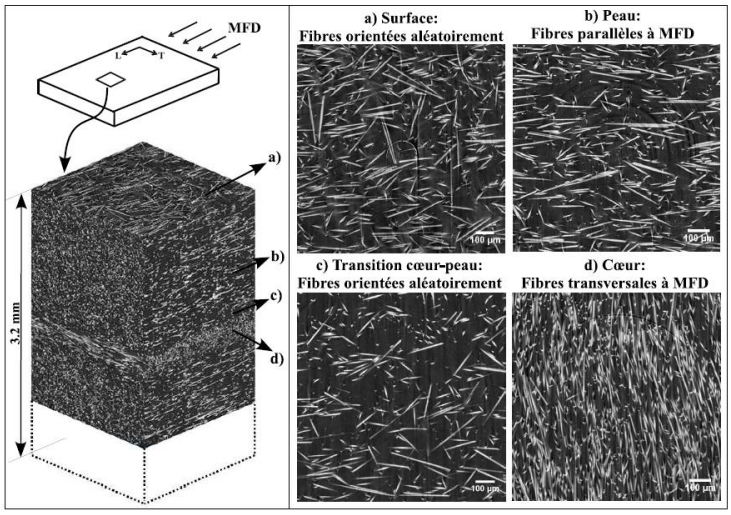


Figure 17 : Phénomène d'orientation Cœur-peau (Arif, 2014)

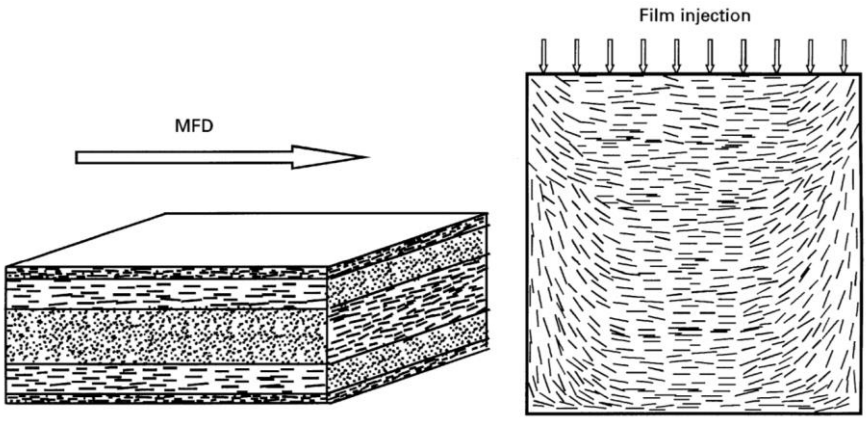


Figure 18 : Représentation schématique de l'orientation des fibres dans une plaque injectée de 6mm d'épaisseur en PA6-GF30 (Horst & Spoormaker, 1997)

1.3.2 Le procédé de soudage par vibration

Le soudage par vibration, aussi appelé soudage par friction, est une technique d'assemblage qui repose sur la friction de deux pièces afin de générer l'énergie permettant la fusion locale des pièces par auto-échauffement. Le procédé consiste à maintenir les pièces dans des mâchoires tout en appliquant une pression afin de maintenir un contact constant entre les deux pièces. Une des deux pièces est alors mise en vibration de manière oscillatoire dans le plan contenant les deux surfaces à assembler tandis que l'autre est maintenue statique. La friction entre les deux surfaces permet alors la montée en température de l'interface, au-dessus de T_f pour les polymères semi-cristallins ou de T_g pour les polymères amorphes. Lorsque la profondeur de pénétration (induite par le ramollissement de la matière à l'interface et la pression appliquée) voulue est atteinte, la vibration est arrêtée et la pression maintenue jusqu'à ce que la pièce refroidisse et se solidifie en cristallisant (pour les polymères semi-cristallins). Les pièces sont alors assemblées.

La vibration peut se faire dans le sens longitudinal ou transversal par rapport à la dimension la plus longue de la surface à souder, comme illustré sur la Figure 19. Dans le cas du soudage de pièces creuses, le joint de soudure entre les deux moitiés à assembler comprend des zones longitudinales et des zones transverses. A titre d'exemple, Bates et al (Bates, et al., 2004) ont étudié la soudure par vibration d'un répartiteur d'air et leurs mesures ont permis d'obtenir la proportion relative de chacune des deux configurations pour la pièce de l'étude : 65% de soudure transverse et 35% de soudure longitudinale le long du joint. Stokes (Stokes, 1997) a également étudié l'impact de la direction de vibration et montré que les soudures longitudinales sont plus résistantes (contrainte à la rupture en traction plus élevée) que les soudures

transversales. Ceci est dû à une exposition moindre de la matière fondue à l'air ambiant dans la configuration longitudinale. En effet, cette exposition génère un refroidissement plus rapide de la matière fondue qui modifie davantage la recristallisation de la zone affectée thermiquement comparativement au matériau non soudé mis en forme par injection.

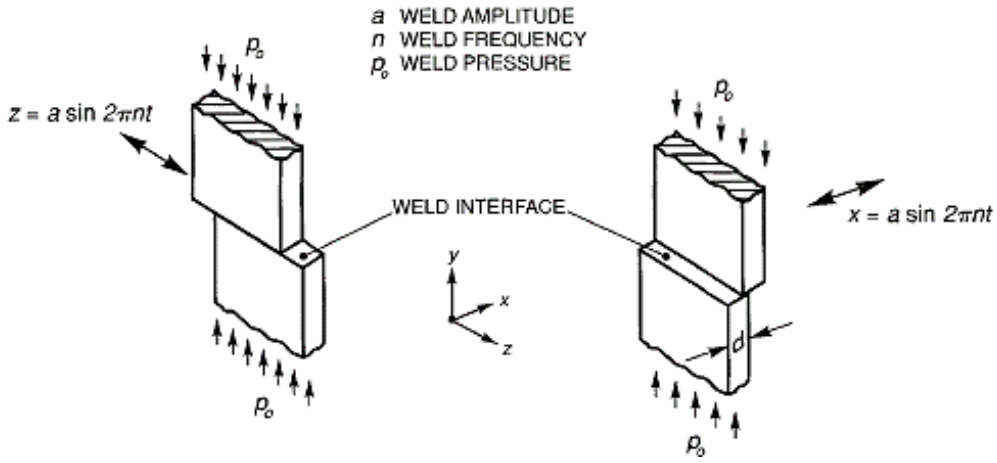


Figure 19 : Soudage par vibration en configuration longitudinale (à gauche) et transverse (à droite) (Stokes, 1997)

Les machines de soudage par vibration actuelles ont une fréquence de vibration proche de 250 Hz, une amplitude de vibration qui varie généralement entre 0,5 et 1,5 mm et une pression de soudage comprise entre 0,5 et 10 MPa (Bates, et al., 2004) (Chung & Kamal, 2008) (Dai & Bates, 2008) (Kagan & Roth, 2004) (Fiebig & Schoeppner, 2016). La distance de pénétration est considérée comme ayant un effet négligeable sur la résistance mécanique des assemblages obtenus à condition qu'une distance minimale (environ 0,25 mm) soit atteinte (Dai & Bates, 2008). La pression et l'amplitude sont les paramètres dont l'impact est le plus étudié.

Le procédé de soudage par vibration a été largement décrit (Stokes, 1988) dans une étude sur le soudage de quatre polymères thermoplastiques différents, en faisant varier les paramètres procédés (amplitude de vibration, fréquence de vibration, pression de soudage). L'auteur en a conclu que différentes phases sont systématiquement observées au cours de l'opération de soudage. Elles sont identifiées sur la Figure 20 qui représente l'évolution de la distance de pénétration entre les pièces à assembler au cours du temps. Durant la première phase, la friction a lieu entre deux pièces solides : la chaleur est alors générée par des forces de Coulomb et il n'y a quasiment pas de pénétration. Le deuxième régime (t_2) commence quand la matière commence à fondre et la pénétration augmente. Au cours du troisième

régime (t_3) un état stable est atteint pendant lequel la quantité de matière qui fond équivaut à la quantité de matière éjectée sous l'effet de la pression. La pénétration augmente alors proportionnellement en fonction du temps. Lorsque la profondeur de pénétration voulue est atteinte, l'application des vibrations est arrêtée et la quatrième phase commence. Cette dernière correspond au maintien de la pression sans vibrations et permet à la pièce de refroidir tout en étant maintenue aux dimensions voulues.

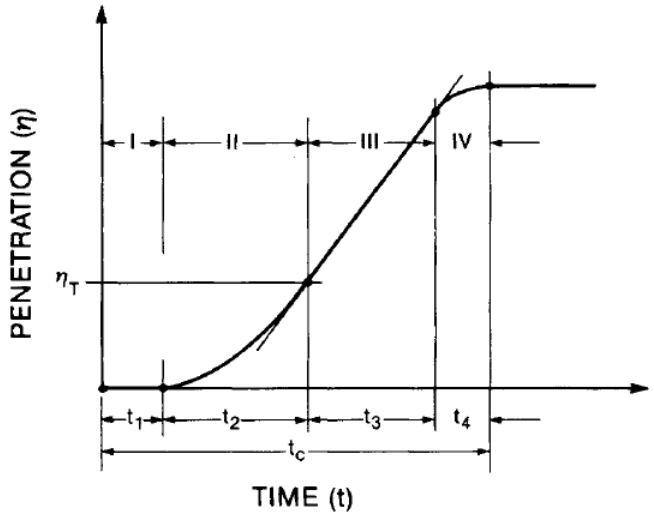


Figure 20 : Evolution de la pénétration au cours du temps lors d'une opération de soudage par vibration (Stokes, 1988)

Dans une deuxième étude, Stokes (Stokes, 1988) a modélisé le temps t_1 nécessaire pour atteindre la fusion du polymère (c'est-à-dire le début de la phase 2, illustrée sur la Figure 20). L'équation analytique obtenue (équation 3) indique que l'augmentation de la pression P_0, de la fréquence N et de l'amplitude A permet de diminuer t_1 et donc le temps de cycle de l'opération du soudage. Ce temps nécessaire pour atteindre l'état fondu à l'interface dépend également de la température ambiante T_a mais aussi des paramètres matériaux tels que la température de fusion du polymère T_m, la conductivité thermique k et la diffusivité thermique α.

$$t_1 = \frac{\pi}{\alpha}\left[\frac{k(T_m - T_a)}{2fP_0NA}\right]^2 \qquad (3)$$

En 1989, d'autres auteurs ont étudié le soudage par vibration du polypropylène (Schlarb & Ehrenstein, 1989). En cohérence avec la littérature décrite précédemment, ils ont montré que l'augmentation de la pression de soudage et de l'amplitude permet de diminuer le temps de

cycle à travers la diminution temporelle des phases 1 et 2 ainsi que l'augmentation de la vitesse de pénétration au cours de la phase 3 (Figure 21).

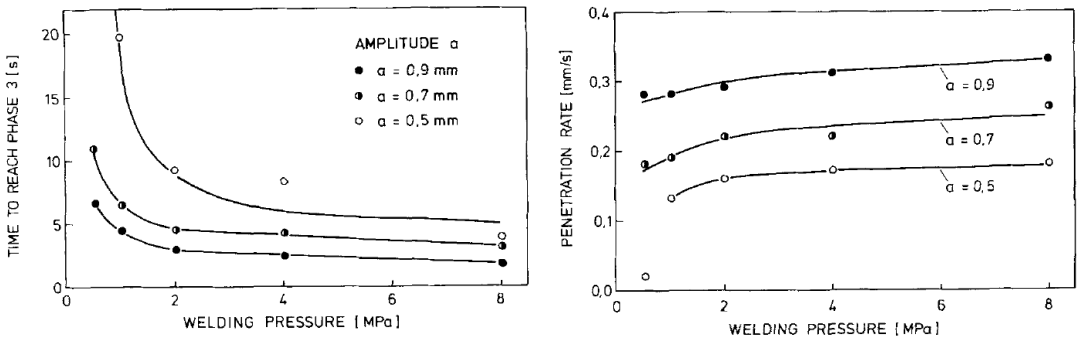


Figure 21 : Impact de la pression et de l'amplitude sur le temps de cycle (Schlarb & Ehrenstein, 1989)

1.4 Les modifications de la microstructure lors de l'opération de soudage

1.4.1 Interdiffusion macromoléculaire à l'interface

Le soudage des polymères repose sur plusieurs phénomènes physiques (Wool, et al., 1989). Dans le cas des polymères amorphes, il est d'abord nécessaire que la matière soit portée à une température supérieure à T_g pour que la mobilité des chaînes soit permise. Il faut ensuite attendre un certain temps pour que le mouillage des interfaces ait lieu afin de permettre un contact moléculaire intime. Ensuite, le mouvement brownien au sein de la matière fondue va permettre l'interdiffusion des chaînes à l'interface. Ce processus est gouverné par le mécanisme de reptation (De Gennes, 1971) (Jud, et al., 1981) en considérant que le mécanisme le plus probable pour la diffusion de la chaîne est un passage de l'interface par un bout de chaîne (situation (b) sur la Figure 22) et non un point quelconque d'une chaîne repliée en épingle (illustré sur la situation (a) de la Figure 22). Ainsi, pour un polymère amorphe monodisperse, l'interface est cicatrisée à partir du moment où le temps de reptation s'est écoulé.

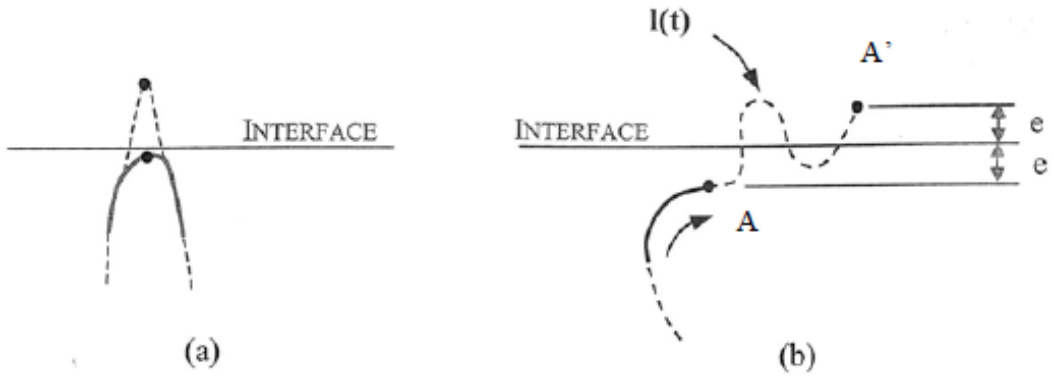


Figure 22 : Schéma représentant la pénétration de la chaîne à travers l'interface (a) par un point quelconque (b) par une extrémité

L'adhésion au niveau d'une interface a été largement décrite dans un article traitant plus spécifiquement de l'adhésion de polymères immiscibles (Creton, et al., 2001). Il ne s'agit pas exactement de notre cas d'études mais cela permet d'identifier les mécanismes intervenant à l'échelle macromoléculaire dans le cas d'une opération de soudage. Dans cette étude, les auteurs ajoutent des copolymères diblocs dont chaque extrémité est compatible avec l'un des deux polymères à assembler afin que les chaînes de ces copolymères se placent à l'interface et jouent le rôle de chaîne pontante. L'avantage de ce système d'étude modèle réside dans le fait de pouvoir contrôler la quantité de pontages (qui pourrait être assimilée au nombre de chaînes ayant traversé l'interface dans le cas du soudage de deux polymères semblables et donc miscibles). Ainsi, l'étude montre qu'il existe une compétition entre trois modes de rupture différents : l'extraction de chaînes, la scission des chaînes et l'apparition de craquelures. L'énergie de chacun de ces mécanismes peut être calculée et dépend de la densité de chaînes traversant l'interface et de leur longueur (dont va dépendre le rapport N/N_e avec N_e le nombre de monomère entre enchevêtrement). En fonction de ces deux paramètres, le mécanisme nécessitant l'énergie la plus faible va être favorisé par rapport aux deux autres, comme illustré sur la Figure 23. Ainsi, le mode de rupture par extraction de chaînes prédomine lorsque leur longueur est faible. Quand la longueur des chaînes augmente, il devient plus facile de rompre une chaîne que de la désenchevêtrer. Ce mode de rupture est alors associé à une énergie d'adhésion de l'interface plus élevée. Enfin, quand la densité surfacique de connecteurs augmente davantage, la rupture a alors lieu par apparition et propagation de craquelures. Ces craquelures rompent par désenchevêtrement pour des chaînes relativement plus courtes (inférieures à 4-5 fois la longueur entre enchevêtrements) et par scission pour des chaînes plus longues.

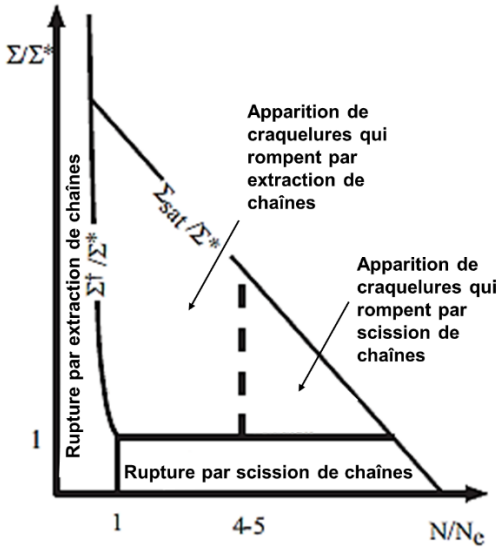


Figure 23 : Prédominance des modes de rupture en fonction des paramètres moléculaires N : longueur des chaînes et Σ densité de chaînes connectrices à l'interface, d'après (Creton, et al., 2001)

Dans notre cas, comme le montre les valeurs N/N_e du Tableau 2, les chaînes sont très longues (supérieures à 4-5 fois la longueur entre enchevêtrements) et la rupture va donc avoir lieu par scission des macromolécules dans les fibrilles de la craquelure pourvu que les macromolécules aient eu le temps de traverser l'interface et de diffuser perpendiculairement à celle-ci sur une longueur minimale de 4-5 N_e. Autrement dit, une bonne cicatrisation de l'interface ne pourra se faire que si le temps caractéristique de reptation des chaines est largement inférieur au temps de mise sous contact t_2+t_3 de la figure 17. Il nous reste donc maintenant à estimer ce temps caractéristique pour nos polymères de l'étude.

Les polymères industriels sont constitués d'une grande variabilité de longueur de chaînes, il n'existe donc pas un temps de reptation unique pour le matériau mais une multitude de temps de relaxation liés à la distribution de masse molaire. Les mesures rhéologiques permettent de déterminer une valeur moyenne de ces temps. En effet, cette détermination consiste à utiliser la courbe de la viscosité du polymère en fonction du taux de cisaillement. Dans ce cas, l'équation de Yasuda et Carreau (Carreau, 1968) (Bird, et al., 1987) indique que l'abscisse du croisement des asymptotes définies aux fréquences limites répond à la condition $\frac{d\gamma}{dt} = \frac{1}{\lambda}$ avec λ le temps de relaxation. Partant de cette assertion, il est possible de définir la valeur des temps de reptation pour les différents matériaux de l'étude d'après des courbes de rhéologie. Pour le PA6, et PA66, les courbes de référence ont été prises de la littérature (Parrini, et al., 1976) car le matériau sans fibres de verre n'était pas disponible dans le cadre de l'étude. Pour le PP, les essais ont été réalisés sur un rhéomètre MCR502 d'Anton Parr avec un système de

mesure plan-plan. Les résultats obtenus sont indiqués dans le Tableau 2 et sont inférieurs à la seconde. Ainsi, sachant que le temps d'application des vibrations pendant le procédé de soudage dure environ 10 secondes et que la fusion commence au bout d'une seconde, le temps de procédé est supérieur au temps de reptation de la chaîne.

Enfin, au vu de la longueur des chaînes significativement élevée des polymères de l'étude (Tableau 2), et des indications de la Figure 23, la rupture des échantillons aura lieu par scission des chaînes macromoléculaires.

Polymère	M_e (kg/mol)	M_n[1]	N/N_e	$\lambda_{carreau}$ (s)
PA66	2 (Wu, 1989)	30	15	~ 0,1 [2]
PA6	2,5 (Wu, 1989)	31	12,4	~ 0,1 [2]
PP	3,5 (Fetters, et al., 1994)	90	25,7	~ 1 [3]

[1] mesuré par chromatographie d'exclusion stérique

[2] déterminés d'après des données de la littérature (Parrini, et al., 1976)

[3] déterminé d'après des essais de rhéologie effectués

Tableau 2 : Grandeurs caractéristiques des polymères étudiés intervenant dans les mécanismes d'adhésion

1.4.2 Variation de la morphologie cristalline au sein de la zone affectée thermiquement (ZAT)

1.4.2.1 Les différentes morphologies cristallines et leur effet sur la tenue de l'assemblage

Dans le cas des polymères semi-cristallins, d'autres mécanismes viennent s'ajouter à l'interdiffusion des chaînes comme le phénomène de co-cristallisation identifié notamment par l'observation d'une structure lamellaire continue à travers l'interface en TEM et associé aux assemblages présentant une adhésion élevée (Smith, et al., 2001).

De plus, dans le soudage par vibration, l'interface disparait au cours du procédé au profit de la création d'une zone soudée relativement épaisse (de l'ordre de la centaine de microns) appelée zone affectée thermiquement. Ainsi, il apparait que la tenue de l'assemblage dépend principalement de la microstructure, et des propriétés mécaniques associées, de cette zone.

Plusieurs couches distinctes avec des morphologies cristallines différentes se forment au sein de la zone affectée thermiquement, en raison des gradients de température et de cisaillement présents. Ces couches ont notamment été identifiées dans le cas du polypropylène (Schlarb & Ehrenstein, 1989) et du polyamide 6 (Chung & Kamal, 2008) par le biais d'observations en microscopie optique à lumière polarisée qui permet de visualiser les morphologies cristallines en raison du caractère biréfringent des sphérolites.

Dans le cas du PP (Schlarb & Ehrenstein, 1989), les clichés obtenus, visibles sur la Figure 24, montrent les microstructures obtenues pour trois pressions de soudages différentes. On constate que plus la pression de soudage est élevée, plus la zone affectée thermiquement est fine au milieu mais épaisse sur les bords (avec une ouverture en « delta »). Les auteurs évoquent également la présence d'un « knotty point », repéré par la lettre K sur la Figure 24, qui marque l'ouverture de la zone affectée thermiquement en « delta ». Ils attribuent son existence au passage d'un flux à régime laminaire à un flux soumis à des phénomènes de rupture de la masse fondue en raison d'effets élastiques advenant lors de l'écoulement de la matière pendant l'opération de soudage. Ce phénomène n'est repéré que pour la soudure réalisée à haute pression (8 MPa).

Comme visible sur la Figure 24, la zone affectée thermiquement est composée d'une couche interne (I) constituée d'une couche sombre sans microstructure apparente puis d'une couche contenant des sphérolites déformés (D) et enfin de la matière non affectée thermiquement par la soudure (B) qui contient des sphérolites de gros diamètres. Dans le cas de la soudure obtenue à basse pression (0,5 MPa), une autre couche, fondue puis recristallisée et contenant des petits sphérolites est également visible. Elle est située entre la couche interne (I) et la couche (D) et est nommée (R) pour couche recristallisée. La couche D, quant à elle, se forme lors de la déformation sous cisaillement de la matière qui n'a pas atteint l'état fondu.

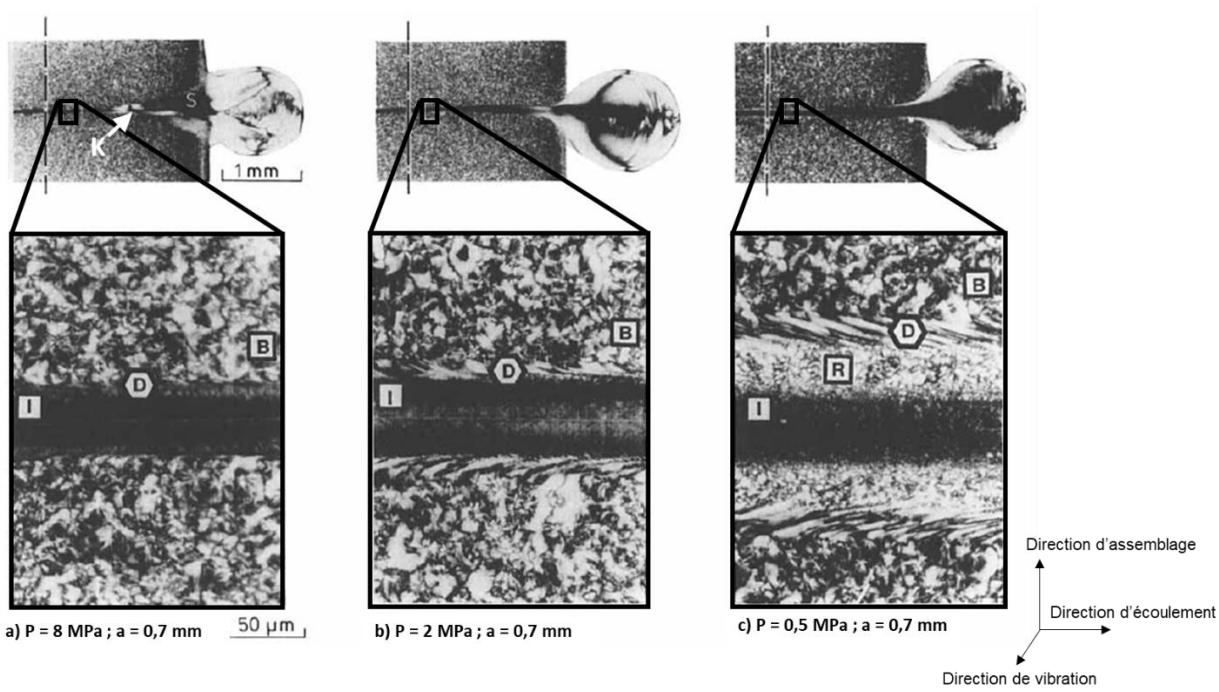


Figure 24: Microstructure de la zone soudée du PP pour différentes conditions de soudage (Schlarb & Ehrenstein, 1989)

Ces auteurs (Schlarb & Ehrenstein, 1989) ont également réalisé des essais mécaniques (test de Charpy) sur les différents échantillons soudés. Les résultats sont visibles sur la Figure 25 et indiquent que les soudures les plus résistantes sont celles qui sont effectuées à basse pression et faible amplitude à condition que la durée d'application des vibrations soit suffisamment longue. Enfin, la mise en relation des résultats mécaniques avec la caractérisation de la microstructure atteste que la bonne tenue mécanique des soudures réside dans la présence de la couche recristallisée (R).

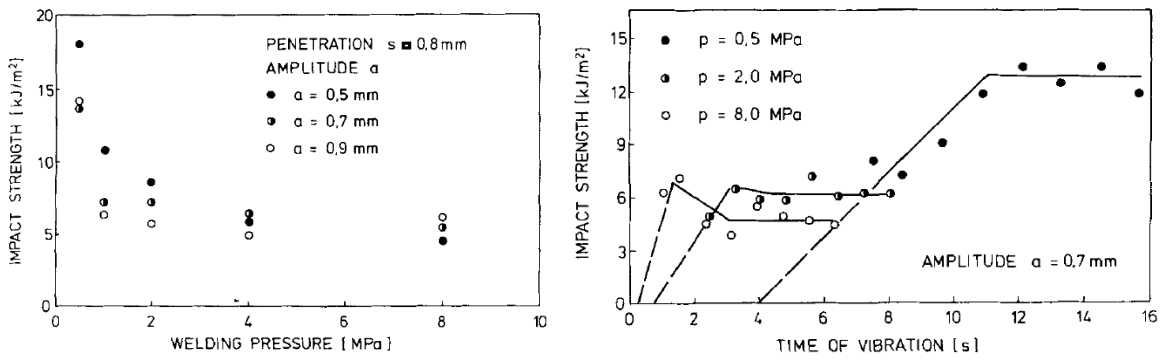


Figure 25 : Influence des paramètres de soudage sur la tenue mécanique d'échantillons soudés (Schlarb & Ehrenstein, 1989)

Dans le cas du polyamide 6, Chung et Kamal (Chung & Kamal, 2008) ne distinguent que 2 couches : la couche recristallisée et la couche déformée (visibles sur la Figure 26). Comme dans le cas du PP, la couche recristallisée est formée de sphérolites recristallisés depuis l'état fondu tandis que la couche déformée est constituée de sphérolites cisaillés lorsque le polymère était entre T_g et T_f. La Figure 26 montre les microstructures obtenues au sein de la zone soudée du PA6 après application de quatre conditions de soudage différentes (variation de la pression et de l'amplitude de vibration). Les dimensions des sphérolites sont plus importantes lorsque le soudage est effectué à basse pression comme visible sur la Figure 26 en comparant les clichés (a) et (c) d'une part et (b) et (d) d'autre part. Les clichés obtenus montrent également que l'augmentation de l'amplitude diminue la quantité de sphérolites visibles sur les clichés.

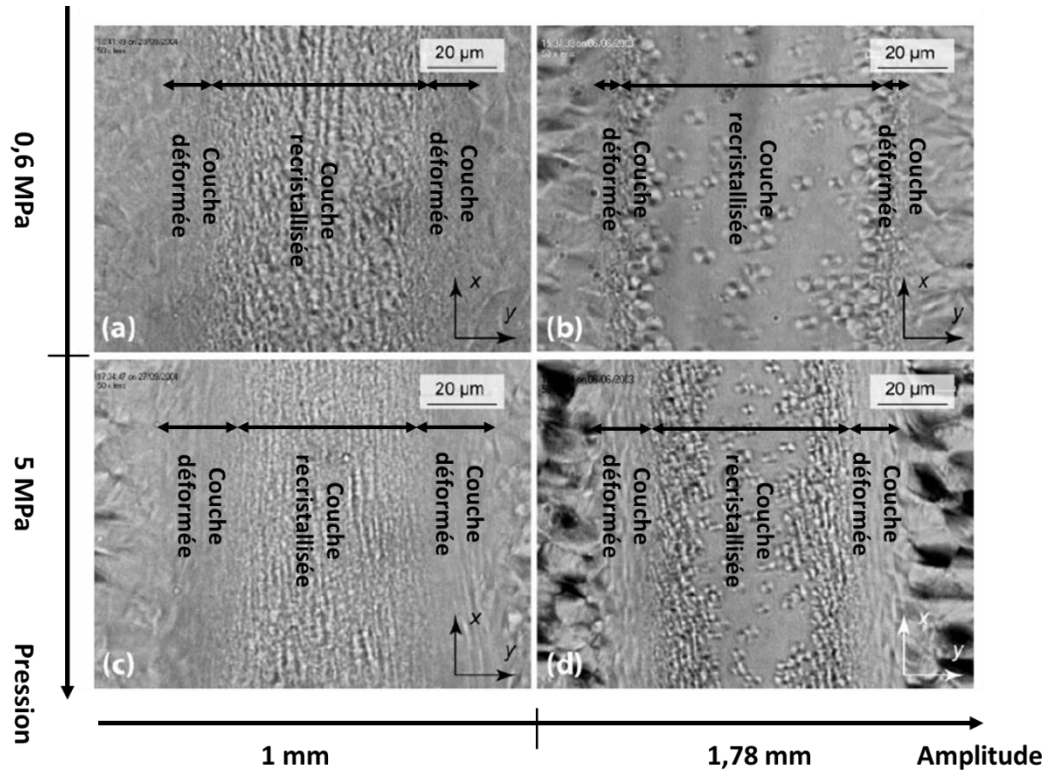


Figure 26 : Observation au microscope optique à lumière polarisée de la ZAT du PA6 (Chung & Kamal, 2008)

Comme l'étude précédemment citée sur le PP (Schlarb & Ehrenstein, 1989), ces travaux sur le PA (Chung & Kamal, 2008) indiquent que la pression a un impact sur l'épaisseur de la zone soudée, notamment sur la couche recristallisée (qui correspond à la zone qui a fondu) dont l'épaisseur, visible sur la Figure 26, diminue avec l'augmentation de la pression. Ceci est

cohérent avec l'analyse de Stokes (Stokes, 1988) qui a permis d'obtenir une relation entre l'épaisseur de la couche fondue et les paramètres procédés :

$$h_0{}^3 = \frac{\mu b^2 \dot{\eta}}{P_0} \qquad (4)$$

où h_0 est la hauteur de la couche fondue, μ la viscosité de la couche fondue, b la largeur de la plaque, η la vitesse de pénétration des deux plaques et P_0 la pression de soudage appliquée.

Les différents paramètres de cette équation sont liés : une augmentation de la pression entraine une augmentation de la vitesse de pénétration qui n'est pas un paramètre contrôlé. La pression et la vitesse de pénétration ayant des effets antagonistes sur l'épaisseur de zone fondue, les effets peuvent se compenser dans certaines conditions. Une hausse de la pression génère également une augmentation de la température à l'interface qui provoque une diminution de la viscosité de la matière fondue. Ainsi, plus la matière à souder est rhéofluidifiante, plus la pression aura un effet visible sur l'épaisseur de la zone affectée thermiquement. Le PP étant plus rhéofluidifiant que le PA (Bates, et al., 2005), cela explique que les variations d'épaisseur de la zone soudée soient plus visibles sur le PP.

Chung et Kamal (Chung & Kamal, 2008) ont également étudié la nature des phases cristallines dans les différentes couches de la zone soudée par IRTF (Infra Rouge par Transformée de Fourrier) et ont observé une augmentation de la phase cristalline γ, notamment dans la couche recristallisée de la ZAT du PA6, d'autant plus marquée que la pression de soudage est élevée (Figure 27). Ainsi, le cisaillement induit par l'opération de soudage lors de la cristallisation semble responsable de l'apparition de la phase γ.

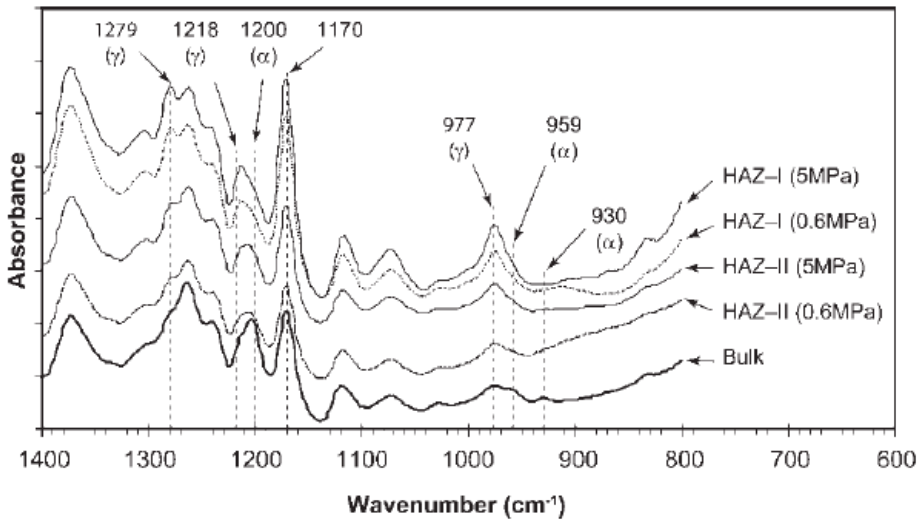


Figure 27 : Spectre infrarouge du PA6 dans les différentes couches de la ZAT et le non soudé (Chung & Kamal, 2008)

1.4.2.2 Hétérogénéité des propriétés mécaniques au sein de la ZAT

Dans l'ensemble des études citées jusqu'ici, la soudabilité du matériau est évaluée en comparant la contrainte nominale à la rupture de l'assemblage avec la contrainte nominale à la rupture du matériau non soudé, mais les différences de comportement mécanique de chaque couche identifiée dans la zone soudée ne sont pas étudiées. Afin de mieux comprendre l'impact de la présence de chacune de ces couches sur la tenue mécanique de l'assemblage, certains auteurs (Albrecht, et al., 2016) ont mesuré la déformation au sein de chacune de ces couches (nommées W, I, R, D et B dans cette étude et identifié sur la Figure 29). Pour cela, ils ont travaillé sur des coupes minces, d'épaisseur 20 µm, et ont réalisé un essai de traction perpendiculaire au plan de soudage en observant la coupe mince à l'aide d'un microscope à lumière polarisée, comme illustré sur la Figure 28. Ces mesures ont ainsi permis de déterminer la déformation de chaque couche identifiée dans la zone soudée.

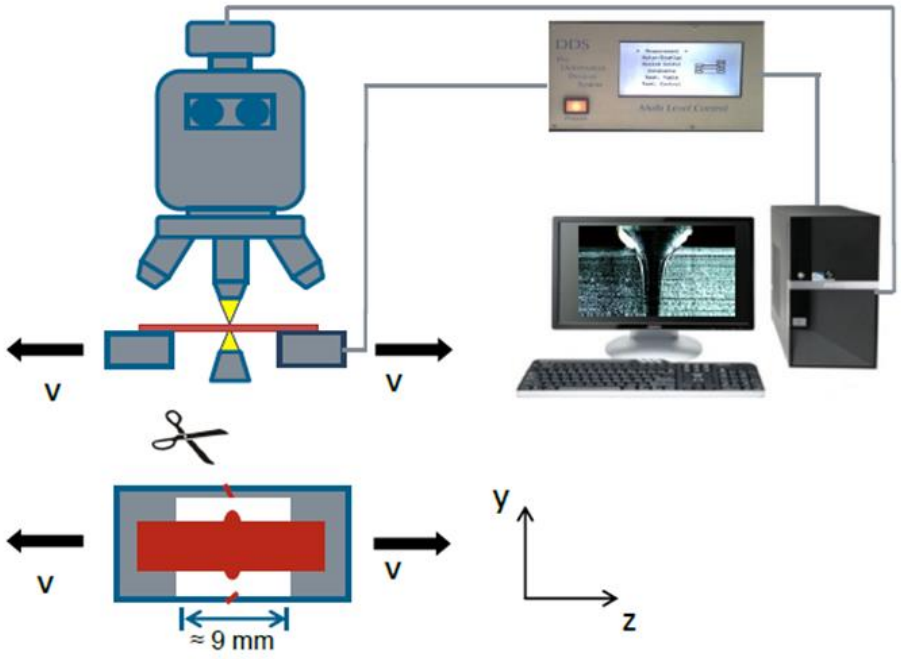


Figure 28 : Dispositif de mesure de la déformation locale de la zone soudée du PP sous traction (Albrecht, et al., 2016)

Les résultats, visibles sur la Figure 29, attestent d'une différence de comportement mécanique des différentes couches et donc d'une hétérogénéité de la zone soudée. Le module d'élasticité est plus faible dans la zone soudée pour la couche de sphérolites déformées (D : Deformed

layer) dans les échantillons soudés à basse pression. La déformation à la rupture est différente pour chaque couche de la zone soudée et reste, dans tous les cas, inférieure à la déformation du matériau non soudé. De plus, ces résultats confirment encore une fois que les échantillons de PP soudés à basse pression présentent la même contrainte maximale que les échantillons non soudés (environ 28 MPa) tandis que les échantillons soudés à forte pression présentent une contrainte à la rupture plus faible (environ 18 MPa). La déformation à la rupture est aussi plus faible pour une pression de soudage appliquée plus élevée.

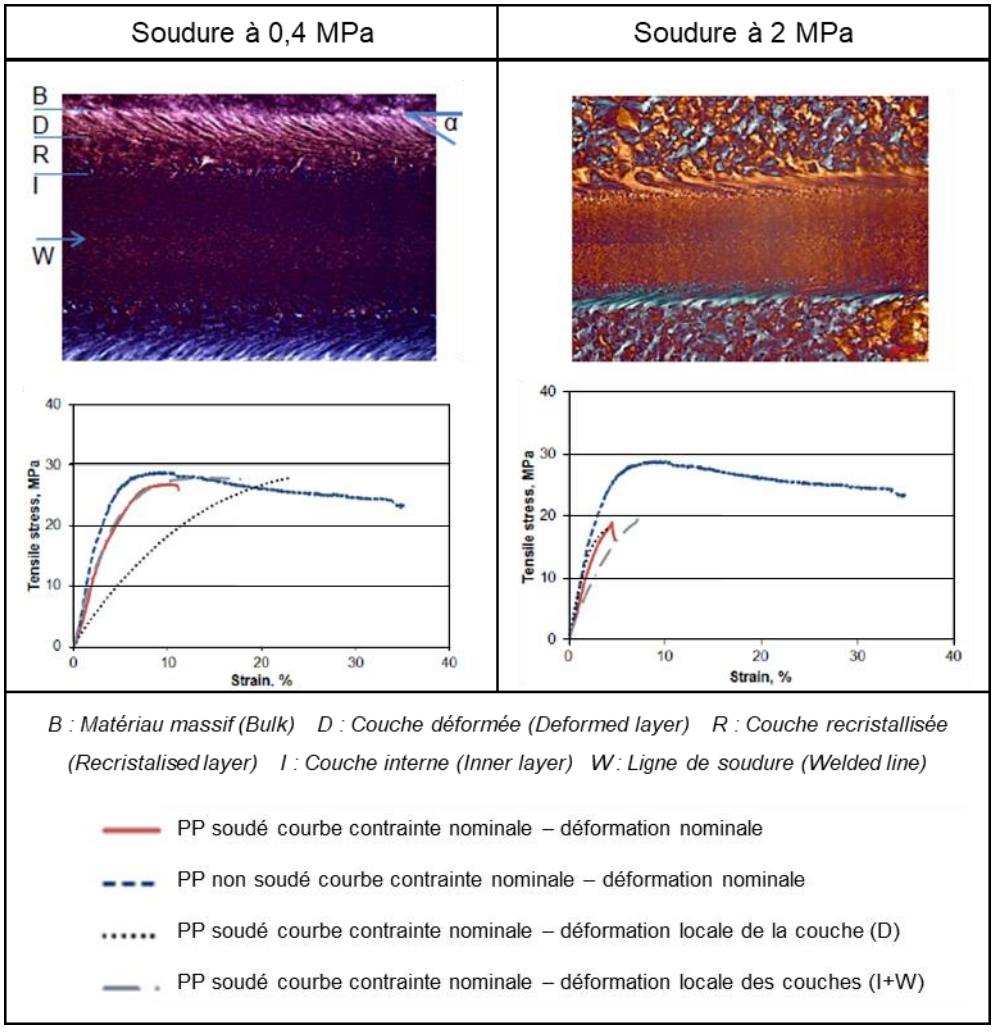


Figure 29 : Courbe contrainte – déformation globale du PP non soudé (B) et contrainte - déformation locale des différentes couches de la zone soudée du PP illustrée sur les images (Albrecht, et al., 2016)

La contrainte locale à la rupture (von Mises), appelée *Ultimate tensile strength* sur la Figure 30, a été déterminée par simulation pour l'ensemble de la couche fondue (*global,* identifiée par un losange rouge) et pour la couche interne (*local (I+W)* identifiée par un triangle gris) de plusieurs échantillons soudés. La Figure 30 présente l'évolution de ces contraintes en fonction

de l'épaisseur totale de la zone fondue. Pour chaque échantillon, il apparait que les contraintes locales des deux zones sont très proches. De plus, l'étude révèle une corrélation entre ces contraintes à la rupture et l'épaisseur de la couche fondue. Les auteurs expliquent cela par le fait qu'une zone soudée épaisse favorise une distribution des contraintes bénéfique à une contrainte à la rupture élevée.

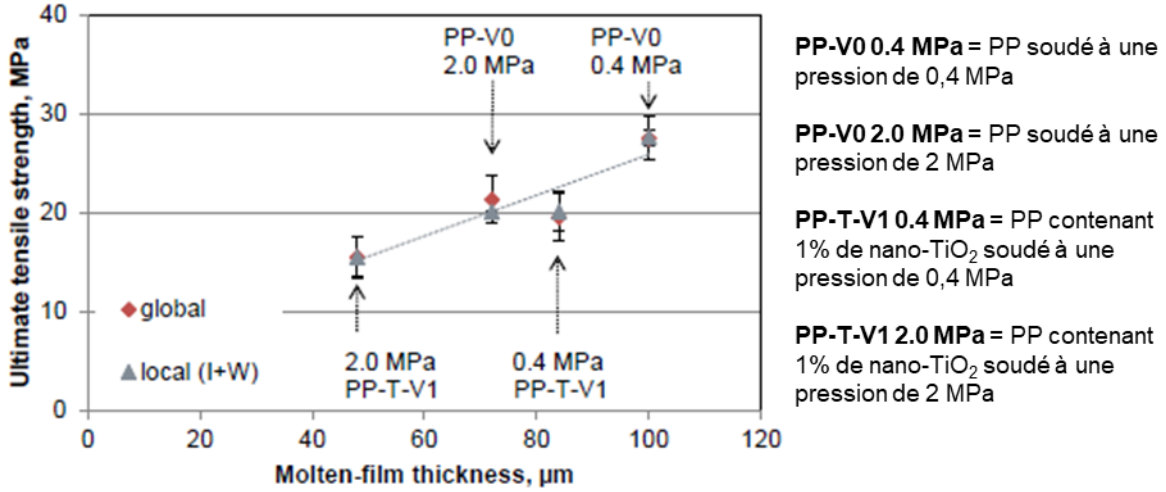


Figure 30 : Corrélation entre la microstructure et les propriétés mécaniques locales (Albrecht, et al., 2016)

1.4.3 Réarrangement spatial des fibres de verre au sein de la zone soudée

La présence de fibres de verre diminue la soudabilité du matériau. En effet, il a été montré que le facteur de soudage (*Relative Strength of Joint* dans le Tableau 3), qui correspond à la contrainte à la rupture du matériau soudé par rapport à la contrainte à la rupture du même matériau non soudé, diminue avec l'augmentation du taux de fibres de verre (Kagan & Roth, 2004). La résistance absolue de la soudure (*Joint Strength*) augmente avec l'ajout de fibres jusqu'à atteindre un optimum à 14% de fibres de verre puis diminue.

Thickness of Plaque (mm)		Wt. % GF	Joint (B) Strength (MPa)	Relative Strength of Joint	Relative to Matrix Strength
T1	T2				
4.0	6.25	0	79.3	0.97	0.97
4.0	6.25	6	83.1	0.96	1.01
4.0	6.26	14	90.7	0.71	1.11
4.0	6.25	25	90.2	0.56	1.10
4.0	6.26	33	85.6	0.46	1.04
4.0	6.25	45	81.9	0.39	0.99

Tableau 3 : Impact du taux de fibres sur la résistance mécanique de la soudure du nylon (Kagan & Roth, 2004)

Plusieurs hypothèses sont apportées pour expliquer cette diminution de la soudabilité avec l'ajout de fibres (Patham & Foss, 2011). Tout d'abord, la réorientation des fibres dans la zone soudée selon des directions transverses à la sollicitation (qui est confondue avec la direction d'assemblage). En effet, lors des opérations de soudage par vibration, deux flux de matière fondue se forment à l'interface : le flux de cisaillement (*shear flow*) dû à la vibration d'une des deux pièces et le flux d'écrasement ou d'écoulement (*squeeze flow*) dû à l'application d'une pression sur la zone fondue. Les directions de ces flux, tous deux susceptibles d'induire une réorientation des fibres, sont illustrées sur la Figure 31.

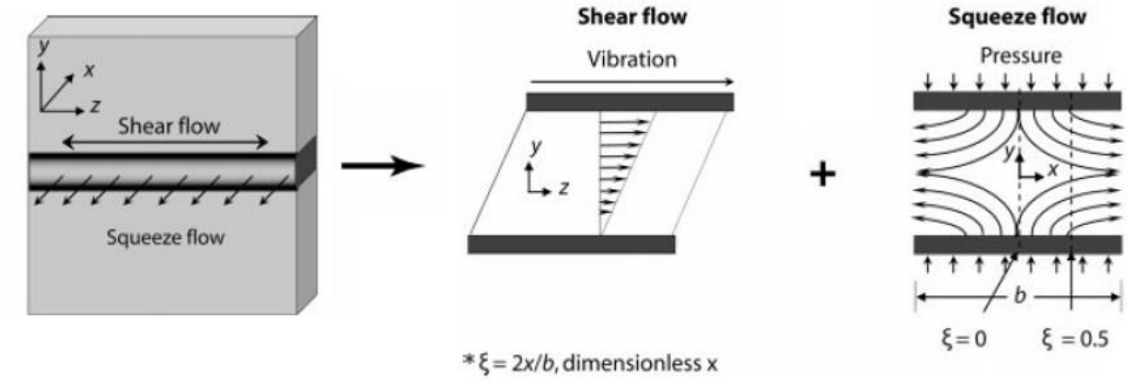


Figure 31 : Flux de matière présents à l'interface lors du soudage par vibration longitudinal (Kamal, et al., 2008)

Kamal, *et al*. (Kamal, et al., 2008) ont caractérisé la réorientation des fibres dans le plan de soudure pour le cas du polyamide 6 avec 30% de fibres de verre à l'aide d'images 2D obtenues par microscopie optique. Ils ont utilisé les composantes diagonales a_{xx}, a_{yy} et a_{zz} du tenseur d'orientation des fibres pour quantifier la réorientation. Plus la valeur de ces composantes est grande plus cela signifie que les fibres sont orientées selon l'axe correspondant. La Figure 32 montre les valeurs du tenseur d'orientation (histogramme a) selon la direction d'assemblage y et la contrainte à la rupture des échantillons correspondants (histogramme b) pour quatre conditions de soudage différentes (1 - 4) ainsi que pour la référence non soudé (5). Les conditions ξ = 0 et ξ = 0,5 correspondent à différentes localisations le long de l'axe x. Il s'agit respectivement du milieu de l'épaisseur et de la mi-distance entre le milieu et le bord de la plaque, comme illustré sur la Figure 31.

En cohérence avec le Tableau 3, les résultats indiquent que l'ajout de fibres permet d'améliorer la contrainte à la rupture lorsque le matériau n'est pas soudé mais la diminue pour les

assemblages soudés. De plus, la valeur minimale de a_{yy} pour chaque configuration, lisible sur l'histogramme a, varie de manière relativement semblable à la contrainte à la rupture des échantillons renforcés de l'histogramme b. La réorientation des fibres pourrait donc expliquer la baisse de contrainte à la rupture lors du soudage des polymères renforcés.

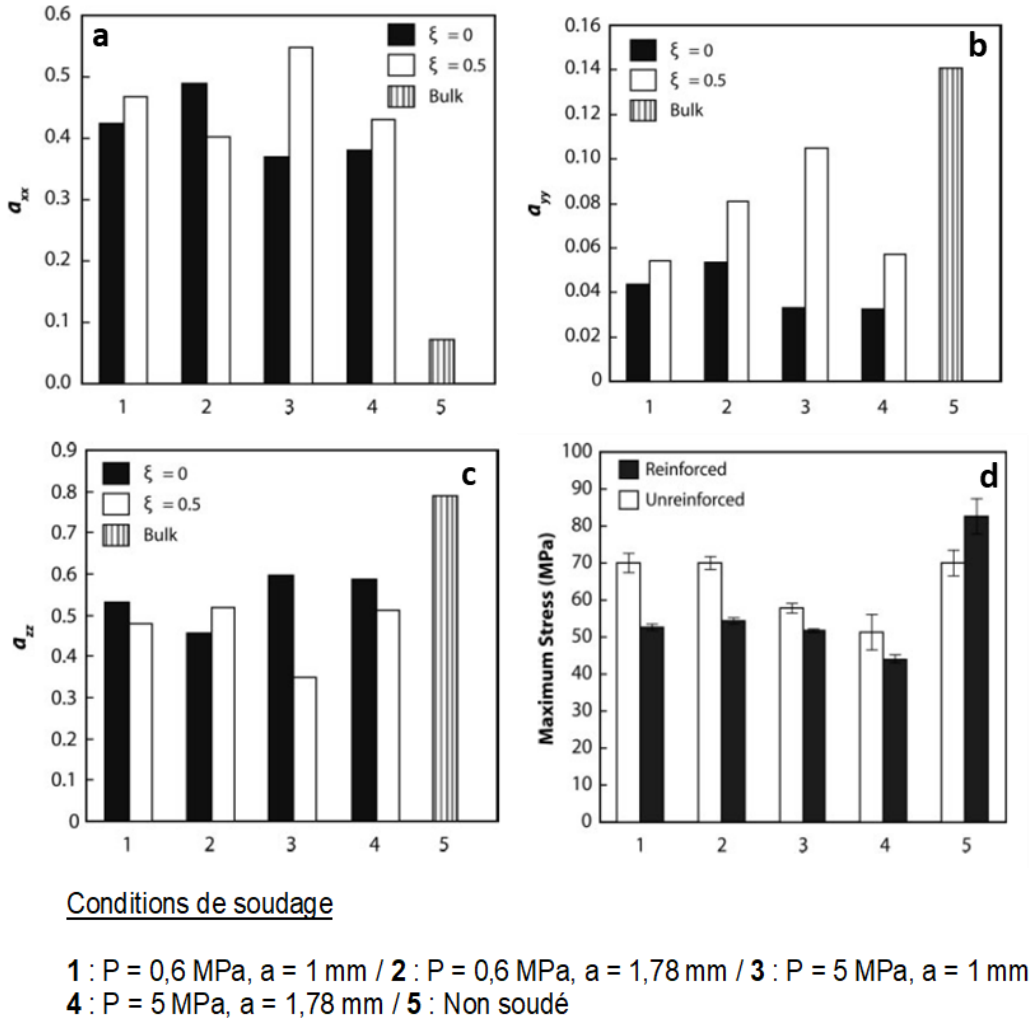


Figure 32 : Quantification de l'orientation des fibres dans la zone soudée et en dehors (a, b, c) et contraintes à rupture des assemblages correspondants (d) (Kamal, et al., 2008)

Dans cette étude, les fibres sont initialement orientées perpendiculairement à la direction d'assemblage avant l'opération de soudage puisque la valeur de a_{yy} est très faible (a_{yy} =0,14) dans le bulk alors que a_{zz} vaut 0,8. L'orientation initiale au sein des plaques à assembler est donc défavorable à une orientation des fibres dans la direction d'assemblage. Ainsi, la diminution de la quantité de fibres orientées dans cette direction est relativement faible (passage de a_{yy} =0,14 à a_{yy} compris entre 0,02 et 0,10 selon les conditions de soudage).

C'est pourquoi, Dai et Bates (Dai & Bates, 2008) ont tenté de déterminer l'impact de l'orientation initiale des fibres, au sein de la pièce avant soudage, sur la tenue mécanique de l'assemblage. Comme expliqué précédemment, l'orientation initiale des fibres au sein des plaques injectées est due au procédé d'injection qui oriente majoritairement (à l'exception de la couche de cœur) les fibres dans la direction d'injection. Ainsi, pour réaliser des soudures avec différentes orientations initiales de fibres, les auteurs ont découpé les plaques injectées selon différents axes, comme illustré sur la Figure 33. Les résultats de cette étude ne montrent qu'une très légère hausse de la contrainte à la rupture, visible à droite sur la Figure 33, pour les échantillons soudés avec un plan de soudure choisi de manière à favoriser l'orientation initiale des fibres pour qu'elles puissent traverser l'interface.

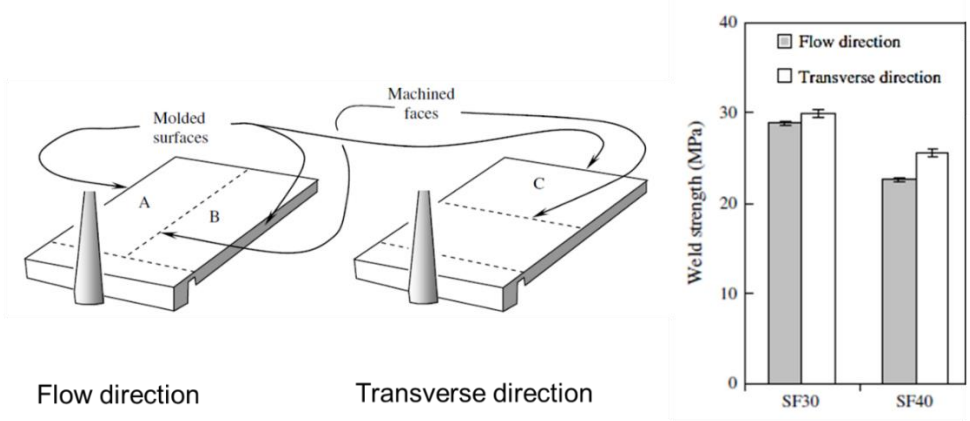


Figure 33 : Valeurs de résistance en traction du polypropylène renforcé par des fibres de verre à 30% (SF30) et 40% (SF40) soudé avec différentes orientations de fibres initiales (Dai & Bates, 2008)

Comme expliqué par Fiebig et Schoepnner (Fiebig & Schoeppner, 2016) l'orientation des fibres de verre due au procédé d'injection présente également des effets de bords, illustrés sur la Figure 34 - a, aux abords des parois du moule qui tendent à orienter les fibres parallèlement aux surfaces de la plaque. Ainsi, l'orientation des fibres dans la configuration *Transverse direction* de la Figure 33 présente probablement une orientation des fibres proche de la configuration *Flow direction* expliquant pourquoi la contrainte a rupture n'est pas très différente entre les deux configurations.

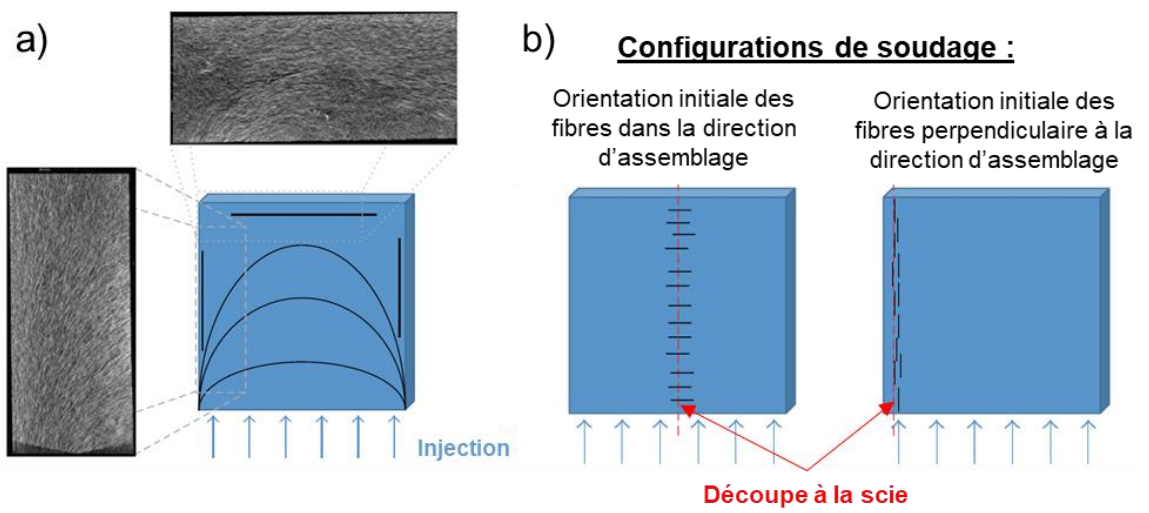


Figure 34 : Illustration schématique des effets de bords (a) induit par le procédé d'injection et stratégie de soudage (b) (Fiebig & Schoeppner, 2016)

Dans leur étude, Fiebig et Schoepnner (Fiebig & Schoeppner, 2016) ont découpé une partie des plaques au milieu avant de les souder et ont réalisé des analyses en microtomographie afin de vérifier l'orientation réelle des fibres de verre sur des échantillons en PP et PA, comme illustré sur la Figure 34 - b. Leur étude montre qu'orienter initialement les fibres dans la direction d'assemblage ne permet pas d'obtenir des soudures avec des contraintes à rupture plus élevées car les fibres sont réorientées dans tous les cas par les flux de cisaillement et d'écoulement. Leurs résultats indiquent également que pour certaines configurations de soudage, il n'y a pas de corrélation entre la quantité de fibres orientées dans la direction de sollicitation au sein de la zone soudée et la contrainte à la rupture des échantillons soudées. Ceci est peut-être dû au fait que les zones d'analyses pour la quantification de l'orientation des fibres ne sont pas représentatives de la zone soudée puisqu'il existe d'importantes hétérogénéités dans la soudure dues notamment à la présence des deux flux de cisaillement et d'écoulement qui réorientent les fibres dans des directions perpendiculaires. Si le volume d'analyse est mal défini, une section contenant peu de fibres dans la direction d'assemblage peut ne pas être détectée car englobée dans la moyenne avec les zones voisines.

1.5 Conclusions de l'étude bibliographique

De nombreux travaux de la littérature se sont intéressés au lien procédé -microstructure - propriétés dans le cas de la soudure des polymères thermoplastiques semi-cristallins vierges. Ces études indiquent que le paramètre procédé ayant le plus d'influence sur les propriétés mécaniques est la pression de soudage. Au sein de la zone soudée, cette pression a un impact sur la morphologie cristalline qui gouverne les propriétés mécaniques du matériau. Cependant, bien que diminuer la pression de soudage augmente généralement la contrainte à la rupture, cela allonge également le temps de cycle du procédé. Il est donc nécessaire de rechercher un optimum entre une bonne tenue mécanique et un temps de cycle acceptable lors du développement de nouvelles pièces. Pour cela, il est nécessaire d'avoir connaissance des mécanismes à l'échelle de la microstructure qui contrôlent la tenue mécanique de l'assemblage.

Concernant les polymères renforcés, l'abattement de la contrainte à la rupture du matériau lié à l'opération de soudage est beaucoup plus important que pour les polymères vierges. Des facteurs de soudage d'environ 0,5 ont été mesurés pour des polymères renforcés à 30% de fibres de verre contre 1 pour le même polymère sans renfort. Le mécanisme mis en avant dans la littérature expliquant cette baisse de la contrainte à la rupture plus importante est la réorientation des fibres dans la zone affectée thermiquement pendant l'opération de soudage. Cependant, aucune étude publiée à ce jour ne permet de quantifier significativement ces phénomènes en les corrélant avec la tenue mécanique des assemblages. De plus, d'autres phénomènes intervenant dans la zone soudée sont suspectés d'impacter la contrainte à la rupture des soudures comme l'agglomération des fibres ou la perte locale en fibres (Patham & Foss, 2011) et mériteraient d'être quantifiés.

Afin de comparer la soudabilité des trois polymères utilisés pour la fabrication des répartiteurs d'air (polyamide 66, polyamide 6 et polypropylène), il est donc nécessaire de développer une méthodologie permettant l'identification et la quantification des paramètres de la microstructure. Il est aussi important de définir la tenue mécanique des assemblages pour un type de chargement s'approchant des conditions de sollicitations de la pièce lors de son utilisation afin d'étudier les relations microstructures-propriétés mécaniques des soudures dans ce cadre.

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes 49

2.1 La campagne de soudage du polyamide 49
2.2 La campagne de soudage du polypropylène 51
2.3 Les essais de traction 52
2.3.1 Justification du choix de chargement 52
2.3.2 Géométrie des éprouvettes 53
2.3.3 Vitesse de sollicitation 54
2.3.4 Séchage des éprouvettes 55
2.3.5 Mesure de la déformation à l'aide d'un extensomètre vidéo 56
2.3.6 Mesure de la déformation par corrélation d'images numériques 2D 57
2.4 La Chromatographie d'Exclusion Stérique (SEC) 60
2.5 La Microscopie optique en transmission sous lumière polarisée 61
2.6 La Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) 61
2.6 La diffraction des rayons X (SAXS et WAXS) 63
2.7 La tomographie aux rayons X (tomographie RX) 64
2.7.1 Le principe de fonctionnement 64
2.7.2 L'acquisition des données au synchrotron et la reconstruction des fichiers volumiques 64
2.7.3 Le post-traitement des données 65

Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

L'objectif de l'étude est d'étudier dans un but de comparaison la soudabilité du PP, du PA6 et du PA66, renforcés par des fibres de verre, trois matériaux utilisés pour la fabrication des répartiteurs d'air. À cette fin, des partenariats ont été réalisés avec des fabricants de matières premières fournissant des matériaux pour la fabrication du répartiteur d'air en question.

Pour la partie polyamide, il a été choisi d'étudier le soudage de cinq différents grades commerciaux développés par BASF® dont deux polyamides 66 et trois polyamides 6. Ces différents grades varient par la formulation de la matrice, c'est-à-dire la nature et la quantité des colorants et stabilisants ainsi que dans certains cas les masses molaires des polymères. En revanche, le taux de fibres est maintenu à 30% en masse pour tous les polyamides car il s'agit du taux généralement utilisé dans l'industrie pour la fabrication du répartiteur d'air.

Nous avons également souhaité étudier l'effet du taux de fibres sur la soudabilité de la matière. Pour cela, en plus du PP à 35% de fibres de verre classiquement utilisé pour la fabrication des répartiteurs d'air, Sumika Polymer Compunds® a également formulé 3 autres grades en conservant une matrice polypropylène identique tout en faisant varier le taux de fibres.

2.1 La campagne de soudage du polyamide

Différents grades commerciaux de polyamide ont été fournis par BASF®. Les grades A3WG6 bk564 et A3WG6 bk20560 sont des polyamides 66 avec 30% de fibres de verre en masse. La différence entre les deux réside dans la nature du colorant. Le premier grade contient du noir de carbone tandis que le deuxième est formulé avec un colorant noir organique. Les grades B3WG6 bk564 et B3WG6 BGVW bk564 sont des polyamides 6 avec 30% de fibres de verre en masse et diffèrent seulement par la nature du colorant. En revanche, le grade B3WG6 GPX bk23238 est un grade de PA6-GF30 développé spécialement pour des applications nécessitant des opérations de soudure. Il présente pour cela une masse molaire plus élevée et un ensimage amélioré. Le diamètre moyen des fibres annoncé pour tous ces grades est de 10 micromètres.

Grade commercial	Nom dans le manuscrit	Colorant	M_n (kg/mol) [1]	Ensimage
A3WG6 bk564	**PA66-GF30 – A**	Minéral	30	Classique
A3WG6 bk20560	**PA66-GF30 – AN**	Organique	30	Classique
B3WG6 bk564	**PA6-GF30 – B**	Minéral	31	Classique
B3WG6 BGVW bk564	**PA6-GF30 – BVW**	Minéral et organique	31	Classique
B3WG6 GPX bk23238	**PA6-GF30 - BG**	Minéral et organique	34	Amélioré
[1] mesuré par chromatographie d'exclusion stérique et exprimé en équivalent PMMA				

Tableau 4 : Récapitulatif des spécificités de chaque grade commercial de polyamide étudié

Ces polymères ont été injectés au centre R&D de BASF®, à Ludwigshafen (Allemagne), en plaques de dimensions 150 x 150 x 3 mm. Les plaques ont ensuite été stockées dans des sacs hermétiques, afin qu'elles n'absorbent pas d'humidité, en attendant l'étape de soudage. Le taux d'humidité résiduel a été vérifié avant soudage à l'aide d'un appareil Aquatrac® de Brabender Messtechnik® et a toujours été trouvé inférieur à 0,01 % en masse. Comme expliqué précédemment dans le chapitre 1, l'orientation des fibres au sein des plaques est induite par le procédé d'injection. C'est pourquoi il a été nécessaire de découper les plaques à la scie selon différents axes pour pouvoir obtenir une majeure partie des fibres initialement orientée perpendiculairement et parallèlement au plan de soudage, comme illustré sur la Figure 35. Les plaques ont été soudées chez BASF® sur une machine de soudage Branson® ayant pour référence M-102H. L'amplitude de vibration a été fixée à 1,8mm, la fréquence à 240 Hz et la profondeur de pénétration était égale à 1,5mm. Deux pressions de soudage différentes ont été appliquées : 1 et 4 MPa.

Des éprouvettes de traction ont ensuite été extraites de ces plaques par usinage à l'aide d'une fraise et sont nommées éprouvettes soudées transversales (TW) et soudées longitudinales (LW) en référence à l'orientation des fibres en peau vis-à-vis de la direction de sollicitation (orientée selon l'axe y sur le schéma de la Figure 35). La configuration TW, qui consiste à souder les bords moulés des plaques, est la configuration traditionnellement rencontrée sur des pièces industrielles. La configuration LW a été réalisée afin d'obtenir des échantillons soudés avec des fibres initialement orientées perpendiculairement au plan de soudage de manière qu'elles puissent traverser l'interface. Il faut noter que cette configuration est propre à l'étude et n'est jamais rencontrée sur des pièces réelles puisque les étapes d'injection ne sont jamais suivies d'étapes de découpe et que le procédé d'injection oriente les fibres parallèlement aux parois du moule en surface.

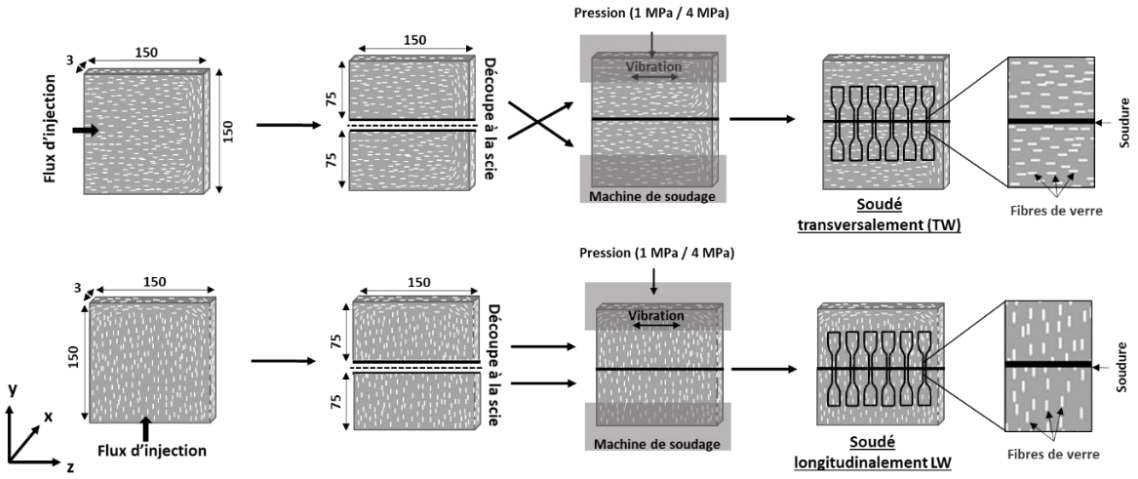


Figure 35 : Représentation schématique du protocole de soudage du PA

2.2 La campagne de soudage du polypropylène

Le polypropylène sous forme de granulés a été fourni par Sumika Polymer Compounds ®. Dans les formulations classiques, la viscosité de la matrice est ajustée en modifiant les masses molaires pour les différents taux de fibres afin de faciliter la mise en œuvre en gardant une rhéologie de la matière similaire. Néanmoins, l'objectif de cette étude étant de déterminer l'impact du taux de fibres sur la soudabilité et sachant que la longueur des chaînes polymères peut avoir une influence sur leur diffusion, il a été décidé de garder la même matrice polymère pour les différents taux de fibres. Ainsi, les différentes formulations réalisées présentent une matière identique mais des taux de fibres différents allant de 0 à 50% et ainsi nommés : PP-GF0, PP-GF20, PP-GF35, PP-GF50. Tous ces grades sont formulés avec du noir de carbone comme la matière utilisée industriellement. Les grades avec des taux de fibres de 0 et 35% sont formulés selon deux options : avec et sans noir de carbone afin d'évaluer l'impact du noir de carbone en tant qu'agent nucléant.

Ces granulés ont été injectés au sein du laboratoire PIMM sur une presse à injecter DK CODIM® 175/410 en plaques de dimensions 125 x 125 x 3 mm. Ces plaques ont ensuite été découpées à l'aide d'une scie à ruban pour pouvoir réaliser des soudures avec des orientations de fibres différentes, illustrées sur le schéma de la Figure 36. Les découpes réalisées diffèrent de celles effectuées sur le polyamide car la machine de soudage utilisée était de plus petite dimension et ne permettait donc pas de souder des plaques ayant une longueur et une largeur respectivement supérieure à 100 et 55 mm. De plus, une configuration supplémentaire, appelée TW*, a été ajoutée pour les PP-GF0 et PP-GF35 et consiste, comme la configuration TW, à souder les plaques selon un plan parallèle à la direction d'injection mais le long des

bords usinés au lieu des bords moulés afin d'évaluer l'impact de la rugosité de surface différente induite par la découpe.

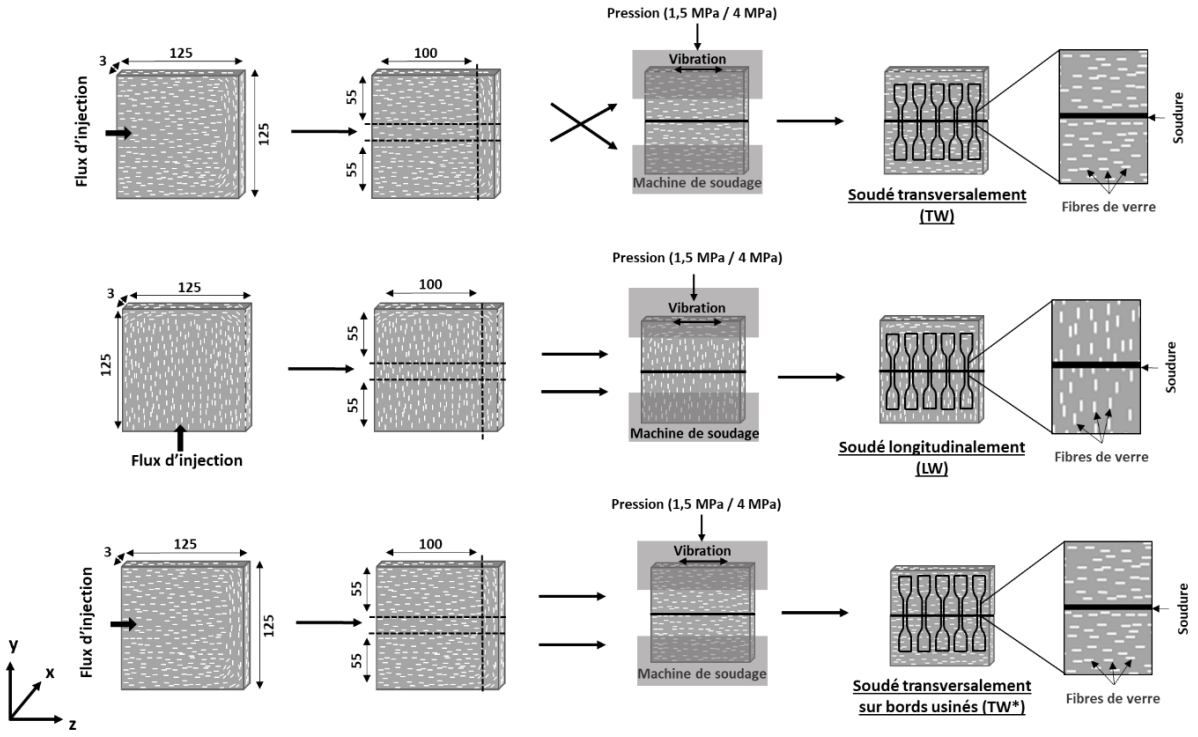


Figure 36 : Représentation schématique du protocole de soudage du PP

En ce qui concerne les paramètres de soudage, la fréquence est de 250 Hz, l'amplitude de vibration a été de 1,6 mm et la profondeur de pénétration est également de 1,5 mm. Le niveau haut de pression de soudage appliqué est identique à celui retenu pour l'étude sur le polyamide, à savoir 4 MPa. En revanche, le niveau bas a été fixé à 1,5 MPa au lieu de 1 MPa en raison des limitations de la machine de soudage utilisée.

2.3 Les essais de traction

2.3.1 Justification du choix de chargement

Comme décrit précédemment, la principale sollicitation mécanique dans le cahier des charges du répartiteur d'air est générée par le *backfire*. Il s'agit d'une pression interne dans un corps creux. En approximant la forme de ce creux par un cylindre, qui correspond généralement à la forme des *runners* et du *plenum* du répartiteur (cf Figure 1), les contraintes générées peuvent donc être calculées à l'aide des équations (5) et (6) dont les grandeurs sont illustrées sur la Figure 37. Si les cylindres du répartiteur ont un diamètre d'environ 60 mm pour une

épaisseur de paroi de 3 mm, une pression interne de 1 MPa (soit 10 bars) génère une contrainte circonférentielle, $\sigma_{\theta\theta}$, de 10 MPa environ et une contrainte radiale de -1 MPa pour la valeur maximale. Ainsi, la contrainte circonférentielle étant beaucoup plus importante que la contrainte radiale, nous approximerons dans le cadre de cette étude l'état de contrainte généré au sein des soudures par un état macroscopique uniaxial de traction. Nous négligeons également la contrainte dans la direction de l'axe du cylindre σ_{zz} pour des raisons de simplicité et car la valeur de cette contrainte va dépendre de la géométrie des coudes présents dans chaque modèle de répartiteur d'air.

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{P_i R_i^2 - P_e R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} + \frac{(P_i - P_e){R_i}^2 R_e^2}{({R_e}^2 - {R_i}^2) r^2} \qquad (5)$$

$$\sigma_{rr} = \frac{P_i R_i^2 - P_e R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} - \frac{(P_i - P_e){R_i}^2 R_e^2}{({R_e}^2 - {R_i}^2) r^2} \qquad (6)$$

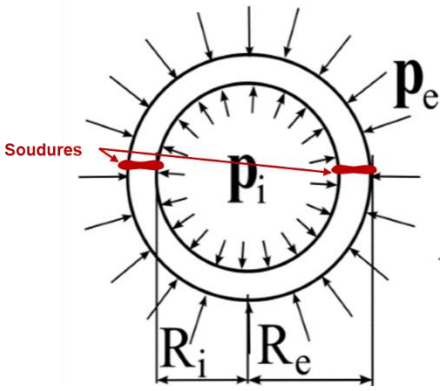


Figure 37 : Contraintes générées lors de l'application d'une pression interne dans un cylindre (Fond, Document scolaire)

2.3.2 Géométrie des éprouvettes

La géométrie des éprouvettes de traction utilisées correspond à la norme ISO-527-5A à l'exception de l'épaisseur qui est un plus élevée que recommandée (3 mm au lieu de 2 mm). Les dimensions sont présentées sur la Figure 38. Plusieurs éprouvettes sont usinées au sein d'une même plaque par usinage à commande numérique d'une fraiseuse, comme illustré sur les Figure 35 et Figure 36 pour les plaques soudées. Pour les éprouvettes non soudées, deux directions sont également considérées : parallèle et perpendiculaire au flux d'injection, afin de caractériser le matériau selon ces deux directions de sollicitation différentes.

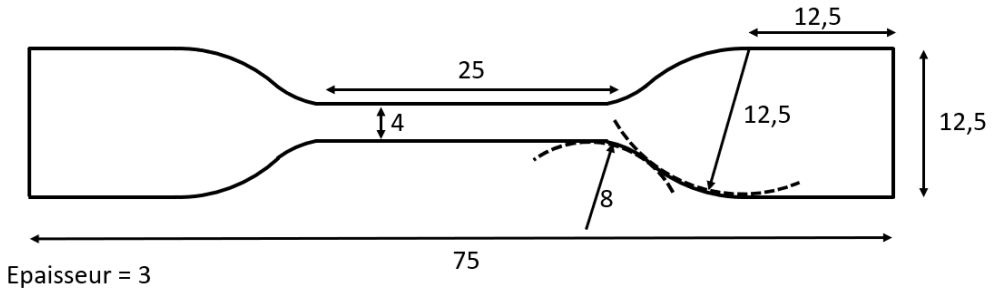


Figure 38 : Géométrie des éprouvetttes usinées pour les essais de traction

2.3.3 Vitesse de sollicitation

Les polymères sont des matériaux présentant un comportement viscoélastique. Ils sont donc sensibles à la vitesse de chargement. Les recommandations de la norme ISO-527 pour la vitesse de sollicitation dans le cas d'essais en quasi-statique stipulent un taux de déformation au sein de l'éprouvette de 1%/min. Cela correspond avec notre géométrie d'éprouvettes à un déplacement traverse de 0,5 mm/min et à une vitesse de sollicitation de $10^{-4}s^{-1}$ pour une longueur de référence (distance entre les mors de 50 mm).

Le *backfire* étant un phénomène générant une explosion, la vitesse de chargement est supposée relativement élevée. Nous pouvons la calculer à partir des données disponibles dans la littérature (Raetech Corporation, Document technique). En effet, si l'on retient la valeur de 10 MPa précédemment calculée et en considérant un comportement purement élastique, la vitesse de sollicitation est alors calculée à l'aide de l'équation (7) ci-dessous.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\Delta\varepsilon}{\Delta t} = \frac{\frac{\sigma}{E}}{\Delta t} \qquad (7)$$

En considérant un temps de montée en pression de l'explosion Δt d'environ 10 ms et un module de Young du PA66-GF30 approximée à la valeur de 10 GPa, la valeur de la vitesse de sollicitation retenue en approximation est donc de $10^{-1}s^{-1}$ (vitesse de déplacement traverse de 300 mm/min). Ainsi, des essais de traction quasi statique à une vitesse de sollicitation de $10^{-4}s^{-1}$ sont réalisées pour évaluer les propriétés du matériau en traction mais aussi des essais dynamiques à $10^{-1}s^{-1}$ pour représenter la sollicitation subie par le répartiteur d'air lors de l'occurrence d'un *backfire*.

2.3.4 Séchage des éprouvettes

Le polyamide étant un polymère hydrophile, toutes les éprouvettes en polyamide ont été séchées ou conditionnées en humidité avant les essais de traction afin de se placer dans des conditions d'hygrométrie contrôlées et d'évaluer l'effet de l'humidité en comparant les propriétés mécaniques des éprouvettes dans deux états : secs et conditionnés en humidité. La cinétique d'absorption en eau du polyamide suit la loi de Fick (Broudin, et al., 2015), présentée sur l'équation (8) avec M_t et M_∞, la masse de l'échantillon respectivement au temps *t* et à l'équilibre, l, l'épaisseur de l'échantillon et D le coefficient de Fick (Crank, 1983).

$$\frac{M_t}{M_\infty} = \frac{4}{l}\sqrt{\frac{D.t}{\pi}} \qquad (8)$$

Ainsi, le temps nécessaire pour que le polymère soit à l'équilibre, τ_D, est atteint lorsque $M_t = M_\infty$. On a donc la relation suivante :

$$\tau_D = \frac{l^2}{D} \qquad (9)$$

Le coefficient de Fick, *D*, diffère pour chaque matériau et est dépendant de la température (ainsi que légèrement du taux relatif d'humidité). Des tables sont disponibles dans la littérature, comme celle visible sur le Tableau 5 qui indique ces valeurs pour le PA66 dans une certaine gamme de températures. Ainsi, sachant que nos plaques ont une épaisseur de 3 mm, en se référant à ce tableau, l'équation (9) nous indique que le temps nécessaire pour saturer nos échantillons en PA66 à 50% d'humidité est d'environ 336 jours à 40°C contre 165 jours à 50°C et seulement 34 jours à 70°C. L'effet de la température sur la cinétique d'absorption d'eau est grand et il est indispensable de chauffer pour accélérer le séchage. Après vérification que ces conditions permettaient bien à la masse d'atteindre un plateau (les suivis de masse sont visibles sur la Figure 39), il a été décidé de suivre la procédure appliquée par l'équipementier fabriquant le répartiteur d'air de l'étude. Ceci consiste à conditionner les échantillons pendant 10 jours à 70°C dans une enceinte climatique pourvue d'un système de régulation en humidité réglé à 64% d'humidité relative (HR %) et de sécher les échantillons pendant 10 jours également dans une étuve à 80°C.

HR %	D ×10^{-13} (m^2/s)			
	40°C	50°C	60°C	70°C
10	0,9	2,4	4,3	10,8
20	1,3	3,8	6,8	17,4
30	2,0	4,6	10,9	22,0
40	2,5	5,6	13,5	27,4
50	3,1	6,3	16,8	30,6
60	3,5	7,8	18,5	37,2
70	4,2	9,9	20,2	47,3
80	5,0	10,9	26,5	50,1
90	5,5	14,0	32,2	56,6

Tableau 5 : Coefficients de diffusion d'eau dans le PA66 entre 40 et 70° entre 10 et 90%HR (El Mazry, 2013)

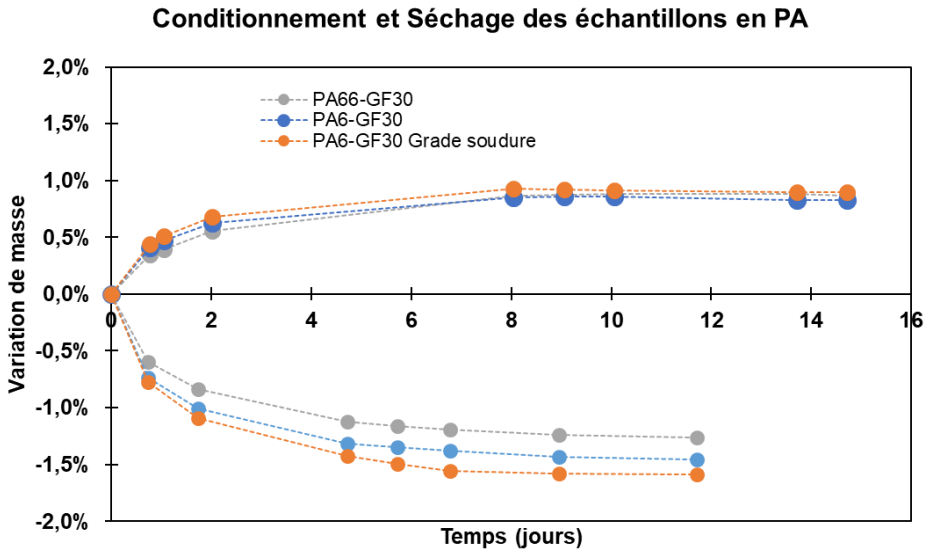


Figure 39 : Suivi de masse des éprouvettes de traction en polyamide pendant les opérations de séchage et conditionnement

2.3.5 Mesure de la déformation à l'aide d'un extensomètre vidéo

Les essais sont réalisés sur une machine de traction Instron® modèle 5966 équipée d'une cellule de force de 10kN avec un extensomètre vidéo qui détecte le déplacement ΔL entre deux points blancs placés au préalable à l'aide d'un marqueur de part et d'autre de la soudure sur les éprouvettes noires (L_0 = 1cm). La contrainte calculée pour le dépouillement des essais est alors la contrainte nominale obtenue en divisant la force F par la section initiale S_0 (mesurée à l'aide d'un pied à coulisse pour chaque éprouvette) : $\sigma = \frac{F}{S_0}$. La déformation est obtenue à l'aide de l'extensomètre vidéo qui mesure la distance entre les deux points placés sur l'éprouvette au cours du temps. Le calcul réalisé consiste alors à soustraire la distance

initiale, L_0, à la distance au temps t, L_t, afin d'obtenir le déplacement puis à diviser ce déplacement par la distance initiale entre les points pour obtenir la déformation : $\varepsilon = \frac{L_t - L_0}{L_0}$.

Pour les éprouvettes soudées, les points sont espacés d'un cm l'un de l'autre autour de la soudure car la rupture a systématiquement lieu dans la zone soudée. En revanche, pour les éprouvettes non soudées, la rupture peut se produire n'importe où dans la section étroite. Ainsi, les points sont espacés d'avantage, comme illustré sur la Figure 40.

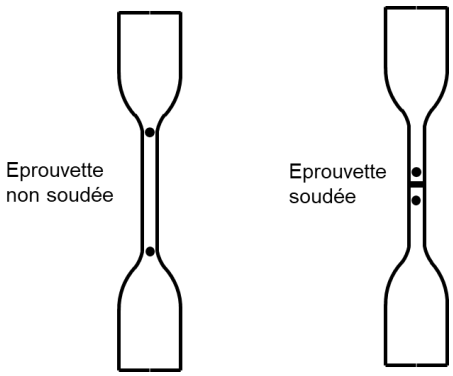


Figure 40 : Position des points pour le vidéo-extensomètre

2.3.6 Mesure de la déformation par corrélation d'images numériques 2D

La technique de mesure des déformations précédemment décrite avec l'utilisation d'un extensomètre vidéo permet de mesurer la déformation moyenne entre les deux points placés sur l'éprouvette. Or d'après les observations en microtomographie RX réalisées et présentées plus loin, la zone affectée thermiquement par la soudure présente une épaisseur de moins de 500 µm alors que les points encadrant la soudure sont espacés d'un centimètre l'un de l'autre. Ainsi, les déformations mesurées ne correspondent pas uniquement à la déformation de la zone soudée mais à celle de l'ensemble du matériau entre ces deux points. Pour caractériser uniquement les propriétés mécaniques de la zone soudée, il est donc nécessaire d'utiliser une technique ayant une résolution spatiale plus fine, comme la Corrélation d'Images Numériques (CIN). Cette technique permet également de mesurer les déformations transverses et de cartographier les déformations dans toute la zone d'intérêt.

La corrélation d'images numériques, aussi appelé DIC en anglais pour *Digital Image Correlation,* est une technique permettant de mesurer le déplacement à la surface d'un objet se produisant entre deux images espacées dans le temps. La machine de traction Instron

disponible au CdM est équipée d'un système permettant l'acquisition des images au cours de l'essai mécanique à une fréquence temporelle d'acquisition fixée. Pour appliquer un suivi de la déformation par corrélation d'images, nos éprouvettes noires ont été peintes en blanc à l'aide d'une bombe de peinture puis un mouchetis d'encre noire a été déposée à l'aérographe sur la surface. L'acquisition de nos données a été réalisée à l'aide de deux spots LED afin d'assurer un éclairage optimal et d'une caméra reliée à un ordinateur avec le logiciel commercial VicSnap®. La fréquence d'acquisition a été réglée à 1 image toutes les 200 ms.

Pour le traitement des données, le logiciel Vic-2D® est utilisé. La fréquence spatiale, qui correspond à la distance physique projetée sur un pixel peut être calculée en connaissant la taille du capteur et la zone imagée. Elle est différente de la résolution spatiale puisque l'algorithme de corrélation de Vic-2D® ne calcule pas le déplacement de chaque pixel mais de groupes de pixels, appelées imagettes (ou *subset* en anglais) (Segouin, 2018). Plus l'imagette est petite plus la résolution spatiale est fine. En revanche, si l'imagette est trop petite pour contenir suffisamment de niveaux de gris différents le logiciel ne pourra pas identifier le motif sur l'image suivante. Après avoir testé plusieurs valeurs, nous avons fixé la taille de nos imagettes à des carrés dont le côté vaut 62 pixels, soit 280 µm, car cette valeur permettait d'obtenir une bonne corrélation avec le logiciel Vic-2D® pour l'ensemble des mouchetis réalisés sur les différentes éprouvettes. Une illustration des niveaux de cette taille d'imagettes est visible sur la Figure 41 qui indique que l'épaisseur de l'éprouvette contient environ une douzaine d'imagettes.

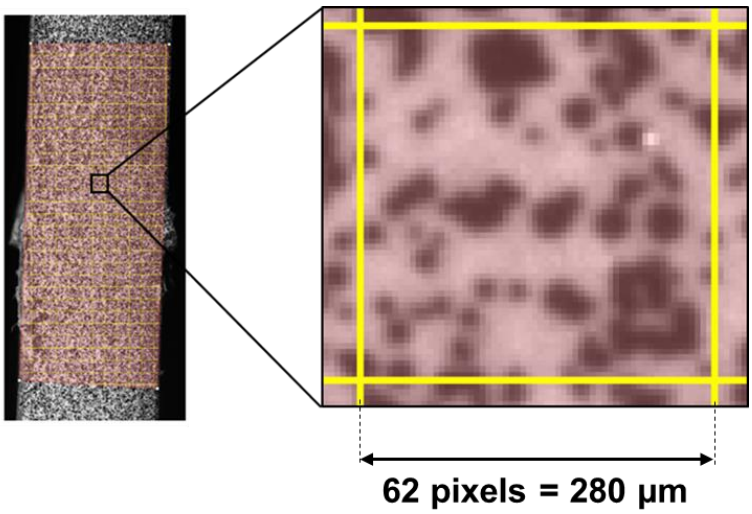


Figure 41 : Illustration de la taille d'imagette retenue pour la corrélation

Les images enregistrées, et donc les imagettes extraites, correspondent à des matrices 2D pour lesquelles chaque valeur correspond à un niveau de gris. Afin de définir le déplacement entre deux images acquises à des instants différents, il est nécessaire de retrouver une position identifiée de la première image sur la seconde. Pour cela, en faisant l'hypothèse de conservation des niveaux de gris entre les deux prises d'images, il est possible de trouver la valeur de translation τ permettant de retrouver la position de l'imagette de référence à l'aide du produit de corrélation suivant (Sutton, et al., 1983) :

$$(f \otimes g)[\tau] = \sum_{h \in \Omega} f[h]\, g[h + \tau] \qquad (10)$$

Avec *f* et *g* deux images du même objet prises à des temps différents, *h* la coordonnée 2D (x_1,x_3), *f(h)* et *g(h)* l'amplitude de niveaux de gris des images f et g à la coordonnée h et τ, la quantité de translation de g par rapport à f. En effet, le maximum absolu du produit de corrélation est obtenu lorsque les deux images se confondent. La corrélation est ainsi effectuée indépendamment pour chaque imagette et le principe de fonctionnement de cette méthode est résumé en illustration sur la Figure 42. La déformation est ensuite calculée à partir des déplacements obtenus.

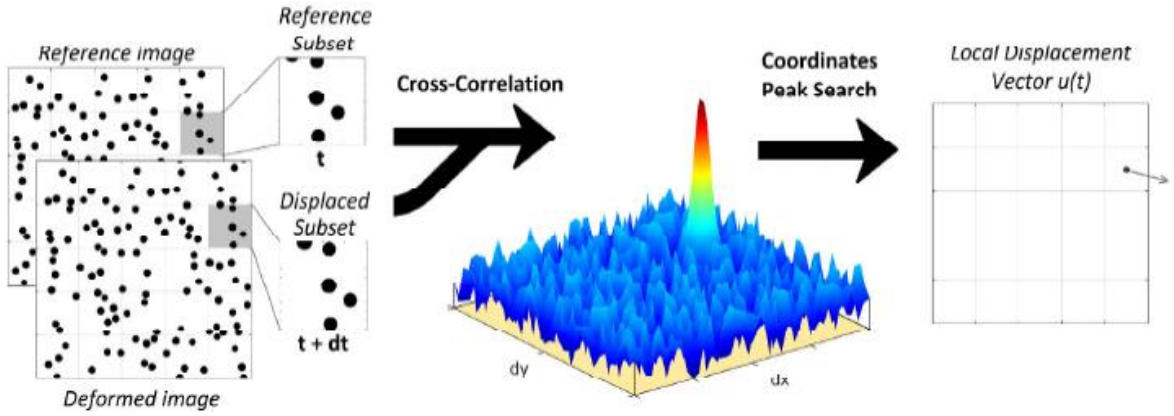


Figure 42 : Illustration du principe de fonctionnement du produit de corrélation (Segouin, 2018)

La Figure 43 illustre les résultats obtenus pour un échantillon soudé où l'image t + Δt a été prise juste avant la rupture de l'échantillon dans la zone soudée. Ce résultat illustre bien l'apport de cette technique par rapport au suivi de la déformation par vidéo-extensomètre entre deux points uniquement.

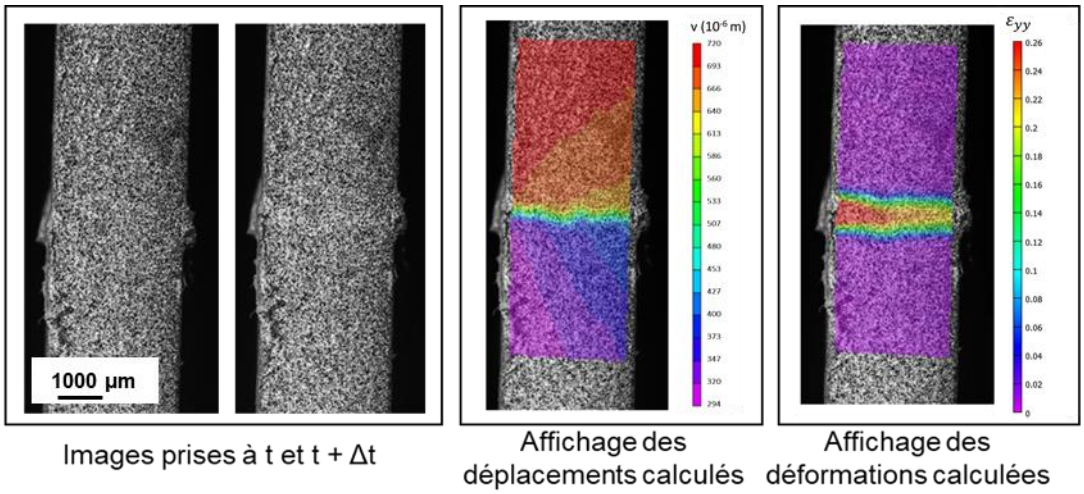


Figure 43 : Illustration des champs de déformation calculés par la technique de corrélation d'images

2.4 La Chromatographie d'Exclusion Stérique (SEC)

Les chaînes polymères sont susceptibles de se dégrader sous l'effet de la chaleur dégagée par l'opération de soudage. Afin de déterminer si la longueur des chaînes est affectée, la technique de chromatographie d'exclusion stérique a été utilisée. Des échantillons de 10 mg ont été prélevés à partir des granulés (pour le polypropylène qui était disponible sous cette forme), dans les plaques injectées en dehors de la soudure (pour comparer l'impact du procédé de soudage au procédé d'injection) et dans les bourrelets des soudures pour être sûr que la matière prélevée provient bien de la zone soudée étant donnée l'épaisseur relativement faible de la zone soudée (identifiée dans le chapitre 3).

Pour les échantillons en polyamide, l'analyse a été réalisée par la société *Peakexpert* selon la procédure décrite dans (Laun, et al., 2008). Les échantillons de 10 mg ont été dissous dans 5 mL de solvant HFiP (1,1,1,3,3,3-hexafluoro-2-propanol) pendant 24 heures à température ambiante. La solution obtenue a ensuite été filtrée à l'aide d'une membrane en PTFE d'épaisseur 0,2 µm pour retirer les fibres de verre et le colorant. Les solutions obtenues ont alors été placées dans le chromatographe *Agilent Series 1100* et un volume de 50 µL pour chaque échantillon a été injecté à 20°C à l'aide d'un passeur. Différentes colonnes, fournies par *Polymer Standards Services* (PSS, Mainz, Germany) ont été utilisées :

- PFG 10 µm, 1000 Å, ID 8,0 mm x 100 mm
- PFG 10 µm, 1000 Å, ID 8,0 mm x 300 mm
- PFG 10 µm, 100 Å, ID 8,0 mm x 300 mm

Le débit de la phase mobile est de 1 mL/min. Enfin, un détecteur différentiel d'indice de diffraction, commercialisé par Agilent Technologies (référence G1362A) est utilisé et les masses molaires obtenues sont exprimés en équivalent PMMA.

Pour le polypropylène, les mesures ont été effectuées au sein du laboratoire PIMM par Emmanuel Richaud sur un chromatographe à haute température PL-GPC 220 commercialisé par Agilent Technologies. Les échantillons ont été dissous dans du 1,2,4-trichlorobenzene contenant 0,3% de 2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol (BHT) à 135°C pendant 20 min. Les volumes d'injections étaient de 200 µL et le débit de 1 mL/min. Une colonne de garde suivie de deux colonnes PLGel Olexis ont été montées sur le chromatographe équipé d'un détecteur différentiel d'indice de diffraction. La procédure suivie est décrite en détail dans la littérature (François-Heude, et al., 2015).

2.5 La Microscopie optique en transmission sous lumière polarisée

Les sphérolites présents dans la phase cristalline des polymères sont des objets biréfringents en raison de l'arrangement spatial particulier des chaînes les constituant. Ainsi, l'observation de couches minces en microscopie optique par transmission sous lumière polarisée permet de visualiser ces structures. Pour cela un polariseur est placé entre la source de lumière et l'échantillon qui est ainsi éclairé d'une lumière polarisée. Un analyseur tourné à 90° par rapport au polariseur est ensuite positionné entre l'échantillon et la caméra permettant l'acquisition de l'image. Seule la lumière ayant traversé une structure biréfringente au sein de l'échantillon peut ainsi atteindre le capteur. Les observations sont effectuées sur un microscope Axio de la marque ZEISS®. Les échantillons sont préparés à l'aide d'un microtome de la marque Leica®. Des coupes d'épaisseur 15 µm sont effectuées et les échantillons obtenus sont placés sur une lame de microscopie sur laquelle est ensuite déposée une goutte d'essence de cèdre puis une lamelle de verre avant l'observation en microscopie.

2.6 La Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

Le principe de fonctionnement de la DSC repose sur la quantification des phénomènes thermiques accompagnant les changements d'état physiques de la matière. Concrètement, le système de mesure, dit à compensation de puissance, consiste à appliquer des variations de température à deux creusets (l'un vide et l'autre contenant l'échantillon) et déterminer ensuite la quantité d'énergie supplémentaire à apporter ou à extraire à l'échantillon pour que sa température reste identique à celle du creuset vide. Ainsi cette technique permet notamment

de déterminer les températures de fusion des phases cristallines présentes dans un polymère (afin de les identifier) et le taux de cristallinité de l'échantillon.

Les manipulations sont réalisées sur l'appareil Q1000 de TA Instrument, calibré avec de l'Indium. Plusieurs coupes de 50 µm d'épaisseurs ont été prélevées à l'aide d'un microtome de la marque Leica®. Ces coupes sont ensuite empilées dans une capsule en aluminium (non hermétique) jusqu'à atteindre une masse totale comprise entre 5 et 10 mg.

Pour les échantillons en polyamide, une étape de séchage a été ajoutée. En effet, une fois sous forme de films de 50 µm d'épaisseur, le PA absorbe très vite l'eau présente dans l'air ambiant. Ainsi, sans l'étape de séchage, un endotherme est visible de 50 à 100°C sur les courbes de calorimétrie et correspond à l'énergie nécessaire pour évaporer l'eau présente dans le matériau. Un protocole de séchage en deux étapes, décrit dans la littérature (Khanna & Kuhn, 1997), est suivi. Ce protocole consiste à percer un trou dans le couvercle de la capsule DSC fermée contenant l'échantillon et à la laisser une nuit dans une cloche à vide à température ambiante. La capsule est ensuite rapidement insérée dans le calorimètre pour que l'échantillon ne reprenne pas d'humidité entre les deux étrapes. Enfin, avant de lancer la rampe de température habituelle, un plateau de 2 minutes à 50°C est appliqué à l'échantillon pour enlever l'eau résiduelle éventuelle.

Les mesures sont réalisées sous un flux d'azote de 50 mL/min et les rampes de température suivies sont des balayages de -30°C à 300°C pour les polyamides et de -30°C à 200°C pour le polypropylène à une vitesse de 10°C/min. Deux mesures sont réalisées pour chaque échantillon afin de s'assurer de la reproductibilité. Le taux de cristallinité est calculé suivant l'équation :

$$\chi_c = \frac{\Delta H_m}{w \times \Delta H_{m0}} \qquad (11)$$

Où w est la fraction massique de polymère et est utilisé dans le cas où l'échantillon contient également des fibres de verre. Celle-ci est déterminée par Analyse Thermo Gravimétrique (ATG) sur un analyseur thermogravimétrique Q50 de TA Instruments. ΔH_m est l'enthalpie mesurée sur les courbes en intégrant l'aire correspondant au pic de fusion et ΔH_{m0} est l'enthalpie de fusion du polymère 100% cristallin. Les valeurs de ΔH_{m0} sont respectivement de 230 J/g, 226 J/g et 207 J/g pour le PA6, PA66, et le PP (Blaind, Document technique).

2.6 La diffraction des rayons X (SAXS et WAXS)

Une technique complémentaire permettant de déterminer le taux de cristallinité d'un échantillon consiste à utiliser la diffraction des rayons X aux grands angles (WAXS pour *Wide Angle X-ray Scattering*). De plus, il est également possible de réaliser en simultané une diffraction des rayons X aux petits angles (SAXS pour *Small Angle X-ray Scattering*) afin de déterminer la distance entre lamelles cristallines L_p (introduit au chapitre 1) et d'évaluer l'orientation des chaînes polymères.

Les mesures ont été réalisées par Sylvie Tencé-Girault sur le système Xenocs Nano-inXider SW, disponible au CERDATO ARKEMA. Ce dernier fonctionne en mode transmission en utilisant la longueur d'onde de la raie k_α du cuivre (λ=1,54 $Å^{-1}$) d'une microsource de rayons X (GeniX3D) fonctionnant sous une tension de 50kV et une intensité de 0,6 mA (30W). Deux détecteurs Pilatus3 (Dectris) permettent de collecter le signal diffracté en SAXS et WAXS simultanément sur une gamme de vecteur d'onde q allant de 0,01 Å à 4,2 Å (ce qui correspond à un angle de Bragg 2θ compris entre 0,15° et 62°). Une intégration azimutale et la soustraction d'un blanc (mesure de l'intensité sans échantillon) sont réalisées sur les données 2D récoltées avec le logiciel Foxtrot.

Pour l'analyse SAXS, une correction de Lorentz est appliquée sur les intensités du spectre diffracté. Le vecteur de diffusion q est défini par l'équation (12) et la longue période L_p se déduit de la position du maximum de l'intensité des profils (équation 13) :

$$q = 4\pi \frac{sin\theta}{\lambda} \qquad (12), \qquad L_P = \frac{2\pi}{q_{max}} \qquad (12)$$

Le spectre WAXS est décomposé en contributions cristalline et amorphe à l'aide du logiciel Fytik 0.9.8 (Wojdyr, 2010) dans la gamme 2θ compris entre 5 et 60°. Les pics cristallins, localisés aux angles de Bragg $2\theta_{hkl}$ et les pics larges, associés au halo amorphe sont interpolés. A partir de la position des pics de Bragg, la structure cristalline est identifiée et l'intensité de ces pics permet de déterminer le taux de cristallinité du composite χ_c^m (mais sans retirer la contribution des fibres) suivant l'équation (13) (où A_c et $A_a$sont respectivement les aires sous la courbe des pics cristallins et amorphes) :

$$\chi_c^m = \frac{A_c}{A_c + A_a} \qquad (13)$$

2.7 La tomographie aux rayons X (tomographie RX)

2.7.1 Le principe de fonctionnement

La tomographie aux rayons X est une technique de caractérisation non destructive qui consiste à imager en 3D des échantillons grâce à l'interaction des photons avec la matière. Pour cela, l'échantillon est placé sur une platine en rotation et des radiographies sont enregistrées pour chaque pas de rotation. Une série de projections est ainsi acquise. Celle-ci est constituée d'images contenant différents niveaux de gris qui dépendent du coefficient d'atténuation des rayons X des différentes phases traversées du matériau. Ce coefficient d'atténuation varie avec la nature (densité électronique) de la matière. A l'aide d'un algorithme de reconstruction il est alors possible d'obtenir une vision 3D de l'ensemble du volume scanné (Landis & Keane, 2010).

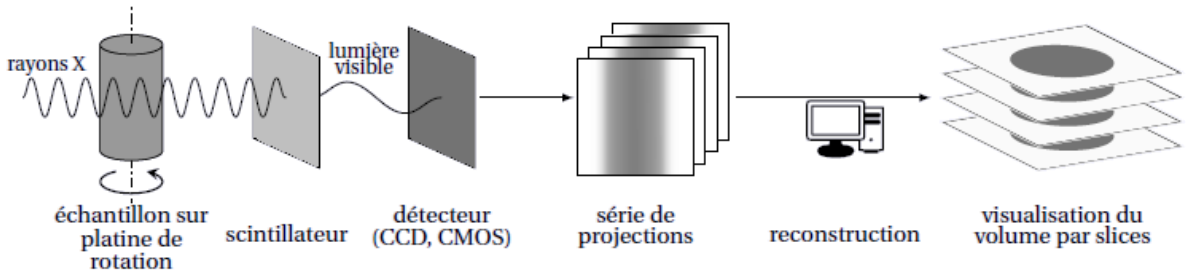


Figure 44 : Schéma de principe de la tomographie (Poulet, 2017)

2.7.2 L'acquisition des données au synchrotron et la reconstruction des fichiers volumiques

Les éprouvettes soudées ont été observées par tomographie RX sur la ligne de lumière ANATOMIX du synchrotron SOLEIL. L'énergie du faisceau était de 16 keV. Un total de 2000 projections a été acquis pour chaque scan pendant une rotation de 180° de l'échantillon durant environ 7 minutes. En plus de ces 200 acquisitions, 50 images prises sans la présence de l'échantillon, juste avant et après le scan de celui-ci, ont également été utilisées pour la reconstruction du fichier volumique. La dimension de chaque scan est un cylindre de 1,3 mm en diamètre est en hauteur. L'algorithme de Paganin (Paganin, et al., 2002) a été appliqué afin de diminuer le contraste de phase entre les fibres et la matrice polymère.

Trois volumes d'intérêt tomographiques ont été acquis pour chaque soudure afin de conserver une résolution spatiale relativement fine (taille de voxel de 0,65 µm) et un champ de vue comprenant l'ensemble de la soudure en recollant les trois scans entre eux. La position de ces

volumes le long de la soudure est illustrée sur la Figure 45. Après avoir recollé ces 3 volumes entre eux, on extrait ensuite le parallélépipède inscrit dans ces trois cylindres afin d'obtenir un fichier volumique contenant l'ensemble de la soudure dans les dimensions x et y. On considère qu'il n'y a pas de variation de la microstructure selon la direction z car il s'agit de la direction de vibration lors du soudage des plaques pour laquelle les flux sont constants.

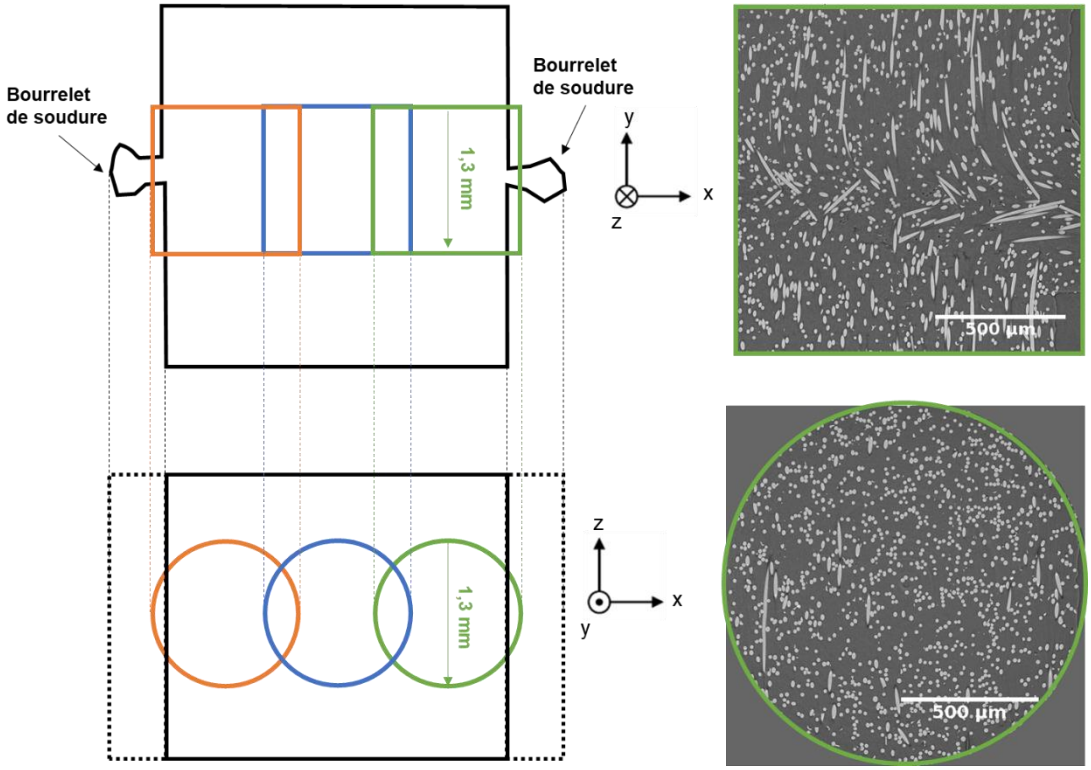


Figure 45 : Illustration représentant les trois volumes d'intérêt tomographique acquis pour chaque soudure

2.7.3 Le post-traitement des données

2.7.3.1 L'orientation des fibres

L'extension XFIBER du logiciel Avizo® est utilisée pour déterminer l'orientation des fibres sur les fichiers de tomographie. L'utilisation de cet outil se fait en deux étapes (Blanc & Westenberger, 2017) dont la première utilise le module *Cylinder Correlation* qui permet de trouver une corrélation entre un masque de cylindres et les images issues de la tomographie. Plusieurs valeurs ont alors besoin d'être renseignées par l'utilisateur comme la longueur du cylindre, l'angle d'échantillonnage ainsi que le diamètre maximal et minimal des cylindres. Ces paramètres ont respectivement été fixés à 20, 5, 8 et 7,5 pour le PA et 20, 5, 10,2 et 9,7 pour le PP. Ces valeurs sont données en pixel, sachant que 1 pixel mesure 0,65 µm. Les valeurs

de rayon renseignées sont plus élevées pour le PP car il contient des fibres ayant un diamètre annoncé de 13 µm contre 10 µm pour le PA.

Ensuite, la deuxième étape d'utilisation d'XFIBER consiste à tracer les lignes au centre des cylindres identifiés à la première étape. Pour cela, plusieurs paramètres doivent aussi être fixés dont la corrélation minimale entre les nœuds, la qualité de corrélation minimale qui permet de bien prendre en compte les extrémités des fibres et le coefficient de direction qui indique si la fibre peut dévier d'une ligne droite. Ces paramètres ont été fixés à 100, 75 et 0,1 pour les échantillons en polyamide et en polypropylène car après expérimentation de plusieurs valeurs, celles-ci permettaient de bien identifier les fibres. Le résultat est visible pour un petit volume d'un échantillon de PA66-GF30 sur la Figure 46.

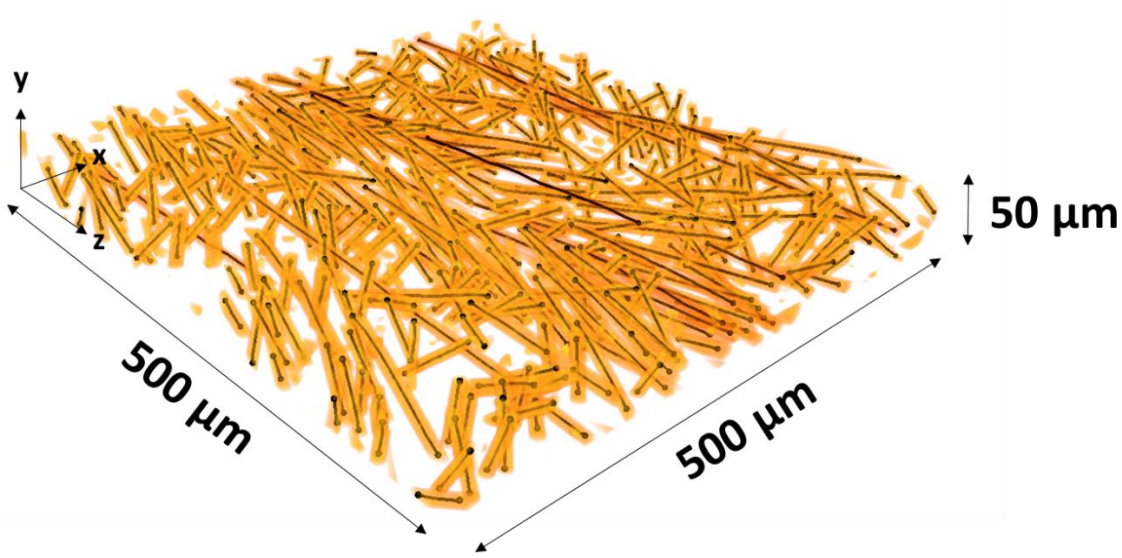


Figure 46 : Visualisation des lignes au centre des cylindres identifiées par XFIBER en noir et des fibres réellement présentes dans l'échantillon en jaune d'après seuillage

A l'issue de ces deux étapes, l'utilisation du module *Fiber Shape Statistics* dans Avizo® permet de récupérer diverses informations concernant chaque ligne centrale de cylindre identifié dont notamment les angles θ et Φ représentant l'orientation des fibres en coordonnées sphériques. Ainsi, l'orientation des fibres peut être entièrement définie à l'aide de la fonction de distribution d'orientation $\Psi(\theta, \Phi)$ (définie à partir des angles de la fibre en coordonnées sphériques, illustrée sur la Figure 47) ou $\Psi(p)$ (définie à partir des coordonnées cartésiennes du vecteur $\vec{p}$).

$$P(\theta_1 \leq \theta \leq \theta_1 + d\theta, \Phi_1 \leq \Phi \leq \Phi_1 + d\Phi) = \Psi(\theta_1, \Phi_1)\, sin\theta_1\, d\theta\, d\Phi \qquad (14)$$

Sachant que la fonction de distribution de l'orientation dépend de deux paramètres (θ et Φ ou deux coordonnées p_i), sa manipulation est une opération délicate. C'est pourquoi un autre outil mathématique est généralement utilisé pour la description de l'orientation des fibres dans les composites : le tenseur d'orientation défini comme le moment de la fonction de distribution (Advani & Tucker, 1987). Ce tenseur est symétrique ($a_{ij} = a_{ji}$) et l'appréciation de l'orientation des fibres se fait majoritairement avec l'étude des composantes diagonales a_{xx}, a_{yy}, a_{zz}. La somme de ces 3 termes est égale à 1 et plus la valeur d'un terme est élevée plus la probabilité de trouver une fibre orientée selon l'axe correspondant est grande. Les équations (15), (16) et (17) permettent d'obtenir les composantes principales du tenseur d'orientation et les angles utilisés sont illustrés sur la Figure 47.

$$a_{xx} = \langle \sin^2\theta \cos^2\varphi \rangle \qquad (15)$$

$$a_{yy} = \langle \sin^2\theta \sin^2\varphi \rangle \qquad (16)$$

$$a_{zz} = \langle \cos^2\theta \rangle \qquad (17)$$

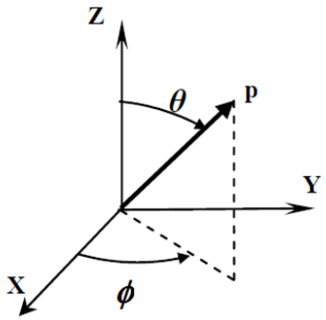


Figure 47 : Valeurs des composantes du tenseur d'orientation d'ordre 2 et représentation des angles correspondants

2.7.3.2 Mesure de la distance interfibres dans la direction de chargement

La distance interfibres dans la direction *y* a été mesurée par analyse d'images sur les fichiers de tomographie à l'aide d'un script python appliquée sur les images seuillées dans Fiji®. A partir de cette mesure, le taux de confinement local est défini comme le pourcentage de pixels de l'ensemble des images du volume étudié étant dans un état de confinement dans la direction de chargement. L'état de confinement signifiant que le pixel de matrice appartient à une zone où la distance entre deux pixels de fibres est inférieure à 16 pixels. Cette valeur de 16 pixels a été choisie car elle correspond à une distance de 10 µm soit le diamètre des fibres. La Figure 48 illustre la technique appliquée sur une image issue d'un fichier de tomographie.

L'image du haut correspond à l'image initiale, l'image en dessous est la même après seuillage et application d'une fonction de *watershed* dans Fiji® pour décoller les fibres trop proches. C'est sur cette image que le script python calcule le confinement local. Enfin, l'image du bas, montre le résultat du calcul du confinement local. Les pixels colorés en gris correspondent aux « pixels confinés » détectés par le script.

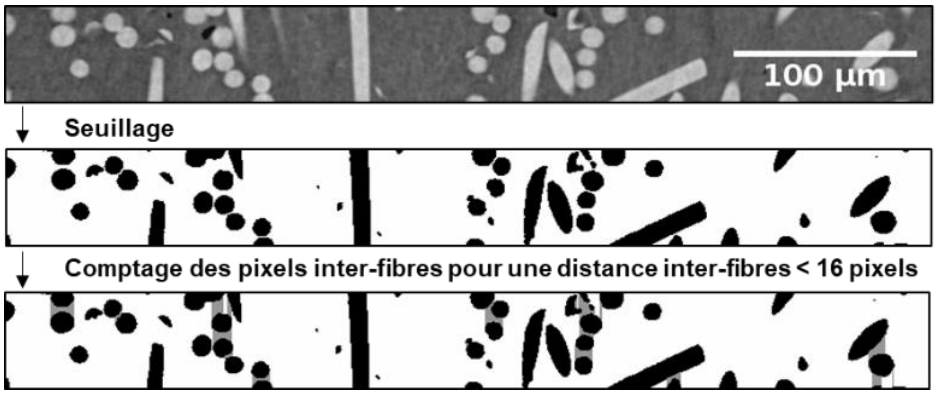


Figure 48 : Exemple illustrant le calcul du confinement local

2.7.3.3 L'analyse des cavités

En plus de la réorientation des fibres, des cavités sont visibles dans la zone soudée. Afin d'évaluer leur position et de les quantifier, un seuillage est appliqué à l'aide du logiciel Fiji® pour segmenter l'image. En effet, les cavités étant moins denses que la matrice polymère, elles apparaissent plus sombres. Cependant, ce seuillage est parfois délicat à réaliser car les niveaux de gris entre les cavités et la matrice peuvent être proches. En particulier lorsque les cavités sont de grandes dimensions, leur contour apparaît bien sombre mais les voxels à l'intérieur sont plus clairs. Un seuillage « bas » est alors réalisé et complété par une opération de remplissage des trous (*Process -> Binary ->Fill Holes*) disponible dans le logiciel Fiji®.

Lorsque cela n'est pas suffisant, un protocole plus complexe, illustré sur la Figure 49, consiste à effectuer un « seuillage haut » pour sélectionner davantage de pixels appartenant à la cavité puis à effectuer une opération de dilatation (*Process -> Binary* -> Dilate) suivie de l'application de la fonction *Fill holes* pour sélectionner une plus grande partie des pixels définissant la cavité avant d'appliquer une fonction d'érosion (*Process -> Binary -> Erode*). Cependant, ces opérations ont pour effet de sélectionner les pixels épars de la matrice étant plus sombre. Pour les retirer, il est nécessaire d'appliquer une fonction de détection des particules (*Analyse -> Analyse Particles*) afin d'éliminer lors de cette étape les particules ayant une surface inférieure à 300 px² et présentant une circularité inférieure à 0,3. Les deux images seuillées avec le

seuillage haut et avec le seuillage bas sont ensuite fusionnées pour obtenir l'image seuillée définitive.

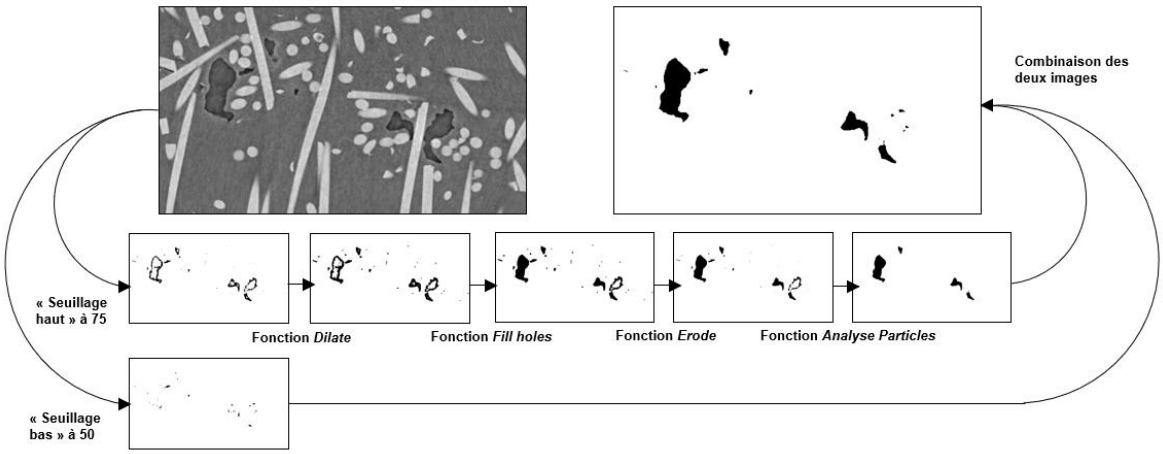


Figure 49 : Illustration des étapes permettant de seuiller les cavités en vue de leur analyse

La fonction *Analyse Particles* est également utilisée une fois que le seuillage définitif est réalisé pour obtenir le taux volumique global de cavités de l'échantillon ainsi que d'autres informations sur les dimensions de la population de cavités. Enfin, pour la visualisation des cavités au sein de l'échantillon, le package open source Pymicro, disponible à l'adresse suivante : www.github.com/heprom/pymicro, est utilisé.

Chapitre 3 : Effets du soudage sur la microstructure et le comportement en traction du PA66-GF30

Chapitre 3 : Effets du soudage sur la microstructure et le comportement en traction du PA66-GF30 71

3.1 Les propriétés mécaniques en traction des assemblages soudées en PA66-GF30 71
3.2 Caractérisation de la matrice polymère 74
3.2.1 Caractérisation de la longueur des chaînes polymères 74
3.2.2 Caractérisation de la morphologie cristalline de la matrice dans la zone soudée 75
3.3 Analyse de la microstructure des zones soudées par microtomographie RX 78
3.3.1 Analyse qualitative de l'orientation des fibres au sein des différents échantillons 80
3.3.2 Epaisseur de la zone soudée 81
3.3.2 Caractérisation des cavités 83
3.3.3 Analyse tridimensionnelle de l'orientation des fibres 86
3.3.4 Agglomération des fibres dans la zone soudée 89
3.4 Observation de la microstructure des échantillons soudés pré-déformés 91
3.5 Conclusion de l'étude sur le soudage du PA66-GF30-AN 94
3.6 Comparaison avec les autres grades de polyamides étudiés 95

Chapitre 3 : Effets du soudage sur la microstructure et le comportement en traction du PA66-GF30

L'objectif de ce chapitre est d'évaluer l'effet de deux paramètres de configuration de soudage sur le comportement en traction et la microstructure des assemblages soudées : l'effet de l'orientation initiale des fibres et l'effet de la pression de soudage. L'effet de l'orientation initiale des fibres sur la contrainte à la rupture des assemblages soudés a été évaluée dans plusieurs études précédemment exposées dans le chapitre 1 (Dai & Bates, 2008) (Fiebig & Schoeppner, 2016) mais peu d'études couplent des caractérisations multi-échelles fines aux essais mécaniques pour relier quantitativement les propriétés à la microstructure. Concernant l'effet de la pression de soudage, il est généralement admis dans la littérature qu'une augmentation de ce paramètre induit une baisse de la contrainte à la rupture en traction des assemblages soudées car la hausse de pression augmente les taux de cisaillement au sein de la zone fondue, induisant une réorientation plus forte de la morphologie cristalline de la matrice et des fibres. En faisant varier ce paramètre, nous voulons quantifier son influence sur la microstructure.

Ce chapitre reprend les points principaux d'un article soumis *dans Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* en 2019.

3.1 Les propriétés mécaniques en traction des assemblages soudées en PA66-GF30

Comme expliqué dans le chapitre 2, quatre configurations de soudage ont été réalisées : LW1 et LW4 qui représentent des soudures effectuées avec une orientation initiale des fibres perpendiculaire à la soudure (et donc orientées dans le sens de la sollicitation) à des pressions respectives de 1 et 4 MPa et TW1 et TW4 qui sont des configurations dans lesquelles les fibres sont parallèles à la soudure (et donc transverses à la sollicitation). Des éprouvettes de traction non soudées ont également été usinées dans les plaques pour comparaison avec les éprouvettes soudées : les éprouvettes L qui sont sollicitées longitudinalement par rapport aux fibres et les éprouvettes T pour lesquelles la sollicitation est appliquée transversalement aux fibres. La Figure 50 présente les courbes contrainte - déformation obtenues lors des essais de traction en quasi-statique (a) et à la vitesse de déformation correspondant au *backfire* (b). Le dernier point de chaque courbe correspond à la rupture de l'échantillon qui a systématiquement lieu dans la zone soudée pour les échantillons soudés et dans la section étroite ou à proximité du rayon de courbure pour les éprouvettes non soudées. La Figure 51

illustre les résultats moyens obtenus, pour chaque série de 6 éprouvettes de traction provenant de la même plaque. Les barres d'erreur correspondent à plus ou moins l'écart type de la série de mesures contenant 6 éprouvettes.

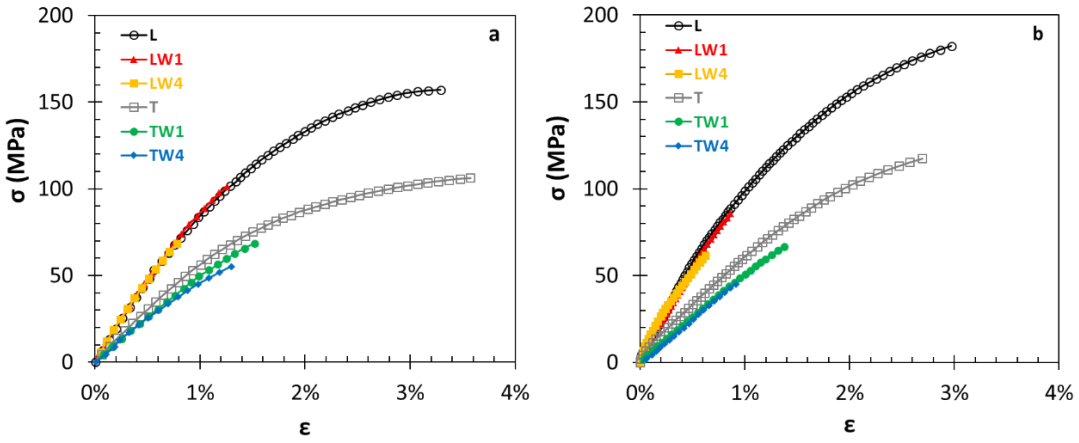


Figure 50 : Courbe contrainte - déformation des échantillons soudés et non soudés en a) quasi statique ($\dot{\varepsilon} = 10^{-4}s^{-1}$) et b) à plus forte vitesse ($\dot{\varepsilon} = 10^{-1}s^{-1}$)

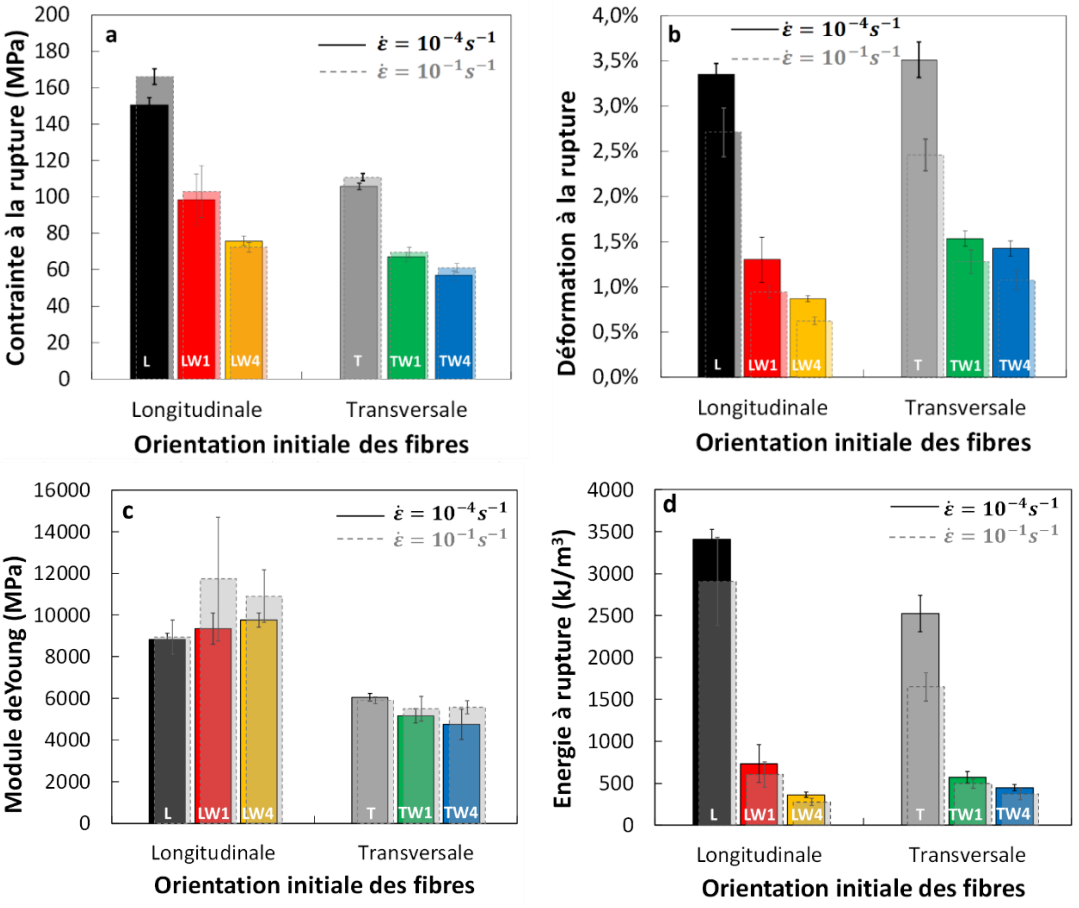


Figure 51 : Moyenne des principales caractéristiques obtenues lors des essais de traction monotone

Pour le matériau non soudé, les résultats de la Figure 50 indiquent une anisotropie : le comportement mécanique des éprouvettes est différent selon la direction de sollicitation appliquée en raison de l'orientation des fibres induite par le procédé d'injection. En effet, le matériau est plus rigide et se déforme moins tout en présentant une contrainte à rupture supérieure lorsqu'il est sollicité longitudinalement (dans la direction d'injection). De plus, il apparaît également que la déformation à la rupture des échantillons dépend fortement de la vitesse de sollicitation. Cet effet de la vitesse de sollicitation est en accord avec le caractère viscoélastique du polyamide (Arif, et al., 2014).

Concernant les échantillons soudés, le comportement est semblable aux échantillons non soudés aux faibles déformations (<1%) mais la rupture intervient pour des valeurs de chargement beaucoup plus faibles. En accord avec la littérature (Bates, et al., 2005), les échantillons soudés à basse pression présentent une contrainte à rupture plus élevée que ceux soudés à forte pression. Concernant l'orientation initiale des fibres, les résultats indiquent que, contrairement aux études publiés (Dai & Bates, 2008) (Fiebig & Schoeppner, 2016), les configurations de soudage avec les fibres majoritairement orientées dans la direction d'assemblage (LW1 et LW4) permettent d'obtenir des échantillons présentant une contrainte à la rupture plus élevée que les soudures avec des orientations initiales de fibres transverses (TW1 et TW4) et ce d'autant plus que la pression de soudage est faible. De plus, pour les échantillons TW, le module d'élasticité est légèrement plus faible lorsque le matériau est soudé alors que pour les échantillons LW, il n'y a pas de différence de module entre les échantillons non soudés et soudés. Enfin, comme pour les échantillons non soudés, la vitesse de sollicitation a également une influence sur la réponse mécanique des échantillons soudés. Les essais réalisés à la vitesse du *backfire* conduisent à une contrainte à rupture légèrement plus élevée. Pour un dimensionnement en contrainte du répartiteur d'air, la forte vitesse de sollicitation advenant lors du *backfire* n'est donc pas un facteur aggravant.

Le Tableau 6 présente les valeurs des coefficients de soudage, utilisés pour définir l'efficacité de l'opération de soudage en fonction des paramètres appliqués. En accord avec la littérature (Kagan & Roth, 2004), les résultats indiquent que contrairement au cas des polymères non renforcés où les coefficients de soudage peuvent se rapprocher de 1, les coefficients de soudage obtenus dans le cas des polymères renforcés par des fibres de verre sont bien inférieurs avec des valeurs variant entre 0,44 et 0,65. Il est également intéressant de relever que les coefficients de soudage sont significativement plus élevés lorsque la pression de soudage appliquée est faible.

Echantillons	$\frac{\sigma_{max}\,(soudé)}{\sigma_{max}\,(non-soudé)}$ à 10^{-4} s^{-1}	$\frac{\sigma_{max}\,(soudé)}{\sigma_{max}\,(non-soudé)}$ à 10^{-1} s^{-1}
Longitudinalement soudé à 1 MPa (LW1)	**0,65**	**0,62**
Longitudinalement soudé à 4 MPa (LW4)	**0,50**	**0,44**
Transversalement soudé à 1 MPa (TW1)	**0,63**	**0,63**
Transversalement soudé à 4 MPa (TW4)	**0,54**	**0,55**

Tableau 6 : Valeurs des coefficients de soudage

Les éprouvettes soudées s'assimilent à des structures constituées du matériau de base auquel une phase supplémentaire ayant des propriétés différentes, la soudure, a été ajoutée. La contrainte macroscopique appliquée au cours des essais de traction se redistribue donc entre le matériau de base et la zone soudée. Les essais de traction indiquant que la rupture a lieu dans la zone soudée, il est donc indiqué d'étudier plus en détail cette dernière.

3.2 Caractérisation de la matrice polymère

Afin de comprendre les phénomènes à l'origine de cette modification du comportement en traction des éprouvettes soudées, plusieurs caractérisations microstructurales sont effectuées. Tout d'abord, nous nous intéressons à la matrice polymère.

3.2.1 Caractérisation de la longueur des chaînes polymères

La mesure de la longueur des chaînes par chromatographie d'exclusion stérique dans la zone de soudure et en dehors permet de déterminer si l'opération de soudage, conduisant à un fort échauffement à l'interface, a un effet sur ces chaînes par exemple en provoquant des coupures (« scissions »). En effet, une modification de la longueur des chaînes pourrait justifier un changement de comportement mécanique en traction des assemblages soudés. Le Tableau 7 présente les résultats obtenus pour la masse molaire moyenne en masse M_w et la dispersité $Đ_M$. Tous les échantillons soudés présentent une masse molaire (M_w) supérieure au matériau de la plaque injectée non soudée. En particulier, la masse molaire est plus élevée pour les échantillons soudés à basse pression. Une opération de soudage à basse pression prenant plus de temps qu'à forte pression, cela indique que cette augmentation de la masse molaire est liée au temps d'exposition de la matière à des températures supérieures à celle de fusion. Il s'agit donc certainement d'un phénomène de post-polycondensation classiquement observé

pour les polyamides (Griskey & Lee, 1966). Ces augmentations de la longueur des chaînes sont significatives mais trop modérées pour justifier la baisse de la contrainte à la rupture liée aux opérations de soudage.

Echantillons	M_w (kg/mol)	$Đ_M$
PA66-GF30-AN non soudé	77,0	2,6
PA66-GF30-AN LW1	92,5	3,0
PA66-GF30-AN LW4	82,8	2,7
PA66-GF30-AN TW1	84,6	2,8
PA66-GF30-AN TW4	79,4	2,6

Tableau 7 : Masse molaire moyenne en masse et dispersité des chaînes, caractérisées par chromatographie d'exclusion stérique

3.2.2 Caractérisation de la morphologie cristalline de la matrice dans la zone soudée

Il est également pertinent de caractériser la morphologie cristalline de la matrice dans la zone soudée, car le refroidissement de la couche fondue à l'interface se fait dans des conditions qui peuvent être différentes de celles rencontrées lors de l'étape d'injection des plaques. Or, comme expliqué au chapitre 1, ces conditions de refroidissement (taux de cisaillement, vitesse de refroidissement, gradient de température…) influencent le phénomène de cristallisation de la matrice polymère. Des caractérisations par calorimétrie différentielle à balayage ont donc été réalisées sur des échantillons prélevés en dehors de la zone soudée (dans une plaque injectée) et dans la zone soudée à l'aide d'un microtome. La Figure 52 présente les résultats obtenus. Le passage de la température de transition vitreuse est visible comme attendu aux alentours de 64 °C, ainsi qu'un double pic endothermique lors du passage de la température de fusion de la phase cristalline. Il n'y a pas de différence notable sur ces courbes qui permet d'affirmer que la phase cristalline est significativement modifiée lors de l'opération de soudage. Les températures identifiées sur les courbes (T_{f1} = 252°C et T_{f2}= 261°C) indiquent la présence de la phase triclinique α. Le double pic peut être attribué aux deux températures de fusion de la phase α_1 ou à la présence concomitante des phases α_1 et α_2, qui sont deux distorsions de la structure triclinique α (Starkweather, et al., 1984). Le taux de cristallinité a également été déterminé et est proche de 33% pour l'ensemble des échantillons analysés. Ainsi, les mesures DSC réalisées ne mettent en avant ni une variation de morphologie cristalline ni un changement du taux de cristallinité.

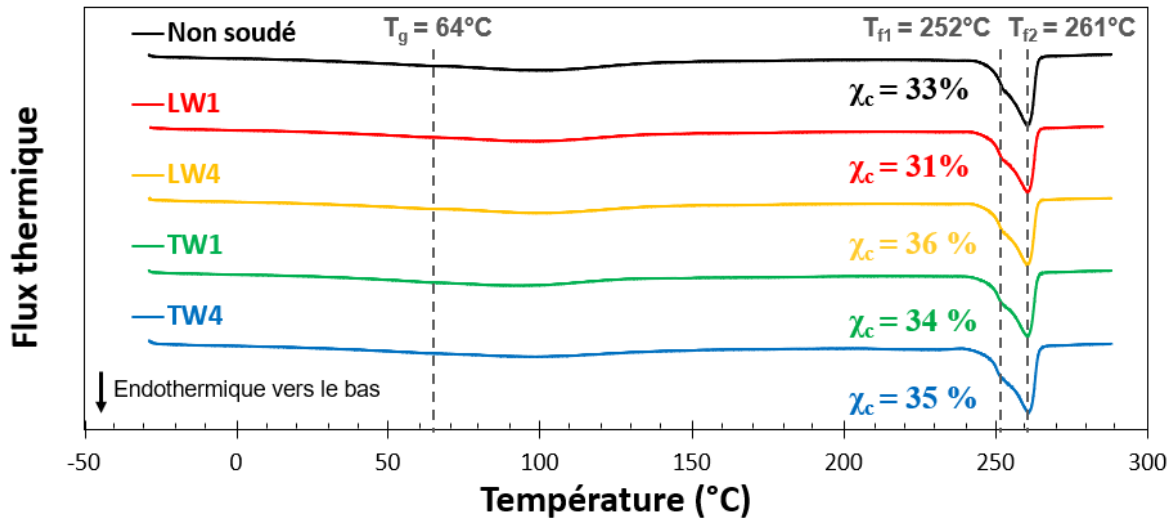


Figure 52 : Résultats des mesures de calorimétrie différentielle à balayage sur les différents échantillons soudés et la référence non soudée

Des essais SAXS et WAXS en transmission ont été réalisés sur les échantillons soudés TW1 et LW1 uniquement. Des cartographies avec un faisceau collimaté (diamètre de 200 µm) autour de la zone entre les bourrelets ont été réalisées et ont permis de localiser la zone soudée en raison d'une transmission des rayons X plus faible dans celle-ci, probablement due à une concentration locale de fibres plus élevée (confirmée par les mesures de tomographie) atténuant le signal. Les images SAXS-WAXS ont ensuite été enregistrées dans la zone soudée et 1 mm au-dessus dans la direction y pour un angle azimutal supérieur à 90°.

Sur les clichés SAXS une diffusion intense, identifiée par la flèche jaune sur la Figure 53, est observée pour des valeurs de q faibles ($q<0,02$ Å^{-1}). Elle est attribuée à la présence de fibres de verre. Un autre halo large et moins isotrope, identifié par une flèche rouge, est associé à l'organisation périodique des lamelles cristallines du PA66. Sur les clichés WAXS, des anneaux isotropes, repérés par une flèche rouge, sont associés aux pics cristallins du PA66. Ces résultats confirment les mesures DSC quant à la présence d'une structure cristalline triclinique α avec un indice de perfection cristalline de 0,85 et une longue période de 75 Å^{-1} que ce soit à l'intérieur comme à l'extérieur de la soudure.

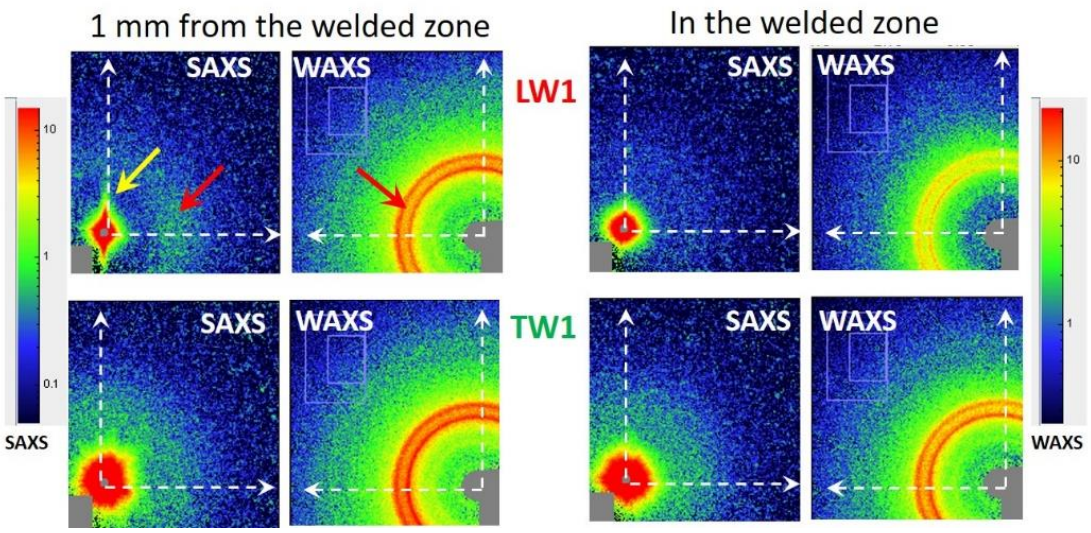


Figure 53 : Clichés de diffraction SAXS et WAXS

Pour LW1, les clichés acquis en dehors de la zone soudée attestent d'une orientation des fibres bien définie et d'une légère orientation des lamelles dans la même direction que les fibres (à savoir la direction d'injection de la plaque). Le taux de cristallinité du composite (c'est-à-dire de l'ensemble fibres de verre et matrice polymère) est proche de 18% en dehors de la zone soudée et descend à 16% dans la zone soudée, probablement à cause d'une quantité de fibres un peu plus élevée qui ne participe pas à la contribution cristalline du matériau. Enfin, dans la zone soudée de LW1, la diffusion est isotrope, attestant que les fibres sont moins orientées dans cette zone qu'en dehors de la soudure.

Pour TW1, les clichés sont très semblables dans les zones soudée et non soudée. La diffusion est intense et isotrope en raison de l'orientation des fibres parallèle au faisceau. Sur cet échantillon, la cristallinité globale mesurée est de 21% dans la zone soudée et 20% en dehors. Au vu de la différence très faible entre ces deux valeurs, il n'est pas possible d'attester d'une modification du taux de cristallinité dans la zone soudée contrairement à la littérature publiée sur le PA6 soudé sans fibres (Chung & Kamal, 2008)

3.3 Analyse de la microstructure des zones soudées par microtomographie RX

La microtomographie RX nous permet de visualiser l'intérieur des échantillons soudés en trois dimensions en distinguant la matrice polymère, les fibres de verre et les cavités, ces phases ayant des densités différentes. Afin d'obtenir des images présentant une taille de pixel suffisamment petite (1 pixel = 0 ,65 µm) et un champ de vue assez large (la largeur des plaques soudées étant de 3 mm), trois scans ont été réalisés autour de chaque soudure puis recollés entre eux. Différentes informations peuvent être extraites de ces fichiers volumiques dont, tout d'abord, l'orientation qualitative des fibres indiquant la présence ou l'absence d'une couche de cœur induite par le procédé d'injection. Ces fichiers permettent également d'évaluer l'épaisseur de la zone soudée afin de définir le confinement global créé au sein de cette singularité que représente la zone soudée. L'analyse en microtomographie RX permet aussi d'identifier les cavités au sein des soudures ainsi que leur position. Enfin, grâce à cette analyse, il est possible de quantifier l'orientation et la répartition des fibres dans les zones soudées et en dehors.

La Figure 54 présente les clichés obtenus pour les quatre configurations de soudage différentes réalisés sur le PA66-GF30-A. Les traits colorés sur chaque image indiquent la position approximative de la zone soudée entre les deux bourrelets. Les différents volumes utilisés pour chaque analyse précédemment présentée sont également indiqués. Le rectangle en pointillés blancs délimite le volume d'analyse pour la présence des cavités. Il est défini de manière à englober la plus grande largeur possible dans la direction x sans sortir de l'échantillon malgré le désalignement important sur les soudures réalisées à haute pression (LW4 et TW4). La profondeur (dans la direction z) de ce volume d'analyse est de 300 µm. Les rectangles en pointillés noirs indiquent les deux zones d'analyses retenues pour l'orientation des fibres : à mi-épaisseur de l'échantillon soudé et à quart-épaisseur. 20 sous-volumes sont découpés dans ces zones afin de suivre l'évolution de l'orientation des fibres à travers l'ensemble de ces volumes au passage de la zone soudée. Leur profondeur dans la direction z est de 500 µm.

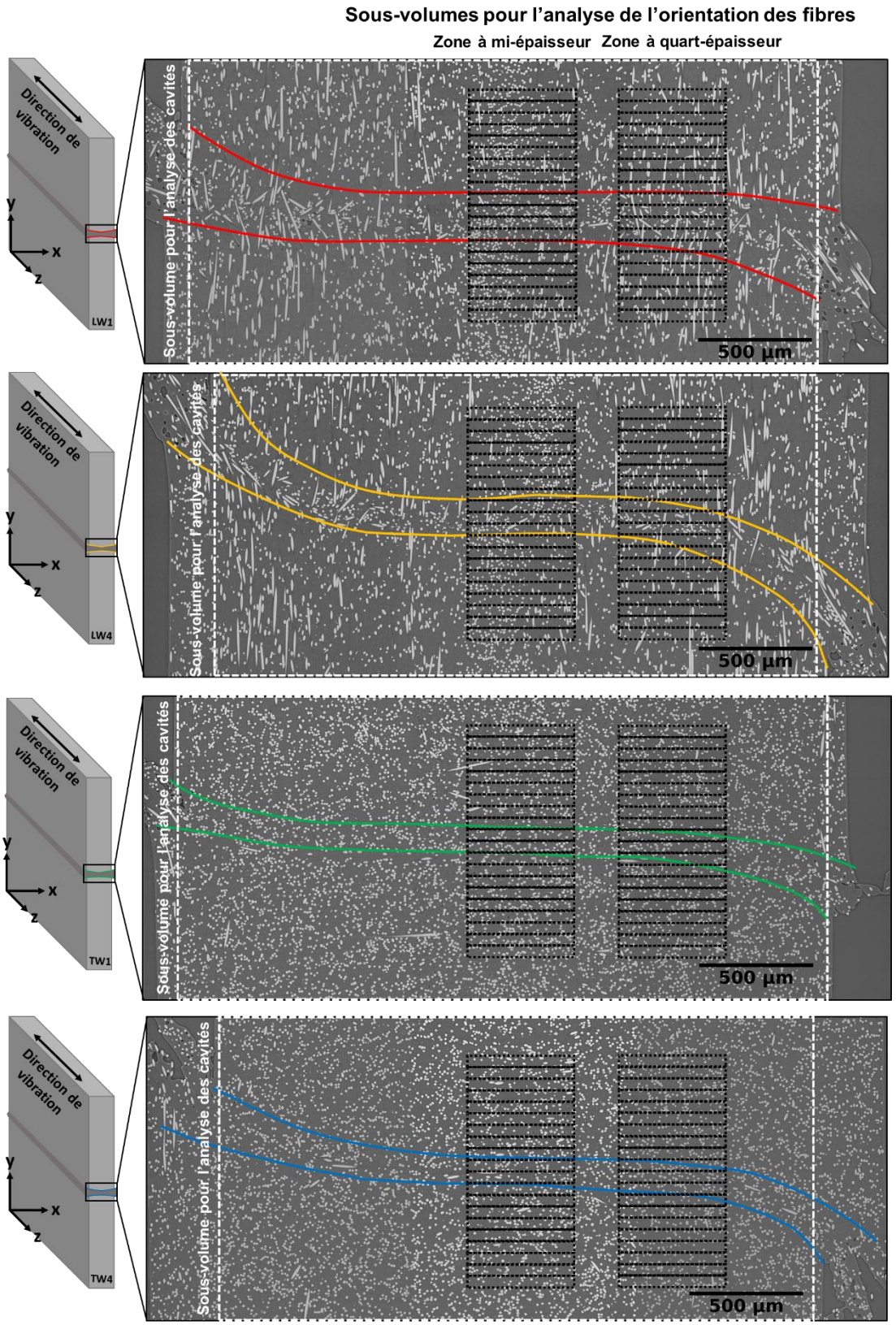


Figure 54 : Clichés de tomographie des soudures réalisées : configurations LW1, LW4, TW1 et TW4 de haut en bas

3.3.1 Analyse qualitative de l'orientation des fibres au sein des différents échantillons

Les images de la Figure 54 indiquent qu'un effet cœur-peau est présent dans l'épaisseur des plaques, de part et d'autre de la soudure pour les échantillons soudés longitudinalement (LW1 et LW4). Les fibres semblent orientées majoritairement dans la direction z dans cette zone de cœur représentant environ 1/10 de l'épaisseur total de la plaque. Cet effet cœur-peau n'est en revanche pas visible pour les échantillons soudés transversalement (TW1 et TW4). Une représentation schématique des orientations de fibres dans les quatre configurations de soudage LW1, LW4, TW1 et TW4 est ainsi présentée sur la Figure 55. Ce résultat indique que l'effet cœur-peau induit pendant le procédé d'injection est présent au centre de la plaque injectée mais absent sur les bords. C'est pourquoi les plaques TW1 et TW4 résultant du soudage de plaques le long des bords moulés ne présentent pas d'effet cœur-peau aux abords de la zone soudée. Les éprouvettes non soudées transversales de référence ne sont donc pas identiques à la zone non soudée des éprouvettes soudées transversalement (TW1 et TW4) puisque les premières contiennent une couche à cœur où les fibres sont orientées longitudinalement alors que cette couche n'est pas présente sur les éprouvettes soudées aux abords de la zone soudée. Ce constat explique les différences de module de Young observées sur la Figure 50 et la Figure 51 lors des essais de traction entre les éprouvettes non soudées et soudées pour les configurations TW alors qu'il n'y a pas de différence visible pour les configurations LW.

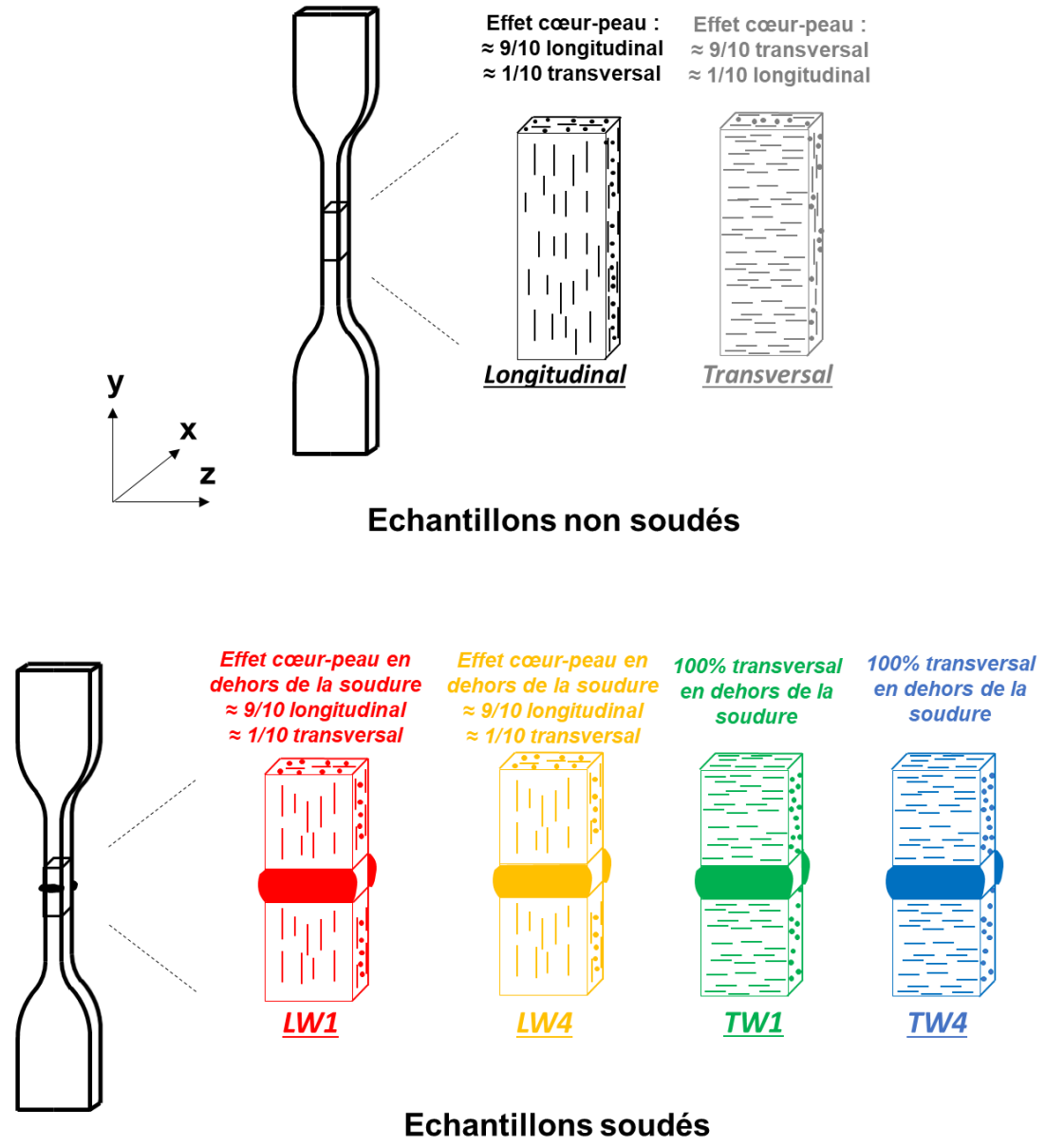


Figure 55 : Représentation schématique de l'orientation des fibres au sein des différents échantillons sollicités en traction

3.3.2 Epaisseur de la zone soudée

La Figure 54 indique que les zones soudées ont des épaisseurs différentes selon les configurations de soudage et qu'elles présentent toutes une anti-symétrie selon un plan (yz) positionné au milieu de l'épaisseur de la plaque. Il est alors possible de définir un taux d'élancement des zones soudées en divisant la largeur L (selon l'axe x) par l'épaisseur h (selon l'axe y). Pour une même configuration, l'épaisseur est variable à travers l'épaisseur des plaques. Ainsi, la largeur retenue pour la définition du taux d'élancement n'est pas la largeur de la plaque mais une largeur représentative de la zone retenue (mi- ou quart-épaisseur).

Cette largeur a donc été fixée à 500 µm et les mesures d'épaisseur ont été réalisés pour la zone à quart épaisseur car il est plus facile de visualiser la zone soudée en raison de l'orientation des fibres. Concrètement, la mesure de l'épaisseur de la zone soudée a été réalisée « à l'œil » sur des images 2D prises dans le plan (yz) à une distance fixe de 750 µm du bord de la plaque puisqu'il s'agit du milieu de la zone à quart-épaisseur. Ces mesures sont illustrées sur la Figure 56.

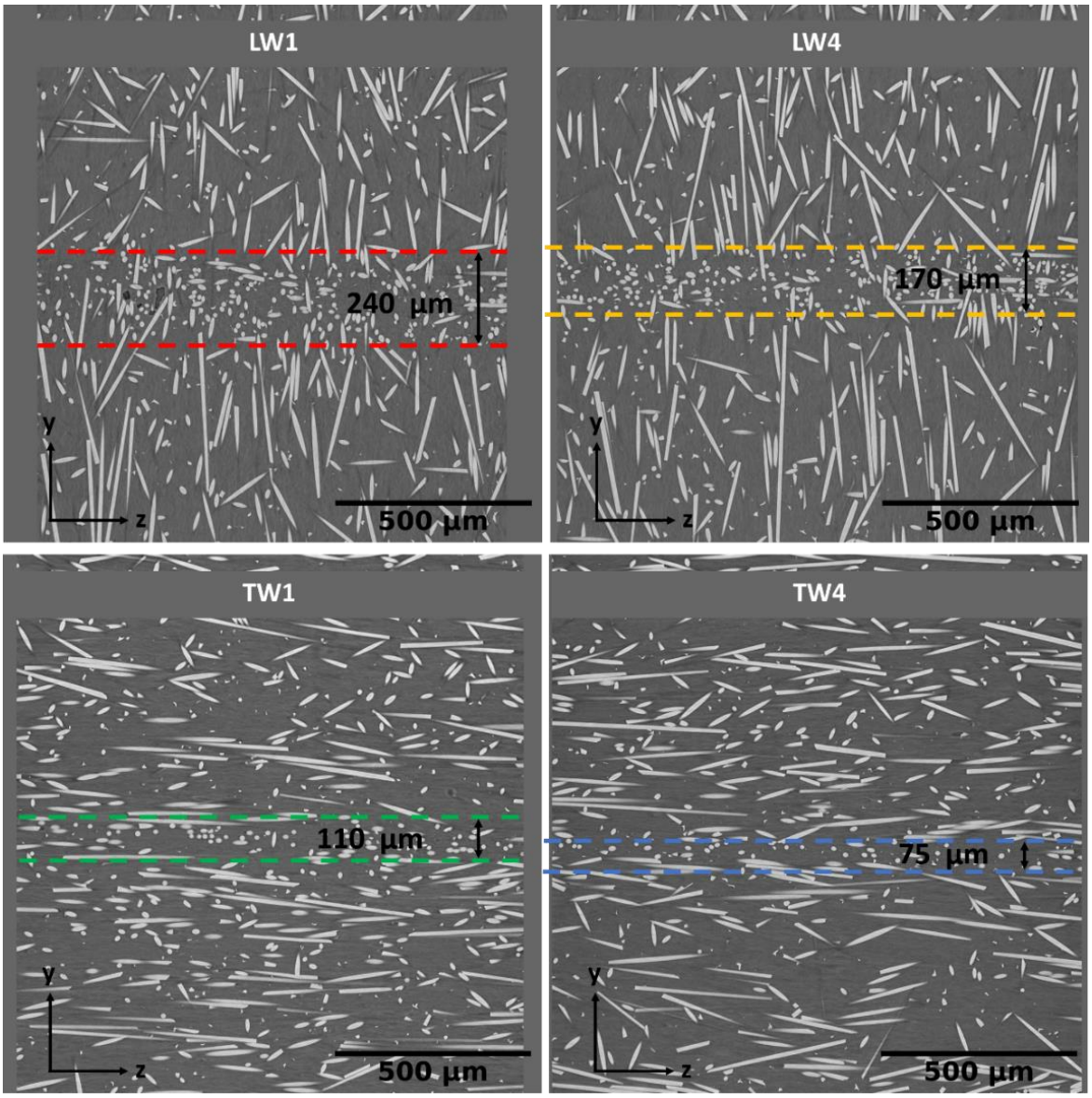


Figure 56 : Mesure de l'épaisseur de la zone soudée à 750 µm du bord pour les échantillons en PA66-GF30-AN

Le graphique de la Figure 57 présente alors la contrainte à la rupture des assemblages obtenus en fonction du taux d'élancement de leur zone soudée et indique qu'il existe une corrélation entre ces ceux grandeurs. Ceci peut s'expliquer par la notion de confinement induit

par la présence de la zone soudée. En effet, la contrainte macroscopique uniaxiale appliquée lors des essais de traction va être redistribuée dans la zone soudée selon les 3 axes en fonction du taux d'élancement. Un état de contrainte triaxial favorisant la cavitation et la croissance de l'endommagement, la corrélation obtenue semble donc cohérente.

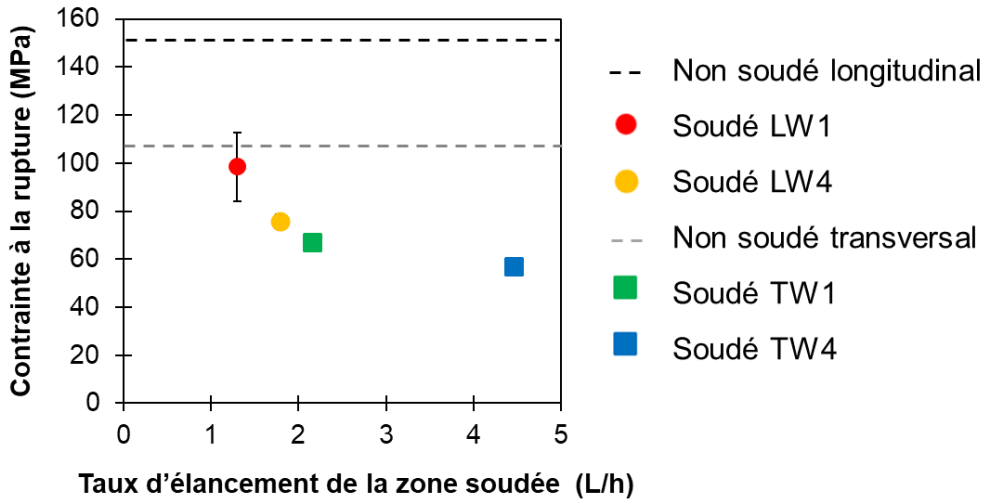


Figure 57 : Corrélation entre la contrainte et la déformation à la rupture des assemblages de PA66-GF30-AN

3.3.2 Caractérisation des cavités

Un autre paramètre notable de la microstructure de la zone soudée est la présence de cavités. Afin de déterminer leur quantité et de visualiser leur répartition au sein de la zone soudée, les sous-volumes délimités en pointillés blanc sur les clichés de la Figure 54 ont été seuillés de manière à séparer les cavités du reste de l'échantillon. Un taux volumique de cavités indicatif a également été calculé en prenant comme volume de référence l'ensemble du volume et est précisé sur la Figure 58 avec la visualisation des cavités correspondantes. Ces résultats indiquent que le taux de cavités varie pour les différentes configurations de soudage avec une valeur la plus élevée pour LW1 et diminue progressivement pour LW4, TW1, TW4. Etonnamment, les assemblages présentant une contrainte à la rupture plus élevée sont ceux qui présentent un taux de cavités le plus élevé.

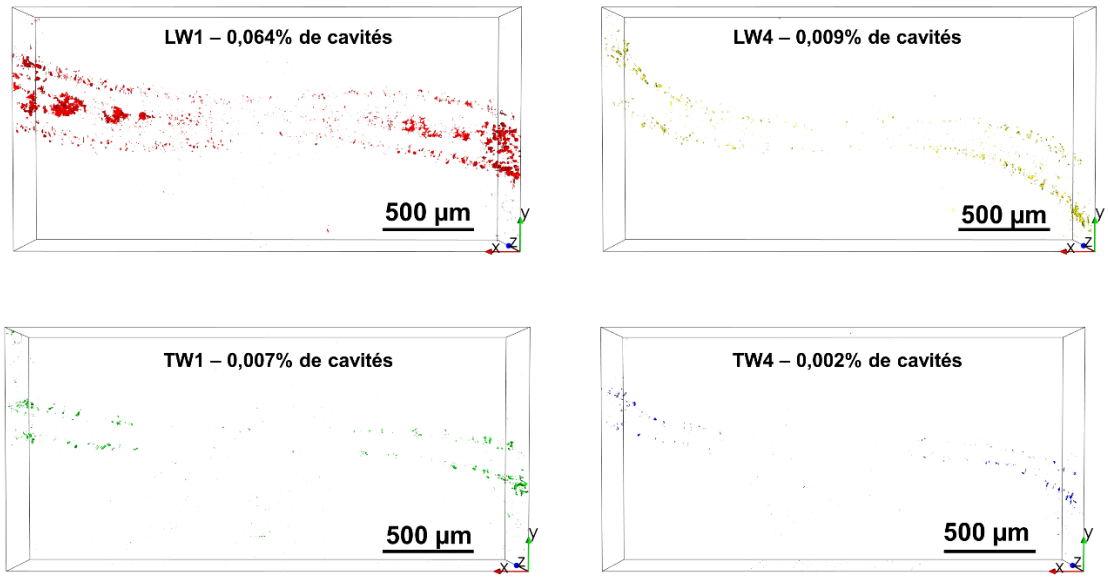


Figure 58 : Visualisation des cavités au sein de la zone soudée du PA66-GF30-AN, configurations LW1, LW4, TW1 et TW4 de gauche à droite

A l'exception de LW1, les cavités sont majoritairement situées à l'interface entre le matériau non affecté par la soudure et la zone soudée avec une plus grande quantité vers la surface de la plaque et peu de cavités à mi- épaisseur. Ces petites cavités à l'interface sont issues de décohésions fibres-matrice probablement dues à la réorientation des fibres positionnées à cheval entre la zone fondue et le matériau à l'état solide (alors qu'une extrémité était emportée par le flux de matière fondue l'autre était fixée dans le matériau non fondu). Pour l'échantillon LW1, ces petites cavités sont également présentes de part et d'autre de la zone soudée mais d'autres cavités au volume beaucoup plus important sont aussi visibles au centre de la zone soudée, vers la surface de la plaque et semblent être d'une autre nature. La Figure 59 présente un agrandissement sur ces différentes cavités (en rouge) en présence des fibres (en gris) tandis que la matrice polymère a été retirée pour améliorer le rendu visuel. Ces images, présentant la même zone sous différents angles, attestent bien de la nature différente entre ces deux populations de cavités. Les grosses cavités s'apparentent à des bulles et pourraient provenir de l'eau issue de la polycondensation de la matrice polyamide mais il est étrange que ces cavités ne soient présentes que pour la configuration de soudage LW1. Il est donc plus probable qu'elles soient causées par des instabilités dans l'écoulement de la matière fondue comme décrit dans le chapitre 1 et déjà observé dans la bibliographie au sein de la zone soudée du PP sans fibres (Schlarb & Ehrenstein, 1989).

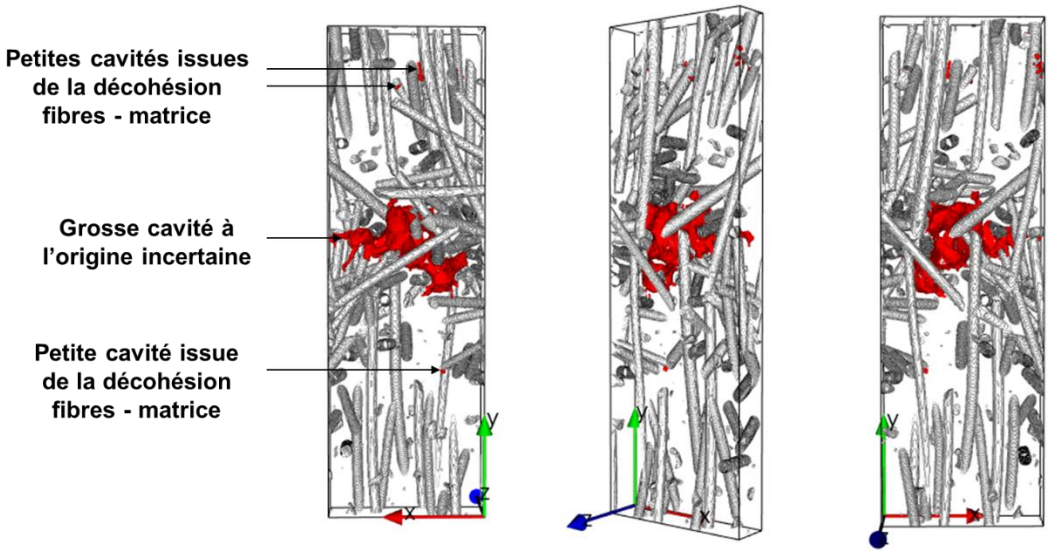


Figure 59 : Visualisation des grosses cavités dans la configuration de soudage LW1 sous différents angles

Les petites cavités de ces affichages seuillés en 3D de la Figure 58 nous permettent de visualiser la forme de la soudure et confirment une non planéité de la ZAT. La forme en S est d'autant plus prononcée que la pression de soudage appliquée est élevée et il se confirme que l'épaisseur de cette zone soudée est plus élevée pour les configurations de soudage longitudinales et à basse pression. Ceci est en cohérence avec l'équation (4) présentée dans le chapitre 1 ($h_0{}^3 = \frac{\mu b^2 \dot{\eta}}{P_0}$)qui indique que l'épaisseur de la zone fondue h_0 est inversement proportionnelle à la pression de soudage P_0. Cette épaisseur est également proportionnelle à la viscosité du matériau μ. Or la viscosité apparente d'un polymère renforcé dépend de l'orientation des fibres. Elle est plus élevée quand les fibres sont orientées perpendiculairement à l'écoulement, ce qui explique que les soudures longitudinales soient plus épaisses.

3.3.3 Analyse tridimensionnelle de l'orientation des fibres

Les images issues de la tomographie permettent de visualiser et d'analyser l'orientation des fibres dans la soudure et en dehors. Afin de comparer la réorientation des fibres pour les différentes conditions de soudage, nous déterminons la valeur des composantes diagonales du tenseur d'orientation pour les 20 sous-volumes de la zone à mi-épaisseur et de la zone à quart épaisseur, identifiées par des pointillés noirs sur la Figure 54 (selon la méthodologie détaillée dans le chapitre 2). Cette méthodologie, qui consiste à prendre différents sous-volumes voisins dont la position en y traverse la zone soudée, est appliquée car la frontière de la zone soudée n'est pas définie de manière évidente. Les deux localisations différentes selon l'épaisseur de la plaque (mi- et quart-épaisseur) ont été retenues car les flux d'écoulement et de vibration peuvent être différents entre ces deux zones (Kamal, et al., 2008).

Les résultats de la Figure 60, présentant l'évolution des composantes diagonales à travers la zone soudée, confirment la présence d'une zone de cœur sur les échantillons soudés longitudinalement (LW1 et LW4) et son absence sur les échantillons soudés transversalement (TW1 et TW4). En effet, en dehors de la zone soudée, les valeurs des 3 composantes sont identiques dans la zone centrale et à quart-épaisseur pour les échantillons TW1 et TW4. En revanche, pour les échantillons LW1 et LW4, a_{yy} vaut 0,8 à quart-épaisseur contre 0,5 dans la zone centrale. De plus, dans la zone centrale non soudée, a_{xx} et a_{yy} ont des valeurs très proches ($a_{yy} \approx 0,5$) et a_{zz} est proche de 0. Cela signifie que la distribution des fibres est isotrope dans le plan (xy). En fait, au lieu d'être orientés à 90° par rapport à la direction d'injection, les fibres sont plutôt tournées de 45°.

En ce qui concerne l'influence de la soudure sur l'orientation des fibres, les cas sont différents entre les configurations LW et TW. Pour les échantillons LW1 et LW4, les fibres se réorientent dans les directions x et z (qui sont respectivement les directions des flux d'écoulement et de vibration) au détriment de l'axe y que ce soit dans la zone située à quart-épaisseur ou à mi-épaisseur à l'exception de l'échantillon LW4 dans la zone située à mi-épaisseur où la composante a_{zz} n'augmente pas au passage de la zone soudée. Ce constat semble dû au fait que le soudage à forte pression entraine un désalignement des plaques visibles sur les bords de l'échantillon où les surfaces extérieures des plaques inférieures et supérieures ne sont pas alignées mais aussi sur la zone de cœur dont la position est différente en haut et en bas de la soudure. Ainsi, l'ensemble des sous-volumes considérés pour la zone à mi- épaisseur de LW4 contient une partie de la zone de cœur mais aussi de la zone de peau.

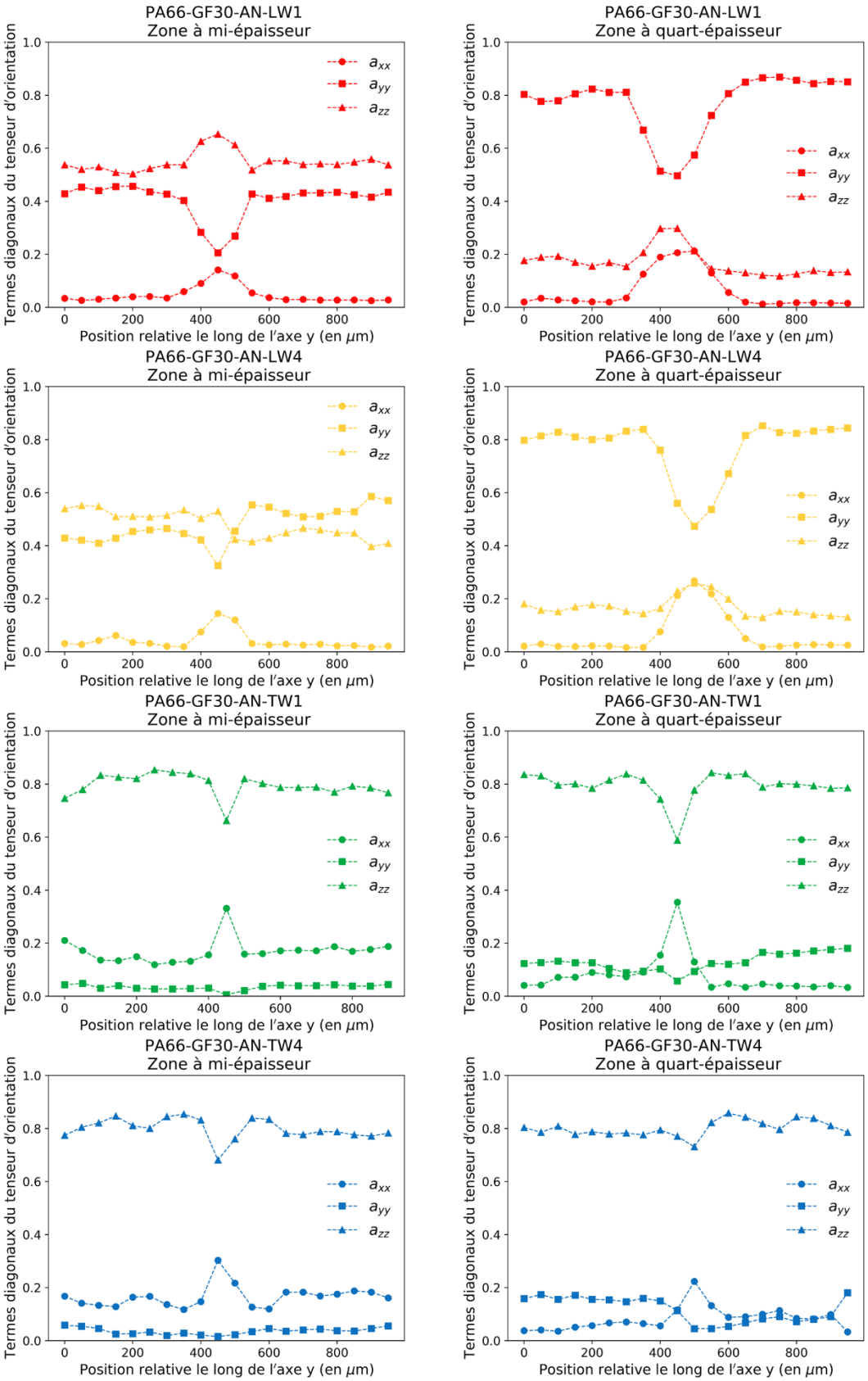


Figure 60 : Quantification de l'orientation des fibres dans la zone affectée thermiquement et aux alentours, configurations LW1, LW4, TW1 et TW4 de haut en bas

Pour les éprouvettes TW, les fibres se réorientent uniquement dans la direction x au détriment de la direction z dans la zone soudée. L'orientation des fibres dans la direction y n'est que très légèrement affectée : on repère deux baisses très faibles de a_{yy} sur l'échantillon TW1 à quart- et mi-épaisseur dans la zone soudée. Il y a également une variation un peu plus marquée de a_{yy} dans la zone à quart-épaisseur de l'échantillon TW4 mais celle-ci ne semble pas due uniquement à la soudure. Elle pourrait également être causée par des hétérogénéités au sein de la plaque ou le désalignement des plaques lors de la soudure à forte pression car la variation dépasse la zone soudée.

La contrainte et la déformation à la rupture ont été tracées en fonction de la valeur moyenne de a_{yy} dans l'échantillon correspondant. Pour les échantillons soudés, ces valeurs moyennes de a_{yy} ont été obtenues d'après la Figure 60Figure 61 en ajoutant la valeur minimale de a_{yy} à mi-épaisseur à deux fois la valeur minimale de a_{yy} à quart épaisseur puis en divisant le tout par 3. Pour les échantillons non soudés, a_{yy} moyen a été calculé de manière similaire aux échantillons soudés, c'est-à-dire en faisant la moyenne entre la valeur de a_{yy} à mi épaisseur et celle à quart épaisseur pondérée par 2. Cependant, comme les échantillons soudés TW ne présentent pas de couche de cœur alors que celle-ci est présente dans les échantillons non soudés transversaux, les valeurs de a_{yy} pour les échantillons non soudés transversaux ont été prises d'après les valeurs des tenseurs sur les échantillons LW en dehors de la soudure en effectuant seulement un changement de repère qui consiste à considérer a_{zz} pour a_{yy}.

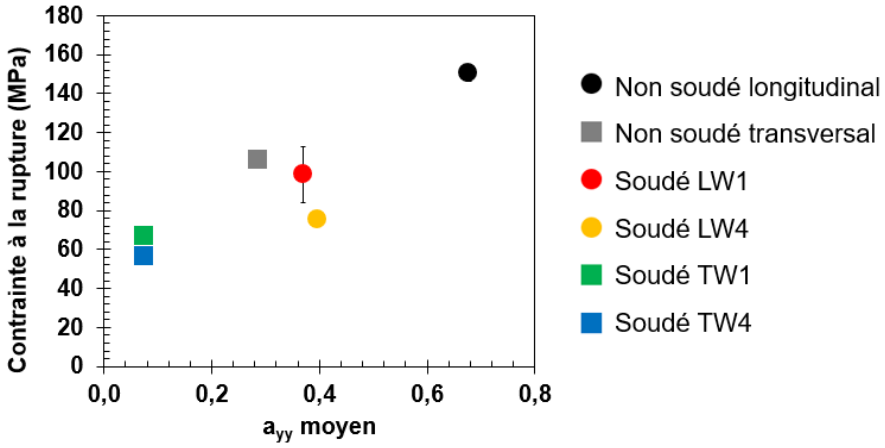


Figure 61 : Corrélations entre la contrainte au regard de la valeur moyenne de a_{yy} dans la section de l'éprouvette

Cette mise en relation indique que la contrainte à la rupture semble corrélée à l'orientation moyenne des fibres à travers la section de l'éprouvette de traction. Bien que la réorientation des fibres soit faible dans les soudures TW, elles présentent une contrainte à la rupture bien

plus faible que les échantillons non soudés transversaux car elles ne contiennent pas de couche de cœur au sein de laquelle les fibres sont orientées dans la direction de sollicitation et que les fibres sont fortement orientées aux abords de la paroi lors de l'injection minimisant ainsi la valeur de a_{yy}. Pour les soudures LW, la valeur de a_{yy} moyen est supérieure à celle de l'éprouvette transversale non soudée alors que la contrainte à la rupture est inférieure. Ceci signifie que d'autres phénomènes participent également à la baisse de la contrainte à la rupture lors des opérations de soudage.

3.3.4 Agglomération des fibres dans la zone soudée

Le taux de fibres massique du polyamide 66 de l'étude est de 30% en masse. En considérant une masse volumique des fibres de verre égale à 2,5 g/cm^3 et 1,13 g/cm^3 pour la matrice polyamide, d'après la fiche technique de BASF, on obtient un taux de fibres théorique de 16,2% en volume. Des mesures locales du taux volumique de fibres ont été réalisées par analyse d'images sur chacun des sous-volumes identifiés par les pointillés noirs sur la Figure 54. Les résultats de cette analyse sont visibles sur la Figure 62 et sont cohérents avec la valeur calculée théoriquement. On constate, pour les échantillons soudés longitudinalement que la densité de fibres de verre est plus élevée à mi-épaisseur. Ceci est cohérent avec la littérature (Arif, et al., 2014) qui mentionne une concentration plus élevée en fibres dans la couche de cœur. Pour les échantillons TW1 et TW4, il n'y a pas de différence entre la zone à mi- et quart-épaisseur, ce qui confirme l'absence de couche de cœur dans la zone imagée en tomographie de ces échantillons. Au passage de la zone soudée, la densité locale de fibres augmente pour les échantillons soudés LW1 et LW4 mais pas pour les échantillons soudés dans les configurations TW. De plus, cette augmentation est plus importante à mi-épaisseur qu'à quart-épaisseur.

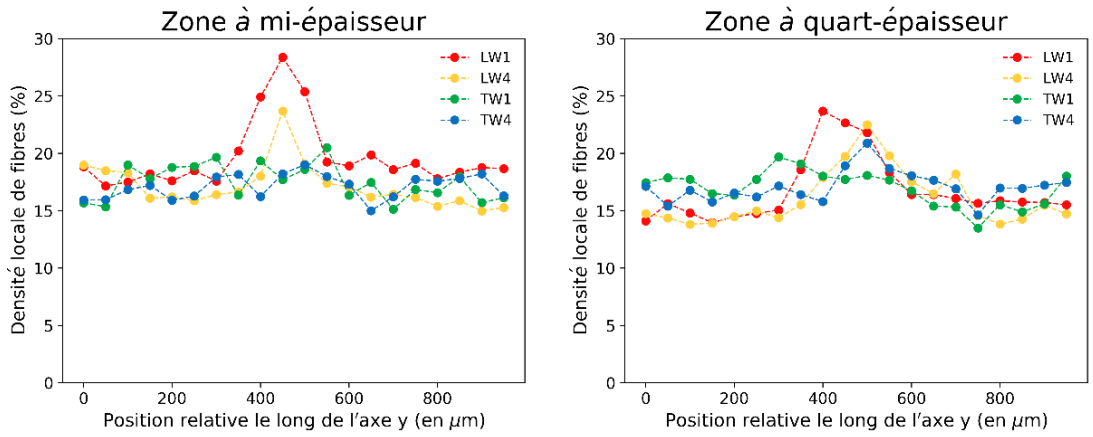


Figure 62 : Taux volumique local de fibres pour les différentes configurations de soudage du PA66-GF30-AN

Le confinement local de la matrice a aussi été évalué selon une méthode, décrite dans le chapitre 2, qui consiste à mesurer la distance interfibres dans la direction de chargement et à considérer comme confinées les zones où la matrice est comprise entre deux fibres espacées de moins de 10 µm. Le taux de confinement est ensuite calculé en divisant le volume confiné par le volume total de l'analyse. Les résultats obtenus (Figure 63) présentent une variation proche de celle obtenue pour la densité de fibres. Ceci s'explique par le fait que plus la densité de fibres est élevée plus les fibres vont être proches les unes des autres. En raison de la présence de la couche de cœur, le taux de confinement est plus élevé à mi-épaisseur qu'à quart-épaisseur pour les échantillons LW puisque le taux de confinement est lié à la distance entre les fibres dans la direction de chargement. Il est donc par construction, plus élevé quand les fibres sont orientées perpendiculairement à cette direction. De plus, cet effet est également accentué par le fait que la densité locale de fibres est plus importante dans la zone à mi-épaisseur des échantillons LW, comme visible sur la Figure 62, en raison de la présence de la couche de cœur.

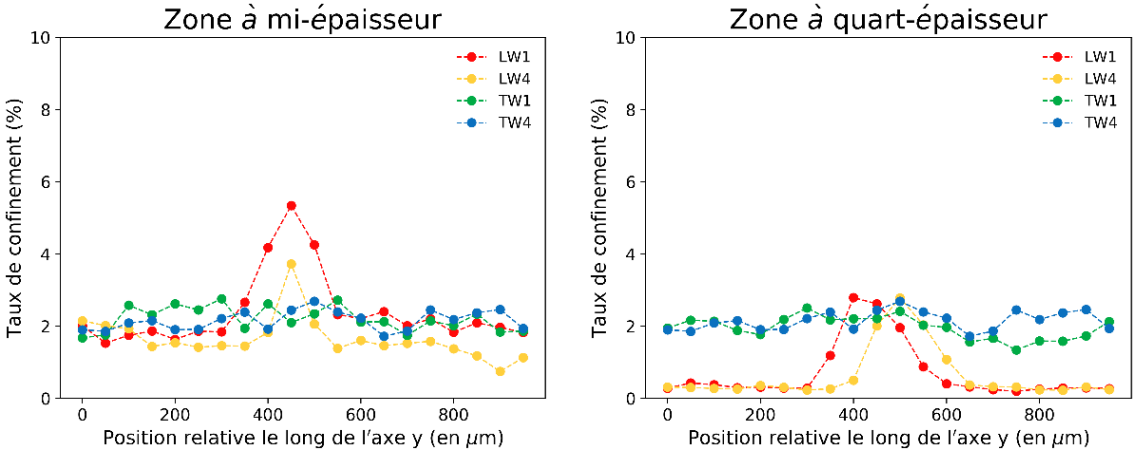


Figure 63 : Confinement local de la matrice pour les différentes configurations de soudage du PA66-GF30-AN

Le taux de confinement ne varie pas pour les échantillons soudés TW mais augmente pour les échantillons LW. De la même manière que le taux de confinement global, évalué par le taux d'élancement de la zone soudée, le taux de confinement local, calculé ici d'après la distance interfibres, induit une redistribution des contraintes dans l'espace entre les fibres voisines. Ainsi, un taux de confinement local plus élevé augmente la triaxialité et pourrait expliquer le fait que les échantillons LW1 et surtout LW4 présentent une contrainte à la rupture un peu plus faible que la proportionnalité visible sur la corrélation de la figure 61.

3.4 Observation de la microstructure des échantillons soudés pré-déformés

Que ce soit en termes d'orientation ou de répartition des fibres, de tailles et de morphologie de cavités, la zone soudée présente une microstructure très différente du matériau initial. De plus, les analyses de la microstructure précédemment réalisées attestent d'une hétérogénéité au sein des zones soudées. Nous savons que lors des essais de traction sur les assemblages soudés, la rupture a systématiquement lieu dans la zone soudée. Afin de comprendre quels sont les paramètres de la microstructure qui sont à l'origine de la fragilisation du matériau lors de l'opération de soudage, des essais de traction ont été réalisés en interrompant le déplacement du mors mobile avant la rupture de l'échantillon de manière que la contrainte soit environ égale à 90% de la contrainte à rupture. La contrainte à la rupture de référence a été déterminée en réalisant un essai de traction jusqu'à la rupture sur une éprouvette provenant de la même plaque soudée (présenté sur la Figure 64 en traits pointillés). Les courbes issues de ces essais sont présentées sur la Figure 64.

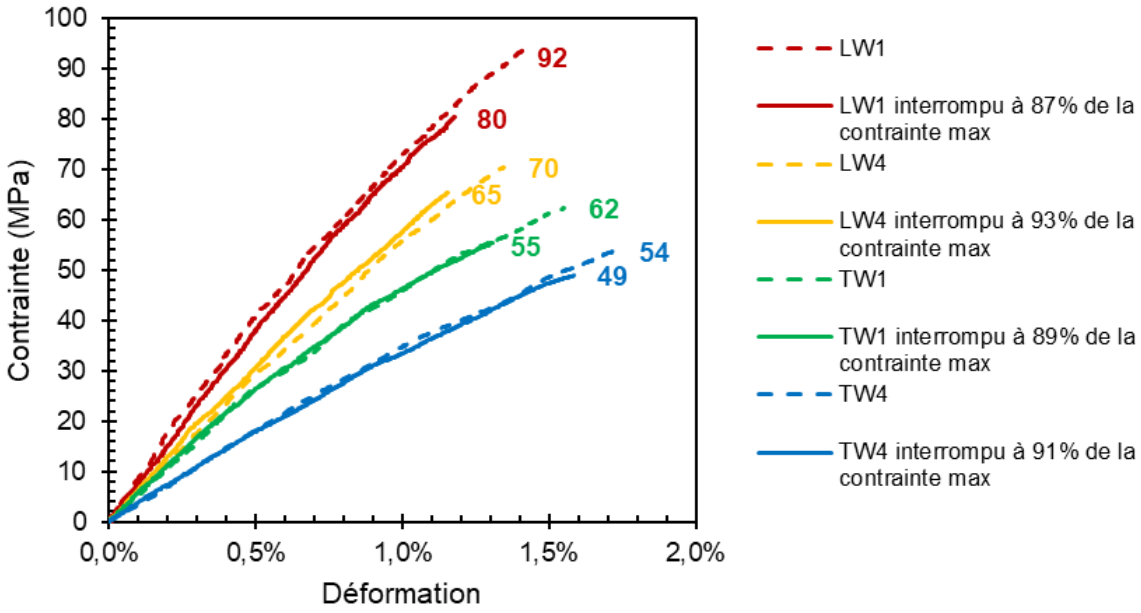


Figure 64 : Courbes des essais de traction interrompus (traits continus) et des essais de référence (traits interrompus) réalisés sur des éprouvettes provenant de la même plaque soudée

Les éprouvettes ainsi sollicitées jusqu'à environ 90% de la contrainte à rupture ont ensuite été découpées afin de pouvoir analyser la zone soudée en tomographie. Six scans ont été réalisés sur chaque éprouvette endommagée afin d'imager la zone entre les deux bourrelets au centre de l'éprouvette et sur la surface latérale. Comme pour les échantillons non sollicités, les 3 scans voisins sont ensuite assemblés pour obtenir un champ de vue prenant toute l'épaisseur

de la plaque soudée (comme expliqué dans le chapitre 2). Les zones imagées sont illustrées sur la Figure 65.

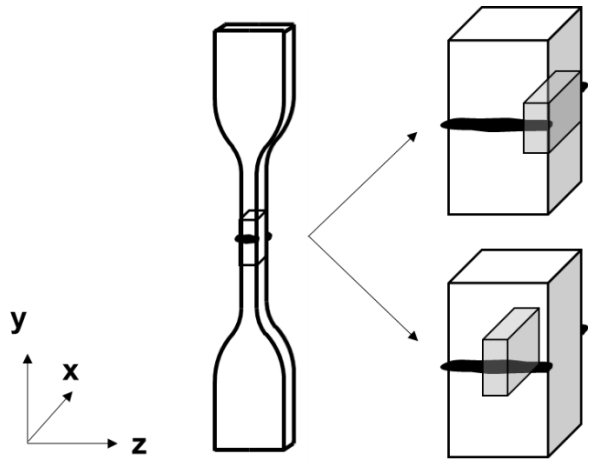


Figure 65 : Illustration des zones imagées en tomographie des éprouvettes sollicitées à 90% de la contrainte à la rupture

Les volumes analysés et seuillés de manière que seules les cavités soient visibles sont présentés sur les Figure 108 et Figure 109 disponibles dans l'annexe 1. Les taux de cavités ont été calculés et sont également indiqués sur ces figures. Il n'y a pas d'augmentation significative par rapport aux échantillons caractérisés avant sollicitation (Figure 58) car le volume standard de référence est mal adapté (trop grand). Cependant, en agrandissant suffisamment les images, des zones avec des cavités coalescées sont visibles sur l'échantillon LW4 au centre de l'éprouvette ainsi que sur la surface latérale. En revanche, sur les autres échantillons, aucune différence notable entre avant et après la sollicitation sur les analyses de tomographie ne peut être constatée.

Des agrandissements des fissures les plus visibles sur l'échantillon LW4 sollicité à 90% de la contrainte à la rupture sont présentés sur les Figure 66 et Figure 67. Bien qu'elles apparaissent difficilement sur les représentations 3D seuillées en raison d'une différence de niveaux de gris très faible, de nombreuses fissures sont présentes dans la zone soudée de cet échantillon à mi-épaisseur. Ces résultats indiquent que l'endommagement s'initie dans la zone à mi-épaisseur et ceci indifféremment de la localisation dans l'éprouvette (centre ou surface). Sachant que c'est à cet endroit qu'il y a le moins de fibres orientées dans la direction de sollicitation *y* et où le confinement local et global est le plus important, cela signifie que ces facteurs sont responsables de la rupture des échantillons soudés à une contrainte plus faible que leurs homologues non soudés.

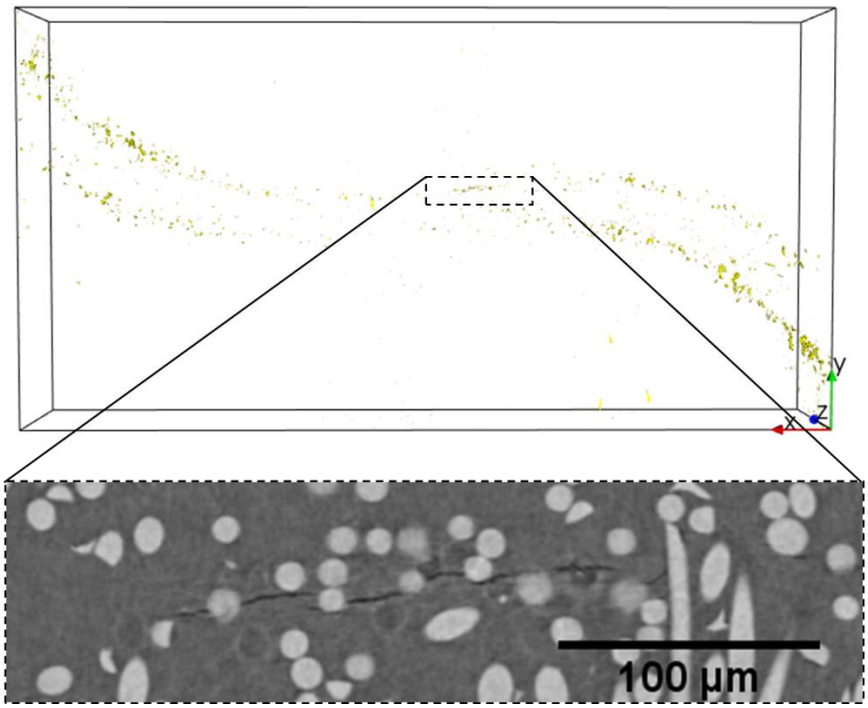


Figure 66 : Agrandissement de la fissure présente dans le volume sur la surface latérale de l'éprouvette dans le plan (xy) LW4 sollicité à 90% de la contrainte à rupture

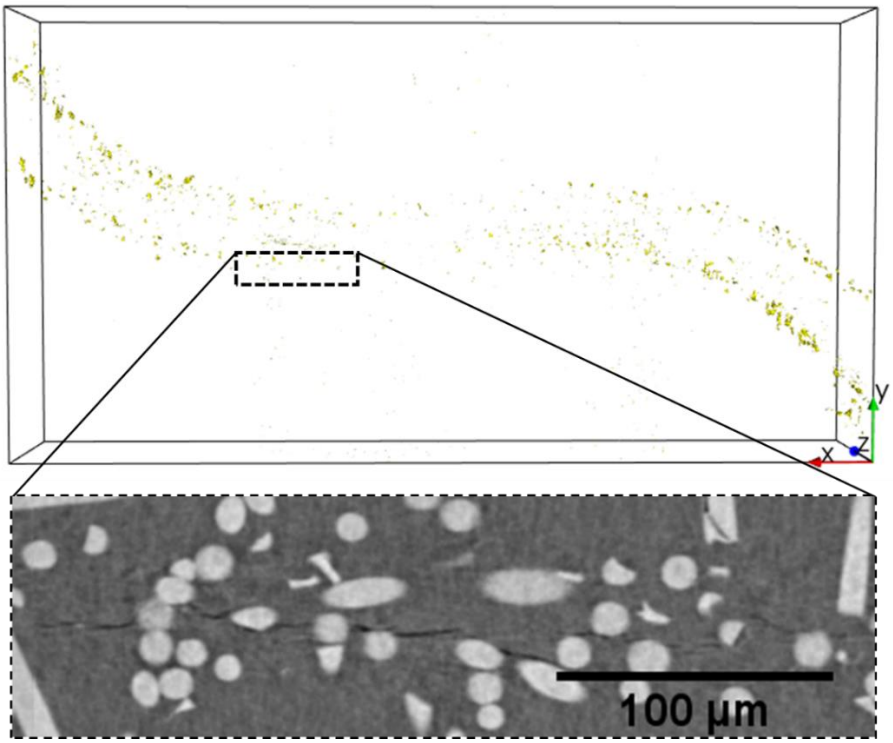


Figure 67 : Agrandissement de la fissure présente dans le volume au milieu de l'éprouvette dans le plan (xy) LW4 sollicité à 90% de la contrainte à rupture

3.5 Conclusion de l'étude sur le soudage du PA66-GF30-AN

Pour un polyamide de l'étude, plusieurs soudures ont été réalisées selon quatre configurations différentes faisant varier la pression de soudage et l'orientation initiale des fibres. Les essais de traction monotone ont permis d'obtenir les principales grandeurs mécaniques caractérisant ces échantillons : le module de Young ainsi que la contrainte, la déformation et l'énergie à la rupture. Le module de Young de l'assemblage est peu affecté par l'opération de soudage. En revanche, les contraintes, déformations et énergie à la rupture sont fortement diminuées par l'opération de soudage et ce d'autant plus que la pression de soudage est élevée.

En parallèle, des analyses physicochimiques ont montré qu'il y avait une augmentation de la longueur des chaînes dans la zone soudée. L'explication apportée est l'apparition d'un phénomène de polycondensation dû à l'échauffement lié à l'opération de soudage. Cependant, cette augmentation des chaînes ne peut pas être à l'origine de la chute de la contrainte à la rupture.

Grâce à la microtomographie RX à haute résolution, plusieurs paramètres de la microstructure ont été quantifiés : l'épaisseur de la zone soudée, la présence de cavités, l'orientation des fibres, la densité locale de fibres et le taux de confinement local de la matrice (défini à partir de la distance interfibres comme expliqué au chapitre 2). Ces informations permettent de montrer, qu'en accord avec la littérature (Dai & Bates, 2008), les fibres sont réorientées dans les directions d'écoulement et de vibration pendant l'opération de soudage. Ceci est un premier phénomène expliquant la chute de la contrainte à la rupture liée à l'opération de soudage. L'agglomération des fibres dans la zone soudée, traduite par la hausse du taux de confinement local, est également constatée pour les échantillons soudés LW. Enfin, cette étude a révélé une corrélation entre l'épaisseur de la zone soudée et la contrainte à la rupture des échantillons. La définition de la notion de confinement global, évaluée par le taux d'élancement de la zone soudée, permet d'expliquer ce phénomène. En effet, l'hétérogénéité que représente la zone soudée induit une redistribution des contraintes dans l'espace et l'état de contrainte dans la zone soudée au cours d'une sollicitation de traction sera d'autant plus triaxial que cette zone sera fine, ce qui favorisera l'endommagement.

3.6 Comparaison avec les autres grades de polyamides étudiés

La Figure 68 présente les résultats obtenus en termes de contrainte à la rupture pour l'ensemble des polyamides étudiés. Ces résultats indiquent, d'une part, que pour l'ensemble des polyamides étudiés, les éprouvettes de traction ont des contraintes à la rupture relativement proches, aux alentours de 140 MPa lorsqu'elles sont sollicitées dans le sens de l'injection et autour de 100 MPa si elles sont sollicitées à 90° par rapport à la direction d'injection. L'ensemble des échantillons soudés se situe en deçà de la contrainte à la rupture des éprouvettes non soudées transversales. D'un point de vue du procédé, cette étude indique qu'il est préférable de souder des pièces au sein desquelles les fibres sont orientées dans la direction d'assemblage (LW1 et LW4) pour obtenir une contrainte à la rupture de l'assemblage plus élevée. De plus, comme précédemment énoncé, réaliser les opérations de soudures à basse pression permet également d'obtenir des assemblages aux contraintes à la rupture plus élevées.

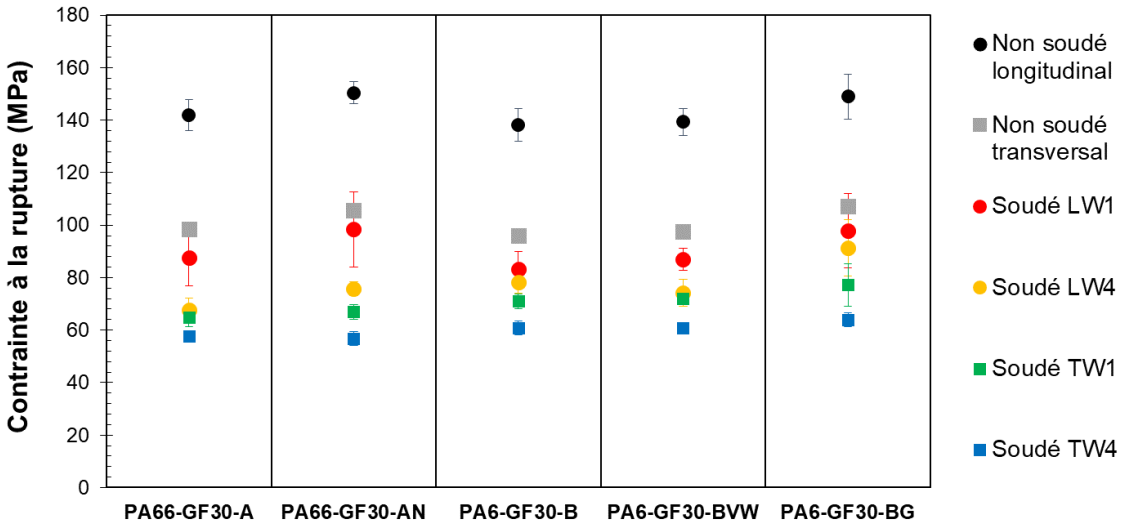


Figure 68 : Contrainte à la rupture des différents polyamides de l'étude pour l'ensemble des conditions de soudage réalisées

La comparaison des différents polyamides fournis par BASF® indique qu'avant soudage, le PA66-GF30-AN présente une contrainte à la rupture un peu plus élevée que le PA6-GF30-A. Cela peut être dû à la nature du colorant qui est différent dans les deux grades (noir de carbone pour le grade A et colorant organique pour le grade AN). Pour les PA66, par ordre croissant de contrainte à la rupture, on distingue : PA6-GF30-B, PA6-GF30-BVW et PA6-GF30-BG avec des différences relativement faibles. Afin de comparer la soudabilité des différents matériaux étudiés, les coefficients de soudage ont été calculés pour chaque matériau dans chacune des

conditions de soudage et sont présentés dans le Tableau 8. Entre les PA6 et les PA66, une distinction peut être mise en avant avec le PA66 qui présente des coefficients systématiquement plus élevés pour chaque configuration de soudage à l'exception de la configuration LW1. En moyenne, on peut retenir que le coefficient de soudage du PA66 est de l'ordre de 0,6 contre 0,65 pour le PA6. C'est une différence faible mais qui va dans le sens de ce qui est généralement admis dans l'industrie automobile, à savoir que le PA6 se soude mieux que le PA66. Entre les deux PA6 étudiés, les différences sont faibles et le PA66-GF30-A semble se souder mieux pour les configurations LW tandis que le PA66-GF30-AN se soude mieux pour les configurations TW. Ainsi, l'effet attendu de la nature du colorant sur la soudabilité (à travers un effet nucléant entrainant une modification de la recristallisation dans la zone soudée) ne semble pas de premier ordre. Cet effet était également attendu entre les PA6-GF30-B et PA6-GF30-BBVW mais les contraintes à rupture de ces deux grades sont très proches et aucune différence ne peut être mise en avant sur cet aspect. Le grade spécial soudure PA6-GF30-BG présente effectivement des contraintes à rupture plus élevées pour les échantillons soudés mais également pour les échantillons non soudés. Au regard des coefficients de soudage, il se soude un peu mieux pour les configurations LW mais moins bien pour les configurations TW. Enfin, on retiendra, que les contraintes à la rupture des échantillons soudés en PA6-GF30-BG (grade spécial soudure) sont principalement plus élevées parce que le matériau présente une contrainte à la rupture initialement plus élevée.

Coefficients de soudage						
Echantillons	**PA66-GF30-A**	**PA66-GF30-AN**	**PA6-GF30-B**	**PA6-GF30-BVW**	**PA6-GF30-BG**	**Moyennes par configuration de soudage**
Soudé LW1	**0,62**	**0,65**	**0,62**	**0,62**	**0,66**	**0,63**
Soudé LW4	**0,48**	**0,50**	**0,56**	**0,53**	**0,61**	**0,54**
Soudé TW1	**0,66**	**0,63**	**0,74**	**0,74**	**0,72**	**0,70**
Soudé TW4	**0,59**	**0,54**	**0,63**	**0,62**	**0,61**	**0,60**
Moyennes par matériaux	**0,59**	**0,58**	**0,64**	**0,63**	**0,65**	

Tableau 8 : Coefficients de soudage des différents polyamides étudiés pour l'ensemble des conditions de soudage réalisées

Les soudures de l'ensemble des grades à l'exception du grade BVW (pour des raisons d'optimisation du temps de faisceau disponible puisque, au vu des résultats sur les essais mécaniques, il ne semble pas si différent du PA6-GF30-B) ont été scannés en tomographie RX. Ces analyses ont permis de mesurer l'épaisseur de la zone soudée de chaque échantillon

soudé selon la même procédure que pour le grade AN (à 750 µm du bord). A partir de ces résultats, la Figure 69, indique une corrélation entre la contrainte à la rupture des échantillons soudés et le taux d'élancement des zones soudées. Il apparait ainsi que plus le taux d'élancement L/h diminue plus la contrainte à rupture des échantillons soudées augmente.

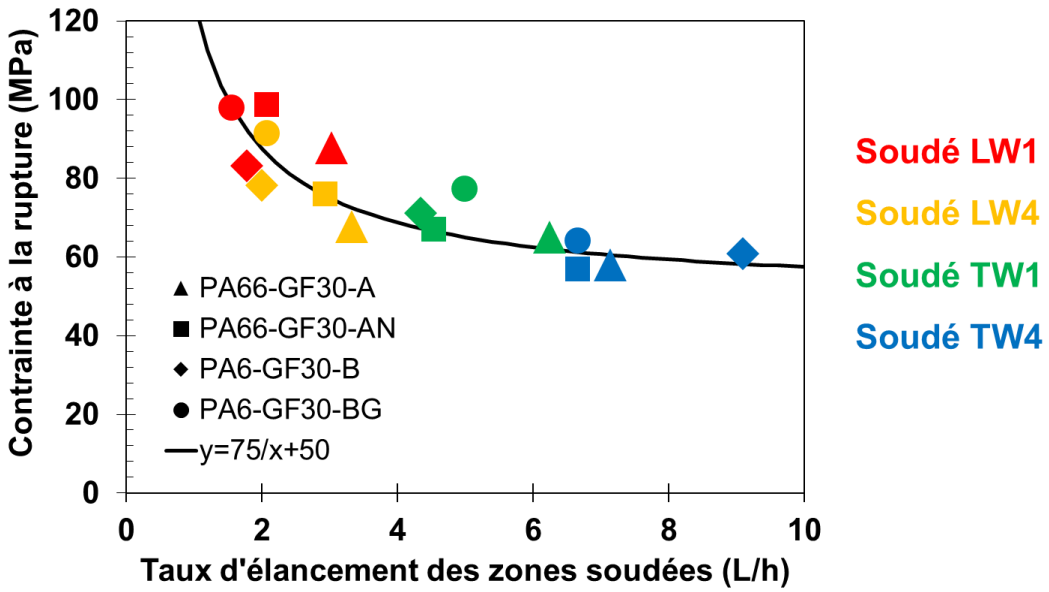


Figure 69 : Contrainte à la rupture en fonction du taux d'élancement des soudures de PA-GF30

Une analyse des cavités créées par les opérations de soudage a été également réalisée. Il apparait que la répartition des cavités au sein des soudures est similaire dans les configurations LW4, TW1 et TW4, visible sur les Figure 110, Figure 111 et Figure 112 en annexe 2, pour les quatre matériaux. En revanche, pour la configuration LW1, des différences de taille et répartition des cavités sont visibles entre le PA6-GF30-AN et les autres PA6-GF30. En plus des cavités usuelles présentes à l'interface entre la ZAT et le matériau non affecté par la soudure (attribués à la décohésion fibres-matrice lors de la réorientation des fibres dans la zone fondue), il apparaît que le PA6-GF30-AN-LW1 présente des cavités d'importantes dimensions au centre de la ZAT alors que celles-ci sont absentes de la ZAT des PA6 (B et BG) et en très petit nombre dans le PA66-GF30-A.

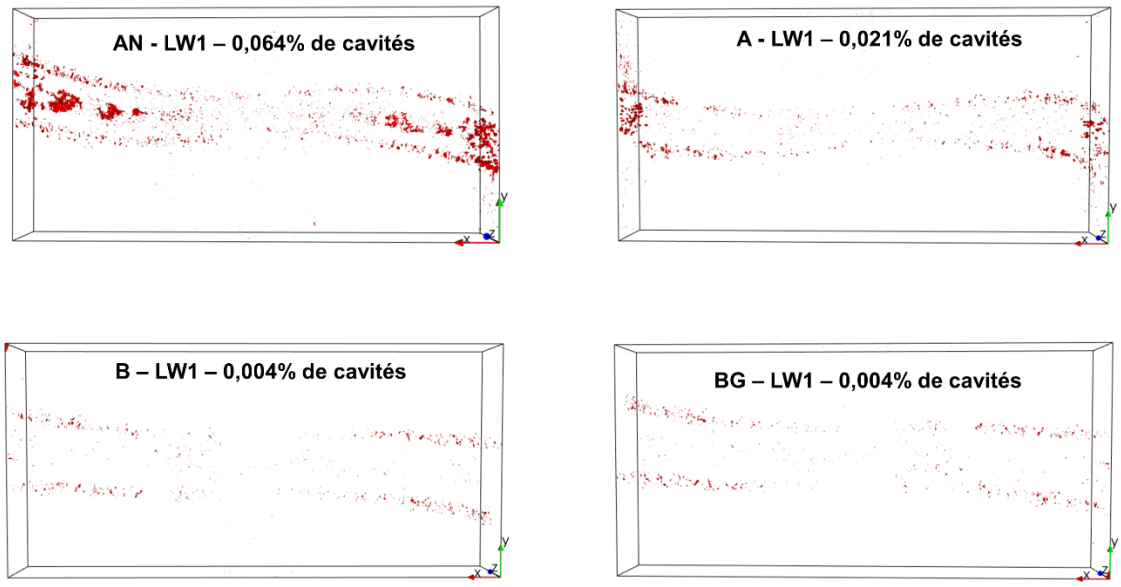


Figure 70 : Visualisation des cavités dans la configuration de soudage LW1 pour l'ensemble des polyamides analysés en tomographie

Chapitre 4 : Effets du taux de fibres sur la soudabilité du polypropylène

Chapitre 4 : Effets du taux de fibres sur la soudabilité du polypropylène 101

4.1 Etude de la microstructure de la zone soudée du polypropylène 101
4.1.1 Effet des étapes de mises en forme sur la masse molaire du polypropylène 101
4.1.2 Observation en microscopie optique sous lumière polarisée 102
4.1.3 Analyse DSC 105
4.1.4 Observation qualitative des éprouvettes en tomographie RX 106
4.1.5 Epaisseur de la zone soudée 108
4.1.6 Cavités 109
4.1.7 Réorientation des fibres 111
4.1.8 Agglomération des fibres 113
4.2 Essais de traction sur les assemblages soudés 115
4.2.1 Soudage transversal 115
4.2.2 Soudage longitudinal 116
4.2.3 Comparaison des différentes soudures réalisées 117
4.2.4 Analyse du phénomène « d'adoucissement prononcé » des échantillons LW1,5 120
4.2.5 Soudage transversal sur faces usinées du PP-GF35 (configuration TW*) 123
4.2.6 Analyse en tomographie RX des essais interrompus sur PP-GF50 LW1,5 et TW1,5* 124
4.3 Conclusions 127

Chapitre 4 : Effets du taux de fibres sur la soudabilité du polypropylène

Les polymères traditionnellement utilisés pour la fabrication des répartiteurs sont des polyamides (6 ou 66) mais certains répartiteurs, pour les moteurs dont la température ne dépasse pas ~120°C, sont désormais fabriqués en polypropylène depuis le milieu des années 2000. On se propose dans ce chapitre de traiter le cas de la soudure de plaques réalisées en PP renforcé par des fibres de verre. Comme précisé dans le chapitre 2, les différents grades de polypropylène étudiés dans ce chapitre sont formulés à partir de la même matrice mais différentes quantités de fibres ont été ajoutées afin de mettre en évidence l'effet du taux de fibres sur la soudabilité du matériau. Un programme expérimental semblable à celui réalisé pour les éprouvettes en polyamide a été appliqué aux différents grades de polypropylène. La seule différence réside dans le fait que la basse pression appliquée ici est égale à 1,5 MPa (au lieu de 1 MPa pour le PA) en raison des limitations rencontrées sur la machine de soudage utilisée pour le PP. Pour des raisons de concision et de clarté, seules les configurations LW1,5 et TW1,5 seront présentées dans ce chapitre (sachant que l'effet de la pression de soudage a déjà été étudié dans le chapitre 3).

Une partie des résultats présentés dans ce chapitre est issue des travaux de stage d'Antoine Vezien au sein du laboratoire PIMM lors de sa 2ème année en cycle d'ingénieur à l'UTT (semestre d'automne 2018).

4.1 Etude de la microstructure de la zone soudée du polypropylène

4.1.1 Effet des étapes de mises en forme sur la masse molaire du polypropylène

La mesure de la longueur des chaînes par chromatographie d'exclusion stérique a été réalisée pour le PP-GF0 et le PP-GF35 à partir d'échantillons provenant de granulés de matière, d'une plaque injectée et d'un bourrelet de soudure afin d'évaluer l'effet de chacune des étapes de mise en forme sur la longueur des macromolécules. La dispersité, Đ, mesurée est proche de 6 pour tous les échantillons. Les variations de masse molaire en poids, M_w, sont visibles sur la Figure 71 et indiquent que la longueur des chaînes diminue au cours de la mise en forme. Ceci est dû à des réactions de coupures de chaînes dont la cinétique est accélérée par la chaleur générée pendant les opérations d'injection et de soudage. Il apparaît que le procédé de soudage a un impact plus prononcé que le procédé d'injection sur la masse molaire moyenne en masse, M_w, du polypropylène.

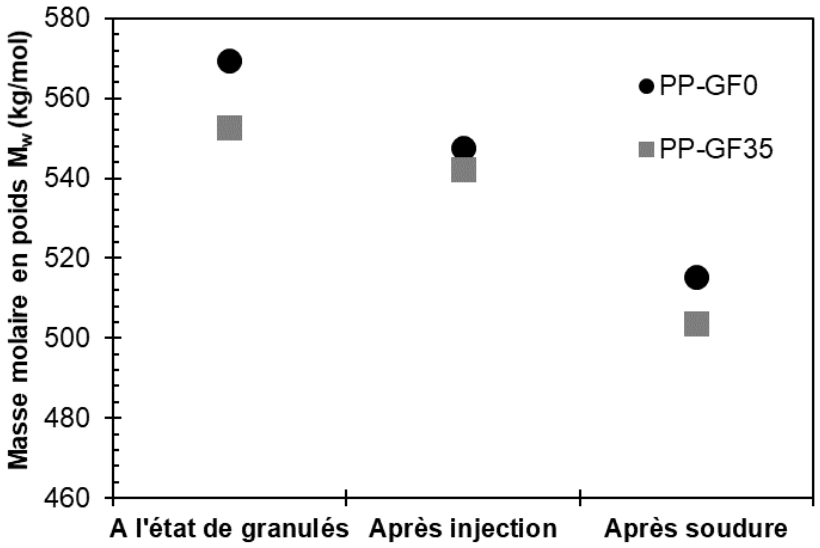


Figure 71 : Evolution de la masse molaire du PP-GF0 et PP-GF35 au cours de la mise en forme

4.1.2 Observation en microscopie optique sous lumière polarisée

Des observations au microscope optique sous lumière polarisée ont été réalisées sur des couches minces obtenues au microtome (15 µm). La Figure 72 présente les clichés obtenus pour la soudure du PP-GF0-TW1 sans noir de carbone. Des sphérolites sont visibles en dehors de la zone soudée. Il est intéressant de noter que ceux-ci sont plus petits sur les bords latéraux qui correspondent à la surface des plaques injectées. Ceci est cohérent avec la littérature décrite dans le chapitre 1 sur l'effet cœur-peau (Laiarinandrasana, et al., 2016). A mi-épaisseur, la zone soudée apparait très sombre et rayée (probablement des traits de coupes) et aucune structure particulière n'est identifiable. Cette zone sombre pourrait contenir des sphérolites trop petits pour être visibles, d'autres structures cristallines non biréfringentes ou de la matière amorphe. Sur les côtés de la zone soudée, on observe une ouverture en delta de la ZAT, comme déjà observée dans des travaux publiés (Schlarb & Ehrenstein, 1989). L'épaisseur de la zone soudée varie ainsi entre 30 µm à mi épaisseur et 300 µm juste en dessous de la surface, à proximité des bourrelets. De plus, à l'interface entre cette ouverture en delta et la zone à mi-épaisseur, on distingue une imperfection dans la zone soudée des deux côtés qui s'apparente au « knotty point » décrit comme le résultat d'un phénomène de rupture de la masse fondue (« melt fracture ») (Schlarb & Ehrenstein, 1989). Sur les côtés de la soudure, plusieurs couches peuvent être distinguées, comme précédemment observé (Schlarb & Ehrenstein, 1989) (Chung & Kamal, 2008), dont celle la plus proche du matériau non affecté thermiquement par la soudure contenant des sphérolites déformés.

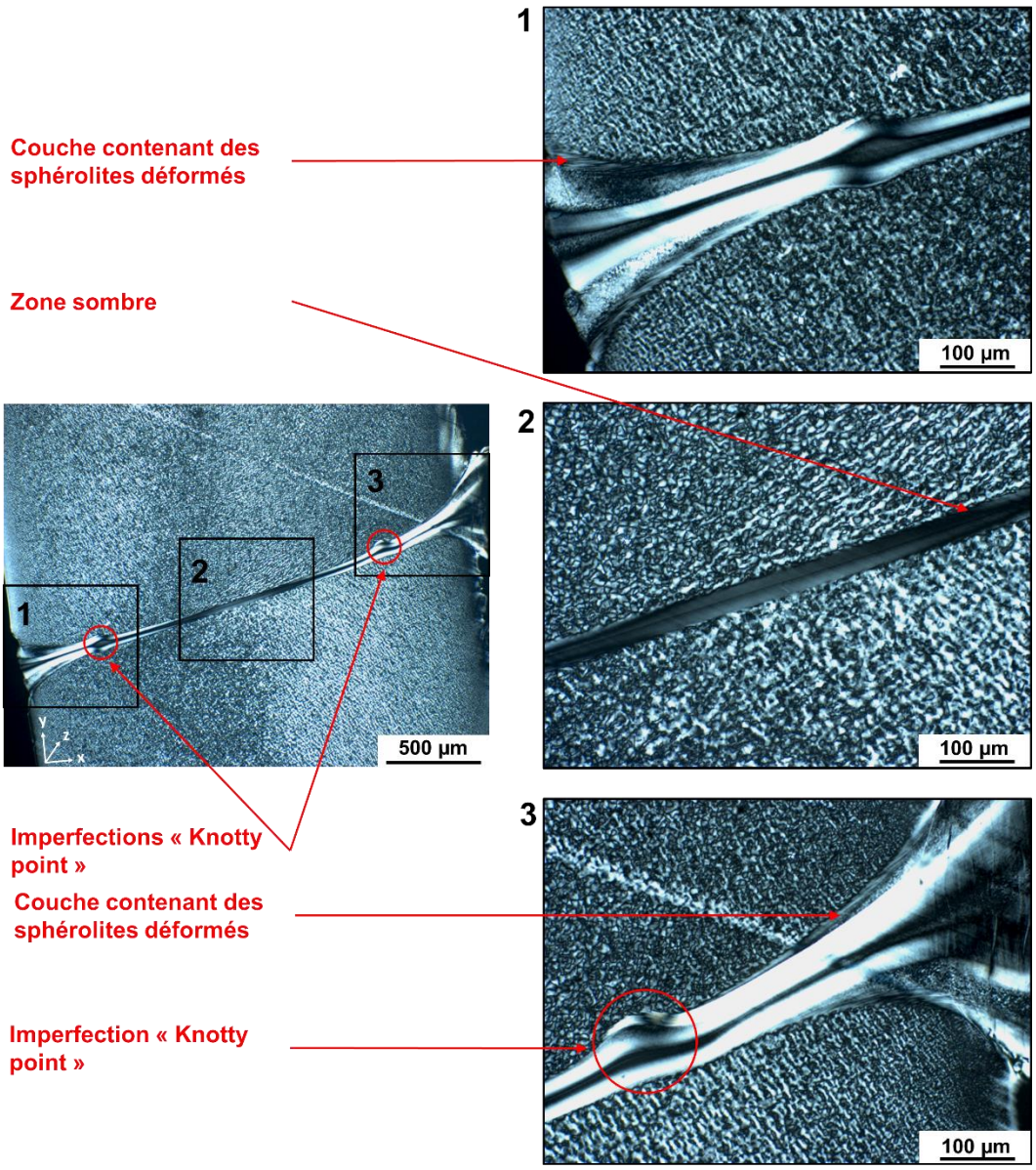
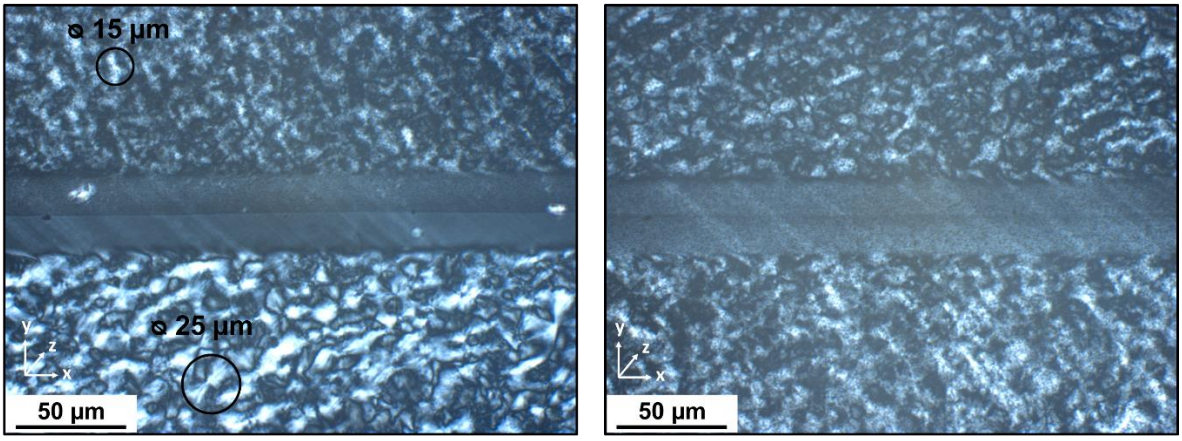


Figure 72 : Observation d'une couche mince (5 µm) contenant la zone soudée du PP-GF0-TW1,5 sans noir de carbone

Des observations ont également été réalisées sur du PP-GF0 contenant du noir de carbone afin de voir si l'effet nucléant du noir de carbone génère des différences observables sur les dimensions des sphérolites (Mucha, et al., 2000). La Figure 73 présente les images obtenues pour une soudure entre une plaque noire (en haut) et une plaque blanche (en bas) à gauche et deux plaques noires à droite. Les sphérolites des plaques contenant du noir de carbone ont un diamètre légèrement plus faible (~15 µm contre 25 µm sans noir de carbone).



Soudure entre du PP-GF0 avec noir de carbone (en haut) et du PP-GF0 sans noir de carbone (en bas)

Soudure entre deux plaques de PP-GF0 avec noir de carbone

Figure 73 : Visualisation de la zone soudée du PP-GF0-TW1 avec noir de carbone

Une soudure entre des plaques contenant des fibres (PP-GF35 sans et avec noir de carbone) a également été observée et est visible sur la Figure 74. Il n'est pas possible d'identifier des sphérolites sur ces images en raison de la présence de fibres qui sont responsables d'une coupe de moins bonne qualité (planéité difficile à obtenir) et peuvent également avoir un effet sur la taille des sphérolites en raison d'un effet nucléant générant une transcristallinité (Bogoeva-Gaceva, et al., 2001).

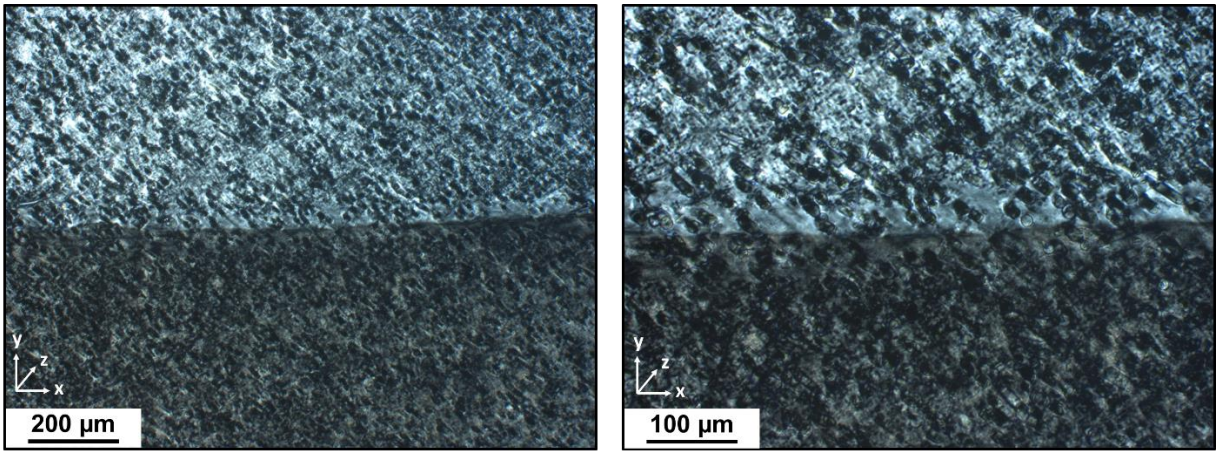


Figure 74 : Soudures entre du PP-GF35 blanc (en haut) et noir (en bas) dans la configuration TW1,5 observées à deux grossissements différents

4.1.3 Analyse DSC

Comme pour le polyamide, il est intéressant d'utiliser la DSC pour détecter d'éventuels changements de morphologie cristalline pouvant intervenir pendant la soudure du polypropylène. Des mesures ont été effectuées sur du PP provenant de la plaque injectée en dehors de la zone soudée et dans la zone soudée du PP-GF0 et GF-35 soudé TW1,5 et LW1,5. Les Figure 75 et Figure 76 présentent une courbe obtenue pour chaque configuration ainsi que le taux de cristallinité moyen calculé pour chacune de ces configurations de soudage et le matériau non soudé (à partir de 3 mesures). Comme pour le PA66-GF30 dans le chapitre 3, la température de fusion de la phase cristalline n'est pas modifiée par la soudure. La phase cristalline du PP présente est dans tous les cas de nature α présentant une fusion aux alentours de 162°C. De plus, que ce soit avec ou sans fibres, le taux de cristallinité n'est pas significativement affecté par les opérations de soudure. Il est, cependant, important de noter au vu de la finesse de la zone affectée thermiquement, identifiable sur la Figure 72, que le prélèvement réalisé « à l'œil » entre les deux bourrelets pour caractériser la zone soudée en DSC manque probablement de précision.

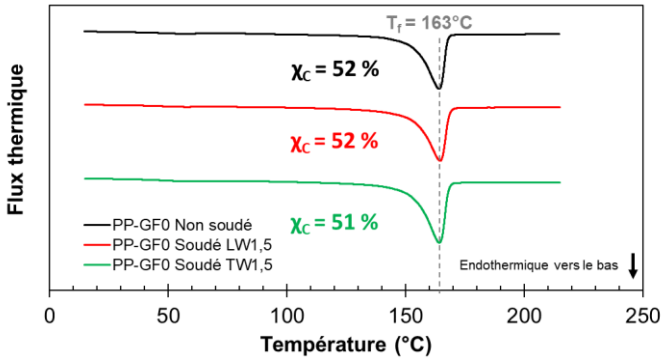


Figure 75 : Courbes DSC du PP-GF0 non soudé et soudé à basse pression

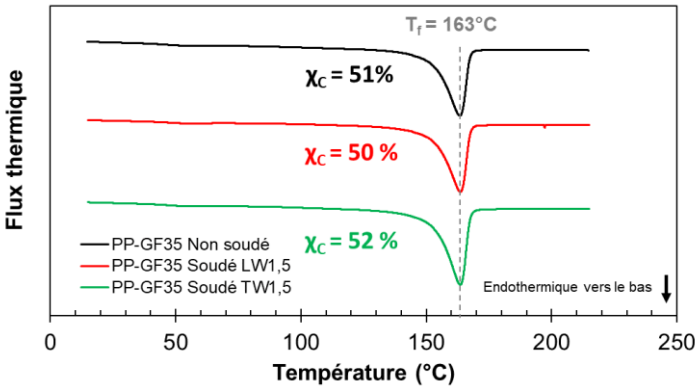


Figure 76 : Courbes DSC du PP-GF35 non soudé et soudé à basse pression

4.1.4 Observation qualitative des éprouvettes en tomographie RX

Les analyses de microtomographie RX révèlent la présence d'une importante couche de peau au cœur des plaques, visibles pour le PP-GF35 sur la Figure 77. Celle-ci mesure environ 1 cm, soit un tiers de l'épaisseur de la plaque et est également présente sur le PP-GF20 et PP-GF50 (Figure 113 et Figure 115, visible sur l'annexe 3). En revanche, comme dans le cas du polyamide précédemment détaillé dans le chapitre 3, cette couche n'est pas présente dans le champ de vue des images de tomographie pour les échantillons TW en raison des effets de bords, car ceux-ci ont été soudés le long des surfaces moulées des plaques. De plus, par rapport aux configurations étudiées pour le PA dans le chapitre 3, une configuration supplémentaire a été ajoutée : TW*. Celle-ci, illustrée sur la Figure 36 du chapitre 2, correspond à un soudage le long des bords usinés au milieu de la plaque. Il y a dans cette dernière configuration, une couche de cœur contenant des fibres orientées dans la direction de sollicitation. La Figure 78 illustre schématiquement l'orientation des fibres dans la zone d'intérêt, imagée par microtomographie RX, au sein des différentes éprouvettes analysées dans ce chapitre.

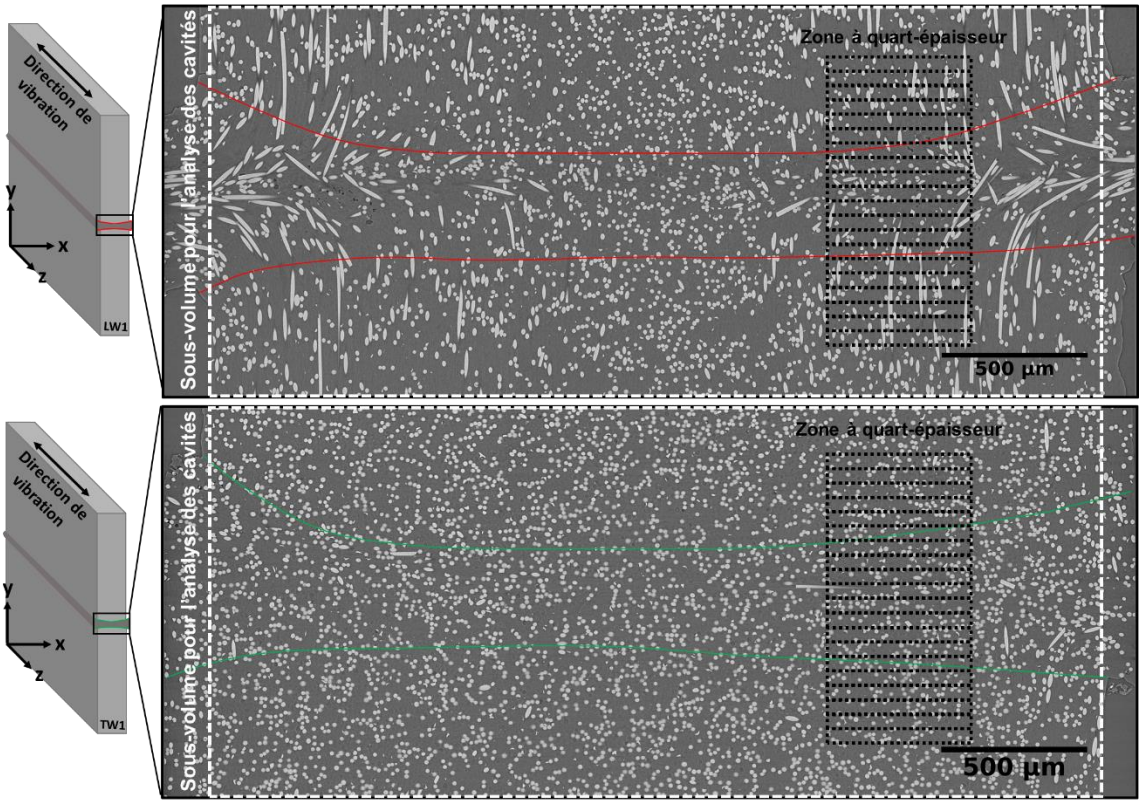


Figure 77 : Tomographie RX sur les échantillons en PP-GF35 soudés LW1,5 (en haut) et TW1,5 (en bas)

Les scans effectués en tomographie sur les zones soudées permettent d'effectuer plusieurs caractérisations qui vont être développées dans les prochains paragraphes. En effet, la tomographie RX permet de mesurer l'épaisseur des zones soudées et d'analyser les cavités (dans les volumes illustrés en pointillés blancs sur la Figure 77 dont la profondeur est de 300 µm). Comme dans le chapitre précédent, des analyses de l'orientation et de l'agglomération des fibres ont été réalisées sur des sous-volumes de dimensions 500 x 500 x 50 µm localisés à quart-épaisseur et traversant la soudure (illustrés par des pointillés noirs sur la Figure 77).

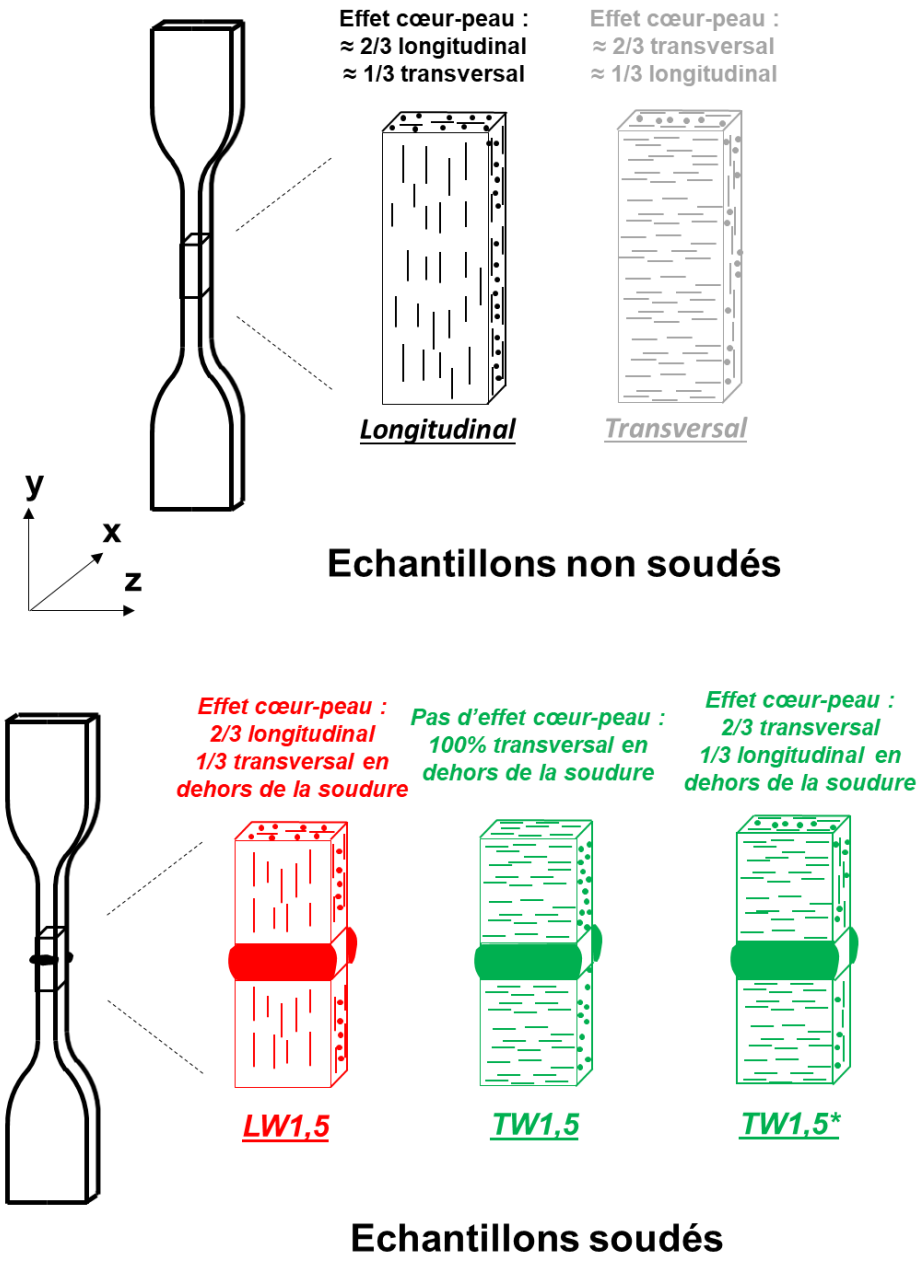


Figure 78 : Schéma représentant l'orientation des fibres dans la zone utile des éprouvettes de traction

4.1.5 Epaisseur de la zone soudée

Les épaisseurs des zones soudées pour les PP-GF20, 35 et 50 soudés selon les configurations LW1,5 et TW1,5 ont été mesurées à 750 µm de la surface dans le plan (yz) sur les clichés de tomographie RX, comme illustré sur la Figure 79. Ces mesures indiquent que la zone soudée, identifiée comme la zone où les fibres sont réorientées, est d'autant plus épaisse que le taux de fibres est élevé. Cela s'explique par le fait qu'une hausse du taux de fibres augmente la viscosité de la matière. De même, cette épaisseur est beaucoup plus importante pour les échantillons soudés longitudinalement car la viscosité apparente est plus élevée comme expliqué précédemment dans le chapitre 3, page 85.

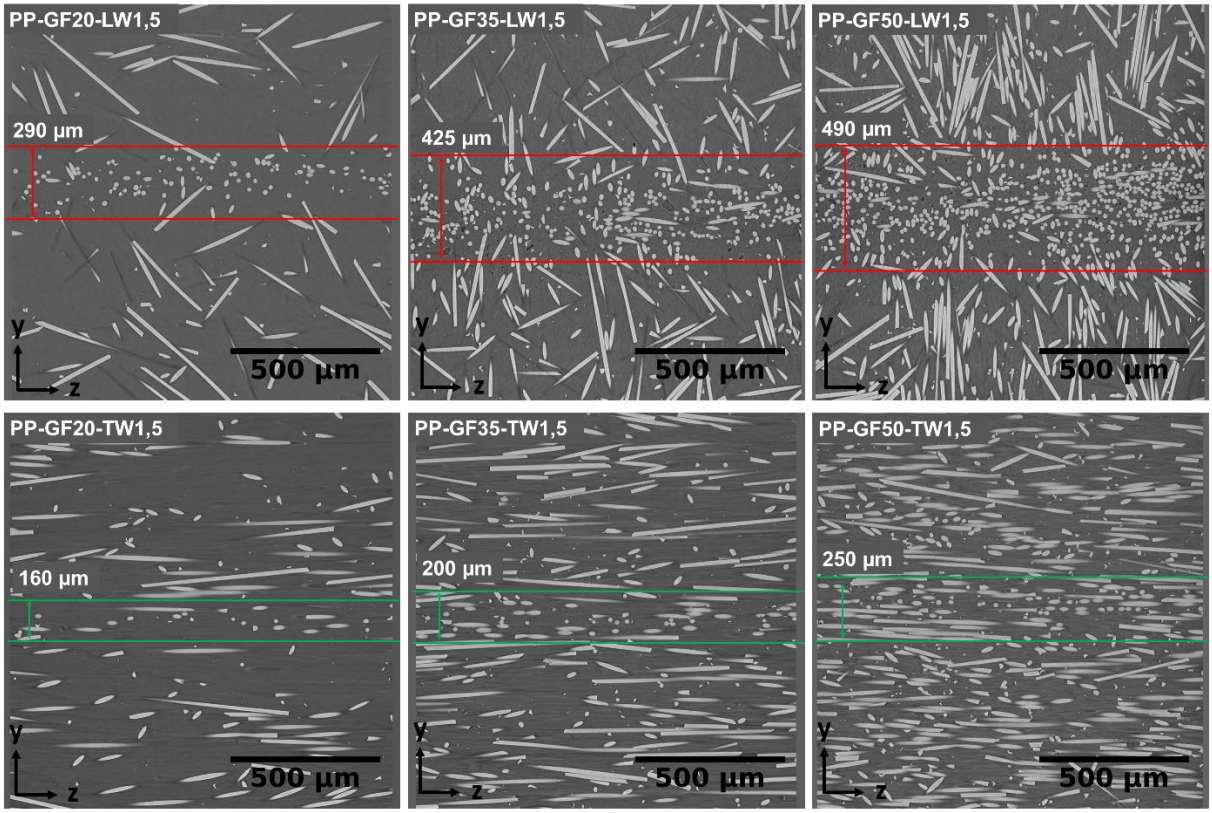


Figure 79 : Vue de la zone soudée dans les différentes configurations de soudage du PP dans le plan (yz) à 750 µm du bord

Comme pour le PA66-GF30-AN étudié au chapitre 3, le taux d'élancement de la zone soudée, ayant une influence sur la redistribution de la contrainte dans la zone soudée, peut être défini comme le rapport entre une largeur arbitraire *L* de 500 µm divisée par l'épaisseur de la zone soudée *h* précédemment mesurée. La Figure 80 présente l'évolution de ce taux d'élancement en fonction du taux de fibres pour les deux configurations de soudage étudiées (LW1,5 et

TW1,5). Il apparait que ce taux d'élancement, représentant le confinement global, diminue avec l'évolution de taux de fibres.

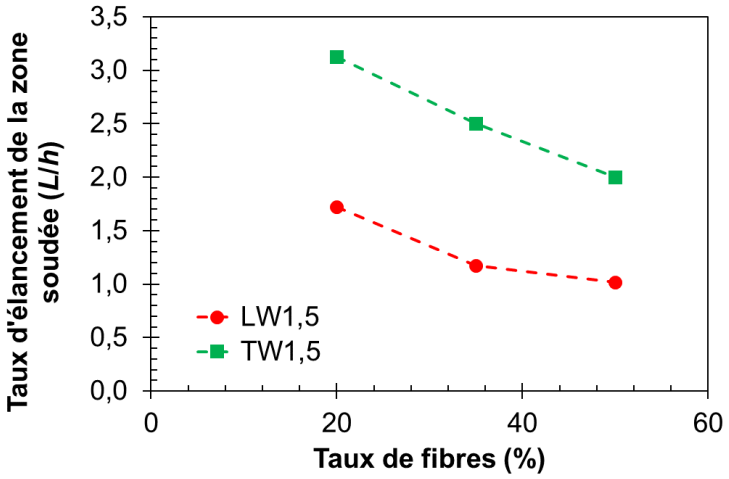


Figure 80 : Evolution du taux d'élancement de la zone soudée en fonction du taux de fibres pour les configurations de soudage TW1,5 et LW1,5

4.1.6 Cavités

Les analyses de tomographie réalisées sur les soudures du PP-GF0 attestent de l'absence de cavités visibles dans la zone soudée, comme illustré sur la Figure 81, qui présente la zone soudée du PP-GFG0-TW4. En revanche, pour toutes les configurations de soudage réalisées avec des formulations contenant des fibres de verre, des cavités sont présentes. Cela confirme que la formation de cavités est liée à la présence de fibres dans le matériau. De plus, la comparaison de la vue de la zone soudée en tomographie RX (Figure 81) avec la vue de la zone soudée en microscopie optique sous lumière polarisée (Figure 72) met en avant la complémentarité de ces techniques d'analyse. En effet, les traits bleus visibles sur la Figure 81 sont donnés à titre indicatif pour localiser la zone entre les deux bourrelets mais il n'est pas possible de mesurer l'épaisseur de la zone soudée sur les clichés de tomographie car en l'absence de fibres réorientées, aucune différence n'est détectable entre la zone soudée et le matériau massif alors que la zone affectée thermiquement est aisément identifiable sur les images de microscopie optique sous lumière polarisée.

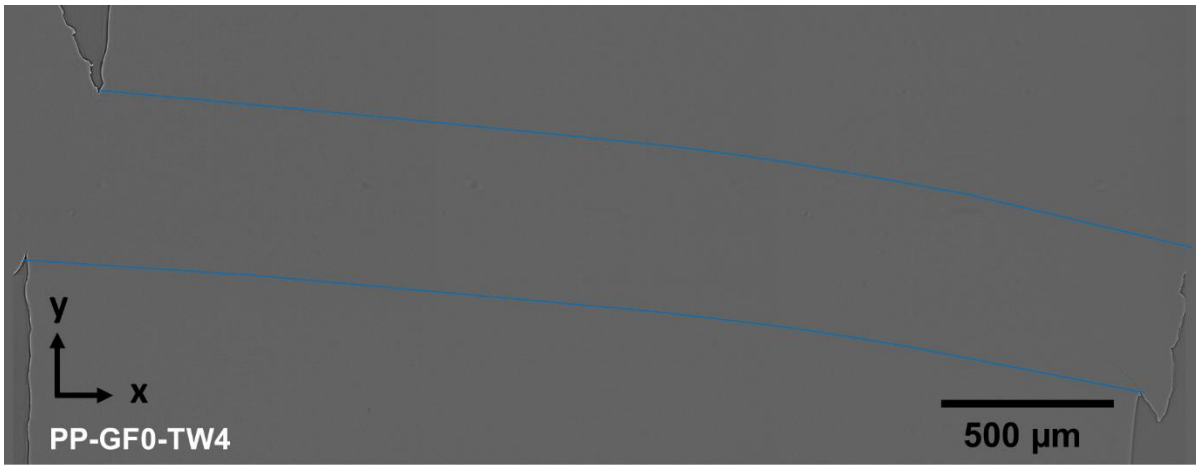


Figure 81 : Absence de cavités visibles sur la microtomographie RX du PP-GF0-LW4

La Figure 82 présente la répartition et le taux de cavités pour les échantillons PP-GF20, 35 et 50 soudés dans les configurations TW1,5 et LW1,5. Pour la configuration de soudage TW1,5, les cavités sont identiquement réparties dans l'espace pour les 3 taux de fibres et sont positionnées à l'interface entre la zone fondue et le matériau qui n'a pas passé la température de fusion pendant l'opération de soudage. Ainsi, ces cavités sont dues à la réorientation des fibres. Il apparait également que la quantité de cavités ne varie pas significativement avec le taux de fibres pour ces échantillons soudés dans la configuration TW1,5.

Pour la configuration LW1,5, les cavités sont plus nombreuses que pour les soudures TW1,5. Pour l'échantillon PP-GF20, seules des petites cavités sont présentes à l'interface entre la zone qui a fondu et le matériau qui est resté en dessous de la température de fusion pendant l'opération de soudage. Ces petites cavités sont allongées et attribuées à la décohésion fibre – matrice comme pour les échantillons TW. Pour des taux de fibres plus élevées (35 et 50%), des cavités d'une autre nature sont visibles. Celles-ci sont plus volumineuses et situées au milieu de la zone soudée à quart-épaisseur de la plaque. Il semblerait qu'elles soient également dues à la réorientation des fibres mais en induisant des instabilités dans l'écoulement de la matière au lieu d'une simple décohésion de l'interface fibre - matrice car elles sont présentes au milieu de la zone fondue et non à l'interface. De plus, elles sont visibles dans la configuration LW1,5 où il y a une forte réorientation des fibres alors qu'elles sont absentes dans la configuration TW1,5 qui présente une réorientation plus faible (d'après l'analyse de la réorientation des fibres réalisée dans la section suivante).

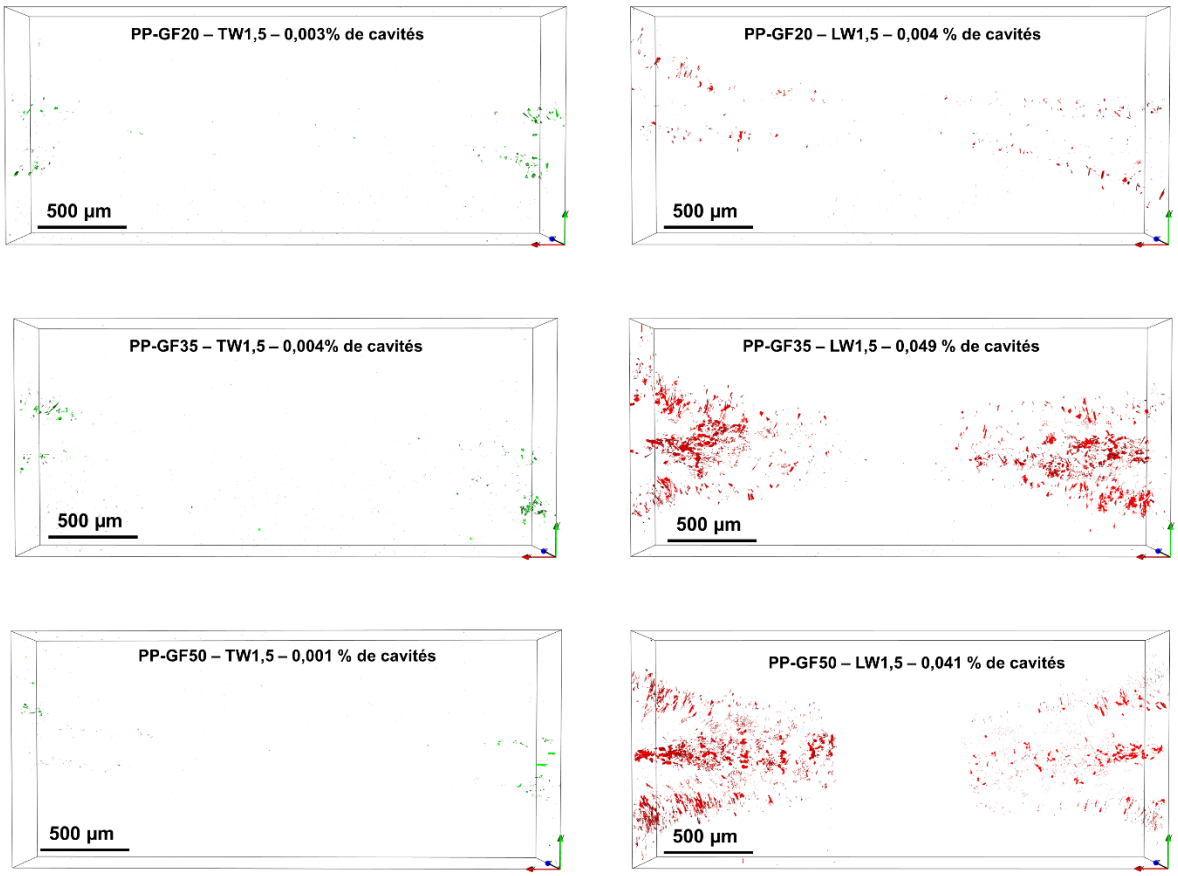


Figure 82 : Cavités pour la configuration de soudage TW1,5 et LW1,5

4.1.7 Réorientation des fibres

L'orientation des fibres a été caractérisée d'après les images de tomographie pour les échantillons TW1,5 et LW1,5 aux différents taux de fibres (20, 35 et 50% de fibres). Les résultats sont visibles sur la Figure 83. Pour les échantillons TW, les fibres sont fortement orientées selon la direction z en dehors de la zone soudée pour PP-GF20, 35 et 50. Il s'agit de la direction d'injection lors de la mise en forme des plaques et aussi de la direction de vibration pendant l'opération de soudage. Dans la soudure, les fibres se réorientent légèrement au profit de la direction x, qui est la direction d'écoulement de la matière fondue. La réorientation des fibres semble légèrement plus faible à mesure que le taux de fibres augmente pour les échantillons TW.

Pour les échantillons LW, l'orientation des fibres en dehors de la soudure n'est pas identique pour tous les taux de fibres. En effet, pour le PP-GF20, les composantes diagonales du tenseur d'orientation dans les directions y et z sont toutes les deux très proches de 0,5 indiquant une orientation des fibres partagée selon ces deux axes. En revanche, pour des taux de fibres

supérieurs, les fibres en dehors de la soudure sont fortement orientées dans la direction d'injection des plaques, y, avec une valeur de 0,8 pour a_{yy} contre seulement 0,2 pour a_{zz}. La valeur de a_{yy} diminue fortement au passage de la zone soudée et atteint une valeur minimale d'environ 0,2 pour 20% de fibres. Cette valeur minimale de a_{yy} augmente entre 20 et 35% de fibres puis rediminue pour 50% de fibres comme illustré sur la Figure 84. En revanche, la différence entre a_{yy} en dehors et dans la zone soudée, nommé Δa_{yy} sur la Figure 84, augmente constamment avec la hausse du taux de fibres. Ainsi, plus le taux de fibres est élevé plus la réorientation des fibres est importante.

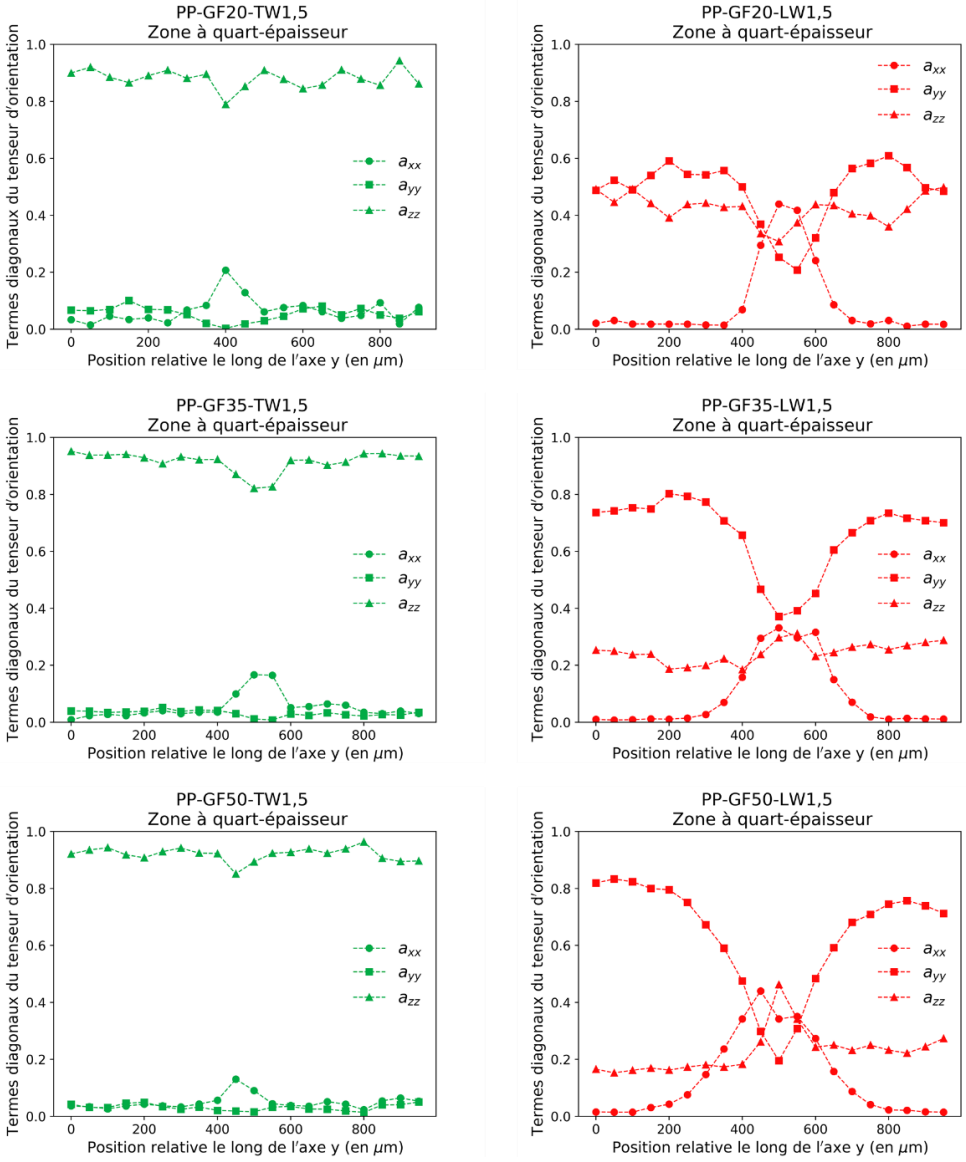


Figure 83 : Orientation des fibres dans la zone à quart épaisseur des échantillons TW1,5 et LW1,5 autour de la zone soudée

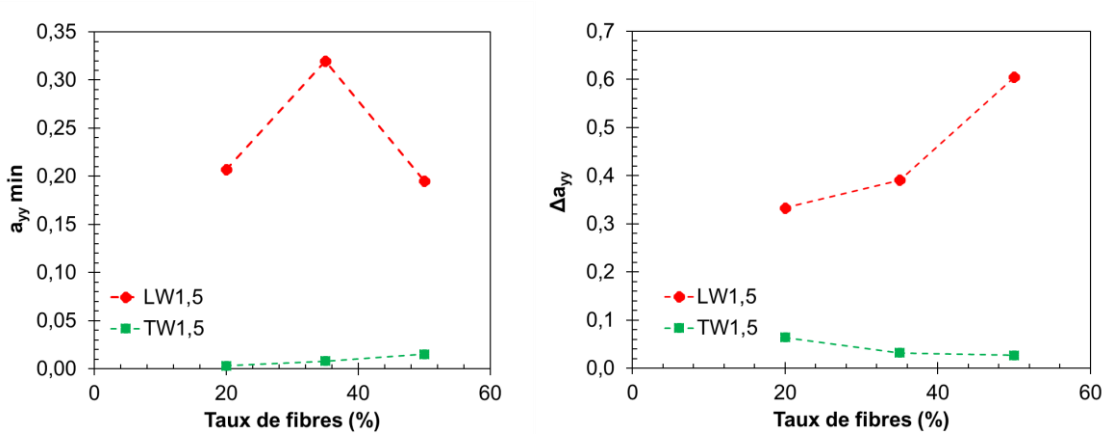


Figure 84 : Evolution de a_{yy} dans la zone soudée en fonction du taux de fibres

4.1.8 Agglomération des fibres

Afin d'évaluer l'agglomération des fibres dans la zone soudée, deux grandeurs peuvent être mesurées : la densité locale de fibres et le taux de confinement local, décrit dans le chapitre 2, défini comme le pourcentage de volume dans lequel la matrice est confinée car située entre deux fibres espacées de moins de 10 µm dans la direction *y*. L'évolution de ces grandeurs à travers la zone soudée des échantillons en PP-GF20, 35 et 50 soudés selon les configurations TW1,5 et LW1,5 est visible sur la Figure 85. Pour les configurations de soudage TW, il n'y a ni de variation de la densité locale de fibres ni du taux de confinement local au passage de la zone soudée. Le même résultat a été observé dans le chapitre 3 pour le PA66-GF30-A. En revanche, ces deux grandeurs augmentent logiquement avec la hausse du taux de fibres. Pour la configuration de soudage LW, il y a une hausse de la densité locale de fibres et du taux de confinement local d'autant plus grande que le taux de fibres augmente. L'évolution du taux de confinement en fonction du taux de fibres est résumée sur la Figure 86. Comparativement à la Figure 80, il apparaît que le confinement local augmente avec la hausse du taux de fibres tandis que le confinement global (évalué à travers le taux d'élancement de la zone soudée) diminue.

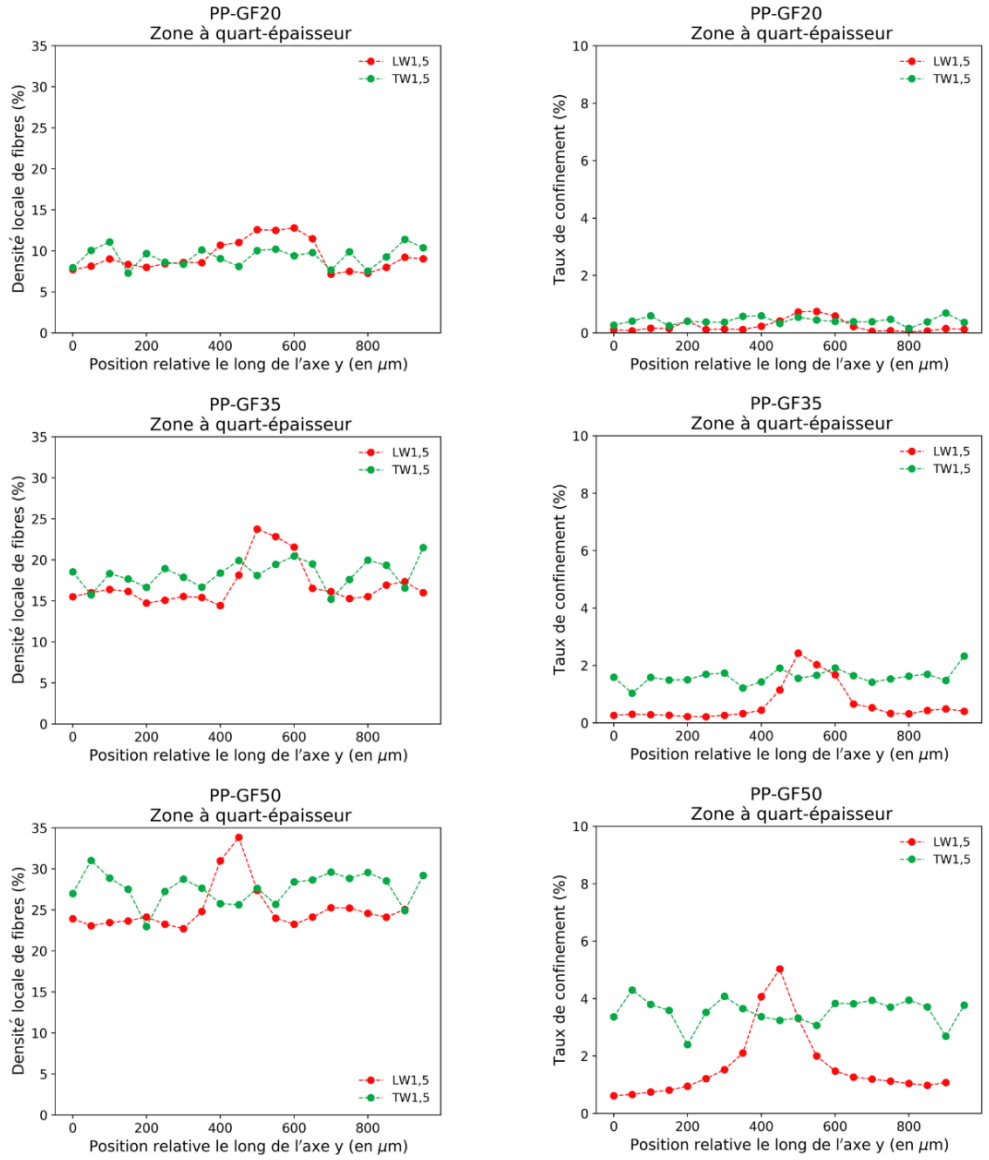


Figure 85 : Densité locale de fibres et taux de confinement local

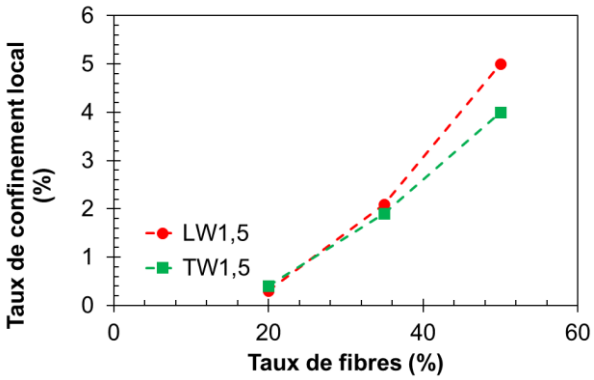


Figure 86 : Evolution du taux de confinement local en fonction du taux de fibres

4.2 Essais de traction sur les assemblages soudés

4.2.1 Soudage transversal

Des courbes représentatives issues des essais de traction pour les échantillons soudés TW1,5 et non soudés sollicités transversalement à la direction d'injection sont visibles sur la Figure 87. Ils indiquent que pour le PP sans fibres (PP-GF0), la contrainte maximale est très proche entre l'échantillon non soudé et l'échantillon soudé TW1,5 mais la déformation à la rupture est drastiquement diminuée puisque dans le cas du PP-GF0 non soudé, l'éprouvette strictionne et atteint des taux de déformation de plusieurs centaines de pourcents alors que ce phénomène est absent lorsque le matériau est soudé. Pour les échantillons renforcés avec des fibres, la contrainte à la rupture des éprouvettes non soudées augmente avec le taux de fibres mais pas celle des échantillons soudés qui reste constante. La déformation à la rupture diminue à la fois du fait de l'ajout de fibres, mais aussi de l'opération de soudage elle-même. Pour les échantillons contenant des fibres, le module d'élasticité des éprouvettes soudées est inférieur à celui des éprouvettes non soudées. Ceci est dû au fait que le module est obtenu d'après la déformation de l'extensomètre vidéo entre deux points espacés de 1 cm autour de la zone soudée. Or, comme expliqué précédemment, les échantillons soudés transversalement n'ont pas de couche de cœur dans laquelle l'orientation des fibres est plus favorable contrairement aux échantillons non soudés pour lesquels cette couche vient augmenter les modules d'élasticité.

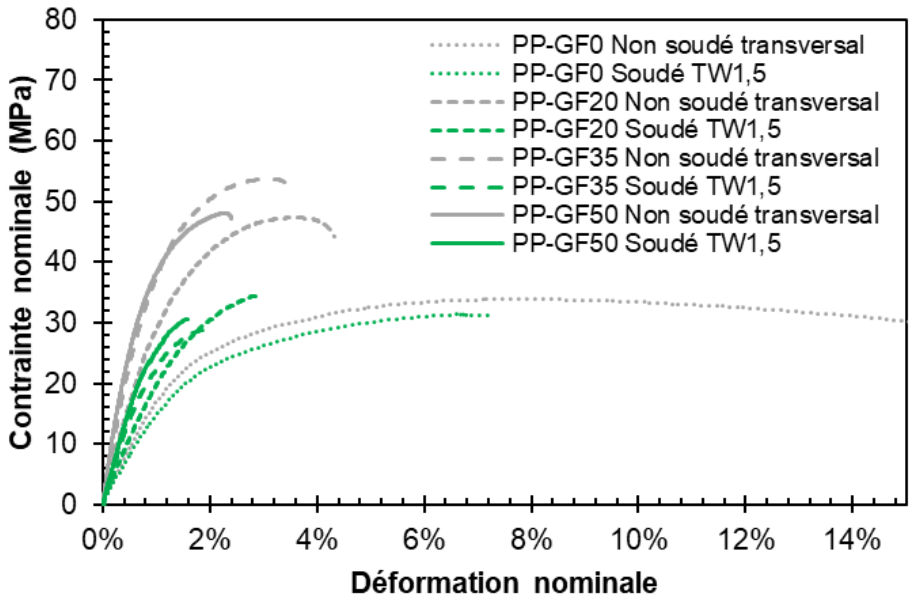


Figure 87 : Résultats des essais de traction pour le PP transversal

4.2.2 Soudage longitudinal

Concernant les échantillons soudés longitudinalement, les graphiques de la Figure 88 comparent les courbes de traction obtenues pour les échantillons soudés vis-à-vis de la référence correspondante, à savoir un échantillon du même matériau non soudé sollicité longitudinalement par rapport à la direction d'injection. Comme pour le soudage transversal, la contrainte maximale est très proche de celle du matériau non soudé lorsqu'il s'agit du PP sans fibres. En revanche, l'écart entre la contrainte maximale des échantillons soudés et non soudés augmente significativement avec l'ajout de fibres. Les échantillons soudés LW1,5 présentent un comportement très différent avant la rupture. Ils atteignent une contrainte maximale mais ne rompent pas immédiatement : au-delà de ce seuil, atteint pour des déformations de l'ordre de 1%, la contrainte baisse jusqu'à la rupture atteinte à une déformation d'environ 2%. Cet « adoucissement prononcé » est d'autant plus visible que le taux de fibres augmente. Enfin, pour le soudage longitudinal, les opérations de soudure n'ont pas d'influence sur les modules d'élasticité déterminés à partir de la déformation entre les deux points de l'extensomètre vidéo.

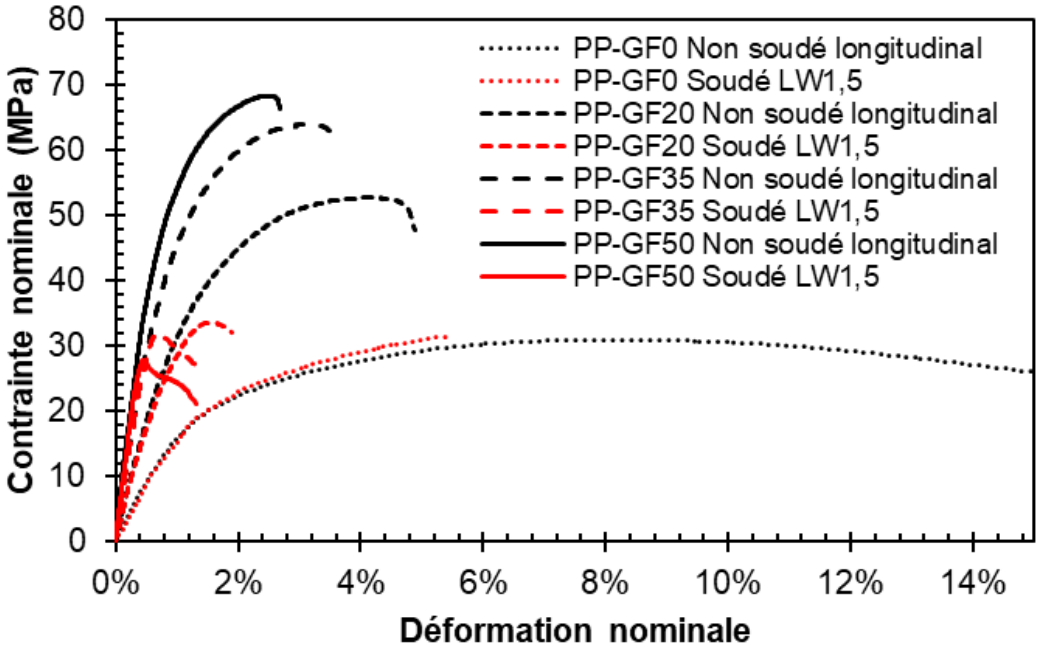


Figure 88 : Résultats des essais de traction pour le PP longitudinal

4.2.3 Comparaison des différentes soudures réalisées

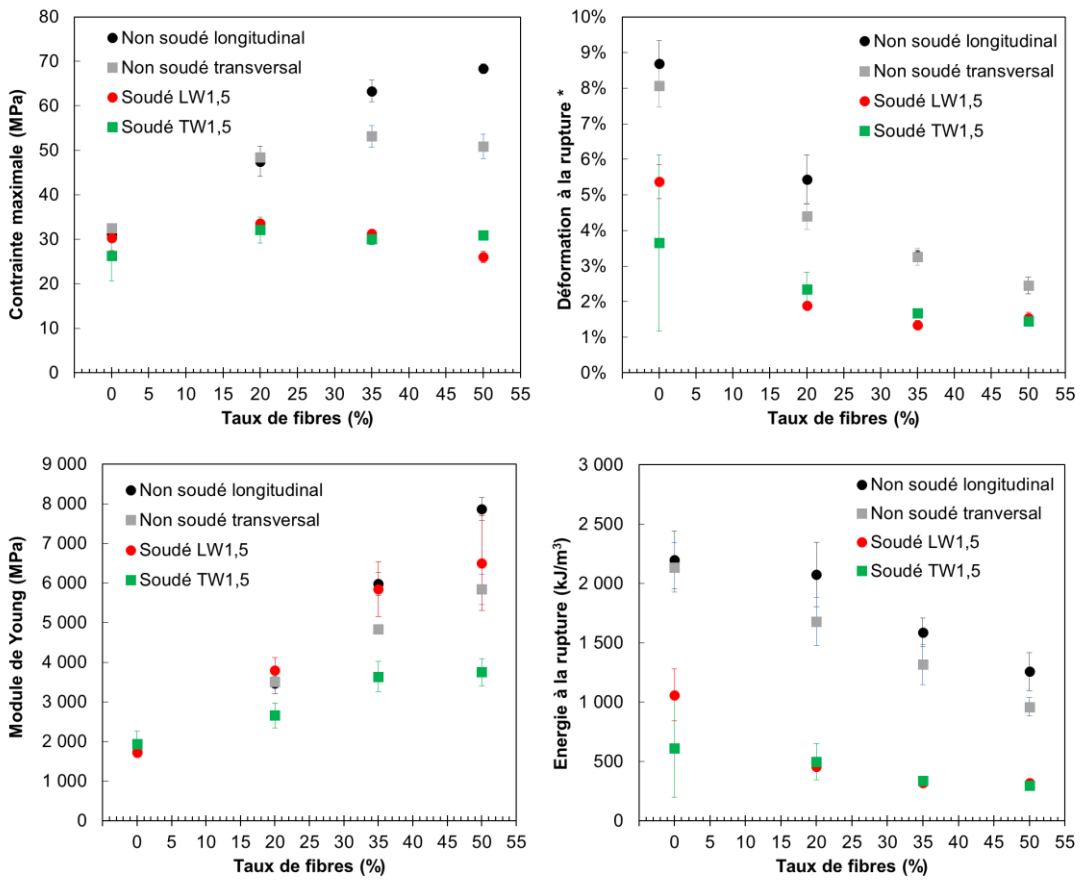
La Figure 89 indique les valeurs moyennes obtenues (sur des séries de 5 mesures) pour la contrainte maximale, la déformation à la rupture, le module de Young et l'énergie à la rupture des échantillons non soudés et soudés LW1,5 et TW1,5 (l'annexe 5 présente les résultats obtenus pour les soudures réalisées à haute pression) dont les courbes de traction typiques ont été présentées précédemment. Les barres d'erreur correspondent à plus ou moins l'écart type de la série de mesures. Pour les échantillons non soudés, comme attendu, l'ajout de fibres dans le polypropylène augmente la contrainte maximale lorsque les éprouvettes sont sollicitées dans le sens de la sollicitation mais atteint une valeur maximale autour de 35% de fibres dans le cas où elles sont sollicitées perpendiculairement à la direction d'injection. La hausse du taux de fibre augmente également le module de Young des échantillons non soudés tout en diminuant la déformation à la rupture. Le bilan qui en résulte est défavorable en termes d'énergie à la rupture (correspondant en première approche à l'aire sous la courbe contrainte-déformation) puisque celle-ci diminue lorsque le taux de fibres augmente.

Contrairement aux résultats obtenus dans le chapitre 3 pour le polyamide renforcé à hauteur de 30% de fibres de verre, la configuration de soudage longitudinale ne conduit pas nécessairement à une contrainte maximale plus élevée pour le polypropylène. En effet, les valeurs de contrainte maximale sont très proches pour les différentes configurations à tous les taux de fibres étudiés. Cela peut s'expliquer par la présence de l'importante couche de cœur mesurant environ 1/3 de l'épaisseur de la plaque alors qu'elle ne représentait qu'un dixième de l'épaisseur pour les échantillons en polyamide.

De plus, bien que l'ajout de fibres augmente la contrainte maximale des échantillons non soudés, celle des échantillons soudés varie très peu avec l'ajout de fibres. Elle augmente légèrement entre 0 et 20% de fibres de verre pour les deux configuration LW1,5 puis diminue à des taux de fibres plus élevés et reste quasiment identique pour les éprouvettes TW1,5. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus dans le cadre d'une étude sur le polyamide (Kagan & Roth, 2004) qui indiquent que la contrainte maximale des joints soudés est atteinte pour un taux de fibres d'environ 14%. D'autres articles, discutés dans le chapitre précédent, traitant de l'influence de l'orientation initiale des fibres sur le soudage (Dai & Bates, 2008) (Fiebig & Schoeppner, 2016) font également état d'une contrainte à la rupture d'environ 30 MPa à la fois pour des échantillons en PP-GF30 soudés le long de la direction d'injection et dans une configuration perpendiculaire à celle-ci.

Le PP-GF0 non soudé présente une striction qui peut aller jusqu'à plusieurs centaines de pourcents de déformation avant de rompre. Ainsi, pour les échantillons sans fibres, la déformation à la rupture a été considérée égale à la déformation au début de la striction. Pour les échantillons présentant un adoucissement prononcé, la déformation a été prise à la rupture (contrairement à la contrainte qui a été prise à la valeur maximale). Les résultats indiquent que l'ensemble des échantillons soudés présentent une déformation à la rupture inférieure aux échantillons non soudés mais que cette différence entre les échantillons soudés et non soudés diminue avec la hausse du taux de fibres.

Comme dans le cas du PA66-GF30 étudié dans le chapitre 3, pour les échantillons avec fibres, le module de Young est différent entre les soudures TW et les échantillons non soudés transverses mais pas entre les échantillons LW et non soudés longitudinaux. Cela est dû à l'absence de couche de cœur sur les échantillons TW car issus des bords de la plaque alors que cette couche de cœur est présente sur les autres éprouvettes. L'effet est d'autant plus visible sur les échantillons en polypropylène car la couche de cœur est plus épaisse que dans le cas des échantillons en polyamide.



* Pour le PP-GF0, la déformation à la rupture retenue est égale à la déformation au début de la striction

Figure 89 : Comparaison des propriétés mécaniques des différentes configurations de soudage pour le PP

Le Tableau 9 présente les coefficients de soudage du polypropylène à différents taux de fibres, et soudé selon différentes configurations. L'ajout de fibres augmentant la contrainte à la rupture pour les échantillons non soudés sans faire varier celle des échantillons soudés, cela entraine donc que le coefficient de soudage diminue avec l'ajout de fibres. On passe ainsi d'une valeur de 0,97 sans fibres à 0,38 pour le PP-GF50 dans la configuration LW1,5.

Coefficients de soudage				
Echantillons	**PP-GF0**	**PP-GF20**	**PP-GF35**	**PP-GF50**
Soudé LW1,5	**0,97**	**0,71**	**0,50**	**0,38**
Soudé TW1,5	**0,81**	**0,66**	**0,57**	**0,61**
Moyennes par matériaux	**0,89**	**0,63**	**0,54**	**0,50**

Tableau 9 : Coefficients de soudage pour le polypropylène

4.2.4 Analyse du phénomène « d'adoucissement prononcé » des échantillons LW1,5

Comme présenté dans la section 4.2.2, les échantillons soudés dans la configuration LW1,5 présentent un phénomène d'adoucissement avant de rompre lorsqu'ils contiennent des fibres. La contrainte à la rupture est ainsi différente de la contrainte maximale. La comparaison des différentes soudures réalisées et le calcul des coefficients de soudage présentés dans la section précédente ont été réalisés avec la contrainte maximale. La Figure 90 présente l'évolution de ces deux contraintes en fonction du taux de fibres. Il apparait que l'écart augmente avec le taux de fibres.

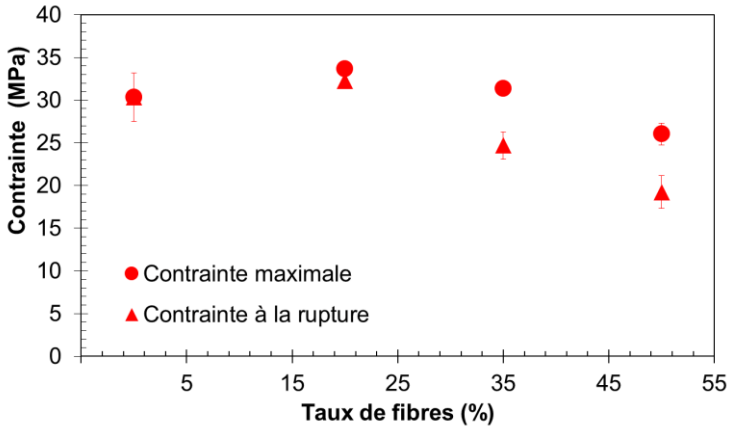


Figure 90 : Evolution des contraintes maximales et à la rupture en fonction du taux de fibres pour la configuration de soudage LW1,5

Afin d'identifier les mécanismes intervenant lors de l'adoucissement prononcé, l'éprouvette PP-GF35-LW1,5 a été sollicitée dans une machine de traction équipée d'un système de corrélation d'images décrit dans le chapitre 2. La Figure 91 présente la cartographie de la déformation nominale locale dans la direction de sollicitation, ε_{yy}, pour différents instants de déformation traverse repérés sur la courbe contrainte – déformation de la traverse. Cet essai nous indique que l'adoucissement prononcé, visible sur la courbe déformation globale (de l'extensomètre vidéo) – contrainte nominale, est causé par une localisation très forte de la déformation dans la zone soudée avec des taux de déformation ε_{yy} atteignant 26% avant la rupture.

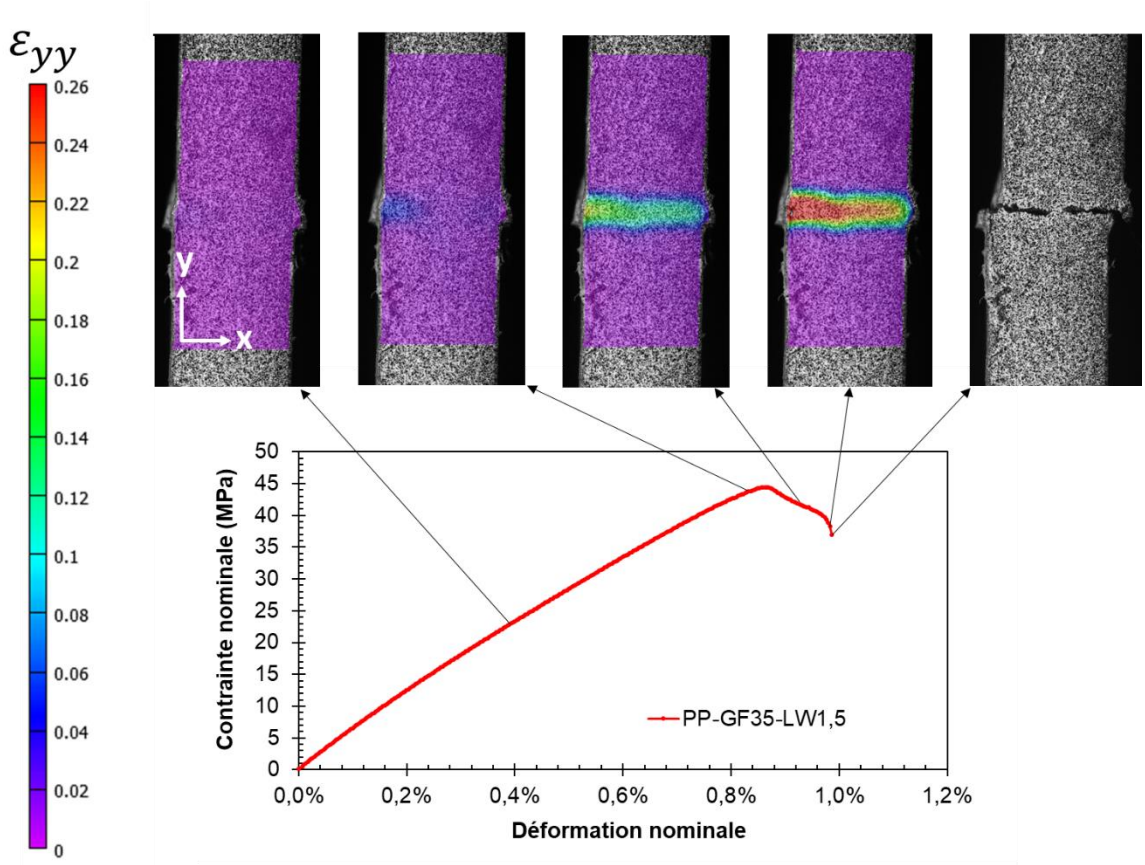


Figure 91 : Cartographie de la déformation locale e_{yy} à différents niveaux de déformation

La Figure 92 présente la cartographie des déformations dans la direction transverse ε_{xx} pour les niveaux de déformation globales identiques à ceux de la Figure 91. Cette figure atteste de l'hétérogénéité de la zone soudée puisque la déformation selon l'axe x présente une variabilité dans cette zone. Lorsque $\frac{-\varepsilon_{yy}}{2} < \varepsilon_{xx} < 0$, cela signifie que pendant que le matériau s'allonge dans la direction de sollicitation *y* il se contracte dans la direction transverse, ce qui est un comportement classique des matériaux. En revanche, si $\varepsilon_{xx} > 0$ alors que le matériau est soumis à un déplacement dans la direction *y*, cela indique que le matériau s'étend dans la direction de sollicitation ainsi que dans la direction transverse à la sollicitation, ce qui n'est pas réaliste pour ce matériau et signifie donc que de la cavitation a lieu dans ces zones où la déformation ε_{xx} est positive.

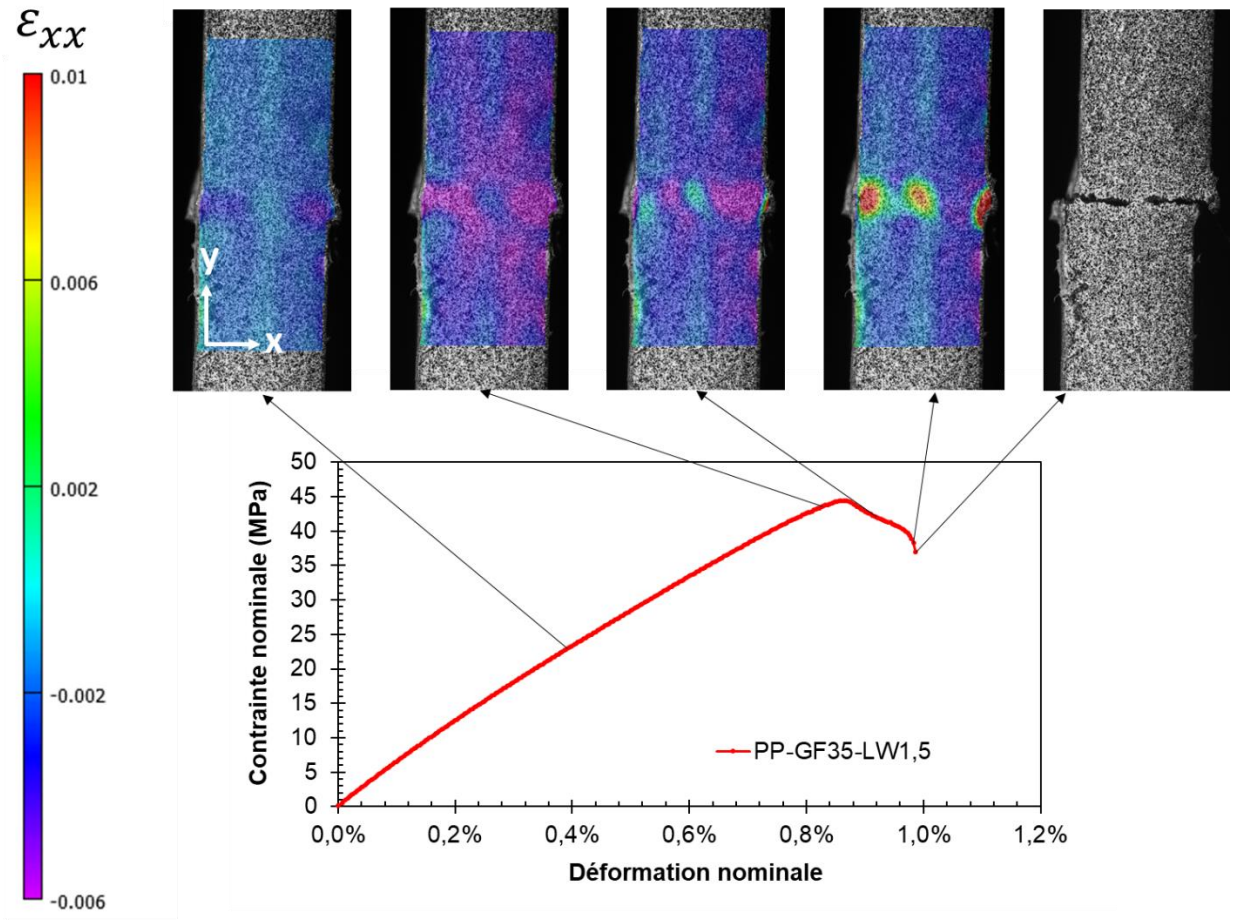


Figure 92 : Cartographie de la déformation locale e_{xx} à différents niveaux de déformation

En traçant le rapport $\frac{-\varepsilon_{yy}}{\varepsilon_{xx}}$ des déformations moyennées dans des rectangles représentant la zone soudée, en rouge, et le matériau non soudé, en noir, identifiés sur la Figure 93, il est possible d'évaluer la valeur du coefficient de Poisson, v, du matériau au cours de l'essai. Ce dernier reste relativement constant dans la zone non soudée du matériau (0,45) mais diminue fortement dans la zone soudée et passe en dessous de 0,2 lors de l'adoucissement prononcé identifié sur la courbe de traction. Cela confirme que de la cavitation a lieu dans la zone soudée lors de l'adoucissement précédant la rupture de l'éprouvette.

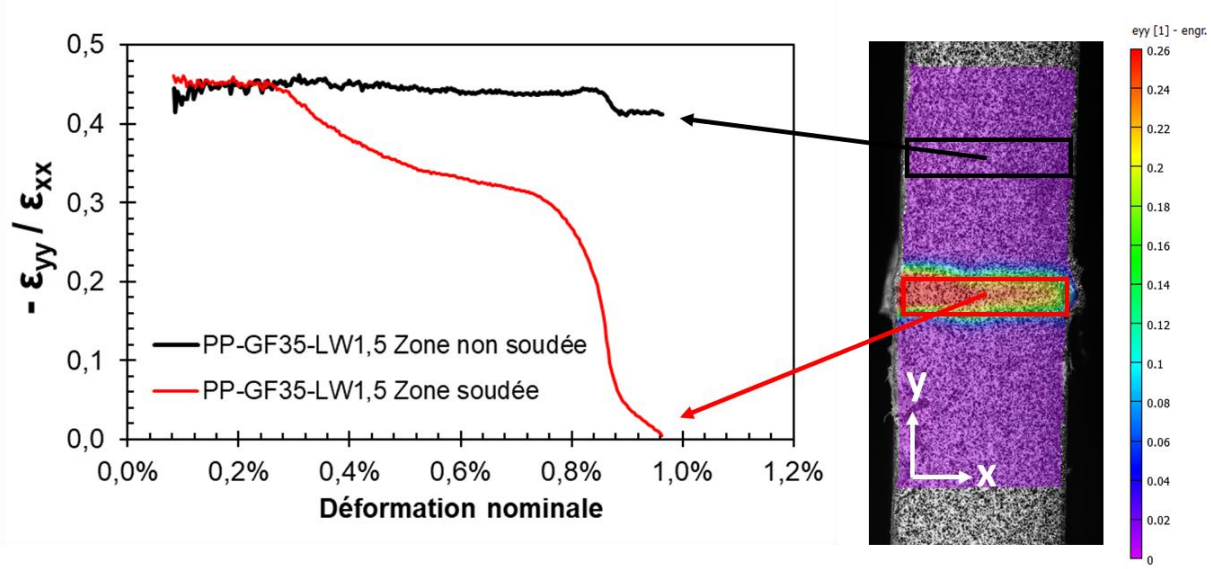


Figure 93 : Evolution du rapport des déformation dans et en dehors de la zone soudée pour l'éprouvette PP-GF35-LW1,5

4.2.5 Soudage transversal sur faces usinées du PP-GF35 (configuration TW)*

Les plaques en PP-GF0 et PP-GF35 ont également été soudées selon la configuration TW* (soudage le long d'une surface usinée parallèle à la direction d'injection). Le résultat d'un essai de traction sur un échantillon PP-GF35-TW1,5* est visible sur la Figure 94 en pointillés verts avec les courbes de traction des autres configurations de soudage et les éprouvettes non soudées pour le PP-GF35 à titre de comparaison. En termes de contrainte maximale, les valeurs des configurations TW* sont proches de 30 MPa comme l'ensemble des éprouvettes soudées en polypropylène précédemment étudiées. Le module de Young est plus élevé pour les éprouvettes TW* que TW et se rapproche du module des éprouvettes non soudées transversales. Ceci est dû à la présence de la couche de cœur où les fibres sont orientées dans la direction de sollicitation pour les éprouvettes TW* et non soudés transversales tandis que cette couche est absente des éprouvettes TW.

De plus, il apparait que les éprouvettes TW* présentent une phase d'adoucissement avant la rupture. Ce comportement est semblable à celui observé sur les échantillons soudés longitudinalement (LW) le long des bords usinés. Il semblerait donc que l'apparition de ce phénomène d'adoucissement prononcé soit liée à la présence de fibres traversant l'interface.

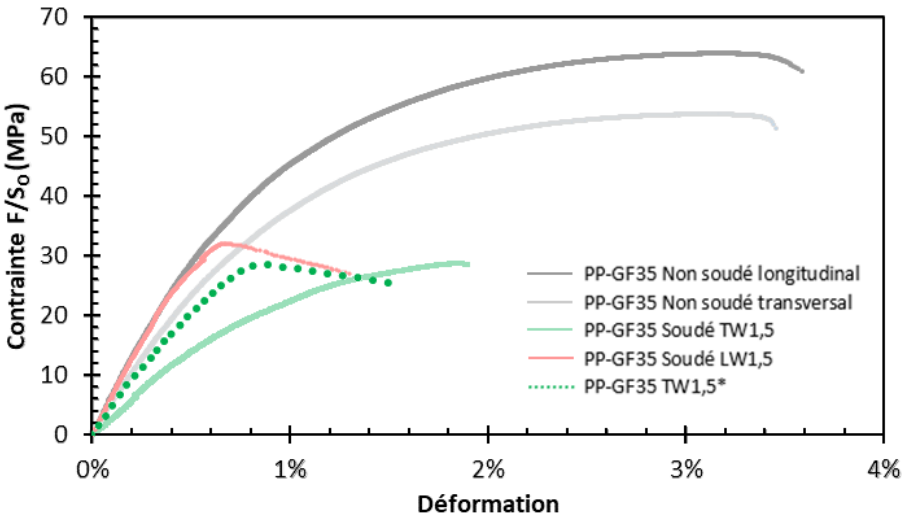


Figure 94 : Courbe contrainte nominale – déformation du PP-GF35-TW1,5 comparée aux autres configurations de soudage*

*4.2.6 Analyse en tomographie RX des essais interrompus sur PP-GF50 LW1,5 et TW1,5**

Pour mieux comprendre la présence de cet adoucissement sur les courbes, des essais de traction sur des éprouvettes PP-GF50-LW1,5 et TW1,5* ont été interrompus avant la rupture et les éprouvettes ont été récupérées et scannées en tomographie RX. L'analyse ex-situ d'éprouvettes sollicités en traction permet de suivre l'évolution de la cavitation en plusieurs endroits de la courbe et la faisabilité de la technique avec l'utilisation de la tomographie RX en rayonnement synchrotron a déjà été prouvée dans la littérature (Selles, et al., 2016). La Figure 95 montre les courbes ainsi obtenues tandis que la Figure 96 présente les images de tomographie des scans réalisés illustrant l'état de la microstructure au moment où l'essai a été interrompu.

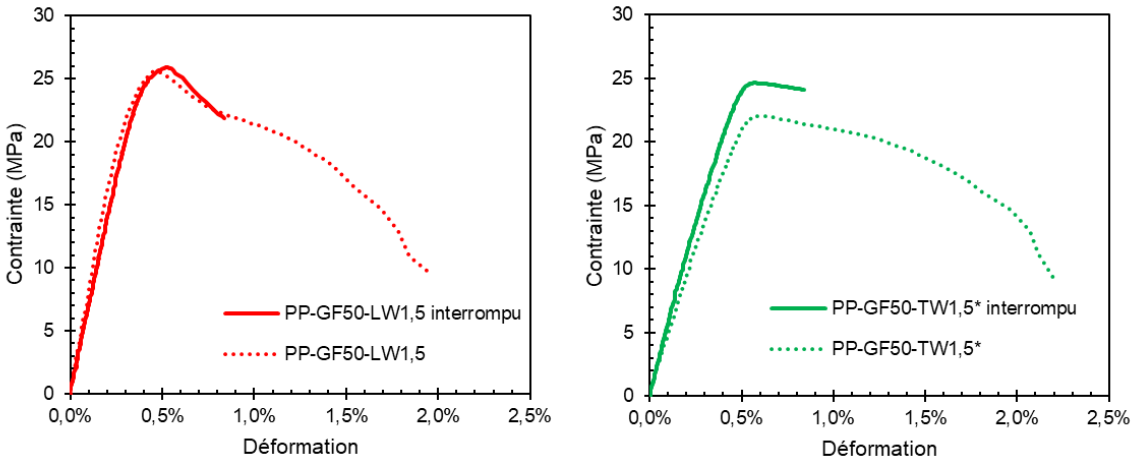


*Figure 95 : Courbes contrainte – déformation des essais interrompus sur PP-GF50-LW1,5 et TW1,5**

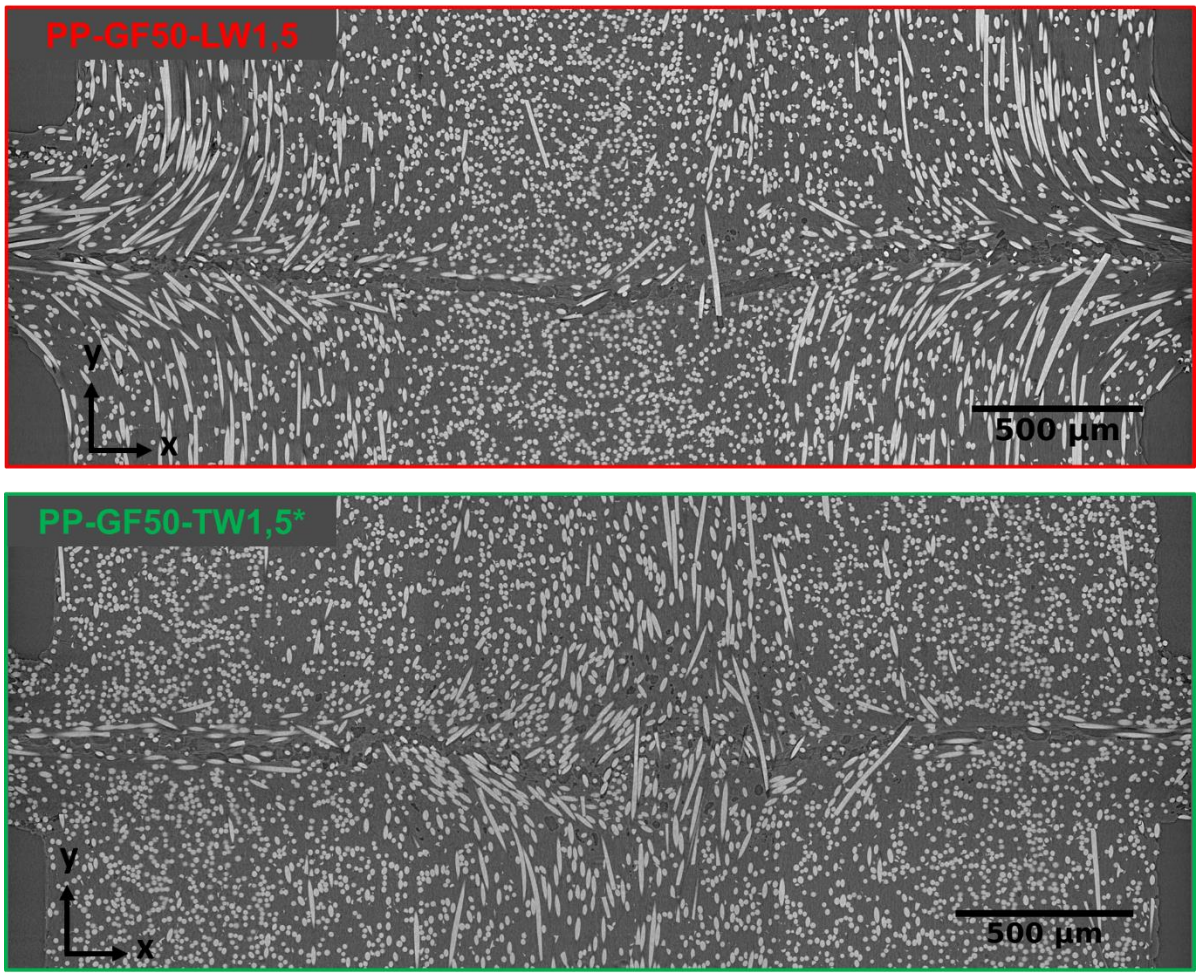


Figure 96 : Analyse en tomographie RX de PP-GF50-LW1,5 et PP-GF50-TW1,5 après sollicitation au-delà de σ_{max}*

Dans les deux cas une importante « fissure » est présente au centre de la zone soudée et traverse l'échantillon dans toute l'épaisseur, d'un bourrelet de soudure à l'autre. Cependant, cette fissure n'est pas continue mais interrompue par des zones de matrice et même en certains endroits par des fibres. Il semble que la fissure soit plus continue à mi-épaisseur pour l'échantillon LW1,5 et à quart-épaisseur pour la soudure TW1,5* signifiant que la coalescence des cavités débute dans la zone où les fibres sont orientées perpendiculairement à la direction de sollicitation. De plus, cette zone à mi-épaisseur où la fissure semble s'initier pour l'échantillon LW1,5 est aussi la zone pour laquelle le taux d'élancement L/h et donc le confinement global est le plus élevé (d'après la Figure 82 qui permet de visualiser la répartition des cavités en 3D dans la zone soudée est donc d'apprécier l'épaisseur de la zone soudée à travers la plaque). Pour l'échantillon TW1,5*, la microstructure n'a pas été scannée en tomographie avant sollicitation mais il semble, au vu des fibres réorientées, que la zone soudée est plus épaisse à mi-épaisseur que sur les bords. Sachant que c'est à mi-épaisseur que la coalescence des cavités semble avoir débuté pour cet échantillon, cela confirme le rôle du confinement global (induit par la présence de la zone soudée et d'autant plus accentuée que celle-ci est fine) dans le scénario d'endommagement menant à la rupture des éprouvettes soudées.

Il apparait aussi sur ces images que les fissures ne sont pas planes mais suivent une déviation, légère dans le cas de l'échantillon LW1,5 et plus marquée pour TW1,5*. Dans ce dernier cas la fissure semble être déviée par la présence de fibres orientées dans la direction de sollicitation à mi-épaisseur. D'autres cavités non coalescées sont aussi visibles à l'interface entre la zone soudée et le matériau massif, vers la surface pour l'échantillon LW1,5 et à mi-épaisseur pour l'échantillon TW1,5*. La présence de ces cavités semble être due à l'opération de soudage et non à la sollicitation en traction car elles sont présentes dans les zones où il y a eu une forte réorientation des fibres pendant l'opération de soudage et elles sont visibles sur la Figure 82 qui présente la microstructure d'échantillons soudés non sollicités.

4.3 Conclusions

L'étude des soudures du PP renforcé à différents taux de fibres nous a permis d'évaluer l'effet du taux de fibres sur la soudabilité de la matière. En cohérence avec la littérature, il apparait que lorsque la matière à souder ne contient pas de fibres, il est possible d'atteindre un coefficient de soudage proche de 1 (0,97 dans notre cas) en soudant les plaques à basse pression. L'ajout de fibres augmente la contrainte à la rupture du matériau lorsqu'il n'est pas soudé mais cela n'a pas d'impact sur la soudure puisque la contrainte à la rupture reste globalement identique en valeur absolue (environ 30 MPa pour le PP de l'étude) pour tous les taux de fibres étudiés. Cela indique en revanche, que le coefficient de soudage diminue avec l'ajout de fibres.

Des analyses en chromatographie d'exclusion stérique ont permis de montrer que la longueur des chaînes diminue au cours de la mise en forme en raison des étapes d'injection et de soudage de la matière avec un effet du soudage plus prononcé que celui de l'injection. Ce constat est vrai pour le polypropylène avec et sans fibres et ne permet donc pas d'expliquer la mauvaise soudabilité des polymères renforcés par des fibres de verre.

La microstructure après découpe en couche minces au microtome a été caractérisée par microscopie optique en transmission sous lumière polarisée pour le polypropylène sans fibres. Cette analyse a permis de visualiser une microstructure différente au sein de la zone soudée. Dans le matériau injecté des sphérolites sont présents et aisément identifiables tandis que dans la zone soudée, aucune structure n'est identifiable à mi-épaisseur. La soudure présente une forme rectiligne au centre avec une épaisseur d'environ 40 µm puis s'ouvre en delta sur les extrémités atteignant une hauteur de 300 µm. Après l'ouverture en delta, une couche contenant des sphérolites déformés est visible à l'interface entre la zone soudée et le matériau non affecté par la soudure. Pour le polypropylène avec fibres, cette technique d'analyse ne permet pas d'observer de structure cristalline visible.

La microtomographie RX a permis d'apprécier les variations d'épaisseur de la zone soudée pour les différentes configurations de soudage réalisées lorsque le matériau contient des fibres. Comme pour les soudures en PA-GF30, la configuration LW donne des soudures plus épaisses que la configuration TW en raison d'une viscosité apparente plus élevée due au fait que les fibres orientées perpendiculairement à l'écoulement entrave ce dernier. L'épaisseur des zones soudées croit également avec le taux de fibres pour toutes les configurations de soudage puisque la viscosité augmente avec le taux de fibres. En revanche, contrairement au

cas du polyamide renforcé par des fibres de verre, il n'y a ici pas de corrélation entre l'épaisseur de la zone soudée et la contrainte maximale ou contrainte à la rupture des échantillons. Ceci s'explique par le fait que la diminution du confinement global induit par la hausse de l'épaisseur de la zone soudée est contrebalancée par une hausse du confinement local due à une diminution de la distance interfibres lorsque le taux de fibres augmente.

Enfin, la présence de cavités dans la zone soudée a également été caractérisée. Les cavités sont absentes quand le polymère ne contient pas de fibres et leur nombre croît avec le taux de fibres. Leur apparition est donc liée à la présence des fibres. Comme pour le PA étudié dans le chapitre 3, un double scénario est retenu pour la formation de ces cavités. Les cavités présentes à l'interface entre la zone ayant fondu et le matériau non affecté thermiquement sont dues à des phénomènes de décohésion entre les fibres se réorientant et la matrice. Une deuxième population de cavités est présente au milieu de la ZAT, uniquement pour les configurations de soudage LW et TW* contenant des fibres. Ces cavités sont présentes à l'endroit où la réorientation des fibres est la plus grande (zone à quart-épaisseur pour les échantillons LW et à mi-épaisseur pour les échantillons TW*). Cette seconde population, constituée de cavités plus volumineuses et ayant des formes plus sphériques, semble donc issue d'instabilités dans l'écoulement due à la présence de fibres s'opposant au passage de la matière fondue.

L'orientation des fibres au sein des échantillons analysés en microtomographie RX a également été quantifiée. Comme pour le PA66-GF30, étudié au chapitre 3, les fibres sont fortement réorientées vers la direction d'écoulement de la matière fondue dans la zone soudée pour les éprouvettes soudées longitudinalement. Cette réorientation est d'autant plus importante que le taux de fibres est élevé. Pour les échantillons soudés transversalement, la réorientation est très modérée et reste constante, voire diminue très légèrement, avec l'augmentation du taux de fibres.

Des analyses de tomographie RX ont été réalisées sur des échantillons sollicités au-delà de la contrainte maximale mais avant la contrainte à la rupture quand cela était possible : pour les échantillons LW et TW*. Ces analyses ont montré que la coalescence de cavités s'initie dans des endroits où la zone soudée est la plus faible et où les fibres sont orientées perpendiculairement à la sollicitation.

Des essais de traction ont également été réalisés sur des éprouvettes en PA-GF30 après conditionnement en atmosphère humide afin de comparer les contraintes maximales obtenues avec celle du PP-GF35. Ces résultats sont présentés et commentés sur l'annexe 6.

Chapitre 5 : Modélisation par éléments finis des éprouvettes soudées

Chapitre 5 : Modélisation par éléments finis des éprouvettes soudées..... 131

5.1 Enjeux de la modélisation 131
5.2 Présentation des modèles choisis 132
5.2.1 Matériaux non soudés : loi élastoplastique 132
5.2.2 Matériaux soudés : loi élastoporoplastique 132
5.3 Simulation de l'éprouvette non soudée 134
5.3.1 Maillage et conditions aux limites de l'éprouvette non soudée 134
5.3.2 Identification des coefficients pour le matériau non soudé 135
5.4 Simulation de l'éprouvette soudée 136
5.4.1 Maillage et conditions aux limites de l'éprouvette soudée 136
5.4.2 Identification des coefficients du matériau soudé 137
5.5 Résultats de la simulation 140
5.5.1 Répartition des contraintes et des déformations 140
5.5.2 Taux de porosités 142
5.6 Conclusions et perspectives de la simulation 143

Chapitre 5 : Modélisation par éléments finis des éprouvettes soudées

5.1 Enjeux de la modélisation

D'après l'étude expérimentale réalisée et détaillée dans les chapitres 3 et 4, les éprouvettes soudées sont assimilables à des structures constituées de 2 ou 3 matériaux (selon la présence ou non d'une zone de cœur à mi-épaisseur de l'éprouvette) : le matériau longitudinal, le matériau transversal et le matériau soudé. En raison de son taux d'élancement faible, l'hypothèse que la zone soudée subit une sollicitation de traction plane lorsque l'éprouvette est soumise à un essai de traction peut être émise. En surface, la localisation de la déformation a été évaluée par Corrélation d'Images Numériques en 2D et indique qu'une forte localisation de la déformation est effectivement présente dans la zone soudée avant la rupture. La zone soudée est ainsi le siège de mécanismes d'endommagement et de rupture.

Pour toutes les éprouvettes soudées en PA, les éprouvettes en PP sans fibres, et les éprouvettes en PP avec fibres soudées dans la configuration TW, la rupture est de type fragile ($\sigma_{max} = \sigma_{rupture}$). Elle intervient très rapidement après la coalescence des premières cavités. Il est donc difficile d'arrêter l'essai entre la coalescence des cavités et la rupture de l'échantillon. Cependant, cela a été possible pour une éprouvette en PA66-GF30-AN-LW4 et les fissures issues de la coalescence des cavités sont visibles en tomographie RX à mi-épaisseur au centre et en surface de l'éprouvette de traction (Figure 66 et Figure 67).

Pour les échantillons en polypropylène renforcés par des fibres soudés selon les configurations LW et TW*, la rupture est de type ductile ($\sigma_{max} > \sigma_{rupture}$) et la propagation de fissure est caractérisée par un adoucissement prononcé visible sur les courbes de traction après le passage de la contrainte maximale. Des analyses en tomographie RX ont été réalisées sur des échantillons sollicités entre la contrainte maximale et la contrainte à la rupture et confirment la présence de fissures issues de la coalescence de cavités (Figure 96).

En raison du taux d'élancement de la zone soudée, la contrainte nominale appliquée est redistribuée dans l'espace et probablement amplifiée localement. Or sachant que cette contrainte locale ne peut être mesurée, il est pertinent d'utiliser la modélisation pour estimer ces phénomènes advenant au sein de la zone soudée. L'objectif de la modélisation est ainsi

d'apporter des éléments supplémentaires à ceux déjà obtenus expérimentalement expliquant pourquoi la contrainte nominale à rupture est beaucoup plus faible pour le matériau soudé.

5.2 Présentation des modèles choisis

La pertinence des modèles homogénéisés anisotropes pour l'étude des polymères renforcés par des fibres aussi bien à l'échelle mésoscopique que microscopique (lorsque les fibres sont maillées) est actée par plusieurs travaux (Poulet, 2017) (Cayzac, 2014) Cependant, le choix se porte, dans une première approche, sur un modèle homogénéisé isotrope à l'échelle mésoscopique pour des raisons de simplification. De même, une seule vitesse de sollicitation est considérée (l'effet du temps est négligé). Enfin, la modélisation portera sur la configuration LW pour le polyamide PA66-GF30-A.

5.2.1 Matériaux non soudés : loi élastoplastique

L'objectif est d'identifier les lois du matériau non soudé pour les introduire dans la partie correspondante de l'éprouvette soudée. La rupture ayant systématiquement lieu dans la zone soudée, il n'est pas nécessaire de prendre en compte l'endommagement en dehors de la soudure dans la modélisation des éprouvettes soudées. Cependant, au vu des résultats expérimentaux obtenus, il apparait nécessaire de choisir à minima une loi élasto-plastique pour rendre compte de la non linéarité du comportement du matériau. Les paramètres élastiques à identifier seront le module élastique E et le coefficient de Poisson ν. La plasticité est introduite par le biais d'une loi d'écoulement plastique prenant en compte l'écrouissage non linéaire isotrope, définie par l'équation (18) avec R_0 la limite d'élasticité marquant l'entrée dans le domaine plastique, Q la contrainte d'écoulement maximale et *b* la vitesse de saturation (*p* étant la déformation plastique).

$$R = R_0 + Q\left(1 - e^{bp}\right) \qquad (18)$$

5.2.2 Matériaux soudés : loi élastoporoplastique

Pour le matériau soudé, il est important de prendre en compte la variation de volume pendant la phase de plasticité. Trois catégories de modèles prennent en compte l'endommagement des matériaux :

- Les modèles d'endommagement découplés, pour lesquels la rupture advient lorsqu'une variable externe, calculée par post-processing, atteint une valeur critique. Le

comportement n'est donc pas modifié par l'endommagement au cours du trajet de chargement appliqué.

- Les modèles couplés pour lesquels l'endommagement mécanique est associé à une dégradation progressive des propriétés mécaniques.
- Les modèles couplés pour lesquels l'endommagement physique est associé à une variable interne du modèle, comme par exemple le taux de porosité. La surface de charge est alors déterminée à l'aide de lois de germination, croissance et coalescence de cavités.

Dans cette dernière catégorie, nous avons retenu le modèle Gurson – Tveergard – Needleman (GTN) (Gurson, 1977) (Tvergaard, 1982) (Tvergaard & Needleman, 1984) implémenté dans le code de calcul Zset / ZéBuLoN. Le critère du modèle GTN est défini selon l'équation (19). Le comportement est élastique pour $\Phi(\tilde{\sigma}, f, \sigma_y) < 0$ et la plasticité et l'endommagement interviennent simultanément au-delà de la surface de charge définie par la relation (19).

$$\Phi(\underset{\sim}{\sigma}, f, \sigma_y) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} + 2 f q_1 \cosh\left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right) - (1 + q_1^2 f^2) = 0 \qquad (19)$$

On distingue dans l'équation (19) :

- $\underset{\sim}{\sigma}$ le tenseur des contraintes macroscopiques de l'ensemble de l'éprouvette (matériau et cavités),
- σ_y la contrainte au seuil d'écoulement plastique de la matrice,
- f, la fraction volumique de vide, qui est la variable interne d'endommagement du modèle et est aussi appelée taux de porosité,
- σ_{eq}, la contrainte équivalente de von Mises,
- σ_m, la contrainte moyenne, équivalente à la pression hydrostatique $\sigma_m = \frac{tr(\underset{\sim}{\sigma})}{3}$.

Une valeur de f = 0 correspond à un matériau sans cavités préexistantes tandis que f = 1 signifierait que le matériau est entièrement poreux et donc sans capacité portante. Les paramètres q_1 et q_2 permettent de rendre compte de l'interaction des cavités entre elles. La valeur du coefficient q_1 permet d'indiquer la valeur critique de porosité engendrant la rupture du matériau avec $q_1 = \frac{1}{f_u}$ où f_u est le taux de porosité à la rupture. Le coefficient q_2 est placé devant la pression hydrostatique et permet ainsi de pondérer l'effet attribué à la triaxialité des contraintes sur la croissance de la porosité.

5.3 Simulation de l'éprouvette non soudée

La modélisation numérique d'une éprouvette soudée a été réalisée pour une configuration de soudage sur un matériau, le PA66-GF30-LW car c'est dans cette configuration que la localisation de l'amorçage de la coalescence de cavités a pu être identifiée sans ambigüité sur les clichés de tomographie RX réalisés sur une éprouvette pré-déformée (cf Figure 66 et Figure 67). L'éprouvette soudée étant une structure contenant une zone soudée prise en sandwich au sein du matériau non soudé, la première étape consiste à identifier les coefficients de la loi de comportement du matériau non soudé en les ajustant aux courbes expérimentales obtenues d'après des essais réalisés sur des éprouvettes non soudées.

5.3.1 Maillage et conditions aux limites de l'éprouvette non soudée

Pour des raisons de symétrie, seulement un huitième de l'éprouvette de traction a été maillé afin d'identifier les deux lois de comportement du matériau non soudé : la loi PA66L définissant le comportement du matériau dans la zone de peau où les fibres sont orientées dans la direction de sollicitation et la loi PA66T régissant le comportement dans la zone de cœur où les fibres sont orientées perpendiculairement à la sollicitation (en raison de phénomènes hydrodynamiques intervenants lors de l'étape d'injection des plaques). Le maillage ainsi réalisé contient 51 734 éléments à intégration réduite (nommées c3d20r dans le code Zset). Les éléments du maillage ont été groupés en deux catégories : ceux dont le comportement est régi par la loi PA66L et ceux qui répondent à la loi PA66T en fonction de leur position.

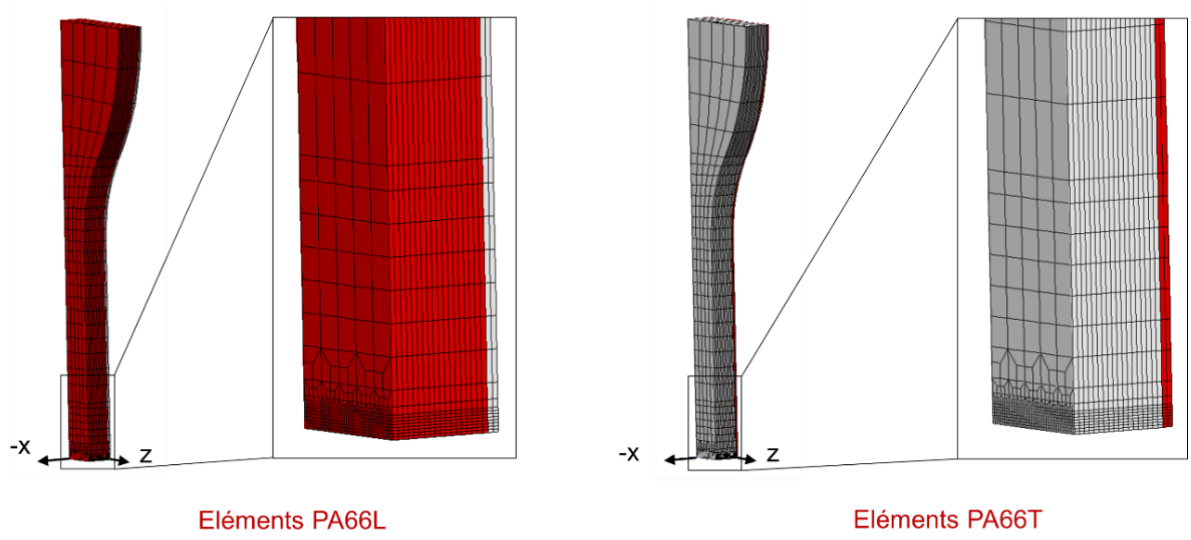


Figure 97 : Maillage de l'éprouvette non soudée

Les conditions aux limites appliquées consistent à fixer des symétries sur les plans (xy), (xz) et (yz) et à appliquer une rampe de déplacement de 0,25 mm/min soit 4,17 x 10^{-3} mm/s sur le groupe de nœuds de la face supérieure (une rampe de 0,5mm/min étant appliquée à l'éprouvette entière expérimentalement).

5.3.2 Identification des coefficients pour le matériau non soudé

Pour le matériau non soudé, la loi de comportement retenue ne prend pas en compte l'endommagement (coefficients q_1 et q_2). Ainsi, les cinq coefficients (E, ν, R_O, Q, b) régissant le comportement du matériau ont été identifiés d'après les courbes contrainte – déformation des essais expérimentaux sur des éprouvettes non soudées longitudinales et transversales. Pour les essais expérimentaux, la déformation nominale est calculée à partir du déplacement du mors supérieur de la traverse divisé par la longueur initiale entre les mors ΔL= 50 mm. Cette déformation est comparée au déplacement du point identifié Nœud_ref (visible sur la Figure 98) de la simulation, divisé par 25 mm puisqu'il s'agit de la longueur du huitième d'éprouvette maillée dans la simulation. La contrainte est calculée en divisant la force par la section initiale dans la partie utile de l'éprouvette. Dans le cas de la simulation, il s'agit de la force résultante au point Nœud_ref. Pour l'essai expérimental, cette grandeur est mesurée par la cellule de force de la machine de traction.

L'identification des coefficients a été réalisée par itération en identifiant tout d'abord les lois PA66L et PA66T en les attribuant à l'ensemble des éléments du maillage des éprouvettes expérimentales correspondantes. La loi PA66T a ensuite été insérée dans les éléments de la zone de cœur de l'échantillon longitudinal et la loi PA66L dans le cœur de l'éprouvette transversale puis les coefficients ont été réoptimisés afin que les deux modélisations correspondent aux essais expérimentaux respectifs. La comparaison des courbes expérimentales et des courbes calculées d'après les lois de comportement identifiées est visible sur la Figure 98 avec les coefficients correspondants présentés dans le Tableau 10.

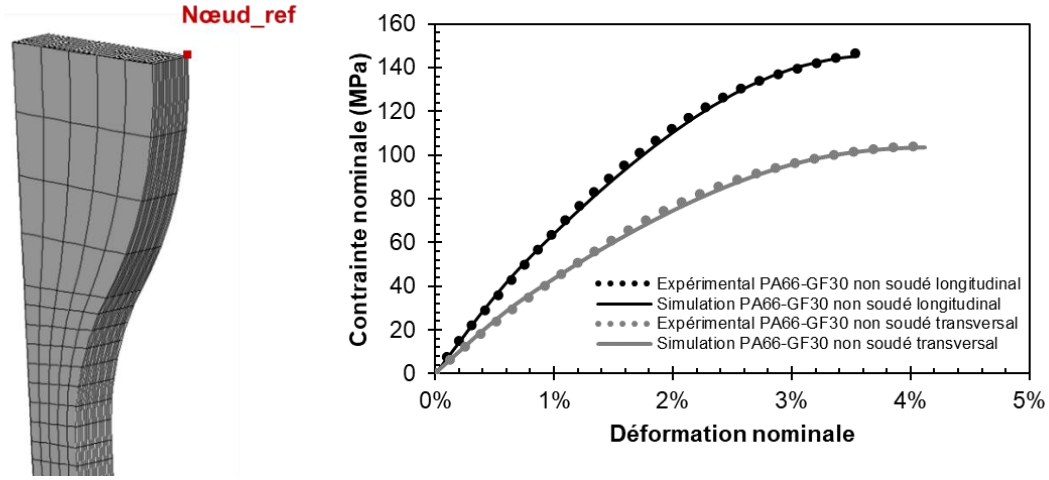


Figure 98 : Comparaison des courbes de traction expérimentales et issues de la simulation

Les coefficients identifiés indiquent que le PA66-GF30 présente un module de Young plus élevé lorsqu'il est sollicité dans le sens des fibres (PA66L) qu'à 90° (PA66T). De plus, la non linéarité du comportement intervient plus tôt pour PA66T avec une contrainte d'écoulement maximale, *Q*, plus faible menant ainsi à une contrainte nominale à la rupture plus basse comme constaté sur l'ensemble des essais expérimentaux.

Coefficients identifiés sur la courbe contrainte-déformation	PA66L	PA66T
E (Module de Young)	6000	3700
ν (Coefficient de Poisson)	0,4	0,4
R_O	40	25
Q	120	80
b	160	135

Tableau 10 : Coefficients identifiés pour la loi de comportement des éprouvettes non soudées longitudinales et transversales

5.4 Simulation de l'éprouvette soudée

5.4.1 Maillage et conditions aux limites de l'éprouvette soudée

Dans le cas des éprouvettes soudées, seule la partie inférieure du huitième de l'éprouvette de traction précédemment présentée a été maillée. Ce parallélépipède a pour dimension x, y, z : 1,25 x 2 x 1,5 mm. Le maillage a été réduit par rapport au maillage initialement défini pour diminuer le temps de calcul. La version finale du maillage comprend ainsi 480 briques à

intégration réduite (nommées c3d20r dans le code Zset) et contient 7599 degrés de liberté. Les conditions aux limites ont été fixées de la manière suivante : blocage des plans (xz), (xy) et (yz) par symétries et application d'une rampe de déplacement selon la direction *y* sur la face supérieure du volume maillé (groupe de nœuds *top-ext* illustré sur la Figure 99) à une vitesse de 8 x 10^{-4} mm/s. Cette vitesse étant équivalente à la vitesse de déplacement de 4,17 x 10^{-3} mm/s au sommet de l'éprouvette appliquée dans le cas des éprouvettes non soudées.

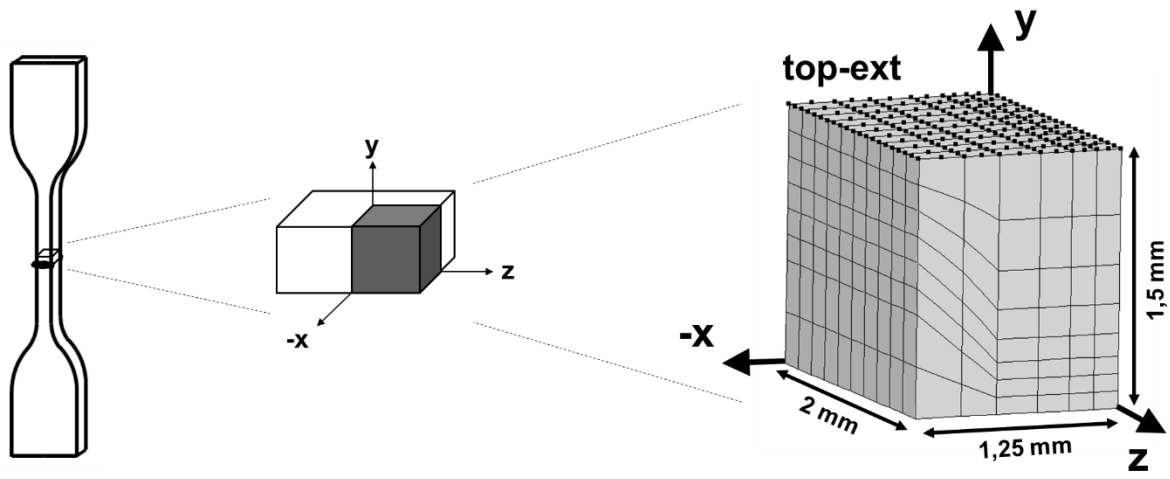


Figure 99 : Position de la zone maillée sur une éprouvette soudée

5.4.2 Identification des coefficients du matériau soudé

Les éléments ont été séparés en 3 catégories, PA66L, PA66T et PA66W, identifiées sur la Figure 100, représentant respectivement la couche de peau du matériau (où les fibres sont orientées dans la direction d'injection), la couche de cœur (où elles sont transversales à la direction d'injection) et la zone soudée. Ces identifications sont réalisées d'après les fichiers de tomographie qui permettent d'évaluer la géométrie de la zone soudée et l'épaisseur de la couche de cœur (Figure 54, Figure 58). Des lois différentes ont été attribuées à chaque groupe d'éléments. Les lois PA66L et PA66T précédemment identifiées ont été appliquées aux éléments correspondants et une loi élastoporoplastique a été attribuée aux éléments PA66W.

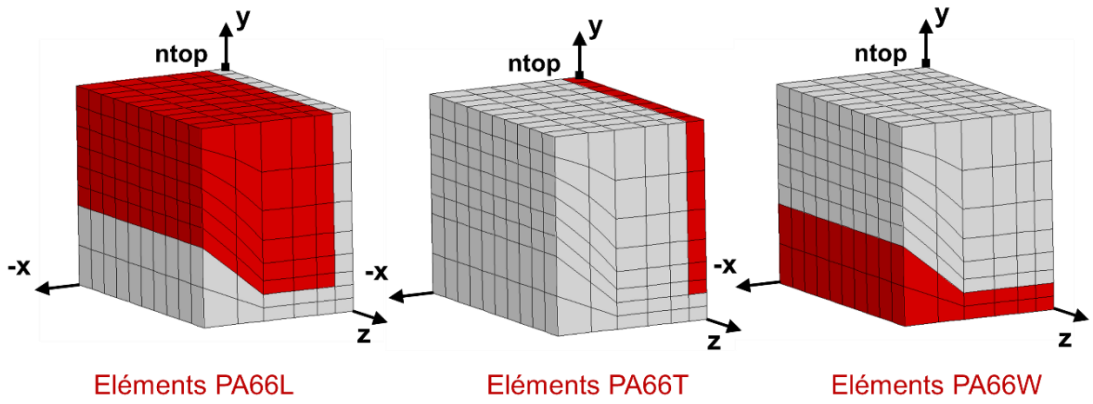


Figure 100 : Présentation des groupes d'éléments du maillage auxquels sont attribués des lois de comportement différentes

Les coefficients ont été ajustés pour faire correspondre la courbe contrainte nominale - déformation locale de l'essai expérimental et de la simulation (Figure 101 - a). Pour la construction de ces courbes, la contrainte est égale à la force mesurée au sommet de la géométrie maillée (nœud *ntop* de la Figure 100) divisée par la section initiale de la géométrie pour la courbe simulation et à la force mesurée par la cellule de force divisée par la section initiale de l'éprouvette pour la courbe expérimentale. La déformation nominale locale correspond au déplacement appliqué divisé par la hauteur initiale de la géométrie maillée pour la simulation et l'expérimental. Cette déformation nominale locale est différente de la déformation nominale (qui correspond au déplacement du mors mobile divisé par la longueur initiale entre les mors) mesurée lors de l'essai de traction réalisé en raison de la géométrie de l'éprouvette. Les coefficients obtenus sont présentés dans le Tableau 11 et la courbe contrainte nominale – déformation nominale de l'essai expérimental est visible sur la Figure 101 - b.

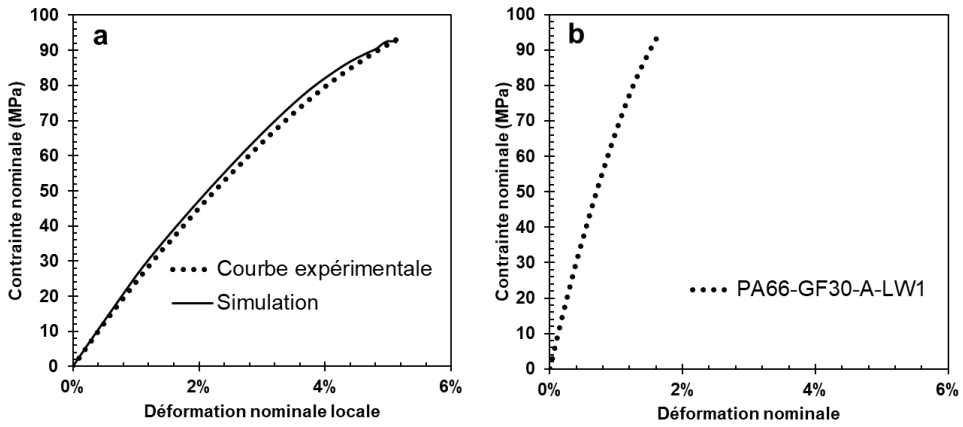


Figure 101 : Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentale et simulée

Coefficients identifiés sur la courbe contrainte-déformation	PA66W
E (Module de Young)	1000
v (Coefficient de Poisson)	0,2
R_O	5
Q	100
b	200
q1	2
q2	1,6

Tableau 11 : Coefficients obtenus pour la loi de comportement élastoporoplastique du PA66-GF30-A-LW1

5.5 Résultats de la simulation

5.5.1 Répartition des contraintes et des déformations

La Figure 102 présente les isovaleurs de la contrainte σ_{yy} et de la déformation ε_{yy} au moment de la rupture et indique que, mis à part la face (xy) externe, la contrainte est la plus élevée à mi-épaisseur de la plaque (en x = 0) là où la zone soudée est la moins épaisse sur toute la largeur de l'éprouvette (le long de l'axe z). Pour la déformation, la valeur maximale est plutôt située à quart épaisseur de la plaque (x = -0,5 mm) sur toute la largeur de l'éprouvette également. Ces maximums sont atteints dans la zone où le taux d'élancement de la zone soudée est le plus élevée et les valeurs atteintes sont d'environ 120 MPa pour la contrainte et 26 % pour la déformation, des valeurs bien supérieures aux valeurs nominales à rupture (93 MPa et 1,6%). Les coefficients de concentration sont ainsi de 1,3 (120/93) pour la contrainte et de 16 (26/1,6) pour la déformation dans cette configuration de soudage avec la géométrie retenue.

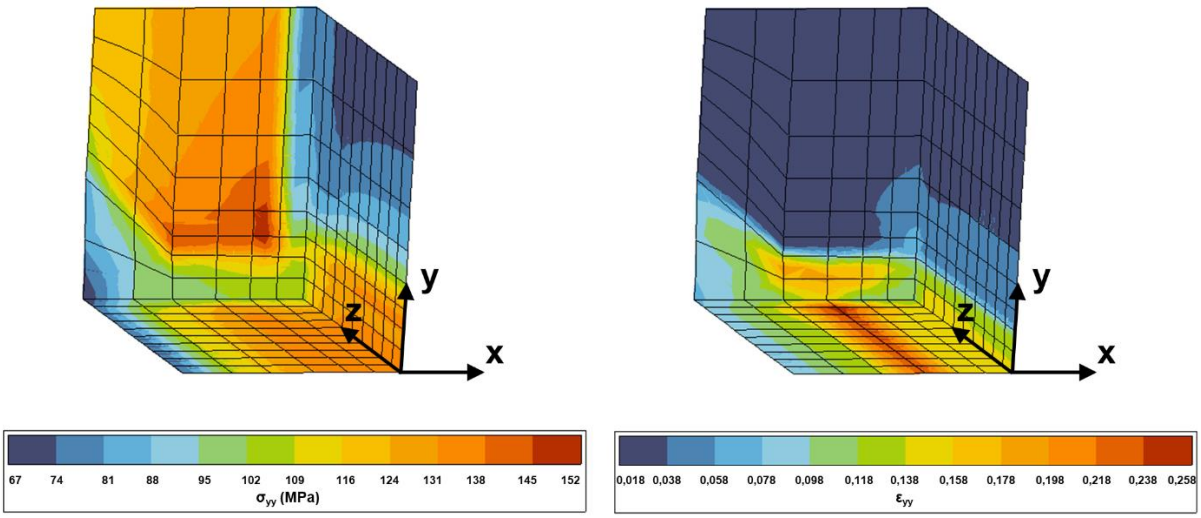


Figure 102 : Isovaleurs de la contrainte et de la déformation principales σ_{yy} et ε_{yy}

De plus, la Figure 103 montre l'évolution des valeurs de la contrainte et de la déformation dans les deux autres directions, σ_{xx} et σ_{zz} ainsi que ε_{xx} et ε_{zz} le long des groupes de nœuds bas_x et bas_z, identifiés sur la Figure 103. Cela permet d'évaluer la variation de la triaxialité au sein de l'échantillon. Pour la déformation locale, il apparait qu'elle est presque uniaxiale, uniquement dirigée dans la direction de sollicitation puisque les valeurs dans les directions x et y sont négatives et proches de 0. On retrouve également, comme d'après la Figure 102, un important effet d'amplification de la déformation représenté par une déformation locale ε_{yy}

beaucoup plus élevée que la déformation nominale à la rupture. En ce qui concerne la contrainte locale, il y a une redistribution effective selon les 3 axes avec les trois contraintes principales qui présentent des valeurs positives. Cette triaxialité est due au taux d'élancement de la zone soudée et va fortement favoriser la croissance des cavités.

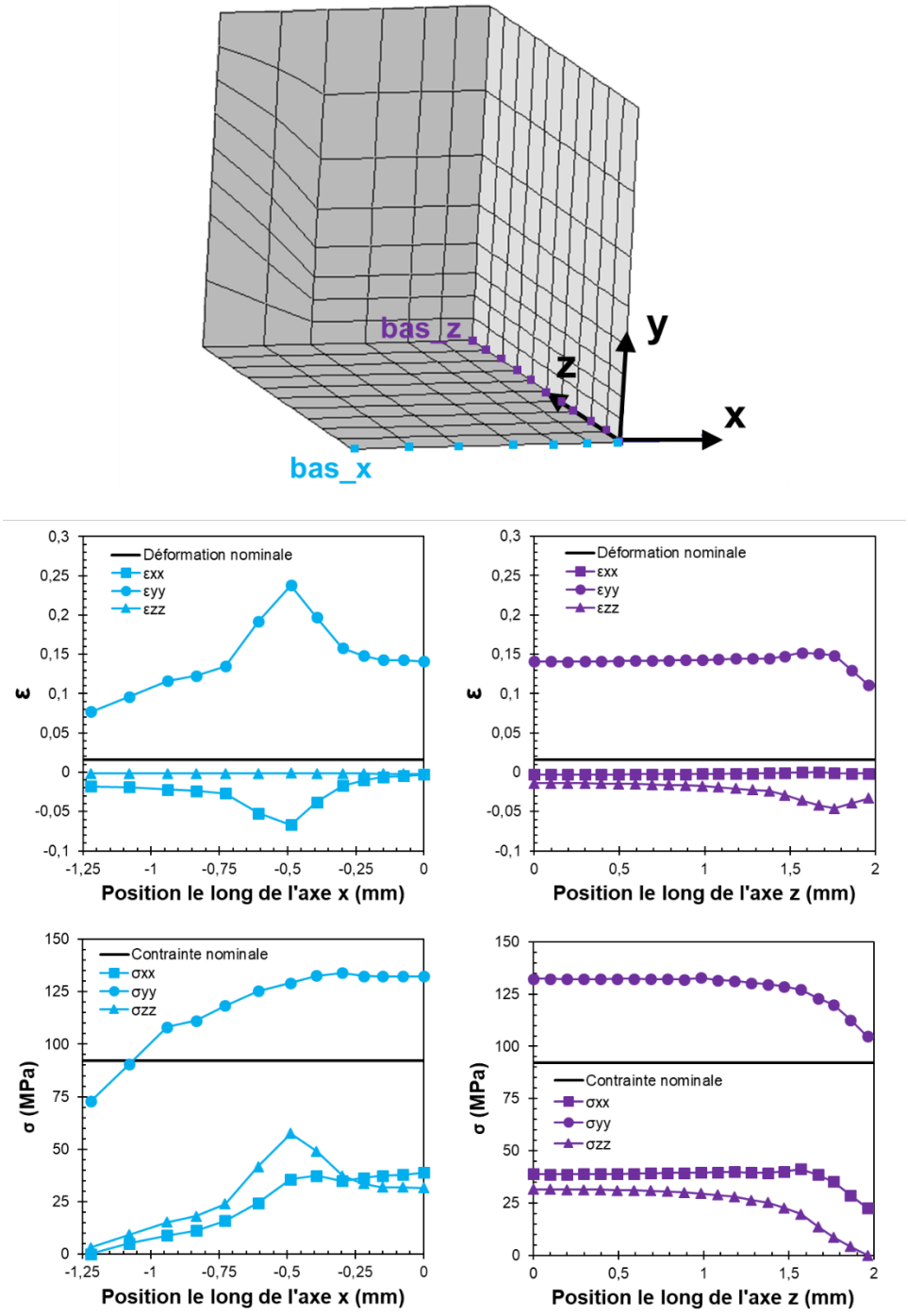


Figure 103 : Variations de σ_{xx}, σ_{yy} et σ_{zz} le long des groupes de nœuds bas_x et bas_z

5.5.2 Taux de porosités

La Figure 104 présente les isovaleurs du taux de porosité et indique que le pic de porosité se trouve sur une ligne parallèle à l'axe z positionnée à x = - 0,5 mm. La valeur de la porosité n'est pas le paramètre important puisque cette valeur varie en fonction de l'ajustement du paramètre q_2 dans le modèle mais la variation du taux de porosité indique quant à elle que l'endommagement va s'initier là où se situe le pic de porosité. Ces résultats obtenus sont cohérents avec les fissures observées sur les Figure 66 et Figure 67 présentant les scans de tomographie RX obtenus pour une éprouvette PA66-GF30-AN-LW4 sollicitée à ~ 90% de la contrainte à la rupture.

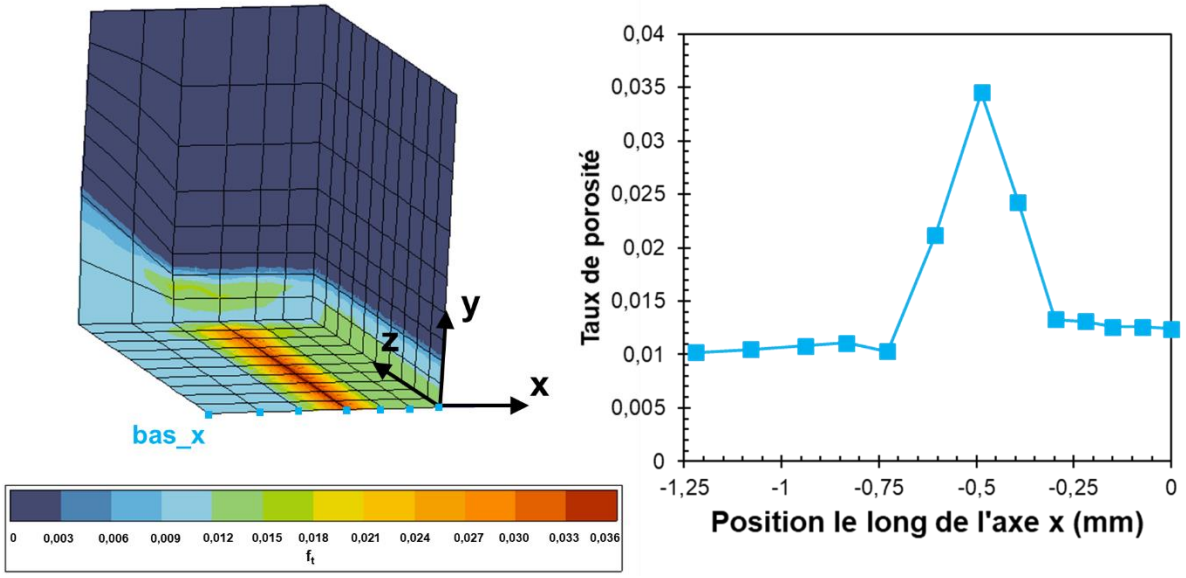


Figure 104 : Isovaleurs du taux de porosités

5.6 Conclusions et perspectives de la simulation

Les nombreux essais de traction réalisés sur l'ensemble des éprouvettes soudées en polyamide et polypropylène renforcés de fibres de verre indiquent que la rupture intervient systématiquement dans la zone soudée. De plus, le suivi de la déformation en surface des éprouvettes par corrélation d'images numériques atteste d'une localisation de la déformation dans la zone soudée. Ainsi, l'hypothèse a été formulée que le taux d'élancement de la zone soudée (largeur / épaisseur) génère une sollicitation de traction plane sur la zone soudée à l'origine d'un endommagement précoce vis-à-vis du reste de l'éprouvette. La simulation numérique a permis d'évaluer cet effet en montrant que la contrainte macroscopique uniaxiale appliquée sur l'éprouvette est effectivement redistribuée selon les trois directions de l'espace et amplifiée dans la zone soudée en raison de son taux d'élancement. Or, une contrainte triaxiale favorise la croissance des cavités et à terme leur coalescence. Ainsi, la connaissance de la contrainte nominale à la rupture d'une éprouvette soudée, qui est une structure, ne suffit pas pour évaluer les propriétés à rupture du matériau soudé.

Cette démarche utilisée pour simuler l'éprouvette PA66-GF30-LW pourrait être appliquée à l'ensemble des autres configurations de soudage réalisées grâce à la connaissance de la morphologie des différentes zones soudées issus des données de la tomographie. Cela permettrait ainsi d'associer les facteurs de forme de chacune de ces morphologies à leur incidence sur l'amplification et la triaxialité des contraintes. Il serait également intéressant de réaliser la simulation pour les éprouvettes en PP-GF20, 35 et 50 soudées dans la configuration LW et TW* afin de prendre en compte l'adoucissement visible sur les courbes de traction avec la modélisation de la propagation de fissure.

Conclusions et perspectives de l’étude

Conclusions et perspectives de l'étude

Conclusions

La problématique industrielle à l'origine de ce projet porte sur la fabrication d'une pièce automobile, le répartiteur d'air, dont la mise en forme passe par deux étapes : l'injection de deux coques (qui sont deux moitiés de la pièce) suivie de leur assemblage par soudage. La mise en forme de la pièce en une seule étape d'injection n'est pas possible en raison de sa géométrie complexe et creuse. Des sollicitations mécaniques importantes interviennent lors de la vie de la pièce et se manifestent principalement par l'occurrence de *backfires* qui sont des explosions du mélange air-carburant ayant lieu en amont du moteur, vers le système d'admission d'air, et donc généralement dans cette pièce. L'ordre de grandeur de la contrainte générée par ces explosions a été approximée, d'après des valeurs indicatives de pression d'explosion disponibles, à la dizaine de MPa et la nature du chargement a été évaluée à une sollicitation de traction majoritairement uniaxiale. Ainsi, la problématique de l'étude s'est focalisée sur l'influence du procédé de soudage sur le comportement en traction monotone d'échantillons soudés.

Les matériaux utilisés pour la fabrication des répartiteurs Renault sont principalement du polyamide 6, polyamide 66 et du polypropylène, renforcés par des fibres de verre courtes. Un des enjeux pour Renault est de comparer la soudabilité de ces matériaux afin d'émettre des recommandations dans le choix des matières à utiliser pour les pièces dont la mise en forme nécessite une étape de soudage. L'étude bibliographique réalisée nous a appris que le soudage par vibration est une technique d'assemblage largement utilisée dans l'industrie sur des polymères thermoplastiques à la fois vierges et renforcés par des fibres de verre. La soudabilité est généralement évaluée d'après le coefficient de soudage défini comme le ratio entre la contrainte à la rupture de l'assemblage soudé et la contrainte à la rupture du même matériau non soudé. La littérature nous apprend à ce sujet que les coefficients de soudage sont proches de l'unité pour les polymères thermoplastiques sans renforts lorsqu'ils sont soudés dans les conditions optimales. En revanche, pour les polymères renforcés par des fibres, les coefficients de soudage obtenus plafonnent systématiquement autour de 0,5 ~0,6. L'explication apportée est que les fibres se réorientent pendant l'opération de soudage en raison des flux de vibration, dus au mouvement de la pièce en vibration, et d'écoulement, dû à l'application d'une pression sur la couche de matériau fondu à l'interface. Cependant, aucune étude publiée n'a permis de relier quantitativement la réorientation des fibres dans la zone soudée à la chute de contrainte à la rupture suite à l'opération de soudage. Ainsi, notre étude

a pour vocation de répondre à cette problématique : caractériser les différences de microstructure entre le matériau massif et le matériau présent dans la zone soudée et identifier les modifications à l'origine de la chute de la contrainte à la rupture.

Un plan d'expérience faisant varier les configurations de soudage a alors été établi en collaboration avec Renault ainsi que plusieurs acteurs intervenant dans la chaîne de fabrication de la pièce : fournisseurs de matières premières et équipementiers produisant la pièce (Renault participe à la conception mais n'est que l'intégrateur de la pièce dans les véhicules). Après compilation de la littérature sur l'influence des différents paramètres de soudage (pression de soudage, amplitude de vibration, distance de pénétration, fréquence), il a été choisi de faire varier un seul paramètre du procédé : la pression de soudage car il s'avère que c'est le paramètre ayant le plus d'influence sur la qualité des soudures obtenues. La pression a ainsi été fixée à deux niveaux afin de réaliser des soudures modèles bonnes et mauvaises. L'idée étant de corréler les microstructures obtenues à la contrainte à la rupture, il est donc nécessaire d'avoir une variabilité de microstructure dans le plan d'expériences. De plus, le scénario établi étant que la contrainte à la rupture des polymères renforcés chute lors du soudage à cause d'une réorientation des fibres dans la zone soudée, il a aussi été choisi de varier l'orientation initiale des fibres avant l'opération de soudage afin de quantifier cet effet. Enfin, le taux de fibres a également été varié dans le cas du polypropylène ainsi que la formulation de la matrice polymère pour les polyamides (principalement modification des colorants et des masses molaires) pour évaluer ses effets sur la soudabilité des matériaux étudiés.

Différentes techniques de caractérisations ont ensuite été utilisées pour analyser les microstructures obtenues au sein des zones soudées à plusieurs échelles. La chromatographie d'exclusion stérique a permis de quantifier la longueur des chaînes et indique que les phénomènes sont différents pour le polyamide et le polypropylène. Dans le premier cas, une polycondensation est observée pendant l'opération de soudage tandis que dans le cas du polypropylène, les chaînes subissent des coupures en raison de la chaleur générée.

La calorimétrie différentielle à balayage et la diffraction des rayons X (SAXS/WAXS) ont permis d'évaluer si des modifications de l'arrangement cristallin du polymère ont lieu pendant l'opération de soudage. Bien que des différences de morphologie cristallines soient visibles en microscopie optique sous lumière polarisée dans la zone soudée du PP sans fibres, aucune différence de morphologie cristalline dans la zone soudée n'a pu être mesurée pour les échantillons renforcés par des fibres à l'aide des techniques précédemment citées.

La répartition et l'orientation des fibres ont ensuite pu être évaluées grâce à la tomographie RX en synchrotron qui nous a permis d'obtenir des clichés volumiques de nos échantillons soudés avec une résolution permettant de distinguer individuellement chaque fibre (0,65 µm / pixel). L'orientation des fibres est quantifiée à travers le calcul des composantes principales du tenseur d'orientation. La valeur de a_{yy} représente ainsi la quantité de fibres orientées dans la direction de sollicitation. Les résultats indiquent que les fibres sont effectivement réorientées dans la direction d'écoulement de la matière vers les bourrelets de soudage principalement. Cette réorientation est beaucoup plus importante pour les configurations de soudage LW dans lesquelles les fibres sont initialement orientées perpendiculairement à l'écoulement (et parallèlement à la direction de sollicitation). De plus, pour ces éprouvettes LW, la réorientation s'accompagne également d'une agglomération des fibres entrainant une diminution de la distance interfibres favorable à une augmentation de la contrainte locale par effet de concentration de contraintes. Pour les échantillons soudés dans l'autre configuration, TW, avec les fibres initialement parallèles au plan de soudure, la réorientation est relativement faible et semble au premier abord difficilement justifier un coefficient de soudage de ~ 0,6 semblable à ceux obtenus pour les échantillons LW présentant une réorientation beaucoup plus importante. Cependant, en comparant les contraintes à la rupture des échantillons soudées et non soudées en fonction de la valeur minimale de a_{yy}, une proportionnalité apparait pour l'ensemble des échantillons en polyamide.

La présence de cavités dans la zone soudée a également été observée à l'aide de la tomographie RX. Deux populations de cavités différentes sont identifiées : des petites porosités (< 500 μm^3) situées à l'interface entre la zone qui a fondu pendant l'opération de soudage et le matériau qui est resté à l'état solide, qui sont attribuées à la réorientation des fibres pendant l'opération de soudage et des cavités plus volumineuses (~10 000 μm^3) localisées au centre de la couche fondue dont la formation semble liée à des phénomènes d'instabilités pendant l'écoulement. Cependant, la présence de ces grosses cavités ne semble pas porter préjudice à la tenue mécanique de ces assemblages pour une sollicitation en traction monotone puisque les analyses en tomographie RX sur des échantillons pré-déformés attestent que la coalescence de cavités ne s'initie pas sur ces grosses cavités mais sur les plus petites présentes à l'interface entre la zone fondue et le matériau massif.

Les analyses en tomographie RX réalisées sur l'ensemble des échantillons soudés indiquent également que l'épaisseur et la forme de la zone soudée varie selon les conditions de soudage et les matériaux. Pour les échantillons en polyamide, une proportionnalité est établie entre l'épaisseur de la zone soudée et la contrainte à la rupture des assemblages. Cette corrélation

se traduit par une évolution inversement proportionnelle de la contrainte à la rupture avec le taux d'élancement de la zone soudée. Ceci s'explique par le fait que le confinement induit une sollicitation de traction plane sur la zone soudée probablement favorable à une redistribution de la contrainte dans les trois directions.

La simulation numérique nous permet alors d'évaluer la redistribution dans la zone soudée de la contrainte macroscopique uniaxiale appliquée sur la structure que représente une éprouvette soudée. Il apparait ainsi que la contrainte est effectivement redistribuée avec une valeur de triaxialité maximale pour le trio σ_{yy} = 129 MPa dans la direction de sollicitation accompagnée de σ_{xx} = 39 MPa et σ_{zz} = 58 MPa dans les autres directions. En plus d'être redistribuée, la contrainte est également amplifiée par le taux d'élancement puisque la contrainte nominale appliquée à cet instant, correspondant à la rupture de l'échantillon, n'est que de 93 MPa. Enfin, le modèle GTN prenant en compte l'endommagement du matériau à travers la variable interne représentant le taux de porosité nous indique que c'est dans cette zone où la triaxialité est la plus élevée que le taux de porosité atteint un pic.

Pour conclure, une analyse en tomographie RX a été réalisée sur la zone soudée d'un répartiteur d'air Renault. La microstructure visible d'après cette technique, présentée sur la Figure 105, correspond bien à celle obtenue pour les éprouvettes soudées dans la configuration TW. Comme dans les éprouvettes TW, les fibres sont fortement orientées dans la direction de vibration de la machine de soudage (axe *z*). La très faible valeur de a_{yy}, lisible sur la Figure 106, n'est pas due à l'opération de soudage mais aux flux hydrodynamiques présents pendant l'injection de la pièce dans des zones étroites comme les protubérances présentes dans la géométrie de la pièce permettant les opérations de soudage. La contrainte à la rupture d'un matériau telle qu'indiquée sur une fiche technique correspond généralement à la contrainte à la rupture d'une éprouvette injectée sollicitée dans le sens de l'injection. Même lorsque des essais sur éprouvettes sont réalisés à 90° de la direction d'injection pour caractériser la contrainte à la rupture du matériau transverse, la valeur minimale de a_{yy} est plus élevée qu'au sein de ces protubérances et la présence d'une couche de cœur rigidifie l'ensemble de l'éprouvette. Ainsi les faibles coefficients de soudage sont dus en partie à ces effets d'orientation des fibres liés au procédé d'injection auxquels viennent également s'ajouter des cavités qui se forment pendant l'opération de soudage en raison de la réorientation des fibres, visibles sur la Figure 105. En effet, ces cavités diminuent probablement encore davantage la contrainte à la rupture.

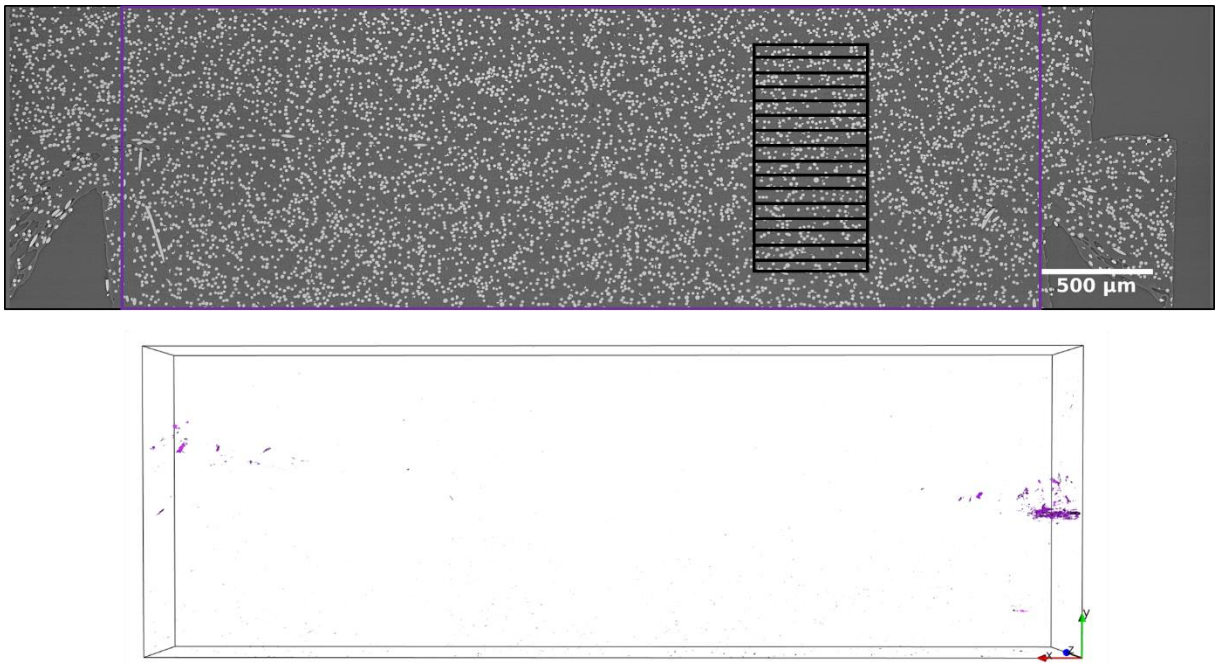


Figure 105 : Tomographie RX d'une zone soudée de pièce industrielle et affichage 3D des cavités seuillées

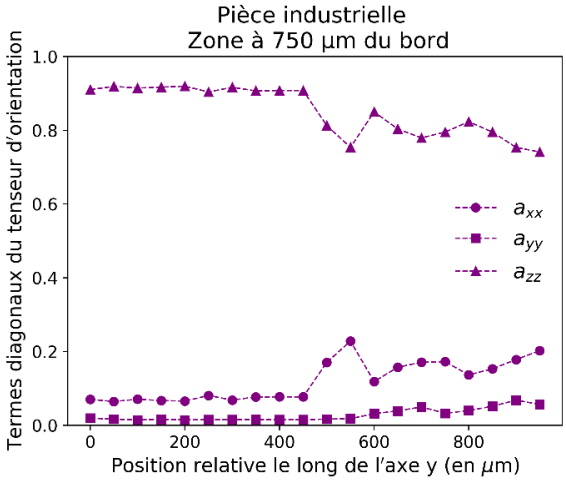


Figure 106 : Orientation des fibres dans la zone soudée d'un répartiteur d'air

Plusieurs solutions apparaissent alors pour améliorer la contrainte à la rupture des assemblages soudés. Tout d'abord, notre étude a confirmé que réaliser des opérations de soudage à basse pression permet d'obtenir des coefficients de soudage plus élevés en raison d'une microstructure de la zone soudée plus favorable. Cependant, ce constat qui est vrai pour des éprouvettes issues du soudage de plaques n'est pas forcément transposable à des pièces industrielles. En effet, dans le cas d'une pièce à la géométrie complexe, comme le répartiteur de l'étude, visible sur la Figure 107, un gauchissement / retrait déformant les géométries est visible après l'injection et entraine la présence d'un important écart entre les pièces. Une

pression de soudage minimale semble alors nécessaire pour assurer un contact de qualité entre les deux pièces à assembler. L'élévation de la pression de soudage générant des assemblages avec une contrainte à la rupture plus faible, il est donc également important d'optimiser le procédé d'injection des moitiés de pièces.

Figure 107 : Illustration du phénomène de gauchissement / retrait responsable d'un mauvais alignement des moitiés de pièce à assembler

L'étude de l'écoulement de la matière pendant la phase de remplissage du moule (logiciel Moldflow®) pendant la conception de la pièce pourrait permettre d'améliorer l'orientation des fibres afin d'augmenter la contrainte à la rupture des zones soudées. Augmenter la section des zones soudées est aussi une solution couramment appliquée en cas de problèmes de dimensionnement rencontrés. Enfin, utiliser des matériaux dont la viscosité est plus élevée à la température et au taux de cisaillement de l'opération de soudage est également une solution judicieuse vers laquelle les fabricants de matières plastiques semblent s'orienter au vu des brevets publiés (Brevet JP2009097011A).

Perspectives

L'étude expérimentale pourrait être poursuivie en approfondissant l'analyse des fichiers de tomographie obtenus. La mise en place de nouvelles stratégies d'analyse d'images pourrait permettre d'acquérir des informations additionnelles sur la microstructure des zones soudées (notamment l'évaluation de la variation du taux de porosité local pour différentes localisations au sein de la zone soudée, la quantification de l'orientation des fibres à travers toute l'épaisseur et la variation de la longueur des fibres dans et en dehors de la zone soudée).

La réalisation d'essais de traction in-situ en tomographie RX, réalisable en synchrotron grâce aux temps d'acquisition relativement courts, permettrait de mieux identifier les mécanismes de croissance et coalescence des cavités pendant la sollicitation. Réaliser des analyses en nanotomographie avec une résolution plus fine permettrait également de détecter la présence de nanocavités non résolues à l'échelle de l'analyse effectuée et jouant probablement un rôle non négligeable dans la tenue mécanique de la pièce.

D'autres types de chargement pourraient également être étudiés. Le *backfire* (explosion du mélange air-carburant dans le répartiteur d'air) est la principale sollicitation de la pièce industrielle mais sachant que son occurrence peut être multiple avant que la rupture intervienne, réaliser des essais de fatigue pourrait être approprié. De même, pour les moteurs équipés d'un turbo, une contrainte faible mais constante est également appliquée au sein de la pièce pendant le fonctionnement du moteur. Ainsi, des essais de fluage à l'ambiante et en température pourraient compléter cette étude pour Renault. De plus, l'influence des cavités identifiées dans la zone soudée sur la tenue des pièces pourrait être différent sur ces sollicitations à long terme.

En termes de simulation numérique, une seule configuration de soudage pour un seul matériau a été modélisée. Appliquer la même démarche aux autres éprouvettes soudées permettrait d'évaluer l'influence des différents facteurs de forme des zones soudées sur l'amplification et la redistribution des contraintes. La modélisation des configurations de soudage LW et TW* du PP-GF20, 35 et 50 permettrait aussi de mieux comprendre le phénomène d'adoucissement prononcé constaté sur les courbes de traction.

La démarche de simulation appliquée aux éprouvettes de laboratoire pourrait être transposée à la pièce réelle (répartiteur d'air) en appliquant un chargement correspondant à une pression interne (explosion du mélange air-essence) au sein de la pièce creuse. Ceci permettrait notamment de prendre en compte l'effet du chargement qui n'est pas strictement uniaxial comme approximé dans notre étude.

Enfin, d'autres approches de modélisation complémentaires pourraient également être appliquées, notamment des calculs de microstructure sur des maillages effectués à l'échelle des constituants du composite (fibres et matrice voire porosité initiale due à l'opération de soudage). Ce type de simulation (Poulet, 2017) permettrait de rendre compte de l'influence du taux de confinement local (distance entre les fibres) et d'approfondir ainsi la compréhension de l'affaiblissement de la contrainte à la rupture des éprouvettes soudées.

Annexes

Annexes 153

Annexe 1 : Visualisation des cavités dans les éprouvettes pré-déformées en PA66-GF30 153
Annexe 2 : Visualisation des cavités dans la zone soudée des polyamides A, B et BG 154
Annexe 3 : Visualisation de la zone soudée du PP-GF20, PP-GF35 et PP-GF50 156
Annexe 4 : Visualisation des cavités dans la zone soudée du PP-GF20, PP-GF35 et PP-GF50 .. 159
Annexe 5 : Résultats sur le PP avec toutes les configurations de soudage 160
Annexe 6 : Comparaison des soudures en PA-GF30 et en PP-GF35 161

Annexes

Annexe 1 : Visualisation des cavités dans les éprouvettes pré-déformées en PA66-GF30

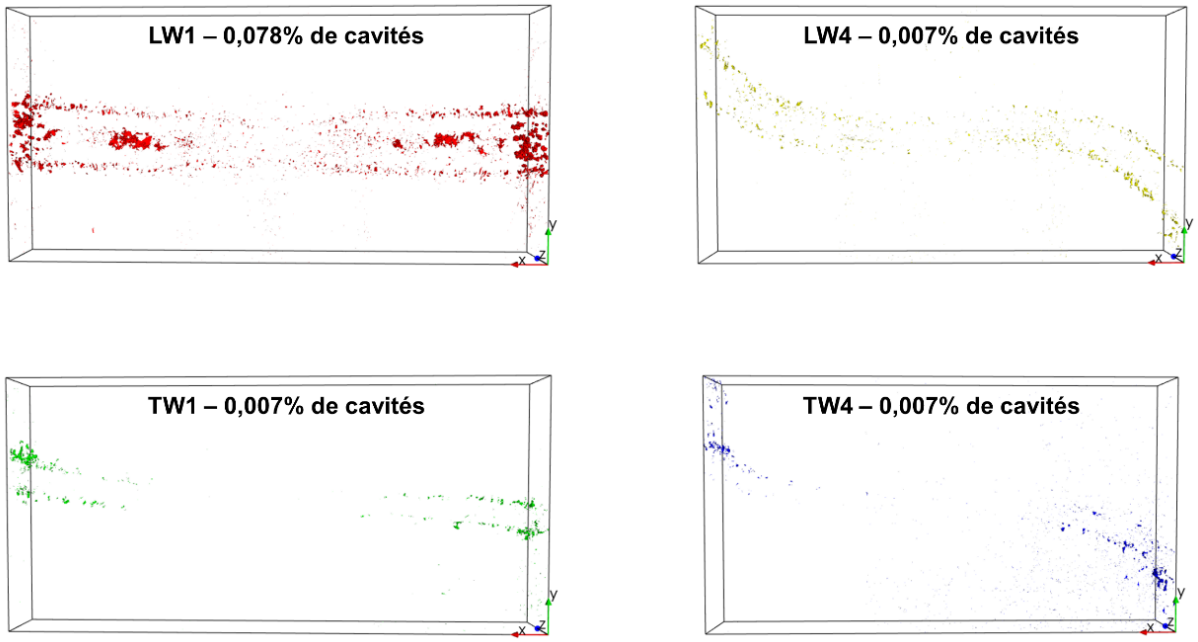


Figure 108 : Visualisation des cavités pour les échantillons interrompus dans la zone au milieu de l'éprouvette du PA66-GF30

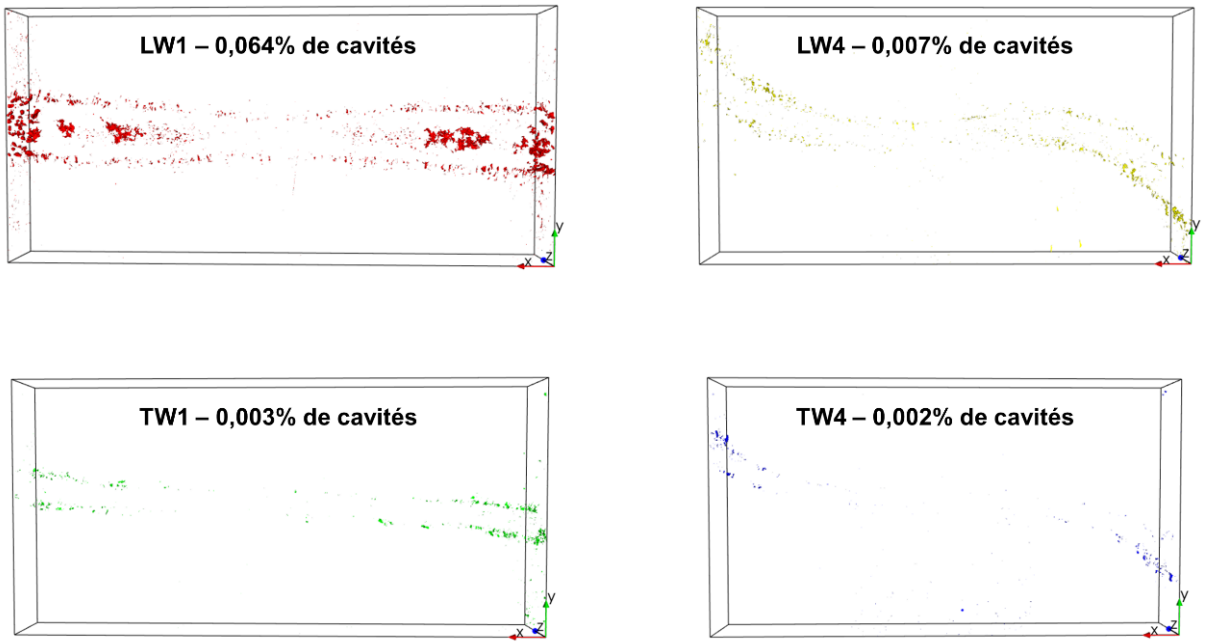


Figure 109 : Visualisation des cavités pour les échantillons interrompus dans la zone au bord de l'éprouvette du PA66-GF30

Annexe 2 : Visualisation des cavités dans la zone soudée des polyamides A, B et BG

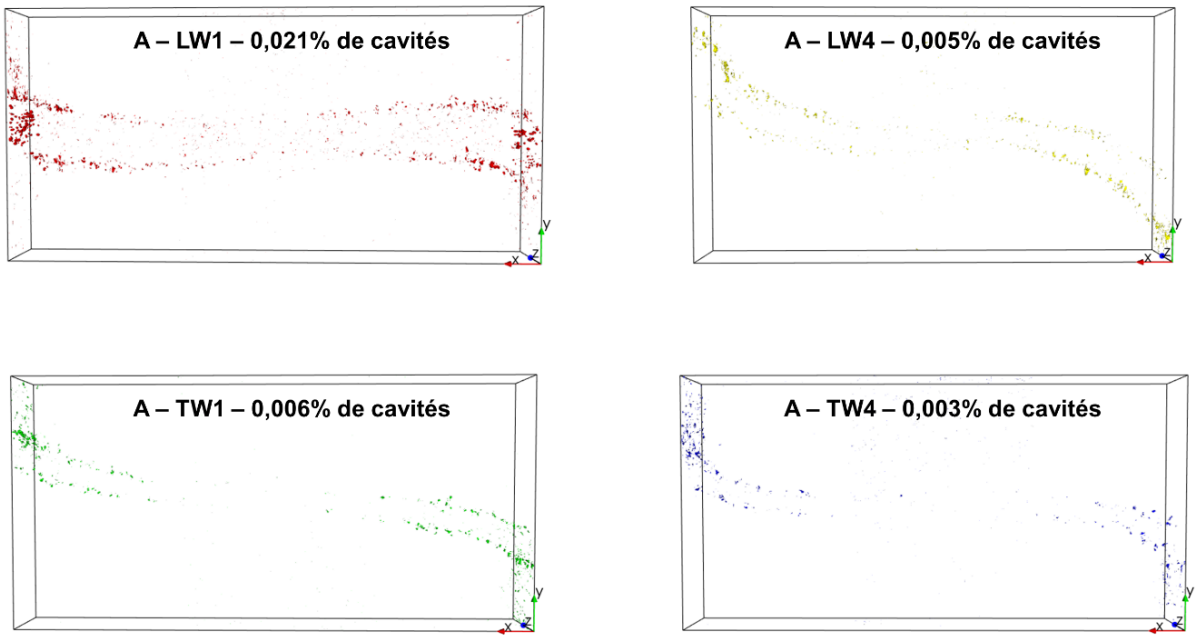


Figure 110 : Visualisation des cavités au sein des échantillons PA66-GF30-A

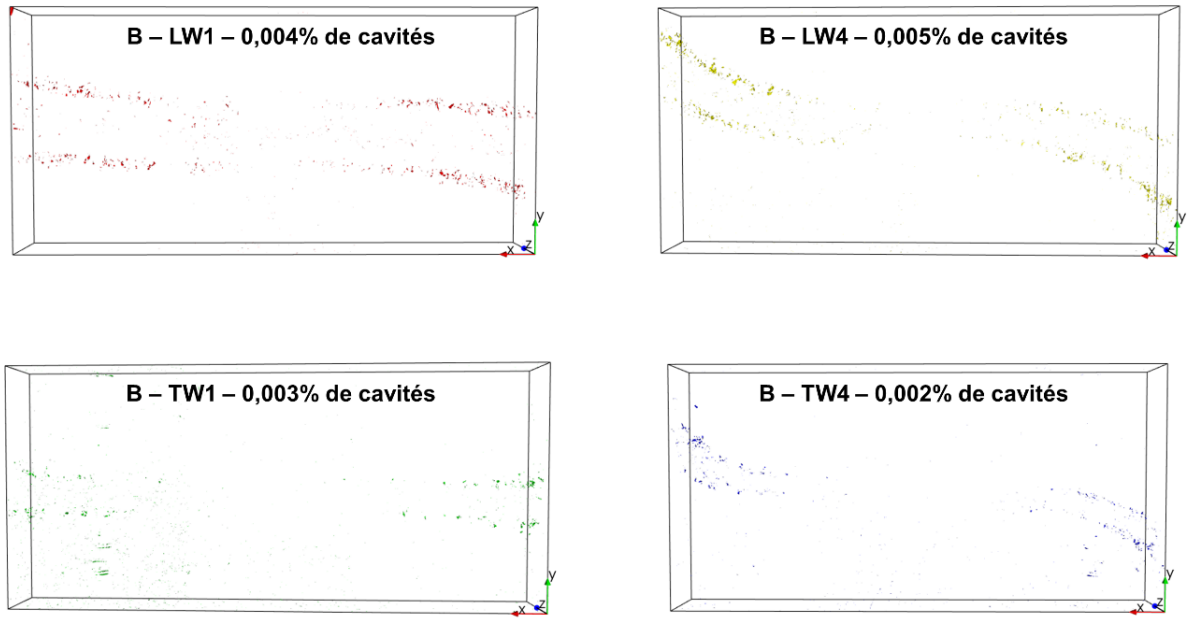


Figure 111 : Visualisation des cavités au sein des échantillons PA66-GF30-B

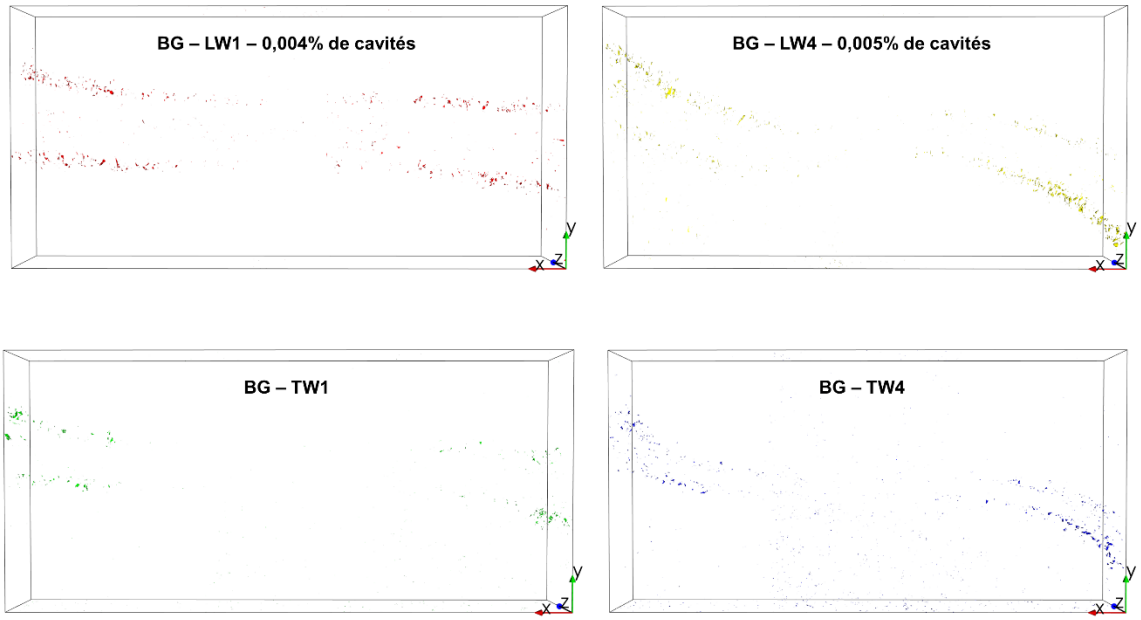


Figure 112 : Visualisation des cavités au sein des échantillons PA66-GF30-BG

Annexe 3 : Visualisation de la zone soudée du PP-GF20, PP-GF35 et PP-GF50

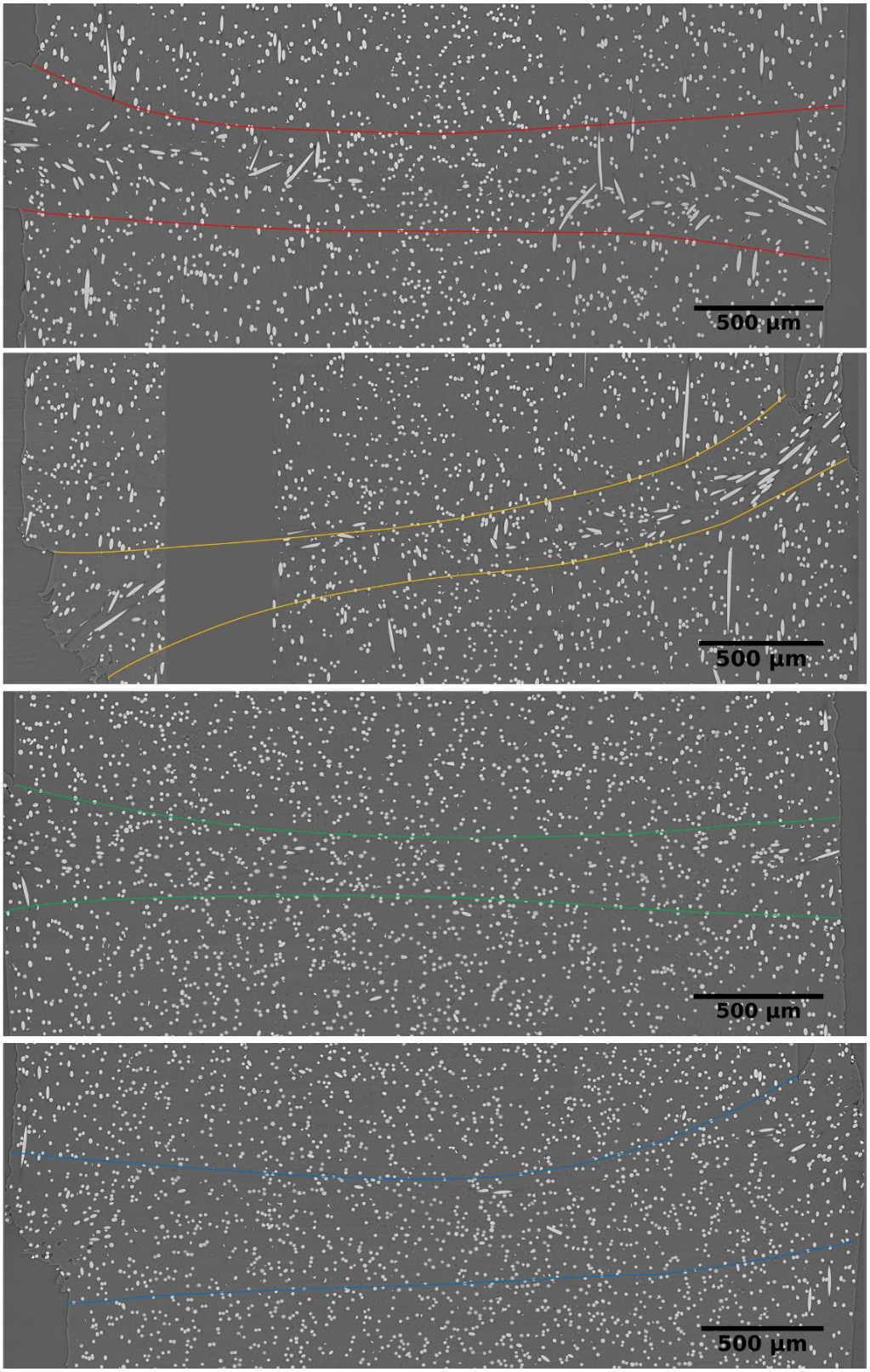


Figure 113 : Visualisation des images de tomographie RX pour le PP-GF520

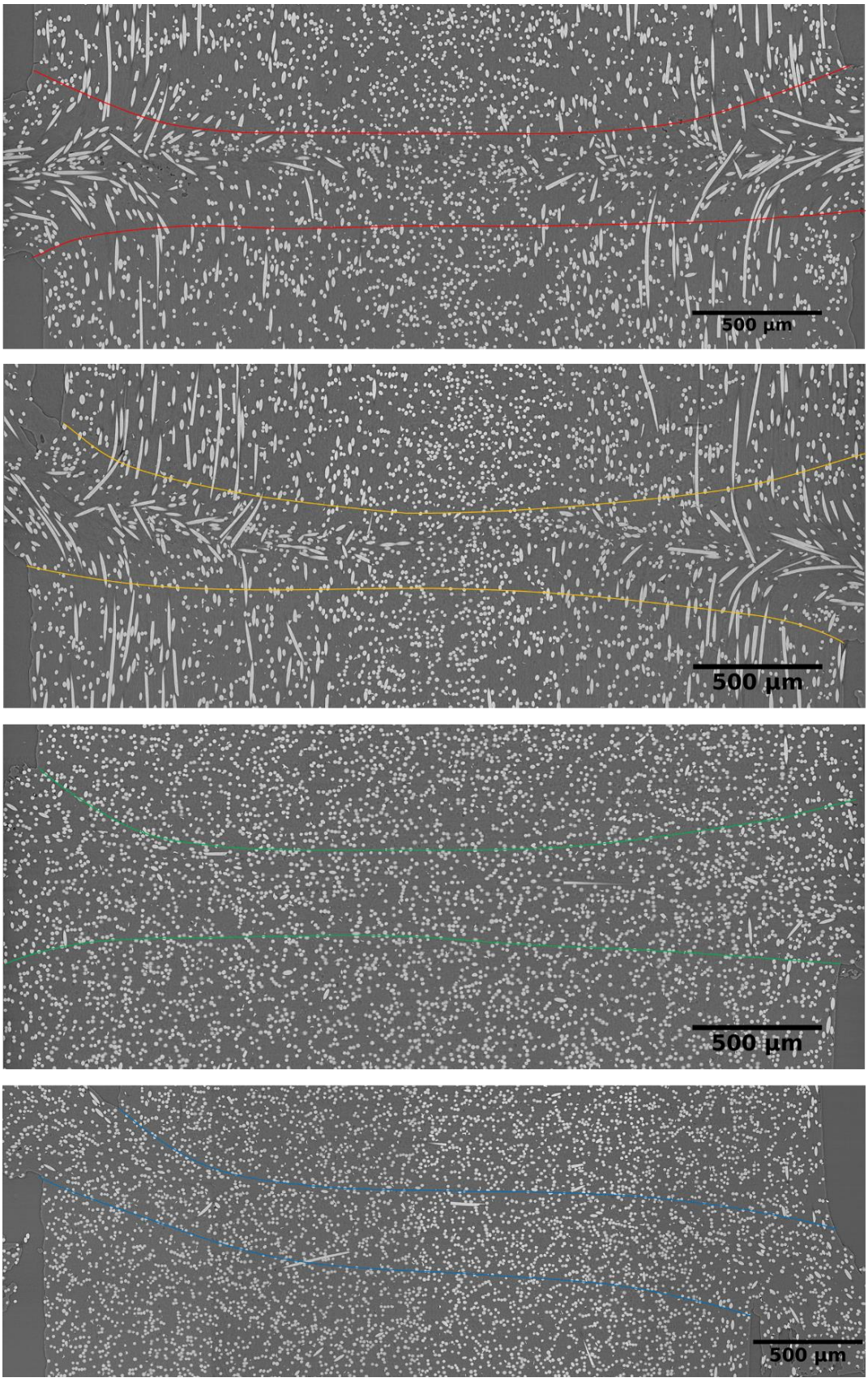


Figure 114 : Visualisation des images de tomographie RX pour le PP-GF535

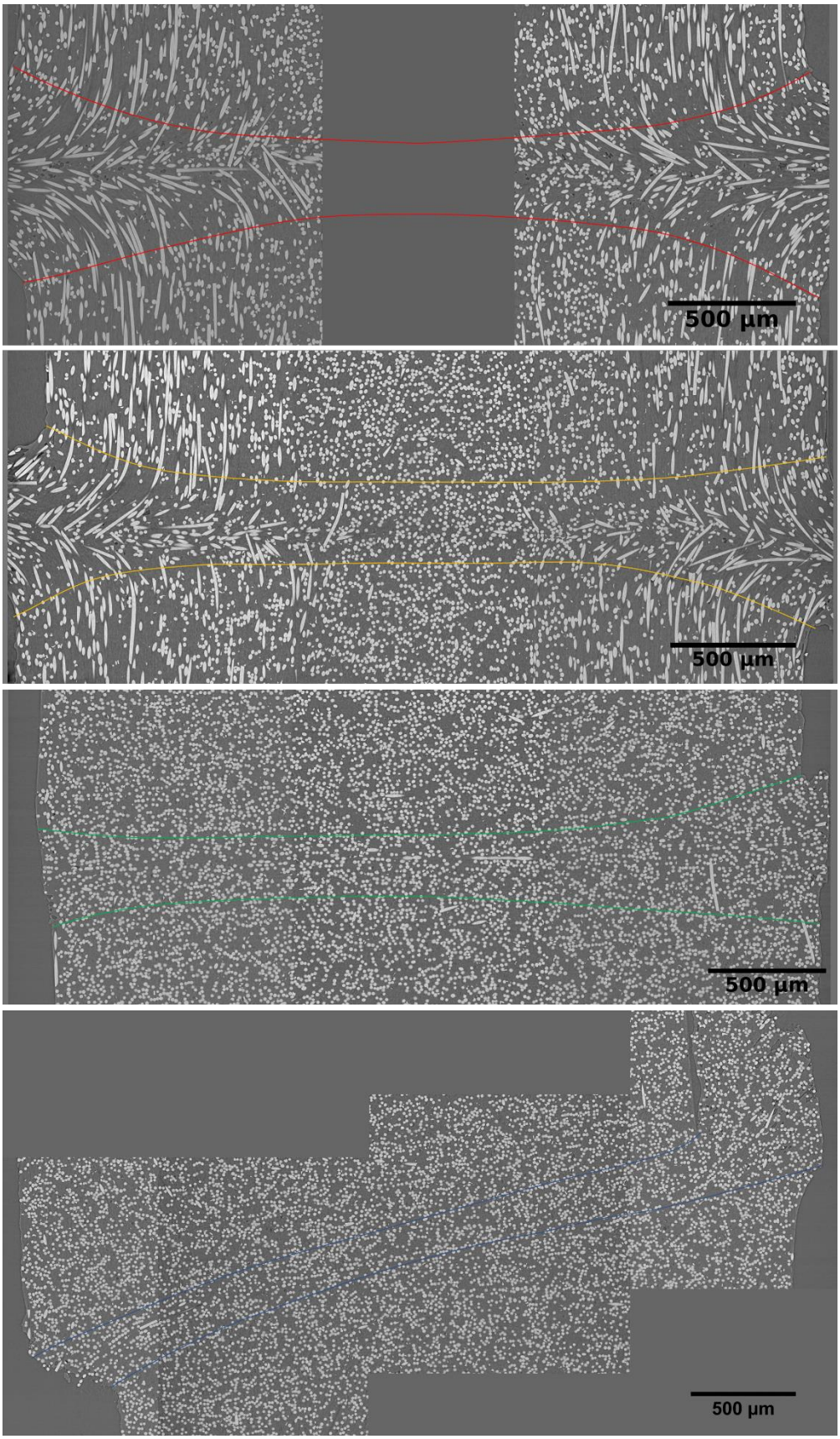


Figure 115 : Visualisation des images de tomographie RX pour le PP-GF50

Annexe 4 : Visualisation des cavités dans la zone soudée du PP-GF20, PP-GF35 et PP-GF50

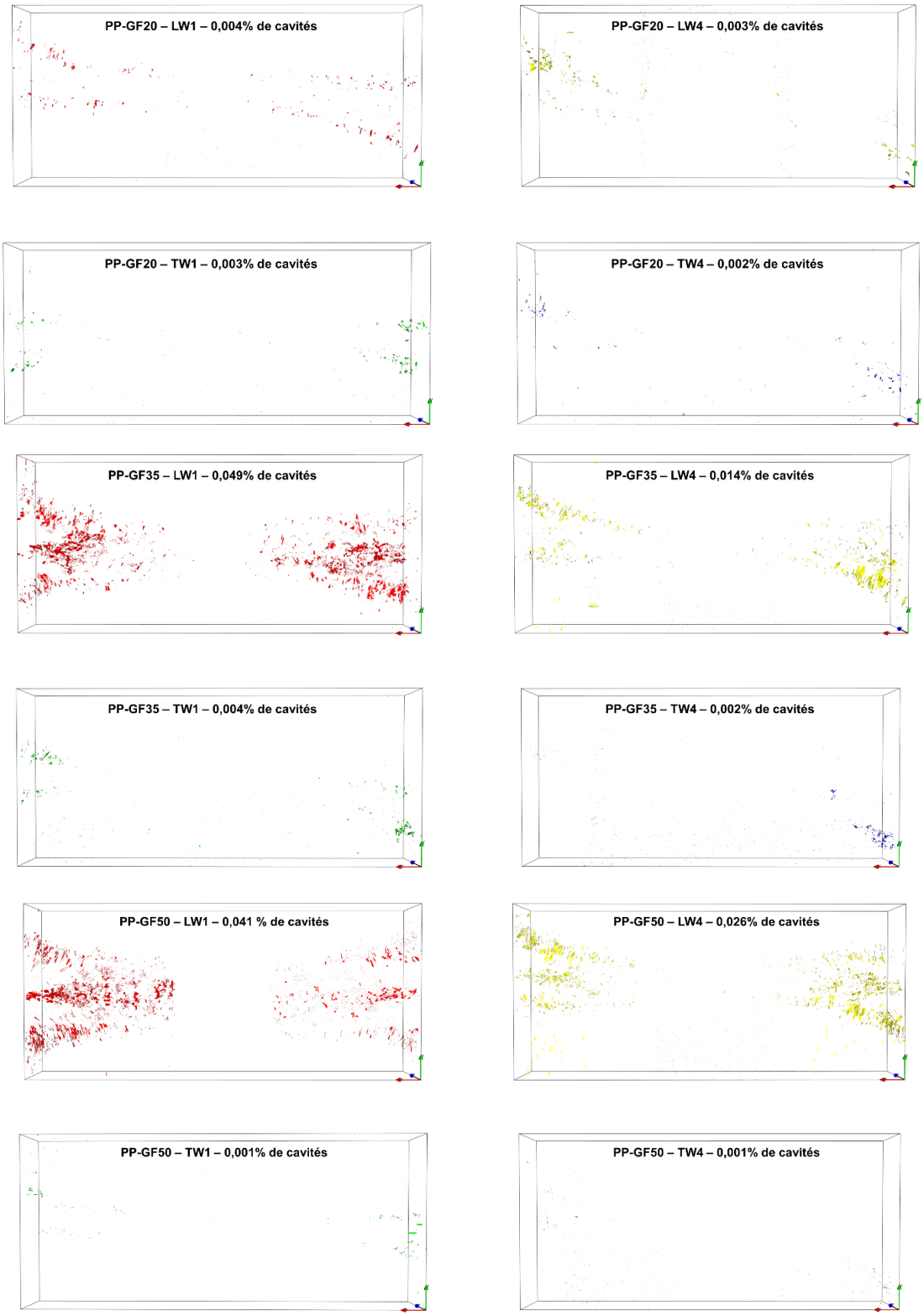
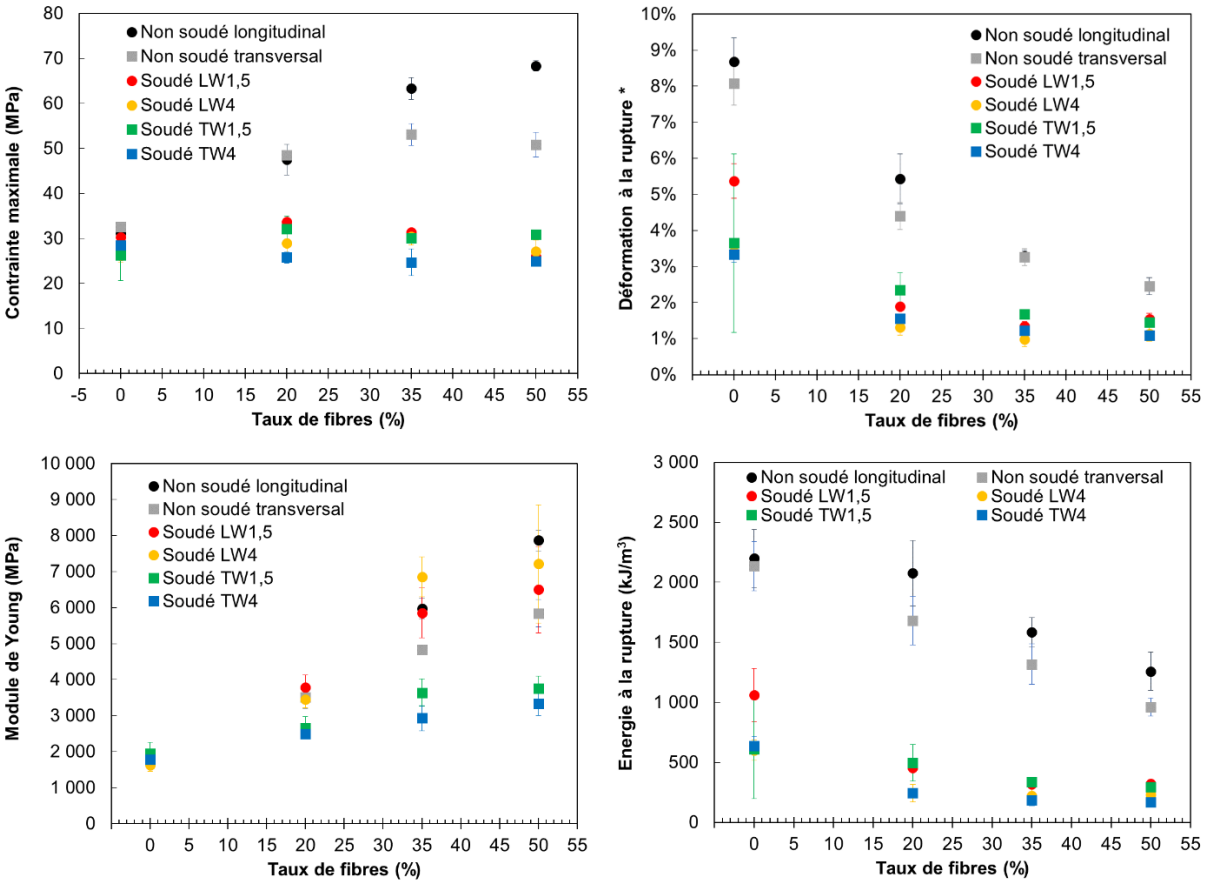


Figure 116 : Visualisation des cavités seuillées dans les échantillons soudés en PP

Annexe 5 : Résultats sur le PP avec toutes les configurations de soudage



* Pour le PP-GF0, la déformation à la rupture retenue est égale à la déformation au début de la striction

Figure 117 : Résultats des essais de traction effectués sur les assemblages soudés en PP à différents taux de fibres

Coefficients de soudage – essais ENSAM					
Configuration de soudage	**PP-GF0**	**PP-GF20**	**PP-GF35**	**PP-GF50**	**Moyennes par configuration de soudage**
LW1,5	**0,97**	**0,71**	**0,50**	**0,38**	**0,64**
LW4	**0,84**	**0,61**	**0,48**	**0,40**	**0,58**
TW1,5	**0,81**	**0,66**	**0,57**	**0,61**	**0,66**
TW4	**0,87**	**0,53**	**0,47**	**0,49**	**0,59**
Moyennes par matériau	**0,87**	**0,63**	**0,51**	**0,47**	

Tableau 12 : Coefficients de soudage pour les différents grades de PP

Annexe 6 : Comparaison des soudures en PA-GF30 et en PP-GF35

Les matériaux utilisés pour la fabrication des répartiteurs d'air sont classés en fonction de la température maximale du moteur que la pièce équipe. Les températures de fusion étant décroissantes pour le PA66, le PA6 et le PP, on passe ainsi du PA66 pour les moteurs chauds au PA6 puis au PP pour des moteurs générant une chaleur moins élevée. Un des enjeux de cette étude pour le Groupe Renault est de comparer la soudabilité de ces 3 matériaux (renforcés par des fibres) afin de déterminer s'ils peuvent être facilement substituables. Le dimensionnement des pièces étant principalement réalisé en contrainte, nous nous intéresserons uniquement aux contraintes à la rupture des éprouvettes pour ces comparaisons.

Des premiers essais de traction ont été réalisés sur une machine de traction Instron® disponible au sein du laboratoire PIMM. Les résultats de ces essais sont présentés dans les chapitres 3 et 4 et la déformation locale était dans ce cas déterminée à l'aide d'un vidéo-extensomètre. De nouveaux essais ont ensuite été réalisés au Centre des Matériaux afin d'utiliser le dispositif de corrélations d'images numériques disponible sur la machine de traction installée dans ces locaux. Ainsi, les résultats en termes de contraintes à la rupture des éprouvettes sont disponibles d'après ces deux campagnes d'essais et ont été comparés sur la Figure 118. Les résultats sont globalement identiques mais de petites différences sont présentes notamment pour le PP-GF0, 20, 35 et 50 soudé qui présente une contrainte maximale significativement supérieure sur les essais réalisés au CdM. Ces différences sont interprétées comme étant dues à un alignement des mors différent entre les deux machines de traction.

Les coefficients de soudage correspondants à ces différents essais ont été reportés dans le Tableau 13 pour les configurations TW (car ce sont celles qui correspondent à la configuration de soudage réalisée sur pièce industrielle) et indiquent que, en accord avec ce qui est annoncé par les équipementiers et les fabricants de matières, le PA66-GF30 présente une soudabilité supérieure au PA6-GF30. En ce qui concerne le PP, présenté comme ayant une soudabilité inférieure aux polyamides, ce constat est vrai pour les essais réalisés au PIMM. En revanche, ce n'est pas le cas sur les essais réalisés au CdM pour lesquels les résultats indiquent une soudabilité du PP supérieure à celle du PA6-GF30 et ceci malgré la condition de basse pression appliquée supérieure dans le cas du PP (1,5 MPa au lieu de 1 MPa). La comparaison entre le PA6-GF30-B et le PA6-GF30-BG, qui sont respectivement des grades dit standard et spécial soudure de polyamide 6 renforcé à 30% de fibres de verre, indique que les coefficients

obtenus sont très proches pour les deux campagnes d'essais. Ainsi, il est difficile de confirmer la meilleure soudabilité, pour un chargement uniaxial de traction, du grade spécial soudure.

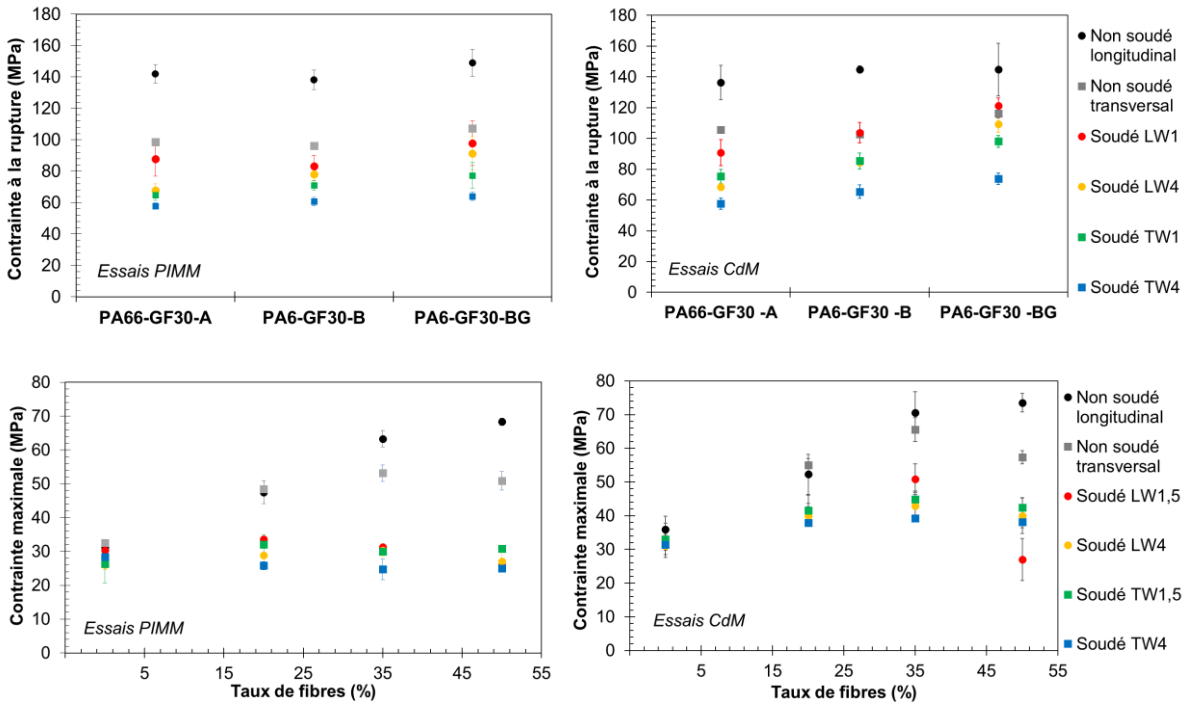


Figure 118 : Comparaison des contraintes maximales obtenues sur la machine de traction au CdM et au PIMM

Coefficients de soudage – essais laboratoire PIMM				
Configuration de soudage	**PA66-GF30-A**	**PA6-GF30-B**	**PA6-GF30-BG**	**PP-GF35**
TW1 / TW1,5	**0,66**	**0,74**	**0,72**	**0,57**
TW4	**0,59**	**0,63**	**0,61**	**0,47**
Moyennes par matériau	**0,63**	**0,69**	**0,68**	**0,52**

Coefficients de soudage – essais Centre des Matériaux				
Configuration de soudage	**PA66-GF30-A**	**PA6-GF30-B**	**PA6-GF30-BG**	**PP-GF35**
TW1 / TW1,5	**0,71**	**0,83**	**0,84**	**0,69**
TW4	**0,55**	**0,64**	**0,63**	**0,6**
Moyennes par matériau	**0,63**	**0,74**	**0,74**	**0,65**

Tableau 13 : Coefficients de soudage selon les essais réalisés au CdM et au PIMM

Tous ces essais ont été réalisés à la température ambiante et après séchage des éprouvettes en polyamide (10 jours dans une étuve à 80°C). D'autres essais ont également été réalisés sur des éprouvettes en PA conditionnées (placées pendant 10 jours dans une enceinte climatique régulée à 64% d'humidité relative et 70°C). Les résultats sont visibles sur la Figure 119 et indiquent que dans ces conditions, le PP atteint la contrainte maximale du PA pour les

configurations de soudage industrielles (TW). L'utilisation du PP-GF35 pour la fabrication de répartiteurs d'air est donc clairement envisageable et probablement pertinente dans les pays où l'humidité ambiante est élevée.

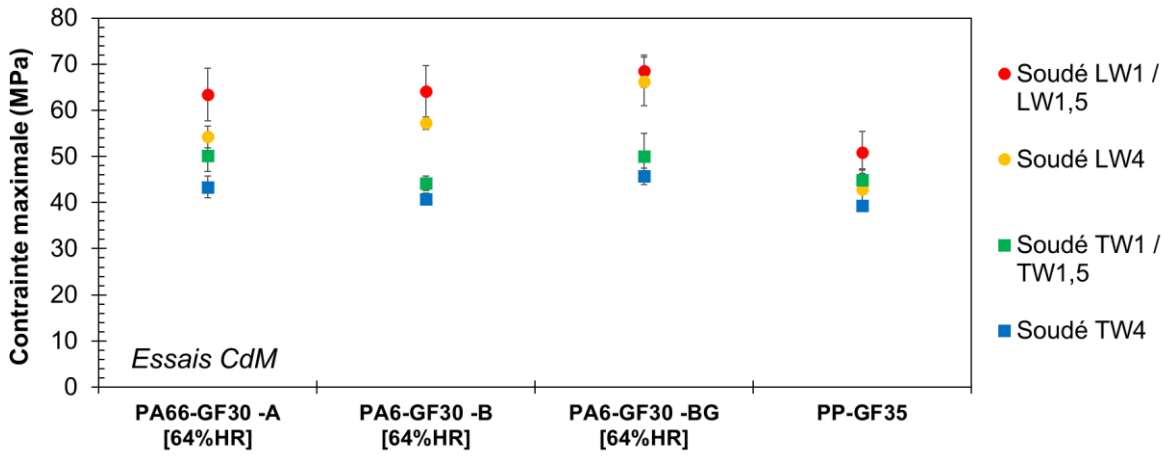


Figure 119 : Comparaison de la contrainte maximale entre le PA-GF30 humide et le PP-GF35

Table des illustrations

Figure 1 : Vue éclatée d'un moteur automobile présentant le répartiteur d'air (Intake Manifold) 7
Figure 2 : Etapes de fabrication des répartiteurs selon le procédé de moulage sur noyau fusible (Fischer, Document technique) 9
Figure 3 : Deux moitiés d'un répartiteur en polymère renforcé fibres de verre avant soudage 10
Figure 4 : Unités répétitives des trois polymères étudiés 12
Figure 5 : Schéma illustrant la cristallisation d'une chaîne depuis l'état amorphe (à gauche) vers une morphologie lamellaire (à droite) (Fischer, 1978) 14
Figure 6 : Naissance d'un sphérolite depuis un empilement de lamelles (Bernard & Advani, 2003) 15
Figure 7 : Schéma illustrant les arrangements cristallins des chaînes polymères (Haudin, 2015) (Poulet, 2017) . 15
Figure 8 : Phase alpha (à gauche) et gamma (à droite) du PA6 (Chung, 2006) 16
Figure 9 : Modèle de (Khoury, 1966) à gauche et de (Padden & Keith, 1973) à droite pour l'interprétation des branchements lamellaires dans la phase α du PP (Castelein, 1996) 18
Figure 10 : Schéma représentant les différentes zones : A) polaire, B) diagonale et C) équatoriale d'un sphérolite soumis à un chargement de traction F (Friedrich, 1983) 19
Figure 11 : Schéma et cliché MEB de la morphologie d'une craquelure dans le PP (après polissage et traitement au benzène) (Jang, et al., 1985) 20
Figure 12 : Polar fans observés par tomographie RX (Laiarinandrasana, et al., 2016) 20
Figure 13 : Représentation schématique du (a) glissement homogène et (b) glissement hétérogène 21
Figure 14 : Schéma présentant la chronologie de l'endommagement dans un polymère renforcé par des fibres de verre (Sato, et al., 1991) 23
Figure 15 : Schéma d'une presse à injecter pendant la phase de plastification (El Otmani, 2009) 25
Figure 16 : Orientation d'une fibre en fonction du type d'écoulement (Redjeb, 2007) 27
Figure 17 : Phénomène d'orientation Cœur-peau (Arif, 2014) 27
Figure 18 : Représentation schématique de l'orientation des fibres dans une plaque injectée de 6mm d'épaisseur en PA6-GF30 (Horst & Spoormaker, 1997) 28
Figure 19 : Soudage par vibration en configuration longitudinale (à gauche) et transverse (à droite) (Stokes, 1997) 29
Figure 20 : Evolution de la pénétration au cours du temps lors d'une opération de soudage par vibration (Stokes, 1988) 30
Figure 21 : Impact de la pression et de l'amplitude sur le temps de cycle (Schlarb & Ehrenstein, 1989) 31
Figure 22 : Schéma représentant la pénétration de la chaîne à travers l'interface (a) par un point quelconque (b) par une extrémité 32
Figure 23 : Prédominance des modes de rupture en fonction des paramètres moléculaires N : longueur des chaînes et Σ densité de chaînes connectrices à l'interface, d'après (Creton, et al., 2001) 33
Figure 24: Microstructure de la zone soudée du PP pour différentes conditions de soudage (Schlarb & Ehrenstein, 1989) 36
Figure 25 : Influence des paramètres de soudage sur la tenue mécanique d'échantillons soudés (Schlarb & Ehrenstein, 1989) 36
Figure 26 : Observation au microscope optique à lumière polarisée de la ZAT du PA6 (Chung & Kamal, 2008) . 37
Figure 27 : Spectre infrarouge du PA6 dans les différentes couches de la ZAT et le non soudé (Chung & Kamal, 2008) 39

Figure 28 : Dispositif de mesure de la déformation locale de la zone soudée du PP sous traction (Albrecht, et al., 2016) 40
Figure 29 : Courbe contrainte – déformation globale du PP non soudé (B) et contrainte - déformation locale des différentes couches de la zone soudée du PP illustrée sur les images (Albrecht, et al., 2016) 41
Figure 30 : Corrélation entre la microstructure et les propriétés mécaniques locales (Albrecht, et al., 2016) 42
Figure 31 : Flux de matière présents à l'interface lors du soudage par vibration longitudinal (Kamal, et al., 2008)43
Figure 32 : Quantification de l'orientation des fibres dans la zone soudée et en dehors (a, b, c) et contraintes à rupture des assemblages correspondants (d) (Kamal, et al., 2008) 44
Figure 33 : Valeurs de résistance en traction du polypropylène renforcé par des fibres de verre à 30% (SF30) et 40% (SF40) soudé avec différentes orientations de fibres initiales (Dai & Bates, 2008) 45
Figure 34 : Illustration schématique des effets de bords (a) induit par le procédé d'injection et stratégie de soudage (b) (Fiebig & Schoeppner, 2016) 46
Figure 35 : Représentation schématique du protocole de soudage du PA 51
Figure 36 : Représentation schématique du protocole de soudage du PP 52
Figure 37 : Contraintes générées lors de l'application d'une pression interne dans un cylindre (Fond, Document scolaire) 53
Figure 38 : Géométrie des éprouvetttes usinées pour les essais de traction 54
Figure 39 : Suivi de masse des éprouvettes de traction en polyamide pendant les opérations de séchage et conditionnement 56
Figure 40 : Position des points pour le vidéo-extensomètre 57
Figure 41 : Illustration de la taille d'imagette retenue pour la corrélation 58
Figure 42 : Illustration du principe de fonctionnement du produit de corrélation (Segouin, 2018) 59
Figure 43 : Illustration des champs de déformation calculés par la technique de corrélation d'images 60
Figure 44 : Schéma de principe de la tomographie (Poulet, 2017) 64
Figure 45 : Illustration représentant les trois volumes d'intérêt tomographique acquis pour chaque soudure 65
Figure 46 : Visualisation des lignes au centre des cylindres identifiées par XFIBER en noir et des fibres réellement présentes dans l'échantillon en jaune d'après seuillage 66
Figure 47 : Valeurs des composantes du tenseur d'orientation d'ordre 2 et représentation des angles correspondants 67
Figure 48 : Exemple illustrant le calcul du confinement local 68
Figure 49 : Illustration des étapes permettant de seuiller les cavités en vue de leur analyse 69
Figure 50 : Courbe contrainte - déformation des échantillons soudés et non soudés en a) quasi statique ($\varepsilon = 10 - 4s - 1$) et b) à plus forte vitesse ($\varepsilon = 10 - 1s - 1$) 72
Figure 51 : Moyenne des principales caractéristiques obtenues lors des essais de traction monotone 72
Figure 52 : Résultats des mesures de calorimétrie différentielle à balayage sur les différents échantillons soudés et la référence non soudée 76
Figure 53 : Clichés de diffraction SAXS et WAXS 77
Figure 54 : Clichés de tomographie des soudures réalisées : configurations LW1, LW4, TW1 et TW4 de haut en bas 79
Figure 55 : Représentation schématique de l'orientation des fibres au sein des différents échantillons sollicités en traction 81
Figure 56 : Mesure de l'épaisseur de la zone soudée à 750 µm du bord pour les échantillons en PA66-GF30-AN 82

Figure 57 : Corrélation entre la contrainte et la déformation à la rupture des assemblages de PA66-GF30-AN ... 83
Figure 58 : Visualisation des cavités au sein de la zone soudée du PA66-GF30-AN, configurations LW1, LW4, TW1 et TW4 de gauche à droite ... 84
Figure 59 : Visualisation des grosses cavités dans la configuration de soudage LW1 sous différents angles ... 85
Figure 60 : Quantification de l'orientation des fibres dans la zone affectée thermiquement et aux alentours, configurations LW1, LW4, TW1 et TW4 de haut en bas ... 87
Figure 61 : Corrélations entre la contrainte au regard de la valeur moyenne de a_{yy} dans la section de l'éprouvette ... 88
Figure 62 : Taux volumique local de fibres pour les différentes configurations de soudage du PA66-GF30-AN ... 90
Figure 63 : Confinement local de la matrice pour les différentes configurations de soudage du PA66-GF30-AN . 90
Figure 64 : Courbes des essais de traction interrompus (traits continus) et des essais de référence (traits interrompus) réalisés sur des éprouvettes provenant de la même plaque soudée ... 91
Figure 65 : Illustration des zones imagées en tomographie des éprouvettes sollicitées à 90% de la contrainte à la rupture ... 92
Figure 66 : Agrandissement de la fissure présente dans le volume sur la surface latérale de l'éprouvette dans le plan (xy) LW4 sollicité à 90% de la contrainte à rupture ... 93
Figure 67 : Agrandissement de la fissure présente dans le volume au milieu de l'éprouvette dans le plan (xy) LW4 sollicité à 90% de la contrainte à rupture ... 93
Figure 68 : Contrainte à la rupture des différents polyamides de l'étude pour l'ensemble des conditions de soudage réalisées ... 95
Figure 69 : Contrainte à la rupture en fonction du taux d'élancement des soudures de PA-GF30 ... 97
Figure 70 : Visualisation des cavités dans la configuration de soudage LW1 pour l'ensemble des polyamides analysés en tomographie ... 98
Figure 71 : Evolution de la masse molaire du PP-GF0 et PP-GF35 au cours de la mise en forme ... 102
Figure 72 : Observation d'une couche mince (5 µm) contenant la zone soudée du PP-GF0-TW1,5 sans noir de carbone ... 103
Figure 73 : Visualisation de la zone soudée du PP-GF0-TW1 avec noir de carbone ... 104
Figure 74 : Soudures entre du PP-GF35 blanc (en haut) et noir (en bas) dans la configuration TW1,5 observées à deux grossissements différents ... 104
Figure 75 : Courbes DSC du PP-GF0 non soudé et soudé à basse pression ... 105
Figure 76 : Courbes DSC du PP-GF35 non soudé et soudé à basse pression ... 105
Figure 77 : Tomographie RX sur les échantillons en PP-GF35 soudés LW1,5 (en haut) et TW1,5 (en bas) ... 106
Figure 78 : Schéma représentant l'orientation des fibres dans la zone utile des éprouvettes de traction ... 107
Figure 79 : Vue de la zone soudée dans les différentes configurations de soudage du PP dans le plan (yz) à 750 µm du bord ... 108
Figure 80 : Evolution du taux d'élancement de la zone soudée en fonction du taux de fibres pour les configurations de soudage TW1,5 et LW1,5 ... 109
Figure 81 : Absence de cavités visibles sur la microtomographie RX du PP-GF0-LW4 ... 110
Figure 82 : Cavités pour la configuration de soudage TW1,5 et LW1,5 ... 111
Figure 83 : Orientation des fibres dans la zone à quart épaisseur des échantillons TW1,5 et LW1,5 autour de la zone soudée ... 112
Figure 84 : Evolution de a_{yy} dans la zone soudée en fonction du taux de fibres ... 113
Figure 85 : Densité locale de fibres et taux de confinement local ... 114

Figure 86 : Evolution du taux de confinement local en fonction du taux de fibres 114
Figure 87 : Résultats des essais de traction pour le PP transversal 115
Figure 88 : Résultats des essais de traction pour le PP longitudinal 116
Figure 89 : Comparaison des propriétés mécaniques des différentes configurations de soudage pour le PP 119
Figure 90 : Evolution des contraintes maximales et à la rupture en fonction du taux de fibres pour la configuration de soudage LW1,5 120
Figure 91 : Cartographie de la déformation locale e_{yy} à différents niveaux de déformation 121
Figure 92 : Cartographie de la déformation locale e_{xx} à différents niveaux de déformation 122
Figure 93 : Evolution du rapport des déformation dans et en dehors de la zone soudée pour l'éprouvette PP-GF35-LW1,5 123
Figure 94 : Courbe contrainte nominale – déformation du PP-GF35-TW1,5* comparée aux autres configurations de soudage 124
Figure 95 : Courbes contrainte – déformation des essais interrompus sur PP-GF50-LW1,5 et TW1,5* 125
Figure 96 : Analyse en tomographie RX de PP-GF50-LW1,5 et PP-GF50-TW1,5* après sollicitation au-delà de σ_{max} 125
Figure 97 : Maillage de l'éprouvette non soudée 134
Figure 98 : Comparaison des courbes de traction expérimentales et issues de la simulation 136
Figure 99 : Position de la zone maillée sur une éprouvette soudée 137
Figure 100 : Présentation des groupes d'éléments du maillage auxquels sont attribués des lois de comportement différentes 138
Figure 101 : Comparaison des courbes contrainte-déformation expérimentale et simulée 138
Figure 102 : Isovaleurs de la contrainte et de la déformation principales σ_{yy} et ε_{yy} 140
Figure 103 : Variations de σ_{xx}, σ_{yy} et σ_{zz} le long des groupes de nœuds bas_x et bas_z 141
Figure 104 : Isovaleurs du taux de porosités 142
Figure 105 : Tomographie RX d'une zone soudée de pièce industrielle et affichage 3D des cavités seuillées ... 149
Figure 106 : Orientation des fibres dans la zone soudée d'un répartiteur d'air 149
Figure 107 : Illustration du phénomène de gauchissement / retrait responsable d'un mauvais alignement des moitiés de pièce à assembler 150
Figure 108 : Visualisation des cavités pour les échantillons interrompus dans la zone au milieu de l'éprouvette du PA66-GF30 153
Figure 109 : Visualisation des cavités pour les échantillons interrompus dans la zone au bord de l'éprouvette du PA66-GF30 153
Figure 110 : Visualisation des cavités au sein des échantillons PA66-GF30-A 154
Figure 111 : Visualisation des cavités au sein des échantillons PA66-GF30-B 154
Figure 112 : Visualisation des cavités au sein des échantillons PA66-GF30-BG 155
Figure 113 : Visualisation des images de tomographie RX pour le PP-GF520 156
Figure 114 : Visualisation des images de tomographie RX pour le PP-GF535 157
Figure 115 : Visualisation des images de tomographie RX pour le PP-GF50 158
Figure 116 : Visualisation des cavités seuillées dans les échantillons soudés en PP 159
Figure 117 : Résultats des essais de traction effectués sur les assemblages soudés en PP à différents taux de fibres 160
Figure 118 : Comparaison des contraintes maximales obtenues sur la machine de traction au CdM et au PIMM 162

Figure 119 : Comparaison de la contrainte maximale entre le PA-GF30 humide et le PP-GF35 163

Table des tableaux

Tableau 1: Tableau récapitulatif des principales caractéristiques des matériaux de l'étude..... 18
Tableau 2 : Grandeurs caractéristiques des polymères étudiés intervenant dans les mécanismes d'adhésion.... 34
Tableau 3 : Impact du taux de fibres sur la résistance mécanique de la soudure du nylon (Kagan & Roth, 2004) 43
Tableau 4 : Récapitulatif des spécificités de chaque grade commercial de polyamide étudié..... 50
Tableau 5 : Coefficients de diffusion d'eau dans le PA66 entre 40 et 70° entre 10 et 90%HR (El Mazry, 2013)... 56
Tableau 6 : Valeurs des coefficients de soudage 74
Tableau 7 : Masse molaire moyenne en masse et dispersité des chaînes, caractérisées par chromatographie d'exclusion stérique 75
Tableau 8 : Coefficients de soudage des différents polyamides étudiés pour l'ensemble des conditions de soudage réalisées 96
Tableau 9 : Coefficients de soudage pour le polypropylène 119
Tableau 10 : Coefficients identifiés pour la loi de comportement des éprouvettes non soudées longitudinales et transversales 136
Tableau 11 : Coefficients obtenus pour la loi de comportement élastoporoplastique du PA66-GF30-A-LW1 139
Tableau 12 : Coefficients de soudage pour les différents grades de PP 160
Tableau 13 : Coefficients de soudage selon les essais réalisés au CdM et au PIMM 162

Références

Advani, S. G. & Tucker, C. L., 1987. The use of tensors to describe and predict fiber orientation in short fiber composites. *Journal of Rheology,* 31(8), pp. 751-784.

Agassant, J. -F. et al., 1996. Chapitre 6. Dans: *La mise en forme des matières plastiques.* s.l.:Technique & Documentation, pp. 394-425.

Albrecht, M., Lin, L. & Schlarb, A. K., 2016. Experimental investigation, modeling and simulation of the deformation behavior of vibration welded nanocomposites. *Journal of Plastics Technology,* 12(3), pp. 185-204.

Arif, M. F., 2014. *Damage mechanisms in short glass fiber reinforced PA66 under monotonic and fatigue loading: Effect of relative humidity and injection molding induced microstructure.,* Metz: Arts et Métiers ParisTech.

Arif, M. F. et al., 2014. In situ damage mechanisms investigation of PA66/GF30 composite: Effect of relative humidity. *Composites: Part B,* Volume 58, pp. 487-495.

Arif, M. F. et al., 2014. Multiscale fatigue damage characterization in short glass fiber reinforced polyamide 66. *Composites Part B: Engineering,* Volume 61, pp. 55-65.

Arimoto, H., Ishibashi, M. & Hirai, M., 1965. Crystal structure of the gamma-form of nylon 6. *Journal of polymer science: part A,* Volume 3, pp. 317-326.

BASF, 2002. *Bursting Strength of Vibration-Welded Polyamide Intake Manifolds,* s.l.: s.n.

Bates, P. J., MacDonald, J., Sidiropoulos, V. & Kontopoulou, M., 2005. Comparison of experimental and anlalytical vibration welding meltdown-time profiles for nylon 66 nd polypropylene. *Polymer engineering and science,* pp. 789-797.

Bates, P. J. et al., 2004. Vibration welding air intake manifolds from reinforced nylon 66, nylon 6 and polypropylene. *Composites: Part A,* Volume 35, pp. 1107-1116.

Bernard, A. & Advani, S. G., 2003. Modeling concepts for spherulitic growth in polymers and composites. Dans: A. G. E. SHONAIKE G.O., éd. *Advanced polymeric materials: structure property relationships.* s.l.:CRC Press, pp. 139-180.

Berthereau, A. & Dallies, E., 2008. *Fibres de Verre de Renforcement AM5132 V1,* s.l.: Techniques de l'ingénieur.

Billon, N. & Bouvard, J. -L., 2015. Propriétés et comportement mécanique des polymères thermoplastiques. *Techniques de l'ingénieur,* Volume AM 3115, p. 25.

Bird, R. B., Armstrong, R. C. & Hassager, O., 1987. Dynamics of polymer liquids. Dans: *Vol1: Fluid Mechanics.* s.l.:John Wiley & Sons.

Blaind, R. B., Document technique. *Polymer Heats of Fusion,* New Castle DE (USA): Thermal Applications Note, TA Instruments..

Blanc, R. & Westenberger, P., 2017. *Comparison of fiber orientation analysis methods in Avizo.* Leuven, 7th Conference on Industrial Computed Tomography.

Bogoeva-Gaceva, G., Janevski, A. & Mader, E., 2001. Nucleation activity of glass fiber towards iPP evaluated by DSC and polarizing light microscopy. *Polymer,* Volume 42, pp. 4409-4416.

Bowden, P. B. & Young, R. J., 1974. Deformation mechanisms in crystalline polymers. *Journal of materials science,* Volume 9, pp. 2034-2051.

Brill, R., 1942. Über das Verhalten von Polyamiden beim Erhitzen. *Journal for praktische chemie,* Volume 161, p. 49.

Broudin, M. et al., 2015. Water diffusivity in PA66: Experimental characterization and modeling based on free volume therory. *European Polymer Journal,* Volume 67, pp. 326-334.

Bunn, C. W. & Garner, E. V., 1947. The crystal structures of two polyamides ('nylons'). *Proceedings of the royal society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences,* 189(1016), pp. 39-68.

Carreau, P. J., 1968. Wisconsin, USA: University of Wisconsin.

Castelein, G., 1996. *Etude par AFM de la morphologie de surface de polymères semi-cristallins déformés : le PP isotactique,* Lille: L'université des sciences et technologies.

Cayzac, H.-A., 2014. *Analyses expérimentale et numérique de l'endommagement matriciel d'un matériau composite : Cas d'un pultrudé thermoplastique renforcé de fibres de verre..* Paris: Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Chung, Y.-M. & Kamal, M. R., 2008. Morphology of PA-6 vibration welded joints and its effect on weld strength. *Polymer engineering and science,* pp. 240-248.

Chung, Y. M., 2006. *Microstructure of vibration welded joints of polyamide-6,* Montreal, Canada: McGill University.

Coquet, C., 2015. *Contrôle de la morphologie de matériaux polyamide cellulaire par la cinétique chmique et rhéologie,* Lyon: Université Claude Bernard.

Crank, J., 1983. *The mathematics of diffusion.* 2nd ed. éd. s.l.:Oxford University Press.

Creton, C., Kramer, E. J., Brown, H. R. & Hui, C. Y., 2001. Adhesion and fracture of interfaces between immiscible polymers: from the molecular to the continuum scale. *Advanced in polymer science,* Volume 126, pp. 53-136.

Dai, X. Y. & Bates, P. J., 2008. Mechanical properties of vibration welded short- and long-glass-fiber-reinforced polypropylene. *Composites: Part A,* Volume 39, pp. 1159-1166.

Damodoran, S. et al., 2015. Measuring the orientation of chains in PP welds by IR microscopy: A tool to understanc the impact of thermo-mechanical treatment and processing. *Polymer,* Volume 60, pp. 125-136.

Dausseins, J., 2015. *Etude du comportement à long terme d'accessoires en polyamide 66 utilisés dans les réseaux d'eau intérieurs,* Paris: Ecole doctorale Science des métiers de l'ingénieur.

De Gennes, P. G., 1971. *Journal of Chemical Physics,* Volume 55, p. 572.

Dray Bensahkoun, D., 2006. *Prediction of the thermoelastic properties of an injection molded short-fiber composite,* Paris: ENSAM.

DSM Engineering Plastics, 2011. *Vibration welding guide,* s.l.: s.n.

El Mazry, C., 2013. *Durabilité de produits innovants de robinetterie en polyamide 6,6.* Paris: Arts et Métiers Paristech.

El Otmani, R., 2009. *Etude du refroidissement d'un polymère chaud sur une paroi métallique froide : influence des paramètres d'interfaces.* s.l.:Ecole doctorale MEGA de Lyon.

Fayolle, B., 2001. *Fragilisation du PP induite par oxydation,* Paris: ENSAM.

Feldman, A. Y. et al., 2006. The Brill Transition in Trnascrystalline Nylon-66. *Macromolecules,* Volume 39, pp. 4455-4459.

Fetters, L. J. et al., 1994. Connection between polymer molecular weight, density, chain dimensions, and melt viscoelastic properties. *Macromolecules,* 27(17), pp. 4639-4647.

Fiebig, I. & Schoeppner, V., 2016. Influence of the initial fiber orientation on the weld strength in welding of glass fiber reinforced thermoplastic. *International Journal of polymer science.*

Fischer, E. W., 1978. Studies of srtucture and dynamics of solid polymers by elastic and inelastic neutron scattering. *Pure and Applied chemistry,* Volume 50, p. 1319.

Fischer, K., Document technique. *Materials for the fusible-core technique and half-shell technique,* Ludwigschafen, Germany: BASF.

Fond, C., Document scolaire. *A propos des formules du chaudronnier - Université de Strasbourg - CNRS.* [En ligne]
Available at: http://espace2christophe.chez.com/formules_chaudronnier.pdf

Fond, C. & G'sell, C., 2002. Localisation des déormations et mécanismes d'endommagements dans les polymères multiphasés. *Mécanique & industries,* 3(5), pp. 431-438.

Fontanille, M. & Gnanou, Y., 2009. Structure morphologique des polymères. *Techniques de l'ingénieur,* Issue AM 3038.

François-Heude, A., Richaud, E., Desnoux, E. & Colin, X., 2015. A general kinetic model for the photothermal oxidationof polypropylene. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry,* Volume 296, pp. 48-65.

Friedrich, K., 1983. Crazes and shear bands in semi-crystalline thermoplastics. *Advances in polymer science,* Volume 52/23, pp. 225-274.

Giraudeau, J., 2018. *Relations entre la microstructure et le comportement mécanique de matrices polyamide 66 injectées,* Paris: PSL Research University.

Griskey, R. & Lee, B., 1966. Thermally induced solid-state polymerisation in nylon 66. *Journal of applied polymer science,* Volume 10, pp. 105-111.

G'Sell, C. & Haudin, J.-. M., 1995. *Introduction à la mécanique des polymères.* s.l.:s.n.

Gurato, G., Fichera, A. & Grandi, F. Z., 1974. Crystallinity and polymorphism of 6-polyamide. *Die makromolekulare chemie,* Volume 175, pp. 953-975.

Gurson, A., 1977. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth. Part I: yield criteria and flow rules for porous ductile media.. *Journal of Engineering Materials and Technology,* Volume 99, pp. 2-15.

Haberkon, H., Illers, K. H. & Simak, P., 1979. Calorimetric Z-ray anf infra-red investigations on poly(hexamethylene adipamide). *Polymer bulletin,* Volume 1, pp. 485-490.

Haudin, J.-M., 2015. Développement de structures dans les polymères - Concepts généraux. *Techniques de l'ingénieur,* Volume AM 3120, p. 22.

Holmes, D. R., Bunn, C. W. & Smith, D. J., 1955. The crystal structure of polycaproamide: nylon 6. *Journal of polymer science,* Volume 17, pp. 159-177.

Horst, J. J. & Spoormaker, J. L., 1997. Fatigue fracture mechanisms and fractography of short glassfiber reinforced polyamide 6. *Journal of Materials Science,* 32(14), pp. 3641-3651.

Ibanes, C., 2003. *Relations structure-propriétés mécaniques de fibres de PA6 renforcés de nanoparticules organiques ou minérales,* Lyon: Ecole doctorale Matériaux .

Jang, Z., Uhlmann, D. R. & Vander Sande, J. B., 1985. Crazing in Polypropylene. *Polymer engineering and science,* pp. 98-104.

Jud, K., Kausch, H. H. & Williams, J. G., 1981. Fracture mechanics studies of crack healing and welding of polymers. *Journal of materials science,* Volume 16, pp. 204-210.

Kagan, V. A. & Roth, C., 2004. The effects of weld geometry and glass-fiber orientation on the mechanical performance of joints - Part I: Weld design issue. *Journal of reinforced plastics and composites,* Volume 23, pp. 167-175.

Kamal, M. R., Chung, Y.-M. & Gomez, R., 2008. Three-dimensional fiber orientation in vibration welded joints of glass fiber reinforced polyamide-6. *Polymer composites,* pp. 954-963.

Khanna, Y. P. & Kuhn, W. P., 1997. Measurement of crystalline index in nylons by DSC; Compexities and recommendations. *Journal of Polymer Science. Part B: Polymer Physics.,* Volume 35, pp. 2219-2231.

Khoury, F., 1966. The spherulitic crystallization of isotactic polypropylene from solution: on the evolution of monoclinic spherulites from dentritic chain-folded crystal precursors. *Journal of Research of the National Bureau of Standards,* Volume 70A, pp. 29-61.

Laiarinandrasana, L. et al., 2016. Structural versus microstructural evolution of semi-crystalline polymers during necking under tension: Influence of the skin-core effects, the relative humidity and the strain rate. *Polymer Testing,* Volume 55, pp. 297-309.

Landis, E. N. & Keane, D. T., 2010. X-ray microtomography. *Material characterization,* Volume 61, pp. 1305-1316.

Laun, S., Pasch, H., Longiéras, N. & Degoulet, C., 2008. Molar mass analysis of polyamides-11 and -12 by size exclusion chromatography in HFiP. *Polymer,* Volume 49, pp. 4502-4509.

Lee, J. & Roessler, L., 1997. Vibration welded composite intake manifolds - design considerations and material selection criteria.. *SAE Technical Paper Series,* pp. 27-37.

Lotz, B., Wittmann, J. C. & Lovinger, A. J., 1996. Structure and morphology of poly(propylene): a molecular analysis.. *Polymer,* 37(22), pp. 4979-4992.

Megally, A., 2005. *Modélisation de l'orientation de fibres..* s.l.:Ecole Nationale Supérieure des mines de Paris.

Mucha, M., Marszaľek, J. & Fidrych, A., 2000. Crystallization of isotactic polypropylene containing carbon black as a filler. *Polymer,* Volume 41, pp. 4137-4142.

Nicodeau, C., 2005. *Modélisation du soudage en continu de composites à matrice thermoplastique.* Paris: ENSAM.

Padden, F. J. & Keith, H. D., 1973. Mechanism for lamellar branching in isotactic polypropylene. *Journal of Applied Physics,* 44(3), pp. 1217-1223.

Paganin, D. et al., 2002. Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous oject. *Journal of Microscopy,* Volume 206, pp. 33-40.

Parodi, E., 2017. Glass transition temperature versus structure of PA6: A flash-DSC study. *Thermochimica Acta,* pp. 110-122.

Parrini, P., Romanini, D. & Righi, G. P., 1976. Melt rheology of some aliphatic polymaides. *Polymer,* Volume 17, pp. 377-381.

Patham, B. & Foss, P. H., 2011. Thermoplastic vibration welding: review of process phenomeology and processing-structure-property interrelationships. *Polymer engineering and science.*

Pawlak, A. & Galeski, A., 2005. Plastic Deformation of Crystalline Polymers: The Role of Cavitation and Crystal Plasticity. *Macromolecules,* pp. 9688-9697.

Plummer, C. J. G., 2004. Microdeformation and fracture in bulk polyolefins. *Advanced polymer science,* Volume 169, pp. 75-119.

Poulet, P. -. A., 2017. *Effet de la variabilité microstructurale sur le comportement d'un composite UD verre / PA11 : de la caractérisation expérimentale à la modélisation multi-échelle.* Paris: PSL Research University.

Raetech Corporation, Document technique. *Composite Intake Manifold Backfire Testing.* [En ligne]
Available at: https://www.raetech.com/Manifold/manifold.php

Redjeb, A., 2007. *Simulation numérique de l'orientation de fibres en injection de thermoplastique renforcé.* Paris: Ecole nationale supérieure des mines de Paris.

Regrain, C., 2009. *Comportement, endommagement et fissuration par fluage du PA6 : étude expérimentale et modélisation,* Paris: ENSMP.

Rolland, H., Saintier, N. & Robert, G., 2016. Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during microtomography tensile tests. *Composites Part B,* Volume 90, pp. 365-377.

Sato, N., Kurauchi, T., Sato, S. & Kamigaito, O., 1991. Microfailure behaviour of randomly dispersed short fibre reinforced thermoplatic composites obtained by direct SEM observation. *Journal of materials science,* Volume 26, pp. 3891-3898.

Schlarb, A. K. & Ehrenstein, G. W., 1989. The impact strength of butt welded vibration welds related to microstruture and welding history. *Polymer engineering and science,* 29(23), pp. 1677-1683.

Segouin, V., 2018. *Développement d'un outil de Corrélation d'Images Numériques pour la caractérisation du comportement piézoélectrique et férroélectrique.* Paris: Université Paris-Saclay.

Seguela, R., 2005. Critical Review of the Molecular Topology of Semicrystalline Polymers: the Origin and Assessment of Intercrystalline Tie Molecules and Chain Entanglements. *Journal of Polymer Science. Part B: Polymer Physics,* 43(14), pp. 1729-1748.

Selles, N., 2017. *Cavitation et rupture du Polyamide 6 sous état de contrainte multiaxial en traction monotone, fluage et fatigue. Dialogue entre imagerie 3D et modélisation par éléments finis.,* Paris: Université PSL.

Selles, N., Saintier, N. & Laiairinandrasana, L., 2016. Voiding mechanisms in semi-crystalline polyamide 6 during creep tests assessed by damage based constitutive relationships and finite elements calculations. *International Journal of Plasticity,* Volume 86, pp. 112-127.

Smith, G. D., Plummer, C. J. G., Bourban, E. & Manson, J.-A. E., 2001. Non isothermal fusion bonding of polypropylene. *Polymer,* Volume 42, pp. 6247-6257.

Starkweather, H. W., Zoller, P. & Jones, G. A., 1984. The heat of fusion of 66 nylon. *Journal of Polymer Science: Polymer Physics Edition,* Volume 22, pp. 1615-1621.

Stokes, V. K., 1988. Vibration Welding of Thermoplastics. Part I:Phenomenology of the Welding Process. *Polymer engineering and science,* 28(11), pp. 718-727.

Stokes, V. K., 1988. Vibration welding of thermoplastics. Part II: Analysis of the welding process. *Polymer engineering and science,* 28(11), pp. 728-739.

Stokes, V. K., 1997. Cross-thickness vibration welding of polycarbonate, polyetherimide, poly(butylene terephtalate), and modified polyphenylene oxide. *Polymer engineering and science,* 37(4), pp. 715-725.

Sutton, M. A. et al., 1983. Detemination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing,* 1(3), pp. 133-139.

Tvergaard, V., 1982. On localization in ductile materials containing spherical voids.. *International Journal of Fracture.,* 54(13), pp. 3471-3484.

Tvergaard, V. & Needleman, A., 1984. Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar.. *Acta Metallurgica,* Volume 32, pp. 157-169.

Vincent, M., 2019. *Modélisation de l'injection des polymères - Remplissage des moules.* Paris: Techniques de l'ingénieur.

Vincent, M., Devilers, E. & Agassant, J. -F., 1997. Fibre orientation calculation in injection moulding of reinforced thermoplastics. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics,* Volume 73, pp. 317-326.

Vite, M., 2009. *Relations entre microstructure, propriétés mécaniques et résistance à la rayure du polypropylène injecté,* s.l.: Université de Savoie.

Wojdyr, M., 2010. Fityk: a general-purpose peak fitting program. *Journal of applied crystallography,* Volume 43, pp. 1126-1128.

Wool, R. P., Yuan, B. -L. & Mcgarel, J., 1989. Welding of polymer interfaces. *Polymer engineering and science,* 28(19), pp. 1340-1367.

Wu, S., 1989. Chain structure and entanglement. *Journal of polymer science,* Volume 27, pp. 723-741.

Young, R. J. & Bowden, P. B., 1974. Twinning and martensitic transformations in oriented high-density polyethylene. *Philosophical Magazine,* 29(5), pp. 1061-1073.

HESAM UNIVERSITÉ

Eeva MOFAKHAMI

Arts et Métiers Sciences et Technologies

Effets du soudage par vibration sur la microstructure et le comportement en traction de polymères semi-cristallins renforcés par des fibres de verre

Résumé

Le soudage par vibration est un procédé largement utilisé dans l'industrie automobile pour assembler des pièces en polymère. Lorsque la matière à souder ne contient pas de renforts, le coefficient de soudage, défini comme le rapport entre la contrainte à la rupture du matériau soudé et celle du matériau non soudé est proche de 1. En revanche, il devient difficile d'obtenir des coefficients de soudage dépassant 0,6 lorsque le matériau contient des fibres de verre. Afin de mieux comprendre pourquoi, différents grades de polyamide (PA) 6 et 66 renforcés à 30% de fibres ainsi que du polypropylène (PP) à 0, 20, 35 et 50% de fibres ont été injectés en plaques et soudées par vibration. Pour les échantillons en PA, des corrélations sont obtenues entre la contrainte à la rupture des assemblages soudés et l'orientation des fibres mais aussi avec l'épaisseur de la zone soudée déterminée par tomographie RX. L'étude sur les échantillons en PP indique que des cavités, probablement nocives, sont présentes uniquement dans la zone soudée des polymères renforcés. Leur présence est alors principalement attribuée à la réorientation des fibres pendant l'opération de soudage. Enfin, une simulation par éléments finis du comportement mécanique jusqu'à la rupture a été réalisée sur une éprouvette maillée comprenant une zone soudée. Les résultats obtenus mettent en exergue un phénomène d'amplification et de redistribution des contraintes dans la zone soudée en raison du confinement. Cette triaxialité générée favorise la croissance et la coalescence des cavités dans la zone soudée expliquant ainsi l'affaiblissement de la contrainte macroscopique uniaxiale à la rupture.

Mots clés : Soudage, Polymère, Thermoplastique, Composites, Mécanique, Modélisation

Résumé en anglais

Vibration welding is a common process used in automotive industry to assembly polymer parts. For pristine polymers, welding ratio, defined as the ratio between weld strength and tensile strength of non-welded material, is close to 1. However, for glass-fiber reinforced polymers, welding ratios are around 0.6 at best. In order to understand this discrepancy, several grades of polyamide (PA) 6 and 66 reinforced with 30% glass fibers as well as polypropylene (PP) with 0, 20, 35 and 50 % glass fibers have been injected in plates and vibration welded. A linear relationship was obtained between tensile strength of welded and non-welded PA specimens and their glass fiber orientation. Correlations were also found when plotting weld strength of samples regarding their welded zone thickness. In addition, voids are present only in the welded zone of glass fiber reinforced specimens, indicating that these voids are due to reorientation of fibers during the welding process. Finally, finite element modeling of mechanical behavior up to failure has been applied on a meshed specimen with a welded zone. Results show an amplification and distribution of stresses in the three directions inside the welded zone due to geometrical confinement. This generated triaxiality promotes growth and coalescence of cavities in the welded zone, explaining the weakening of the macroscopic uniaxial stress at failure.

Keywords : Welding, Polymer, Thermoplastic, Composite, Mechanic, Modeling