

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieures et de la Recherche Scientifique

BADJI MOKHTAR UNIVERSITY
UNIVERSITE BADJI MOKHTAR



جامعة باجي مختار عنابة

Année 2019

Faculté des Sciences

Département de Physique

Thèse

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

Doctorat en Sciences

Thème :

***Modélisation et caractérisation des polymères
(films anti brise) par différentes techniques***

Option : Physique des matériaux et applications

Par

Hacene LAZRI

Directeur de thèse

Amar. BOUDOUR

Prof. U. Annaba

Co-Directeur de thèse

Youcef BOUMAIZA

Prof. U. Annaba

Devant le jury :

Président du Jury :

Ahmed OUARI

Prof. U. Annaba

Examineur

Erick OGAM

Prof. LMA-CNRS Marseille France

Examineur

Abdelhani BOUKROUCHE

Prof. U. Guelma

Examineur

Hacene CHADLI

Prof. E.N.S M.M Annaba

REMERCIEMENTS

Cette étude a été effectuée au Laboratoire d'Elaboration et d'Analyse des Matériaux (LEAM), Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar, Annaba et le Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (LMA), CNRS-Marseille.

Je tiens à remercier Monsieur le professeur Moustapha BENCHIHEB de m'avoir accueilli dans son laboratoire et de m'avoir permis de travailler dans de bonnes conditions qui m'ont incité à m'investir pleinement.

Mes remerciements vont également à Monsieur Erick AGAM, Professeur au Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (LMA), CNRS-Marseille de m'avoir accueilli dans son laboratoires et dont les travaux dans le domaine de l'acoustique font autorité (étude des problèmes mal posés ou par problème inverse), pour la qualité de son encadrement, pour l'originalité du travail qu'il m'a proposé et de la méthodologie à suivre, pour son engagement constant dans mon travail. D'avoir accepté de ce déplacer et de faire partie du jury de cette thèse malgré ses occupations, j'exprime mes sentiments très respectueux et reconnaissants.

Je suis tout particulièrement reconnaissante à Monsieur le professeur Amar BOUDOUR d'avoir accepté de suivre mon travail de thèse. Je le remercie pour son encadrement, pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail, pour son assistance, ses conseils et sa compréhension, pour sa disponibilité et sa sollicitude tout au long de ce travail. Je salue son esprit critique et ses encouragements qui m'ont permis de mener à bien ce travail de thèse.

Mes remerciements vont aussi à mon co-directeur de thèse, Youcef BOUMAIZA qui à accepté de diriger cette thèse et m'a fait profiter de ses compétences scientifiques durant toutes ces années. Merci pour la confiance qu'il m'a témoigné en me laissant suffisamment d'autonomie dans la progression de mon travail et pour sa disponibilité et sa sollicitude tout au long de ce travail. Je salue son esprit critique qui m'a permis de mener à bien ce travail de thèse.

Je tiens à remercier vivement Monsieur le professeur Ahmed OUARI de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury, et de m'avoir aidé dans la réalisation de ce travail.

Que Monsieur Abdelhani BOUKROUCHE Professeur à l'Université de Guelma reçoive mes remerciements pour l'intérêt qu'il a porté à cette thèse et les critiques concernant la partie traitement du signal et étude des problèmes mal posé (problème inverse).

Je suis très sensible à l'intérêt que Monsieur Hacene CHADLI, Professeur à l'Ecole Supérieure des Mines et de Métallurgie, a bien voulu apporter à cette thèse en acceptant de faire partie de ce jury et je l'en remercie vivement.

Je ne peux oublier les discussions fructueuses j'ai pu avoir avec monsieur Lakhdar DEBOUB (MAA) Département de Physique Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar, Annaba.

J'adresse ici mes remerciements à monsieur Badreddine CHABI directeur de la SARL MK-Kods, ses ingénieurs et ses techniciens qui nous ont fournies les échantillons nécessaires pour la réalisation de cette thèse

De nombreux membres du laboratoire LEAM m'ont aidé pendant la préparation de cette thèse. Je tiens à les remercier pour leurs soutiens.

Mes remerciements vont aussi à Mohamed BOULKRAA qui a très souvent répondu à mes différents besoins techniques ou matériels.

J'exprime ma profonde reconnaissance et mes remerciements à toutes les personnes que je n'ai pas citées et qui m'ont aidée à entreprendre et à réaliser ce travail de thèse que ce soit de près ou de loin.

ملخص

تقدم هذه الأطروحة بعض الأساليب التجريبية والنظرية، المصممة لدراسة السلوك الميكانيكي لأفلام وصفائح البوليمرات الحرارية، سمكها يتراوح بين 100 ميكرون و 750 ميكرون ، 3 ملم و 5 ملم على التوالي. أولاً ، نقدم أساساً تصميم واستخدام تجربة المعاينة الغير هدامة لاختبار هذه المواد الموضوعة على شرائح مغموسة في سائل. نوضح أن هذه التقنية تسمح بقياس معامل الانعكاس $R(f)$ ، والذي يسمح بتحديد كثافات المواد وخواص المرونة (معامل يونغ ومعامل بواسون).

في الجزء الثاني، نستخدم تقنية الأشعة السينية (DRX) لتوضيح العلاقة بين التركيبة البلورية والسلوك الميكانيكي للمواد البوليميرية. نناقش أيضاً دور الأشعة فوق البنفسجية في تدهور الخواص الميكانيكية لألواح البوليمر (بولي كربونات).

أخيراً، من أجل توضيح دور أفلام وألواح البوليمر في أداء مقاومة التصادم عالية السرعة للزجاج الرقائقي ، تم تطوير العديد من النماذج من هذا الأخير وإخضاعها لتجارب ميكانيكية وبالسوية. **كلمات مفتاحية:** البوليميرات، السلوك الميكانيكي، المعاينة الغير هدامة، الخواص البلورية، الزجاج الرقائقي.

Résumé

Cette thèse présente quelques approches expérimentales et théoriques, destinées à étudier le comportement mécanique des films et des plaques polymères thermoplastique, d'épaisseurs comprise entre 100 μm et 750 μm , 3mm et 5mm respectivement. Dans un premier temps on présente principalement la conception et l'exploitation d'une expérience de contrôle non destructif (CND) de ces films, posés sur des substrats émergés dans un fluide. On montre que cette technique permet de mesurer le coefficient de réflexion $R(f)$, qui permet de déterminer les constantes élastiques (le module de Young (E) et le coefficient de poisson (ν)) et la densité (ρ) de ces matériaux.

Dans une seconde partie, on présente la relation entre la structure cristallographique et le comportement mécanique des matériaux polymères, en utilisant la technique de caractérisation, diffraction des rayons X (DRX). Le rôle de rayonnement ultraviolet UV dans la dégradation des propriétés mécaniques des plaques polymères (polyéthylène polycarbonate) est également abordé.

Enfin et pour bien illustrer l'apport des films et des plaques polymères au verre feuilleté, en termes de résistance aux chocs à grande vitesses, plusieurs configurations de ce dernier ont été élaborées et soumises à des tests mécaniques et balistiques.

Mots clés : polymères, comportement mécanique, contrôle non destructif, caractérisation structural, verre feuilleté.

Abstract

This thesis presents some experimental and theoretical approaches, designed to study the mechanical behaviour of thermoplastic polymers films and sheets, with thicknesses between 100 μm and 750 μm , 3mm and 5mm respectively. Firstly, we present the design and the use of a non-destructive experiment to test films placed on substrates submerged in a fluid. We show that this technique allows measuring the reflection coefficient $R(f)$, which allows one to determine the materials densities and the elastics constants (the Young modulus and the Poisson's coefficient).

In a second part, we use the X-ray diffraction (XRD) characterization technique to present the relationship between the crystallographic structure and the mechanical behaviour of polymeric materials. The role of ultraviolet radiation in the degradation of the mechanical properties of polymer sheets (polycarbonate) is also discussed.

Finally, in order to illustrate the role of polymer films and sheets to perform high-speed impact resistance of laminated glass, several configurations of this were later developed and followed by mechanical and ballistic tests.

Keywords: polymers, mechanical behavior, non-destructive testing, structural characterization, laminated glass.



SOMMAIRE

Sommaire

I.	CHAPITRE I.....	18
I.1	Propagation des ondes élastiques dans un milieu élastique isotrope.....	19
I.1.1	Introduction	20
I.1.2	Propagation d'une onde acoustique dans un fluide	20
I.1.3	Introduction à la théorie de l'élasticité.....	23
I.1.4	Les tenseurs de contrainte	24
I.1.5	La déformation	25
I.1.6	La relations Contrainte-déformation pour un milieu élastique isotrope	26
I.1.7	Onde acoustique dans les solides	27
I.1.8	Interaction onde acoustique/matière.....	29
I.1.9	<i>Coefficient de réflexion $R(\theta)$des ondes acoustique à une interface liquide/solide</i>	29
II.	Polymères de protection du verre contre les chocs de faible et de grande vitesse (PVB, PET et PC)	34
II.1	Présentation des matériaux	35
II.1.1	Introduction	35
II.1.2	Films intercalaires polymères PVB.....	35
II.1.3	Synthèse de Polyvinyle de butyral (PVB).....	35
II.1.4	Applications et propriétés de poly(vinyl butyral) (PVB).....	36
II.1.5	Films polymères de sécurité.....	37
II.1.6	Synthèse de poly (éthylène téréphtalate) (PET)	37
II.1.7	Propriétés de poly (éthylène téréphtalate) (PET)	38
II.1.8	Plaques polycarbonates (PC).....	39
II.1.9	Synthèse de polycarbonate (PC)	39
II.1.10	Propriétés de polycarbonate (PC).....	40
II.2	Conclusion	40
III.	Chapitre II : Développement des méthodes théoriques et expérimentales ultrasonore pour la caractérisation des films polymères.....	41
III.1	Introduction.....	42
III.2	Méthode expérimentale.....	44
III.2.1	Équipements et montage :	44
III.3	Mesure de coefficient de réflexion.....	45
III.4	Paramétrage de la manipulation.....	46
III.5	Protocole expérimental	46
III.6	Films polymère	46

III.6.1	Le Polyéthylène Téréphtalate (PET) :	46
III.6.2	Le poly (butyral de vinyle) (PVB):	47
III.7	Tests réalisés	47
III.8	Coefficient de réflexion	47
III.9	Mesure du coefficient de réflexion pour la configuration verre/cuivre, verre/Acier et verre/Aluminium	48
III.10	Mesure du coefficient de réflexion d'un film polymère	49
III.10.1	Film PET 100 μm / Acier (250 x 60 x 20 mm)	49
III.10.2	Film PET 100 μm /cylindre d'Aluminium	49
III.10.3	Film PET 100 μm /verre (300x300x8mm)	50
III.10.4	Film (polybutyral de vinyle) 380 μm (PVB) /plaque de Verre (300x300x8).	50
III.10.5	Film poly(butyral de vinyle) (PVB) - 450 - μm /plaque de Verre (300x300x8).	50
III.10.6	Film PVB - 750 μm / plaque de Verre (300x300x8).	51
III.11	Analyse des résultats expérimentaux	51
III.11.1	Atténuation et interférence des signaux temporelles	51
III.11.2	Effet du substrat sur le coefficient de réflexion	52
III.11.3	Effet d'adhérence entre le film et le substrat sur le coefficient de réflexion.	52
III.12	Modèle théorique	53
III.13	Relation entre le module de Young (E_s), Module d'onde de compression (M_s) et le coefficient de Poisson (ν_s) [14]	54
III.14	Calcul du coefficient de réflexion	55
III.14.1	Couche immergé dans un fluide (Équations de mouvement)	55
III.14.2	Coefficient de réflexion pour une couche immergée dans un fluide	56
III.14.3	Détermination du coefficient de réflexion de la couche	58
III.14.4	Film collé sur un substrat	59
III.14.5	Conditions aux limites	60
III.14.6	Film posé sur un substrat	61
IV.	Résultats expérimentaux et théoriques	62
IV.1	Film PET 100 μm collé sur un substrat (cylindre) d'Aluminium	62
IV.2	Film PET 100 μm collé sur un substrat d'Aluminium (plaque)	63
IV.3	Film PET 100 μm collé sur un substrat de Verre (plaque 8mm)	63
IV.4	Film 200 μm collé sur un substrat (cylindre) d'Aluminium	64
IV.5	Film PET 100 μm posé sur un substrat d'Aluminium (plaque)	64
IV.6	Film PVB 380 μm posé sur un substrat de Verre (plaque 8mm)	65
IV.7	Film PVB 450 μm posé sur un substrat de Verre (plaque 8mm)	65
IV.8	Film PVB 750 μm posé sur un substrat de Verre (plaque 8mm)	66

V. Le problème inverse et la fonction coût pour la reconstruction des paramètres mécaniques du film mince (PVB).....	66
V.1 Résultats.....	68
V.1.1 Films PVB (450 µm).....	68
V.1.2 Film PET (100 µm).....	69
V.1.3 Film PCL 200 µm.....	70
VI. Conclusion.....	71
VII. Chapitre III : Analyse physique et mécanique des films et des plaques polymères	72
VII.1 Introduction.....	73
VII.2 Analyse par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	73
VII.2.1 Analyse des films de sécurité de poly(téréphtalate d'éthylène) ou PET.....	73
VII.2.2 Analyse des plaques de polycarbonate et du PMMA.....	74
VII.3 Analyses du film de sécurité PET par DSC.....	75
VII.4 Analyse par diffractométrie X (DRX).....	75
VII.4.1 Analyse structurale de poly(téréphtalate d'éthylène).....	76
VII.4.2 Analyse structurale de polycarbonate.....	77
VII.5 Indentation des plaques de polycarbonate.....	78
VII.5.1 Principe de l'indentation :.....	79
VII.5.2 Les indenteurs.....	80
VII.5.3 Indenteur Rockwell HRB.....	81
VII.5.4 Déformation au voisinage d'une empreinte.....	82
VII.5.5 Comportement des polymères à l'indentation.....	83
VII.5.6 Champs de contraintes induites par l'indentation Rockwell:.....	83
VII.6 Analyse statistique de la résistance à la rupture.....	84
VII.7 Procédure expérimentale.....	84
VII.7.1 Objectif du travail Déformation au voisinage d'une empreinte.....	84
VII.7.2 Dispositif d'indentation.....	84
VII.7.3 Microdureté -Résultats.....	86
VII.8 Essais de traction.....	87
VII.8.1 Définition.....	87
VII.8.2 Principe de l'essai.....	89
VII.9 Discussions des résultats.....	90
VII.10 Photo-vieillissement des plaques de PC.....	91
VII.10.1 Définition.....	91
VII.10.2 Le photo-vieillissement.....	91

VII.10.3	Photo-vieillessement accéléré	92
VII.10.4	Montage expérimentale	92
VII.10.5	Essais de dureté	93
VII.11	Résultats et discussions.....	93
VII.11.1	Effet de l'indentation en fonction du temps de vieillissement	93
VII.12	Résultats et discussions.....	94
VII.13	Essais traction sur Polycarbonate transparent 2.5 mm.....	95
VII.14	Conclusion	96
VIII.	Montage et test du verre feuilleté utilisé pour la protection contre les chocs de basse et de haute vitesse.....	97
VIII.1	Première partie: Fabrication du verre feuilleté utilisé pour la protection contre les chocs de basse vitesse.	99
VIII.1.1	Introduction	100
VIII.1.2	Verre feuilleté	100
VIII.1.3	Préparation des éprouvettes (Verre/PVB/Verre)	101
VIII.1.4	Protocole de montage des éprouvettes de verre feuilleté.....	101
VIII.1.5	Gamme de sollicitation	102
VIII.1.6	Étapes d'essais	104
VIII.1.7	Résultats des tests	108
VIII.1.8	Conclusion	115
VIII.2	Deuxième partie : Montage et test du verre feuilleté utilisé pour la protection contre les chocs de haute vitesse.	116
VIII.2.1	Introduction	117
VIII.2.2	Préparation des éprouvettes en verre feuillète pour les tests balistiques	117
VIII.2.3	Verre feuilleté classique	119
IX.	IV.3.2 Caractéristiques des armes utilisées pour les tests	119
IX.1.2	Tests balistiques (Nouvelle configuration du verre feuilleté)	121
IX.1.3	Résultats des tests balistiques.....	122
IX.1.4	Test de durabilité.....	124
IX.1.5	Conclusion.....	126
IX.1.6	Recommandations	127
X.	Conclusion générale	128
XI.	Annexe 01	136

Liste des figures

Liste des figures : Chapitre I

Figure I. 1 : Schématisation d'un corps en état d'équilibre	24
Figure I. 2: les trois forces exercées sur les faces du cube.	25
Figure I. 3: Configuration géométrique des différentes ondes	30
Figure I. 4: Interface entre un liquide (milieu 1) et un solide (milieu 2).	31
Figure I. 5: Amplitude et Phase du pouvoir réflecteur $R(\theta)$	33
Figure I. 6: Synthèse du poly(butyracétate de vinyle) (PVB) à partir d'alcool polyvinylique et du butyraldéhyde.	36
Figure I. 7: Motif de répétition du polyéthylène téréphtalate.	37
Figure I. 8: Synthèse du PET à partir de l'acide téréphtalique	37
Figure I. 9: Motif de répétition du polycarbonate.....	39
Figure I. 10: Synthèse du polycarbonate (bisphénol A + le phosgène).	39
Figure I. 11: Synthèse du polycarbonate (bisphénol A + carbonate de diphenyle).	40

Liste des figures : Chapitre II

Figure II. 1: Signal temporel du champ réfléchi de la configuration film/verre.....	43
Figure II. 2: Atténuation des signaux pour deux films de	43
Figure II. 3: Schéma du montage utilisé pour mesurer le coefficient de réflexion	44
Figure II. 4: Technique utilisé pour mesurer le champ incident de l'onde acoustique.....	45
Figure II. 5: Signale réfléchi d'un substrat de verre posé sur une plaque d'Aluminium et signal incident sur la même plaque d'Aluminium posée sur le substrat de verre.....	45
Figure II. 6: Dispositif pour mesurer le coefficient de réflexion.....	47
Figure II. 7: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour substrat de verre de (50 mm x 20 mm x 1mm) posé sur une plaque d'Acier (250 mm x 60 mm x 20mm), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.....	48
Figure II. 8: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un Substrat de verre de (50x20x1mm) posé sur une plaque d'Aluminium (100x50x7mm), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.	48
Figure II. 9: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PET100 μ m	49
Figure II. 10: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PET 100 μ m semi-cristallin	49
Figure II. 11: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PET 100 μ m semi cristallin collé sur plaque de Verre (300x300x8mm), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.	50
Figure II. 12: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PVB - 380 μ m posé sur substrat plaque de verre (300x300x8), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.....	50
Figure II. 13: a) Amplitude due coefficient de réflexion pour un film PVB - 450 μ m posé sur substrat plaque de Verre (300x300x8), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.	50
Figure II. 14: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PVB 750 μ m posé sur substrat plaque de Verre (300x300x8), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.	51
Figure II. 15: Atténuation du signal temporel.....	51
Figure II. 16: Ecart entre les deux amplitudes de coefficient de réflexion	52
Figure II. 17: Ecart entre les deux amplitudes.....	52
Figure II. 18: Représentation géométrique de la propagation des ondes.....	55
Figure II. 19: Représentation géométrique de la propagation des ondes.....	56
Figure II. 20 : Amplitude du coefficient de réflexion calculé.....	59
Figure II. 21: Représentation géométrique de la propagation des ondes dans une couche	59
Figure II. 22: Amplitude du coefficient de réflexion calculé pour une couche	61
Figure II. 23: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche	62
Figure II. 24: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche	63
Figure II. 25: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche	63
Figure II. 26: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche	63

Figure II. 27: Amplitude de coefficient de réflexion calculée pour une couche.....	64
Figure II. 28: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche	64
Figure II. 29: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche	65
Figure II. 30: Amplitude de coefficient de réflexion calculée pour une couche (film polymère) posé sur un substrat de verre émergé dans l'eau.	65
Figure II. 31: Amplitude de coefficient de réflexion calculée pour une couche (film polymère) posé sur un substrat de verre émergé dans l'eau.	66
Figure II. 32: Fonction coût pour la récupération des trois paramètres mécaniques du PVB (450 µm), a) la densité, b) module de Young, c) Coefficient de Poisson et d) comparaison entre le coefficient de réflexion mesuré (bleu discret) et calculé (rouge continu).....	68
Figure II. 33: Fonction coût pour la récupération des trois paramètres mécaniques du PVB (450 µm), a) la densité, b) module de Young, c) Coefficient de Poisson et d) comparaison entre le coefficient de réflexion mesuré (bleu discret) et calculé (rouge continu).....	69
Figure II. 34: Fonction coût pour la récupération des trois paramètres mécaniques du Polycaprolactone (PCL) (200 µm), a) la densité, b) module de Young, c) Coefficient de Poisson et d) comparaison entre le coefficient de réflexion mesuré (bleu discret) et calculé (rouge)	70

Liste des figures : Chapitre III

Figure III. 1: Spectre FTIR des trois films de PET : a) 100 µm ; b) 175 µm; c) (2) 100 µm	74
Figure III. 2: Spectre FTIR d'une plaque de PC 5 mm.....	74
Figure III. 3: Thermogramme DSC d'un échantillon de PET de 175 µm d'épaisseur	75
Figure III. 4: Diffractométrie de rayons X (DRX) pour un film : A) PET (1) 100 µm, B) PET (2) 100 µm, C) PET 175 µm et D) PET de référence (2014 International Centre for Diffraction Data).....	77
Figure III. 5: Diffractométrie des rayons X (DRX) plaque PC : A) 5 mm, B) 3.5 mm et C) référence (2014 International Centre for Diffraction Data).	78
Figure III. 6: Schéma de l'essai d'indentation.....	79
Figure III. 7: Description d'un essai d'indentation piloté en effort (vitesse de chargement et déchargement constantes), (a) Mouvement de l'indenteur et interaction avec la matière, (b) Charge en fonction du temps [BERN 06].....	80
Figure III. 8: Courbe effort-déplacement d'un essai d'indentation.....	80
Figure III. 9: Principe d'indentation Rockwell.....	81
Figure III. 10: Principe de la déformation par l'indenteur Rockwell HRB [14].	81
Figure III. 11: Exemples de déformation d'une empreinte d'indentation Vickers [16, 18].....	83
Figure III. 12: Microduromètres universel : a) NEXUS 7501, b) MITUTOYO HV 104.....	85
Figure III. 13: Empreintes obtenus sur des plaques de Polycarbonate par essais	86
Figure III. 14: Machine de traction type EZ20	87
Figure III. 15: Dimensions des échantillons pour l'épaisseur, T, mm	87
Figure III. 16: dessin et dimensionnement des éprouvettes par le logicielle GALAAD 3.....	88
Figure III. 17 Technodrille 03 utilisé pour le découpage de l'éprouvette.	88
Figure III. 18: courbe de traction du polycarbonate avant vieillissement.....	90
Figure III. 19: Schéma du dispositif expérimental utilisé pour étudier	93
Figure III. 20: Courbes de dispersion de la dureté en fonction	94
Figure III. 21: Empreinte de pénétrateur dû à l'effet de vieillissement du polycarbonate	94
Figure III. 22: Courbes contrainte-déformation sur du PC 2.5 mm, obtenue.....	95
Figure III. 23: Courbes contrainte-déformation sur du PC 3.5 mm, obtenue.....	95
Figure III. 24: Courbes contrainte-déformation sur du PC 4 mm, obtenue.....	96

Liste des figures : Chapitre IV

Figure IV. 1: Verre/PVB/Verre, 3 mm/0,76 mm/3 mm.....	100
Figure IV. 2: Cycle de traitement des éprouvettes en	102
Figure IV. 3: Condition de fixation des éprouvettes, pour le Choc unique.....	103
Figure IV. 4: Condition de fixation des éprouvettes pour le Choc répété.....	103

Figure IV. 5: Schématisation du procès d'impact perforant par un projectile sphérique.....	104
Figure IV. 6: Premier test	105
Figure IV. 7: Impact d'une bille en acier de (500 ± 10) g chutant de 150 cm sur un vitrage feuilleté, les bords du feuilleté sont libres. (300mm par 300mm, sur un bâti cubique de 320mm*320mm).....	105
Figure IV. 8: Fissuration des éprouvettes en fonction du nombre de chocs pour h = 1,50m.	106
Figure IV. 9: Rupture des plis de verre dans l'épaisseur.....	106
Figure IV. 10: Micrographies optiques d'indentations Vickers (30N) sur des verres silico-sodocalciques (gauche) et des verres de silice (droite). (a) surface libre, (b) vue de profil. Les fissures sont désignées par M (médiane), L (latérale) et C (cône de Hertz).....	107
Figure IV. 11: Impact d'une bille en acier de 500 grammes chutant de 150 cm	107
Figure IV. 12: Profil de fissuration et de déchirure d'un vitrage 33.2, 300 mm	108
Figure IV. 13: Chocs répétés, Séquences de la chute de la bille de (500 ± 1) g de l'électroaimant jusqu'au point d'impact. (Instant de chute à l'instant t. et sur une hauteur de 150 cm).	110
Figure IV. 14: Fragments dû aux chocs répétés sur le verre plats sous	111
Figure IV. 15: Choc unique sur la 1ère et la 2ème face du feuilleté.....	111
Figure IV. 16: Débris de verre après un choc unique sur les deux faces.....	112
Figure IV. 17: Flèche après le choc sur la face 1.	113
Figure IV. 18: Flèche après le choc sur la face 2	113
Figure IV. 19: Fragmentation (a) face d'attaque (b) effet de l'impact.....	113
Figure IV. 20: Chronologie des séquences prises à partir.....	114
Figure IV. 21: Dimensionnement de prototype de verre feuilleté pare-balle élaboré	117
Figure IV. 22: Tunnel de tir pour tests balistique avec arme de type AK-47.....	119
Figure IV. 23: Impacts sur l'échantillon N°1 après le premier et le deuxième tir (arme AK-47).....	120
Figure IV. 24: Impact sur l'échantillon N°2 (face avant) après le premier tir (arme AK-47).....	120
Figure IV. 25: Champ de tir pour tests balistique avec une arme	121
Figure IV. 26: Échantillon N°1 après trois tirs (arme AK-47, 7.62x39 mm).	122
Figure IV. 27: Échantillon N°2 après trois tirs (arme AK-47, 7.62x39 mm).	122
Figure IV. 28: Figure 27: Échantillon N°3 après trois tirs (arme BERETTA 9 mm).....	122
Figure IV. 29: Échantillon N°4 après trois tirs (arme BERETTA 9 mm).....	123
Figure IV. 30: Échantillon N°5 après trois tirs (arme AK-47, 7.62x39 mm).	123
Figure IV. 31: Échantillon N°6 après trois tirs (Arme AK-47et BERETTA.	123
Figure IV. 32: Échantillon N°7 après trois tirs (arme BERETTA 9 mm).....	123
Figure IV. 33: Montage expérimentale de test à haut température (LICB/DAC/CRD-GN), (a) éprouvette, (b) étuve de traitement.....	125
Figure IV. 34: Inspection d'échantillon après traitement thermique.....	125
Figure IV. 35: inspection d'l'échantillon après le test d'humidité	126

Liste des tableaux

Liste des tableaux : Chapitre II

<i>Tableau II. 1: Vitesse longitudinale et paramètres mécanique mesuré pour des films de PVB.....</i>	<i>68</i>
<i>Tableau II. 2: Les valeurs des paramètres mécaniques mesurés et</i>	<i>69</i>
<i>Tableau II. 3: Les valeurs des paramètres mécaniques mesurés et la vitesse longitudinale pour le film (PCL) de 200 µm.</i>	<i>70</i>

Liste des tableaux : Chapitre III

<i>Tableau III. 1: Paramètres des cristaux constituant le film de poly(téréphtalate d'éthylène) PET (100).</i>	<i>77</i>
<i>Tableau III. 2: Taux de cristallinité (Diffraction peaks) poly(téréphtalate d'éthylène) PET (100, 100 et 175 µm).</i>	<i>77</i>
<i>Tableau III. 3: Taux de cristallinité (Diffraction peaks) polycarbonate 3.5mm et 5 mm.....</i>	<i>78</i>
<i>Tableau III. 4: Différentes géométries d'indenteurs utilisées en indentation instrumentée[16].....</i>	<i>82</i>
<i>Tableau III. 5: Dureté Rockwell d'un film de PET de : 100 µm et 175 µm.....</i>	<i>86</i>
<i>Tableau III. 6 : Résultats de la mesure de dureté des trois (03) échantillons.....</i>	<i>86</i>
<i>Tableau III. 7: Dimensions des éprouvettes selon la norme D638 – 14.....</i>	<i>88</i>
<i>Tableau III. 8: Résultats de l'exécution d'essai de traction film de poly(éthylène téréphtalate).....</i>	<i>90</i>
<i>Tableau III. 9: Résultats de l'exécution d'essai de traction plaque polycarbonate 3.5 er 5 mm.....</i>	<i>90</i>

Liste des tableaux : Chapitre IV

<i>Tableau IV. 1: Effet du choc répété.....</i>	<i>110</i>
<i>Tableau IV. 2: Caractéristiques du verre feuilleté de type configuration classique.</i>	<i>117</i>
<i>Tableau IV. 3: composition des éprouvettes de la nouvelle configuration.....</i>	<i>119</i>
<i>Tableau IV. 4: Caractéristiques des armes utilisées dans les tests balistiques.....</i>	<i>119</i>
<i>Tableau IV. 5: Tests balistiques obtenus sur la série d'échantillon N°1 et 2 des feuilletés (configuration classique).....</i>	<i>121</i>
<i>Tableau IV. 6: Résultats obtenus après tests balistiques sur les nouvelles configurations.....</i>	<i>124</i>

Liste des symboles

Symbole	Désignation
k	Nombre d'onde
l	Épaisseur de la couche
σ	Contrainte mécanique
ε	Déformation
v	Vitesse
u	Déplacement
λ	Coefficient de Lamé
T	Température
T_f	Température de fusion
T_g	Température de transition vitreuse
θ	Angle d'incidence ou de réflexion ou de réfraction
θ_c	Angle critique
θ_R	Angle du mode de Rayleigh
θ_L	Angle du mode longitudinal
θ_T	Angle du mode transversal
ρ	Densité
Φ	Champ acoustique scalaire
Ψ	Champ acoustique vectoriel
V_f	Vitesse du liquide de couplage
V_L	Vitesse longitudinale
V_T	Vitesse transversale
V_R	Vitesse de Rayleigh
E	Module de Young
G	Module de Cisaillement
ν	Coefficient de Poisson
$R(\theta)$	Coefficient de réflexion
$V(z)$	Signature acoustique
FFT	Transformée de Fourier rapide
ω	Pulsation
F	Fréquence
PET	poly(téréphtalate d'éthylène)
PC	polycarbonate
PVB	Poly (vinyl butyral)
PMMA	poly(méthacrylate de méthyle)
PCL	polycaprolactone

Introduction générale

Dans les domaines industriels de pointe (automobile, aéronautique, nucléaire, etc.), l'évaluation et la caractérisation des matériaux est un point clé pour la maîtrise de la durabilité et de la fiabilité des pièces et matériaux en service. Dans cette perspective, il est nécessaire non seulement de quantifier les paramètres mécaniques, module de Young (E), module Cisaillement (G), le coefficient de Poisson (ν), ...etc. mais aussi d'identifier les différents paramètres qui sont responsables du bon fonctionnement de ces matériaux. Il est donc indispensable de bien caractériser les matériaux et définir les indicateurs les plus sensibles à la présence d'un endommagement afin de prévenir leurs vieillissements et de les utiliser de manière optimale.

Pour répondre à cette problématique, les méthodes acoustiques sont intéressantes en raison de leurs aspects non-destructifs. Ainsi, les ondes ultrasonores ont montré leurs aptitudes à caractériser les matériaux en état de fonctionnement.

Dans cette étude on s'intéresse aux films polymères qui sont utilisés dans la composition du verre feuilleté sécurité qui fait partie de notre vie quotidienne. Les applications du verre sont multiples. Il a été utilisé dans les maisons pendant environ deux mille ans et dans les véhicules depuis plus d'un siècle pour sa transparence et son élégance. Cependant, son utilisation est limitée à cause de sa mauvaise résistance mécanique et sa mauvaise isolation thermique et acoustique, [I-01], [I-02]. Ce n'est que grâce à certaines améliorations de ces propriétés que le verre a été adapté pour être utilisé comme l'un des principaux matériaux de construction dans le bâtiment (buildings, façades des banques ...etc.) et en particulier dans les véhicules.

Le verre feuilleté est composé généralement de deux ou plusieurs feuilles de verre liées entre elles avec une intercalaire en polymère, généralement le Polyvinyle Butyral (PVB), le poly-téréphtalate d'éthylène (PET), le Polycarbonate (PC), le poly-méthacrylate de méthyle (PMMA), ...etc. Ces derniers, en cas de choc, maintiennent l'ensemble des fragments de verre et les empêchent de voler en éclat et de blesser les usagers.

Ces films (intercalaires), par leurs propriétés mécaniques et adhésives, permettent de dégrader une partie de l'énergie d'impact par déformation viscoélastique-viscoplastique, et d'éviter la projection de fragments tranchants et de conserver une tenue résiduelle assurant le maintien du vitrage après l'impact. Les films intercalaires permettent d'améliorer les

performances du verre d'un point de vue mécanique mais aussi acoustique (atténuation de certaines fréquences) tout en conservant la propriété de transparence.

L'objet de cette étude est le développement d'un modèle numérique pour déterminer les paramètres mécaniques (E , ν et ρ) de ces films polymères dans son utilisation terminal. Aussi de chercher les facteurs qui peuvent donner plus de fiabilité à ces films en termes de résistance mécanique (résistance aux chocs).

Dans la première partie du chapitre (OI), on introduit les relations contrainte-déformation et les équations de base décrivant la propagation des ultrasons, selon le modèle de Brekovskie (problème directe), ainsi qu'une aperçue sur le pouvoir réflecteur $R(\theta)$. La deuxième partie est une étude bibliographique sur les polymères, où on présente les techniques d'élaborations des films polymères on l'occurrence: le Polyvinyle Butyral (PVB), le polytéraphthalate d'éthylène (PET), Polycarbonate (PC) et la méthode de fabrication de verre feuilleté.

Les résultats issus de la caractérisation destructifs et non destructifs effectués sur des films polymères, utilisés dans la composition du verre feuilleté, seront présentés et discutés dans le troisième chapitre. Quant au quatrième chapitre, il sera consacré à l'élaboration de nouvelles configurations (prototypes) de verre feuilleté anti-brise et **anti-balle** afin de diminuer leurs poids par rapport aux feuilletés classiques composés de (n) couches de verre et $(n-1)$ couches de PVB.

Il est à noter que ce travail de thèse rentre dans le cadre de l'intégration du produit fini Algérien entre ; notre Laboratoire d'Elaboration et Analyse des Matériaux (LEAM). Université Badji Mokhtar Annaba, Algérie, Etablissement à caractère public scientifique, technologique, culturel et professionnel, dont le siège est sis,/ BP 12, cité chaïba Sidi Amar, Annaba, 23000, Algérie.

La SARL Miroiterie EL-KODS - MK, Annaba, (23000), Algérie. Fabrication de pare-brise et transformation du verre plat.

AISTOM - CITAL fabriquant du tramway Algérie

et un organisme national

I. CHAPITRE I

Introduction

Ce chapitre sera scindé en deux parties.

Dans la première partie on présente les relations mathématiques pour la compréhension de la propagation des ondes dans les matériaux isotropes et dans les fluides. La seconde partie concerne la présentation des matériaux qui vont être utilisés dans la fabrication des feuillets anti-brises (de sécurité) pour amortir les chocs de faible et de grande vitesse, ainsi que la protection des usagers et des biens immobiliers contre le vandalisme.

Partie 1

I.1 Propagation des ondes élastiques dans un milieu élastique isotrope

I.1.1 Introduction

La propagation des ondes dans les supports composites élastiques a fait l'objet de nombreuses études depuis les années cinquante [01]. C'est un domaine très vaste et d'un point de vue recherche il est très riche. Plusieurs thèmes de recherches peuvent être rencontrés tels que: la détermination des paramètres élastiques des tissus biologiques [02, 03, 04], le contrôle non destructif in-situ dans les centrales nucléaires (la fissuration des cuves) [05], aussi la géophysique qui visent à l'amélioration des performances d'exploitation et de production pour une meilleur estimation du sous-sol [06] ...etc.

Dans ce chapitre une étude détaillée sera présentée sur la propagation des ondes élastiques dans les milieux isotropes et la formulation des équations de la propagation de l'onde élastique dans le cas le plus simple (la propagation d'onde dans un fluide), Par la suit on va présenter la loi de Hooke dans sa forme scalaire la plus simple, c'est-à-dire lorsque la force et le déplacement ont des directions identiques ou opposées; la relation contrainte-déformation après l'étude a été généralisé pour un solide isotrope. Le pouvoir réflecteur $R(\theta)$ est également discuté.

I.1.2 Propagation d'une onde acoustique dans un fluide

Dans cette section on s'intéresse au cas le plus simple, à savoir la propagation des ondes acoustiques dans les liquides et les gaz (un fluide), ce cas est beaucoup plus simple que celui des solides [07]; les fluides en équilibre sont toujours isotropes et seules les ondes longitudinales (de compression) peuvent se propager. Par conséquent, il n'y a pas de polarisation à spécifier et la théorie des ondes scalaires peut être appliquée [08].

I.1.2.1 *Modèle unidimensionnelle*

On peut écrire l'équation des ondes acoustiques pour les fluides on appliquant les trois principes suivants [9-1].

- L'équation d'Euler;
- L'équation de continuité, ou conservation de la masse;
- L'équation d'état: la relation entre les changements de pression et de densité ou de volume ;

L'équation d'Euler est exprimée par:

$$\rho \left[\frac{\partial v}{\partial t} + v \cdot \nabla v \right] = -\nabla p$$

On considère un fluide homogène, isotrope et compressible avec une pression d'équilibre p_0 et une densité ρ_0 .

La propagation d'une onde dans un fluide s'accompagne par une variation de la pression et de la densité [07, 08, 09], l'équation d'Euler (01) relie l'augmentation de la pression à une variation de volume du fluide:

$$dF_x = \left[P(x) - \left\{ P_x + \frac{\partial P}{\partial x} dx \right\} \right] \quad (01)$$

Par l'application de la loi de Newton à l'élément de masse ($A\rho_0 dx$), on trouve:

$$\frac{\partial P}{\partial x} = -\rho_0 \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (02)$$

Où P et u sont la pression instantanée et le déplacement, respectivement.

Pour simplifier, on distingue la pression d'équilibre (P_0) et la pression instantanée (P) à l'excès de pression acoustique p par:

$$p = P - P_0 \quad (03)$$

donc:

$$\frac{\partial p}{\partial x} = -\rho_0 \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (04)$$

Pour lier la pression appliquée à la compression du liquide, la compressibilité est définie comme suit :

$$\chi = -\frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial p} \right) \quad (05)$$

La compression du liquide sera décrite par la dilatation S : $S \equiv \frac{\Delta V}{V}$

On utilisant la définition de la compressibilité, on peut écrire :

$$p = -\frac{S}{\chi} = -\frac{1}{\chi} \frac{\partial u}{\partial x} \quad (06)$$

Par conséquent, l'équation du mouvement peut être sous la forme de l'équation (07)

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = V_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (07)$$

$$\text{Où } V_0^2 \equiv \frac{1}{\rho_0 \chi} \quad (08)$$

Donc, la compressibilité peut être réécrite selon (09):

$$\chi = -\frac{1}{V} \frac{\partial V}{\partial p} = \frac{1}{\rho_0} \frac{\partial \rho}{\partial p} \quad (09)$$

Finalement l'équation d'onde prend la forme selon l'équation (10):

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = V_0^2 \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (10)$$

Cette dernière équation d'onde est équivalente aux relations ci-dessus dans l'approximation linéaire. La solution de $u(x,t)$ sera sous la forme :

$$u = A \exp(j(\omega t - kx)) + B \exp(j(\omega t + kx)) = u_+ + u_- \quad (11)$$

Où $A(u_+)$ est l'amplitude du déplacement de l'onde dans la direction $(+x)$ et $B(u_-)$ est l'amplitude déplacement de l'onde dans la direction $(-x)$.

Ensuite, p , S et v peuvent également être écrits sous la forme.

$$p = -\rho_0 V_0^2 \frac{\partial u}{\partial x} = j \rho_0 \omega V_0 (u_+ - u_-) \quad (12)$$

$$p = \frac{\partial u}{\partial x} = jk(u_+ - u_-) \quad (13)$$

$$v = \frac{\partial u}{\partial t} = j\omega(u_+ - u_-) \quad (14)$$

Ces équations fournissent les relations de phase entre pression, le déplacement, la dilatation et la vitesse.

1.1.2.2 Modèle tridimensionnel

Les résultats précédents peuvent être généralisés à trois dimensions. Le déplacement (\mathbf{u}) et la vitesse (\mathbf{v}) deviennent maintenant des vecteurs et la pression acoustique (p) reste un scalaire. Ainsi, la description (3D) des propriétés acoustiques des fluides est généralement effectuée en termes de pression ; non seulement c'est le choix le plus simple, mais la pression est aussi la variable habituellement mesurée en laboratoire.

Pour un élément de surface $d\vec{A}$ avec déplacement \vec{u} , le volume associé est $dV = \vec{u} * d\vec{A}$. A partir du théorème de Gauss on écrit (10):

$$\Delta V = \oint \vec{u} * d\vec{A} = \int_V (\vec{\nabla} * \vec{u}) dV \equiv \int_V S(\vec{r}) dV \quad (15)$$

$$\text{Où } S(\vec{r}) \text{ est la dilatation.} \quad S(\vec{r}) = \vec{\nabla} \cdot \vec{u} = \frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_y}{\partial y} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \quad (16)$$

En trois dimensions, la loi de Newton s'écrit :

$$\rho_0 \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} = -\vec{\nabla} p \quad (17)$$

Donc $\vec{\nabla}p$ est la seule force appliquée sur l'élément de volume $d\vec{A}$.

En utilisant la relation $S(\vec{r}) = \vec{\nabla} * \vec{u}$ et l'équation (06) dans l'équation (17), La relation entre la dilatation et la pression s'écrit comme suit:

$$\rho_0 \frac{\partial^2 S}{\partial t^2} = -\nabla(p) \quad (18)$$

Avec :

$$\Delta = \nabla * \nabla = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \quad (19)$$

Et enfin l'équation d'onde est :

$$\Delta(p) = \frac{1}{V_0^2} \frac{\partial^2 p}{\partial t^2} \quad (20)$$

Avec :

$$V_0^2 = \frac{1}{\rho_0 \chi} \quad (21)$$

Par analogie avec l'équation (I-20), les équations d'onde 3D pour \vec{u} et \vec{v} sont :

$$\nabla^2 \vec{u} = \frac{1}{V_0^2} \frac{\partial^2 \vec{u}}{\partial t^2} \quad (22)$$

$$\nabla^2 \vec{v} = \frac{\partial^2 \vec{v}}{\partial t^2} \quad (23)$$

La solution pour l'équation \vec{u} est :

$$\vec{u} = \vec{u}_0 \expj(\omega t - \vec{k} * \vec{r}) \quad (24)$$

Où \vec{k} est le vecteur d'onde :

$$|k| = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (25)$$

I.1.3 Introduction à la théorie de l'élasticité

La théorie de l'élasticité est l'étude de la mécanique des milieux continus ou la déformation des éléments d'un corps solide par des forces appliquées. Dans ce qui suit, on va traiter l'élasticité statique (indépendante du temps) impliquant des déformations homogènes et on va introduire la notion tenseur pour décrire les paramètres élastiques.

I.1.3.1 La contrainte

On suppose un corps en équilibre statique sous des forces externes. On découpe ce corps à deux parties (I et II) par un plan imaginaire, les deux parties restent à l'état d'équilibre figure (01).

On considère maintenant une surface (S) limite du volume (V) et (ΔS) un élément de S qui entoure le point P. La force appliquée sur le volume à travers (ΔS) dénotée (ΔF).

Le vecteur de contrainte moyenne au point P est défini par [07] :

$$T(P)_{mo} = \frac{\Delta F}{\Delta S} \quad (26)$$

On limite la surface ΔS , autour du point P (figure I.1), c.-à-d. $\Delta S \rightarrow 0$, $T(P)$ est la contrainte au point P:

$$T(P) \lim_{\Delta S \rightarrow 0} \frac{\Delta F}{\Delta S} = \sigma \vec{n} \quad (27)$$

σ est le tenseur au point P, \vec{n} est la normale de la surface (S).

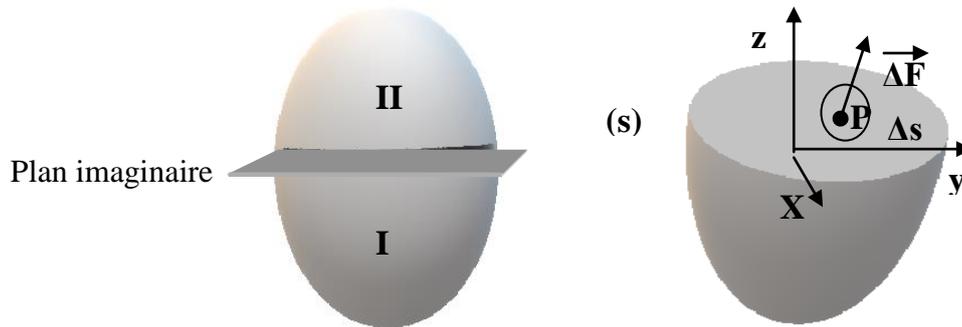


Figure I. 1 : Schématisation d'un corps en état d'équilibre

I.1.4 Les tenseurs de contrainte

Le tenseur σ de l'équation précédente est indépendant du côté de la facette considérée.

Pour une facette orientée, l'équation (27) s'écrit :

$$\vec{T}(\vec{n}) = \sigma \vec{n} \Leftrightarrow \sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \text{ et } \vec{n} = \begin{bmatrix} n_1 \\ n_2 \\ n_3 \end{bmatrix} \quad (28)$$

Le vecteur du contrainte $\vec{T}(\vec{n})$ dépend de P et de la direction de (\vec{n}) (normal de la surface au point (P)).

Les composantes T_1 , T_2 et T_3 du vecteur de contrainte de T peuvent être formées dans le cas générale par :

$$\begin{cases} T_1 = \sigma_{11}n_1 + \sigma_{21}n_2 + \sigma_{31}n_3 \\ T_2 = \sigma_{12}n_1 + \sigma_{22}n_2 + \sigma_{32}n_3 \\ T_3 = \sigma_{13}n_1 + \sigma_{23}n_2 + \sigma_{33}n_3 \end{cases} \quad (29)$$

Avec: n_1, n_2, n_3 sont les cosinus de la normale (\vec{n}) sur la surface S au point P. Ces composantes sont symétrique (figure I.2) $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$.

Le premier indice des composantes du tenseur de contrainte indique la direction dans laquelle agit la composante. Le second indice indique la normale de la facette considérée. Les composantes σ_{11} , σ_{22} et σ_{33} sont perpendiculaire aux facettes considérées. Ces composantes sont appelées contraintes de tension ou compression (suivant leurs signes).

σ_{12} , σ_{13} , σ_{21} , σ_{23} , σ_{31} et σ_{32} sont tangentiels à la force \vec{F} et sont appelées contraintes de cisaillement.

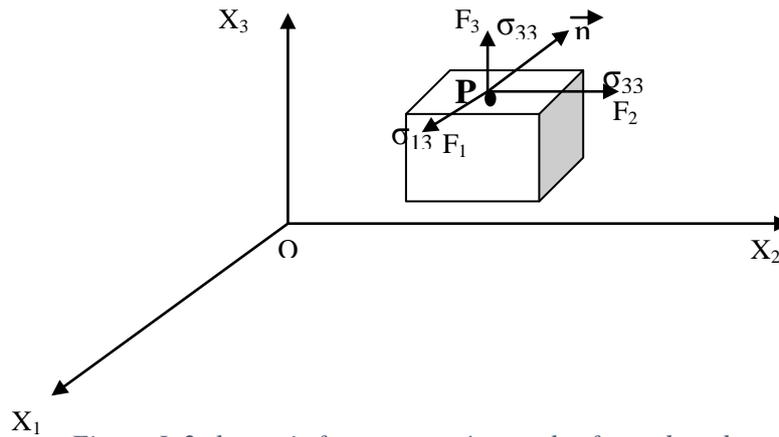


Figure I. 2: les trois forces exercées sur les faces du cube.

I.1.5 La déformation

Lorsque on applique des forces sur un corps solide il va se déformé. Pour commencer, il est nécessaire de décrire cette déformation.

Si un point P situé à l'origine est déplacé vers la position P' par une force, la déformation $\vec{u} = r'_i - r_i$ est appelée vecteur de déplacement. En notation tensorielle on écrit :

$$u_i = x'_i - x_i \quad (30)$$

Puisqu'un point est déplacé lors d'une déformation, la distance (dl) entre deux points rapprochés est également modifiée.

$$\text{Avant la déformation : } dl^2 = dx_1^2 + dx_2^2 + dx_3^2 = dx_i^2 \quad (31)$$

Après déformation :

$$dl'^2 = dx_i'^2 \quad (32)$$

On utilisant la relation (I-30) on trouve :

$$dl'^2 = (du_i + dx_i)^2 \quad (33)$$

On utilise :

$$du_i = \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_k} \right) dx_k \quad (34)$$

Mais
$$dl'^2 = dl^2 + 2\left(\frac{\partial u_i}{x_k}\right)dx_i dx_k + \left(\frac{\partial u_i}{x_k}\right)\left(\frac{\partial u_i}{x_l}\right)dx_i dx_l$$

Donc
$$dl'^2 = dl^2 + 2S_{ik} dx_i dx_k \quad (35)$$

Avec :
$$S_{ik} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{x_k} + \frac{\partial u_k}{x_i} + \frac{\partial u_l}{x_i} \frac{\partial u_l}{x_k}\right) \quad (36)$$

Si les déformations sont suffisamment petites, les termes quadratiques peuvent être négligés. Le tenseur de contrainte S_{ik} est donné par:

$$S_{ik} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{x_k} + \frac{\partial u_k}{x_i}\right) \quad (37)$$

Le tenseur de déformation est symétrique, de sorte que neuf termes sont réduits à six. Trois d'entre elles sont diagonales et trois non diagonales. Chaque terme diagonal ($i = k = j = 1, 2$ ou 3).

$$S_{11} = \frac{\partial u_1}{x_1} \quad (38)$$

Dans le cas d'une déformation du plan perpendiculaire à l'axe (z). On a pour des petites déformations.

$$\tan(\alpha_1) = \alpha_1 = \frac{\partial u_y}{\partial x}, \quad \tan(\alpha_2) = \alpha_2 = \frac{\partial u_x}{\partial y} \quad (39)$$

Où α_1 et α_2 sont les angles formés avec les axes x et y , respectivement.

Le changement d'angle entre les deux côtés du rectangle est proportionnel à la contrainte de cisaillement S_{xy} :

$$\alpha_1 + \alpha_2 = \frac{\partial u_y}{\partial x} + \frac{\partial u_x}{\partial y} \quad (40)$$

I.1.6 La relations Contrainte-déformation pour un milieu élastique isotrope

L'état élastique d'un solide peut être caractérisé d'une part par les déformations qui résultent des modifications des positions relatives des particules, soumises à des déplacements sous l'action des forces extérieures et d'autre part, par les contraintes qui apparaissent dans un solide déformé sous la forme de tensions élastiques qui tendent à le ramener dans son état de repos et assurent l'équilibre de la matière.

Ces contraintes se transmettent de proche en proche par les forces de liaison entre atomes [11, 12]. Les relations qui existent entre contrainte et déformation pour un milieu donné et à l'intérieur de la limite élastique, peuvent différer selon l'intensité des déformations.

De manière générale, la relation linéaire entre les composantes du tenseur de contrainte et les composantes des déformations dans le cas des petits déplacements, est décrite par la loi de proportionnalité entre contraintes et déformations énoncée par Hooke et s'écrit [13] :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (41)$$

Le matériau est isotrope lorsqu'il n'y a pas de direction préférée dans le matériau et les constantes élastiques doivent être les mêmes quelle que soit l'orientation du système de coordonnées cartésiennes. A cet effet les constantes C_{ijkl} peuvent être exprimées par [13]:

$$C_{ijkl} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + 2\mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (42)$$

Donc on peut récrire la loi de Hooke comme suit :

$$\sigma_{ij} = \lambda \varepsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \varepsilon_{ij} \quad (43)$$

Avec : λ et μ sont les constants de Lamé.

Si $i = j$, on a:

$$\sigma_{ii} = (3\lambda + 2\mu) \varepsilon_{ii} \quad (44)$$

I.1.7 Onde acoustique dans les solides

On a vu auparavant la propagation unidimensionnelle des ondes acoustique dans un fluide, maintenant on va généralisons ces résultats au cas des ondes longitudinales unidimensionnelles dans les solides. On va examiner ensuite le solide tridimensionnel, où les modes longitudinal et transversal sont présents.

Il existe de nombreuses différences entre les liquides et les solides en ce qui concerne leurs propriétés acoustiques, les différences importantes sont les suivants [07]:

1. Comparés aux solides, les liquides sont très compressibles. C'est pourquoi la pression acoustique et la compression sont couramment utilisées comme paramètres pour les liquides. ces paramètres ne sont jamais utilisés dans les solides. la contrainte et les constantes élastiques sont les paramètres appropriés dans ce cas.

2. Les liquides peuvent changer de forme. Par conséquent, un liquide ne peut pas supporter une contrainte de cisaillement statique ; Les ondes de cisaillement ne peuvent se propager dans les liquides qu'à hautes fréquences et ensuite sur une très courte distance. Cependant, dans les solides, il est essentiel de prendre en compte les ondes longitudinales et transversales pour donner une description complète.

3. Dans les liquides, la pression est un scalaire et agit uniformément sur un élément de volume, de sorte que le module de compression soit le module approprié pour la propagation des ondes longitudinales. Dans les solides, cependant, on peut avoir une compression ou une

tension unidirectionnelle de sorte que le module approprié pour les ondes longitudinales ne soit pas le module de masse.

Dans ce qui suit, on résume les résultats unidimensionnels seront résumés et on les écrit dans la notation pour les ondes longitudinales et transversales dans les solides. Ensuite cas tridimensionnelle pour les solides isotropes.

1.1.7.1 Propagation unidimensionnelle d'onde acoustique dans un solide

Dans un mouvement longitudinal purement unidimensionnel, toutes les particules du matériau se déplacent le long des lignes parallèles, et le mouvement est uniforme dans les plans normaux à la direction du mouvement.

On considère un milieu unidimensionnel, les variables sont l'abscisse (x) et le temps (t). Le

champ de déplacement est $u(x, t)$, le champ de déformation $\varepsilon(x, t) = \frac{\partial u}{\partial x}$ et le champ de

contraintes $\sigma(x, t)$. La loi de Hooke s'écrit [07-I]:

$$T = CS, \text{ avec } C = \text{constante} \quad (45)$$

D'après l'équation donnant la déformation peut être écrite sous la forme suivante :

$$S = \frac{\partial u}{\partial l} = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (46)$$

Donc on peut récrire la loi de Hooke comme suit :

$$T = C \frac{\partial u}{\partial x} \quad (47)$$

La loi de Newton est donné par :

$$\frac{\partial T}{\partial x} = \rho \ddot{u} \quad (48)$$

En combinant ces dernières équations avec la loi de Hooke, on obtient l'équation d'onde :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{\rho_0}{C} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (49)$$

L'équation (I.49) admet une solution sous la forme :

$$u = A \exp j(\omega t - \beta x) + B \exp j(\omega t + \beta x) \quad (50)$$

Comme dans le cas des fluide, le premier terme correspond à la propagation dans le sens (+x) et le second dans le sens arrière (-x).

Les paramètres de propagation sont :

$$- \text{ Le nombre d'onde : } k = \frac{\omega}{v_l} \text{ et la vitesse de l'onde longitudinale: } v_l = \sqrt{\frac{C}{\rho_0}} .$$

I.1.7.2 Propagation tridimensionnelle de l'onde acoustique dans un solide

L'équation d'onde en trois dimensions peut être obtenue immédiatement en combinant les deux équations suivantes:

$$\frac{\partial T_{ij}}{\partial x_j} = \rho \ddot{u}_i \quad (51)$$

$$T_{ij} = C_{ijkl} \cdot S_{kl} \quad (52)$$

Pour une force de compression et une force de cisaillement on peut écrire :

$$T_{ij} = (c_{11} - 2c_{44}) S \delta_{ij} + 2c_{44} S_{ij} = (c_{11} - 2c_{44}) S \delta_{ij} + c_{44} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (53)$$

On utilise l'équation (51) dans l'équation (52), on écrit l'équation de mouvement comme suit :

$$\rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} = \frac{\partial}{\partial x_i} \left[(c_{11} - 2c_{44}) \frac{\partial u_i}{\partial x_i} \right] + c_{44} \frac{\partial^2 u_i}{\partial x_j^2} + c_{44} \frac{\partial}{\partial x_i} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} \right) \quad (54)$$

Sous la forme vectorielle :

$$\rho \frac{\partial^2 \vec{u}_i}{\partial t^2} = (c_{11} - c_{44}) \vec{\nabla} (\vec{\nabla} \cdot \vec{u}) + c_{44} \Delta \vec{u} \quad (55)$$

I.1.8 Interaction onde acoustique/matière

Le pouvoir réflecteur $R(\theta)$ est le résultat de l'interaction de l'onde acoustique avec la matière à caractériser, c'est une représentation mathématique du champ de pression acoustique à l'interface entre un fluide et un échantillon. Il contient exclusivement les informations caractérisant le liquide et le matériau à étudier. Il est nécessaire pour déterminer et analyser les différents modes réfléchis à l'interface liquide/solide et solide/solide.

I.1.9 Coefficient de réflexion $R(\theta)$ des ondes acoustique à une interface liquide/solide

I.1.9.1.1 Introduction

Contrairement à la signature acoustique $V(z)$, qui fait intervenir outre les informations propres du matériau analysé, les données liées à l'appareillage utilisé (capteurs, fréquence, ...etc.), le pouvoir réflecteur $R(\theta)$ contient quant à lui, exclusivement les informations caractérisant le matériau à étudier. En incidence oblique, $R(\theta)$ est une fonction complexe, elle tient compte de la génération des modes de cisaillement et des différents modes de surface. Le phénomène d'interférence, qui apparaît suite à l'emploi d'un faisceau focalisé, peut-être modélisé par plusieurs approches [14, 15, 16].

Comme il est bien connu qu'une onde incidente, se propageant dans un liquide de couplage, engendre une onde longitudinale réfléchie dans ce même milieu, une onde longitudinale (O_L) et une onde transversale (O_T) transmises dans le milieu solide. Ces quatre ondes sont respectivement notées: O_{inc} , O_{refl} , O_L , O_T (figure I.3).

I.1.9.1.2 Expression générale de $R(\theta)$

L'interaction entre une onde acoustique et un matériau se traduit par son coefficient de réflexion $R(\theta)$ qui est défini pour des ondes planes par le rapport des déplacements de l'onde réfléchie sur les déplacements de l'onde incidente.

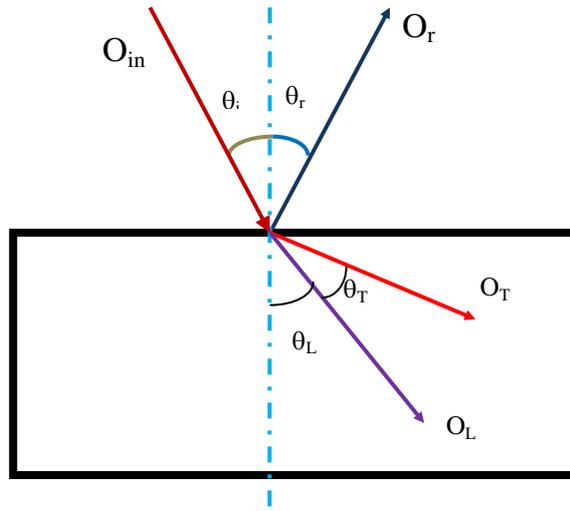


Figure I. 3: Configuration géométrique des différentes ondes

L'expression de $R(\theta)$ est établie en écrivant la continuité des déplacements et des contraintes à l'interface. Son expression dépend des différents vecteurs d'ondes: k_0 , k_T et k_L du mode longitudinal dans le liquide et des modes transversal et longitudinal dans le matériau. En particulier, pour les solides isotropes, $R(\theta)$ est donné par [17, 18].

$$R(\theta) = \frac{(k_T^2 - 2k_0^2 \sin^2 \theta)^2 - 4k_0^2 \sin^2 \theta (k_L^2 - 2k_0^2 \sin^2 \theta)^{\frac{1}{2}} (k_T^2 - 2k_0^2 \sin^2 \theta)^{\frac{1}{2}} - \frac{\rho_{Liq}}{\rho_{Sol}} k_T^2 \frac{(k_T^2 - 2k_0^2 \sin^2 \theta)}{k_0 |\cos \theta|}}{(k_T^2 - 2k_0^2 \sin^2 \theta)^2 - 4k_0^2 \sin^2 \theta (k_L^2 - 2k_0^2 \sin^2 \theta)^{\frac{1}{2}} (k_T^2 - 2k_0^2 \sin^2 \theta)^{\frac{1}{2}} + \frac{\rho_{liq}}{\rho_{Sol}} k_T^2 \frac{(k_T^2 - 2k_0^2 \sin^2 \theta)}{k_0 |\cos \theta|}} \quad (56)$$

Où: $k_0 = \frac{2\pi f}{V_{Liq}}$; $k_T = \frac{2\pi f}{V_T}$; $k_L = \frac{2\pi f}{V_L}$

Cette relation montre que le coefficient de réflexion est fonction de l'angle d'incidence θ , du rapport entre la densité du couplant (ρ_{Liq}) et celle du matériau (ρ_{Sol}), ainsi que de la vitesse dans le couplant (V_{liq}), celle transversale (V_T) et longitudinale (V_L) dans le solide.

Dans le cas où l'on fait intervenir un facteur d'atténuation, lié au caractère dispersif des matériaux, le coefficient de réflexion $R(\theta)$ va dépendre alors de la fréquence f [19].

I.1.9.2 Expression de $R(\theta)$ en fonction des impédances

Lorsqu'on envoie une onde acoustique sur un solide (considéré comme isotrope) sous une incidence θ , on remarque que l'onde incidente génère une onde longitudinale réfléchie, une onde longitudinale transmise dans le matériau et une autre transversale transmise également dans le solide (figure 4):

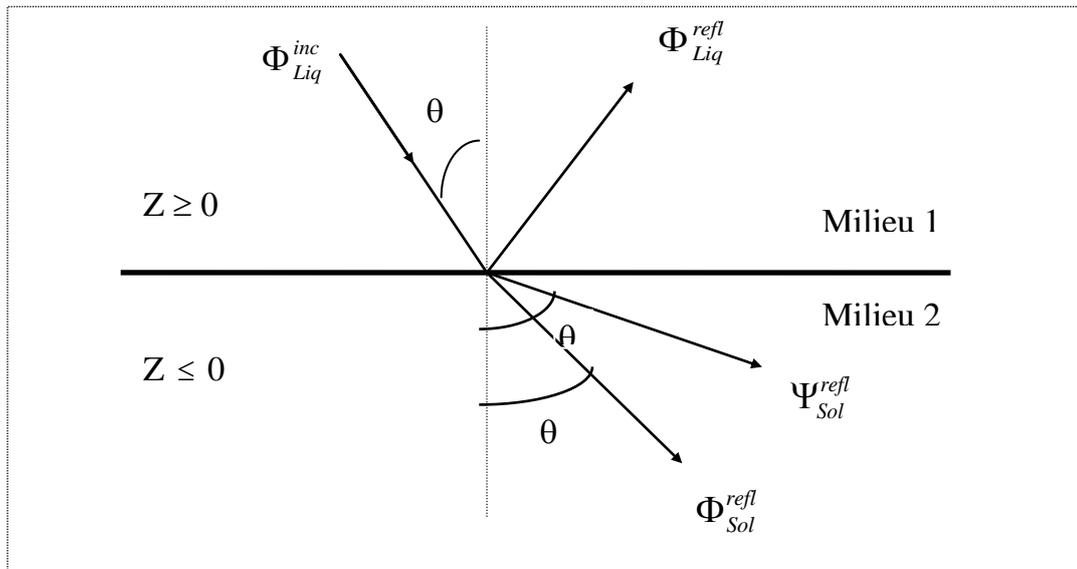


Figure I. 4: Interface entre un liquide (milieu 1) et un solide (milieu 2).

Avec:

Φ_{Liq}^{inc} : Potentiel des ondes longitudinales incidentes dans le liquide ;

Φ_{Liq}^{refl} : Potentiel des ondes longitudinales réfléchies dans le liquide ;

Ψ_{Sol}^{refr} : Potentiel des ondes longitudinales réfractées dans le solide ;

Φ_{sol}^{refr} : Potentiel des ondes transversales réfractées dans le solide.

Remarque: on n'a pas représenté la propagation d'ondes transversales dans le milieu 1, car on a supposé implicitement que ce milieu est un milieu liquide.

Alors on définit les grandeurs suivantes [20]:

- Le coefficient de réflexion $R(\theta)$:

$$R(\theta) = \frac{\Psi_{Liq}^{refl}}{\Phi_{Liq}^{inc}} \quad (57)$$

- Le coefficient de transmission des ondes transversales W_T :

$$W_T(\theta) = \frac{\Psi_{sol}^{refr}}{\Phi_{Liq}^{inc}} \quad (58)$$

- Le coefficient de transmission des ondes longitudinales W_L :

$$W_L(\theta) = \frac{\Psi_{sol}^{refr}}{\Phi_{Liq}^{inc}} \quad (59)$$

La résolution de ce système donne:

$$R(\theta) = \frac{Z_L \cos^2 2\theta_T + Z_T \sin^2 2\theta_T - Z_{Liq}}{Z_L \cos^2 2\theta_T + Z_T \sin^2 2\theta_T + Z_{Liq}} \quad (59)$$

Avec: $Z_{Liq} = \frac{\rho_{Liq} V_{Liq}}{\cos \theta}$ = impédance acoustique du liquide

$Z_L = \frac{\rho_{sol} V_L}{\cos \theta_L}$ = impédance acoustique longitudinale

$Z_T = \frac{\rho_{sol} V_T}{\cos \theta_T}$ = impédance acoustique transversale

$\theta_L = \arcsin\left(\frac{V_L}{V_{Liq}} \sin \theta\right)$ = angle longitudinal

$\theta_T = \arcsin\left(\frac{V_T}{V_{Liq}} \cos \theta\right)$ = angle transversal

Milieu 1: ρ_{liq} : densité du liquide

θ : angle d'incidence

V_{liq} : vitesse des ondes de compression dans le liquide de couplage

Milieu 2: ρ_{sol} : densité du solide

V_L : vitesse des ondes de compression d'incidence θ_L

V_T : vitesse des ondes de cisaillement d'incidence θ_T .

En posant que l'impédance totale est de la forme [21]:

$$Z_{tot} = Z_L \cos^2 2\theta_L + Z_T \sin^2 2\theta_T \quad (60)$$

l'expression de $R(\theta)$ peut alors s'écrire:

$$R(\theta) = \frac{Z_{tot} - Z_{Liq}}{Z_{tot} + Z_{Liq}} \quad (61)$$

L'étude et la détermination du pouvoir réflecteur $R(\theta)$ nécessite la connaissance des vitesses longitudinales et transversales. Le calcul de $R(\theta)$ permet alors de déterminer les angles de réfraction qui peuvent être réels ou imaginaires.

En effet, il existe des valeurs critiques de θ_L et θ_T (appelés angles de réflexion totale) qui correspondent à l'angle d'incidence à partir duquel il n'y a plus d'ondes réfractées dans le solide. C'est à dire, lorsque l'angle d'incidence devient supérieur à cette valeur critique, il y a réflexion totale et le coefficient de réflexion $R(\theta)$ devient alors complexe dont on peut représenter son amplitude et sa phase [22, 23].

La figure I.5 donne le coefficient de réflexion $R(\theta)$ mesuré du PVB 0.38 mm dont la densité et les vitesses sont indiquées dans le tableau I.1 ainsi que celles de l'eau prise comme liquide de couplage. Le coefficient de réflexion $R(\theta)$, représenté par son amplitude et sa phase, montre des variations de phase et d'amplitude aux voisinages des angles critiques correspondant aux modes de Rayleigh, longitudinale et transversal.

	ρ (gcm ⁻³)	V_L (ms ⁻¹)	V_T (ms ⁻¹)
PVB	7800	5900	4200
H ₂ O	1000	1500	0

Tableau I. 1: Caractéristiques de H₂O et de l'acier XC 38 [51].

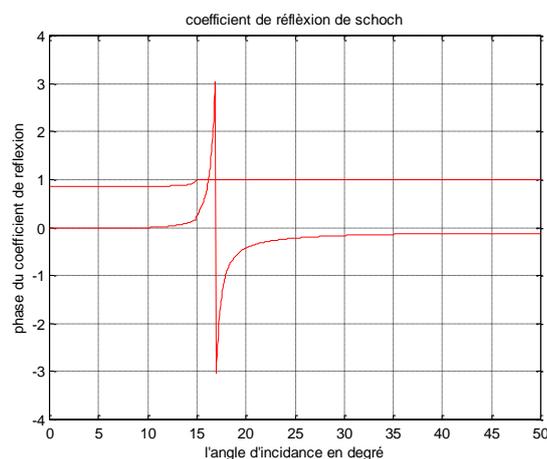


Figure I. 5: Amplitude et Phase du pouvoir réflecteur $R(\theta)$ en fonction de l'angle d'incidence.

Partie 2

II. Polymères de protection du verre contre les chocs de faible et de grande vitesse (PVB, PET et PC)

II.1 Présentation des matériaux

II.1.1 Introduction

Dans cette deuxième partie on décrit trois types de films polymères (intercalaires) que l'on va utiliser dans le renforcement et la fabrication du verre feuilleté (Chapitre II, III et IV);

- Le premier film est le Polyvinyle Butyral (PVB) de différentes épaisseurs (0,38, 0,47 et 0,76 mm), qui est utilisé habituellement dans l'industrie automobile dans la fabrication des pare-brises et des fenêtres latéraux des véhicules pour la protection contre l'effraction, contre le heurt accidentel et la chute des débris.

- Le deuxième film est le Polytéréphtalate d'éthylène (PET) dit film de sécurité, d'une épaisseur de 100 μm et 175 μm , qui est utilisé pour le renforcement du verre.

- Le troisième est le polycarbonate (PC), ce dernier est utilisé pour comme substituant des feuillets de verre.

Dans ce qui suit, on va donner un bref aperçu sur ces films polymères (définitions, méthodes de synthèse et propriétés mécaniques).

II.1.2 Films intercalaires polymères PVB

Le Polyvinyle de butyral (PVB) est largement utilisé dans le verre de sécurité, la peinture et les adhésifs. Il est préparé par la réaction du polyalcool vinylique (PVA) avec le butyraldéhyde (BA) en présence d'un catalyseur acide [01, 02]. La N-Méthyl-2-pyrrolidone comme un solvant de ces deux derniers (PVA, BA) [01]; le poly (alcool vinylique) (PVA) a été découverte en Allemagne par Haehnel et Herrmann en 1924 [03], après onze années de recherche, un brevet sur le PVB a été déposé en 1935 par la société de produits chimiques "*Union Carbide and Carbon Corporation*" [04].

Les PVBs utilisés aujourd'hui ne sont plus comparables à ceux de la première génération car leur composition chimique a été ajustée et leurs performances mécaniques sont fortement améliorées, notamment à la suite des innovations technologiques en matière de traitement, il existe plusieurs types de PVB, en fonction de leur utilisation, (PVB acoustique, PVB solaire, PVB structurel ...etc.) répondent aux besoins du marché.

II.1.3 Synthèse de Polyvinyle de butyral (PVB)

Comme il est indiqué auparavant le PVB est le résultat d'une acétylation de (PVA) avec l'aldéhyde (BA) pour avoir le poly (acétate de vinyle) (figure I.06)). Premièrement, le PVA est obtenu à partir de poly (acétate de vinyle) au moyen d'une transe estérification (réaction d'un ester sur un alcool pour donner un autre ester) généralement avec du méthanol et une catalyse basique. Deuxièmement, la réaction bien connue entre aldéhydes et alcools,

dans laquelle l'addition nucléophile d'un alcool au groupe carboxylique d'un aldéhyde produit un héli-acétal, et des héli-acétals instables réagissent en outre avec un autre alcool pour donner un noyau acétal stable dans des conditions de catalyse acide. Enfin, dans la réaction en réseau, une molécule d'aldéhyde réagit avec deux molécules alcool (pour plus de détails voir [05]).

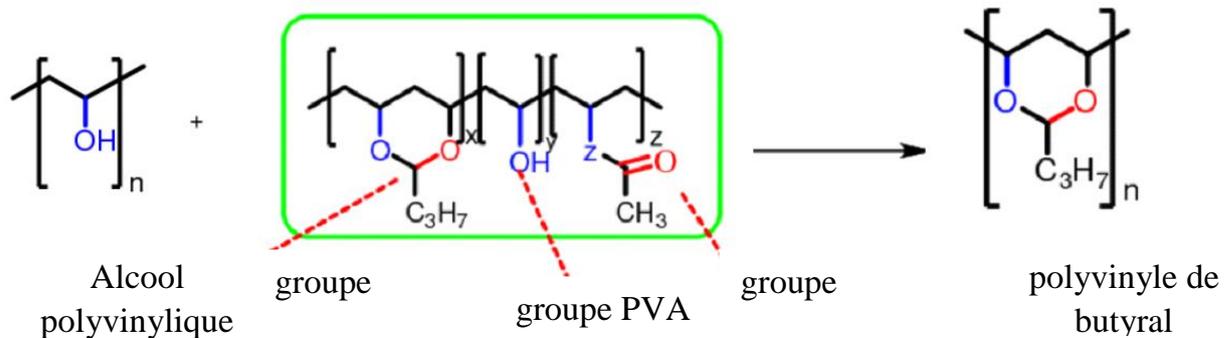


Figure I. 6: Synthèse du poly(butyral de vinyle) (PVB) à partir d'alcool polyvinylique et du butyraldéhyde.

II.1.4 Applications et propriétés de poly(vinyl butyral) (PVB)

Les applications de PVB sont multiples, il est utilisé avec les résines phénoliques comme matériau de revêtement pour les tôles métalliques et les fils magnétiques, le poly (vinyle de butyral) mélangé à une résine phénolique permet d'augmenter la flexibilité et l'adhérence de la résine phénolique [06]. Il se trouve aussi dans les capteurs de pression, ces derniers sont fabriqués à base du PVB et le carbone, ces capteurs de pression pourraient être utilisés comme un patch pour surveiller la pression artérielle, il joue un rôle d'une matrice élastique porteuse isolante. Le PVB entre aussi dans la composition des panneaux solaires, il est utilisé comme matériau d'étanchéité. Le panneau de cellules PVB se caractérise par une longue durée de vie et l'étanchéité est un moyen de prolonger la durée de vie des modules.

L'utilisation du PVB dans les différents secteurs ne représente qu'un petit pourcentage devant son utilisation dans le domaine de l'industrie automobile, qu'est le plus grand client. En 2009, la consommation mondiale de films en PVB dans l'industrie de la construction s'est élevée à 89000 tonnes.

Le poly(vinyle butyral) est caractérisé par son faible coût qui convient à un large éventail d'applications industrielles. Comme il présente sous certaines conditions de température et de pression des propriétés de transparence et d'adhérence exceptionnelles avec de nombreux matériaux tels que le verre, le métal, les plastiques et le bois. D'une part il présente des propriétés mécaniques et adhésives, le PVB joue deux rôles. Il permet d'une part l'amortissement et la dégradation d'une grande partie de l'énergie d'impact par déformation

viscoplastique et d'éviter la projection de fragments. D'autre part, après l'impact, il permet de conserver une tenue résiduelle assurant le maintien du vitrage. Il permet aussi d'améliorer les performances acoustiques (atténuation de certaines fréquences) [07].

II.1.5 Films polymères de sécurité

Les films polymère de sécurités ou dit films anti-bris ce sont généralement des films de poly(éthylène téréphtalate) (PET), il est connu surtout sous l'appellation de Polyester. En effet, Les résines de polyéthylène pures sont constituées d'alcanes répondant à la formule $C_{2n}H_{4n+2}$, où (n) est le degré de polymérisation [08].

II.1.6 Synthèse de poly (éthylène téréphtalate) (PET)

Le PET est un polyester linéaire dont l'unité de répétition est représentée sur la figure (I.7) [09, 10]. Il fait partie des polyesters et plus particulièrement de la sous famille des copolyesters semi-aromatiques. La présence d'un groupement rigide dans le squelette de la chaîne a une importance capitale sur la cohésion du polymère. Sa structure chimique lui confère ainsi une grande rigidité.

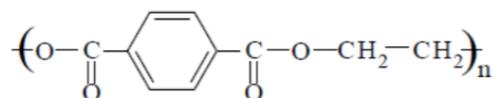


Figure I. 7: Motif de répétition du polyéthylène téréphtalate.

Le PET peut être synthétisé industriellement en trois étapes selon deux procédés, soit à partir du diméthyle téréphtalate (DMT) et l'éthylène glycol (EG), ou bien à partir de l'acide téréphtalique (AT) et de l'éthylène glycol (EG). Ces deux procédés comportent deux étapes, la première consiste en la synthèse du monomère bis hydroxyléthyl téréphtalate (BHET) et la deuxième la polycondensation de ce dernier en polymères (figure I.8)[11].

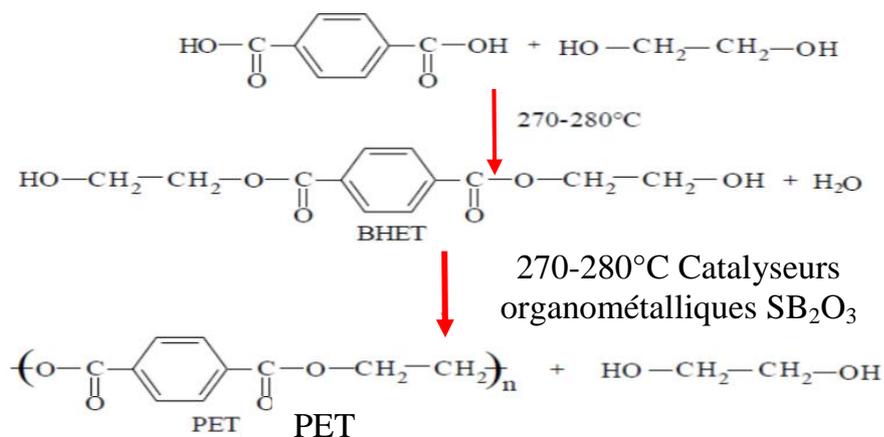


Figure I. 8: Synthèse du PET à partir de l'acide téréphtaliques et de l'éthylène glycol du polyéthylène [12].

La première étape (a) consiste en une polyestérification directe de l'acide téréphtalique (TPA) avec l'éthylène glycol [13]. Cette réaction s'effectue à des températures voisines de 250°C sous pression atmosphérique. Afin de former le bis hydroxyléthyl téréphtalate (BHET).

La deuxième étape (b) consiste en la polycondensation des extrémités de chaînes du BHET, qui vont réagir entre elles pour former la chaîne de PET et de l'éthylène glycol [14]. Cette réaction se déroule à des températures de l'ordre de 280°C en présence de catalyseurs.

Comme le montre la Figure I.8, la polycondensation amène la formation d'éthylène glycol qu'il faudra donc soutirer en continu. Le PET ainsi polymérisé possède une masse molaire de l'ordre de 22000 g.mol⁻¹ en nombre pour une viscosité intrinsèque de 0.6–0.65 dl.g⁻¹ [12]. Il se présente sous la forme amorphe. Afin d'obtenir une masse molaire plus élevée, il faut envisager une étape supplémentaire qui est le post-polymérisation en phase solide.

Cette dernière polymérisation en phase solide consiste principalement en une étape de cristallisation. Celle-ci va permettre de maintenir les granulés pendant une vingtaine d'heures à des températures de l'ordre de 210-220°C sous vide (température de post-condensation) [05]. La masse molaire du PET va augmenter et celui-ci présentera alors des taux de cristallinité de l'ordre de 50 à 60%. La viscosité intrinsèque est alors de l'ordre de 0.7–0.8 dl.g⁻¹. [12].

II.1.7 Propriétés de poly (éthylène téréphtalate) (PET)

Le PET se caractérise par une résistance, une rigidité une ténacité élevées; un faible fluage aux températures élevées; une excellente stabilité dimensionnelle; un faible coefficient de frottement; une très bonne résistance aux produits chimiques, à la graisse, à l'huile et aux solvants, une très faible absorption de l'humidité; et d'excellentes propriétés électriques. Le renforcement de ce polymère avec des fibres de verre permet d'améliorer leurs propriétés [15].

Il bénéficie tout de même d'une stabilité assez intéressante qui permet son utilisation dans divers domaines. Son utilisation s'explique aussi par son caractère recyclable, son bon rapport qualité physico-chimique/prix.

Ils ont des applications extrêmement importantes dans le domaine des textiles; Les fibres de polyester mises en œuvre par extrusion, puis étirées à des températures supérieures à leur température de transition vitreuse (Tg). L'étirage induit une orientation des chaînes polymères entraînant des modifications des propriétés mécaniques, Fontanille et Gnanou [16] expliquent que l'étirage entraîne un accroissement très net du module d'Young selon l'axe des fibres, une diminution dans la direction perpendiculaire. La structure des polyéthylènes téréphtalates peut être amorphe ou partiellement cristalline (chap.§ 03). Le taux de cristallinité a une forte influence sur les propriétés mécaniques (chap. § 03).

Le PET, de par sa structure, possède des propriétés optiques de transparence et d'opacité en fonction de son taux de cristallinité et d'étirage. Selon le processus de cristallisation, le PET peut avoir de bonnes propriétés thermomécaniques tout en étant transparent. Ce matériau est aussi utilisé dans la fabrication du verre feuilleté en lui conférant une très grande résistance aux chocs et en génie civil en tant qu'isolant électrique à haute tension.

II.1.8 Plaques polycarbonates (PC)

Les polycarbonates sont une classe de polymères intéressante et commercialement réussie. Le polycarbonate de bisphénol (A) a été préparé la première fois en 1953 par Schnell, H. Angew. Chem [1956, 1959]. Ils dérivent de l'acide carbonique (figure I.9) [18]; il est utilisé dans la fabrication de verre blindé [19]. Les polycarbonates sont les deuxièmes plus grands thermoplastiques techniques en volume à côté des polyamides [18].

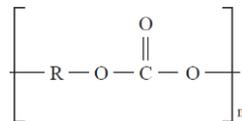


Figure I. 9: Motif de répétition du polycarbonate.

II.1.9 Synthèse de polycarbonate (PC)

Les polycarbonates sont des polyesters de l'acide carbonique fabriqués par polycondensation inter-faciale du phosgène en solution organique et d'une solution aqueuse d'un bisphénol. Leur préparation implique la liaison de composés di-hydroxyde aromatiques, généralement du 2,2-bis (4-hydroxyphényl) propane ou du bisphénol A, en les faisant réagir avec un dérivé d'acide carbonique tel que le phosgène (figure I.10) ou le carbonate de diphényle (figure 11).

La réaction du bisphénol A avec le phosgène consiste à faire barboter le phosgène dans une solution de bisphénol A (figure 10), dans la pyridine (La pyridine est utilisée comme solvant basique polaire et permet de neutraliser la formation d'acide lors de la réaction) entre 20° et 35°C, puis le polymère résultant sera isolé par précipitation dans l'eau ou dans l'éthanol.

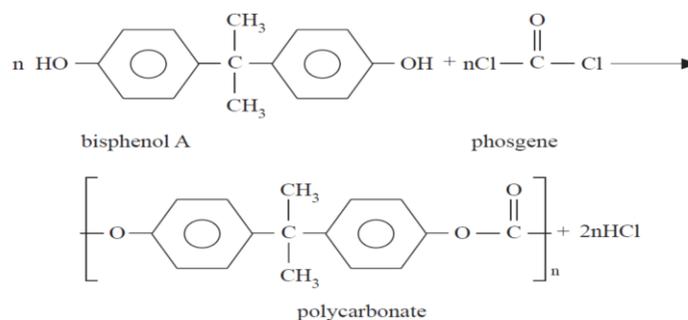


Figure I. 10: Synthèse du polycarbonate (bisphénol A + le phosgène).

Dans la réaction du bisphénol (A) avec du carbonate de diphényle, un prépolymère est formé initialement en chauffant le mélange à une température de 180 à 220 °C sous vide. La température est ensuite élevée lentement entre 280 et 300 °C sous pression réduite pour éliminer les dernières traces de phénol (figure I.11).

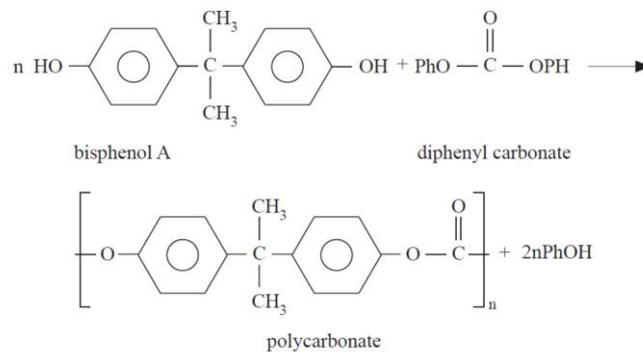


Figure I. 11: Synthèse du polycarbonate (bisphénol A + carbonate de diphényle).

II.1.10 Propriétés de polycarbonate (PC)

Le polycarbonate obtenu à partir de bisphénol (A) est le thermoplastique technique dont le volume des ventes est très important. Le polycarbonate (PC) traité est un polymère amorphe doté de propriétés d'ingénierie intéressantes, notamment une résistance élevée aux chocs, une faible absorption de l'humidité, une combustibilité faible, une bonne transparence dans le visible, qui est de l'ordre de 86 à 90 % pour des épaisseurs de 1 à 4 mm, il est deux fois moins lourd que le verre à épaisseur et surface égales. En outre, il présente des propriétés optiques comparables à celles du verre haute gamme utilisé dans les véhicules tout type, donc une excellente transmission lumineuse pour une vision de jour et de nuit parfaite, une protection anti UV, une protection anti-abrasion idéal contre les rayures et les frottement et une protection des usagers contre les bris de glace (verre). Ces dernières propriétés ont permis de substitué le verre par le PC et d'autre polymères. Une autre application importante du PC est la fabrication des disques compacts [20][21].

II.2 Conclusion

Dans la première partie on a donné le formalisme mathématique de la propagation des ondes acoustiques dans un fluide, solide, ainsi que la relation déformation/contrainte d'un matériau élastique isotrope. Ces deux points permettent de calculer le coefficient de réflexion. Dans la deuxième partie on décrit la synthèse de trois types de films polymères (PVB, PET, PC) qui l'on utilise dans le renforcement et la fabrication du verre feuilleté (Chapitre §II, III et IV). Dans le chapitre (II) une nouvelle méthode pour quantifier les paramètres mécaniques, module de Young (E), module Cisaillement (G), le coefficient de Poisson (ν) sera présentée.

III. Chapitre II : Développement des méthodes théoriques et expérimentales ultrasonore pour la caractérisation des films polymères.

III.1 Introduction

Dans ce chapitre on va présenter le modèle acoustique qui a été développé en collaboration avec le laboratoire de mécanique et d'acoustique LMA-CNRS-Marseille pour la caractérisation des systèmes monocouches et multicouches ainsi que les films polymères posés/ou collés sur des substrats.

Pour se faire, on a monté un dispositif expérimental qui sert à acquérir les signaux incidents et réfléchies qui permettent de:

- ❖ calculer le coefficient de réflexion $|R|$;
- ❖ mesurer le temps de vol ;
- ❖ déterminer par analyse spectrale les différentes vitesses (modes de propagations) qui interagissent dans la couche (film polymères).

Les différents paramètres mécaniques (E , ν et ρ) des films sont déterminés à partir du coefficient de réflexions mesurés et le coefficient de réflexion calculé selon le modèle théorique développé.

Toutefois on a développé une nouvelle méthode théorique et expérimentale pour étudier les propriétés mécaniques des plaques et des films minces en polymère transparent, afin de d'optimiser ces paramètres qu'on a calculé auparavant selon la méthode directe.

En pratique la caractérisation des couches minces ou des films sont basés sur le calcul des vitesses des ondes dans l'eau come couplant. Mais dans les configurations film (polymère)/substrat (Verre, Aluminium, Cuivre, Acier ...etc. La réponse de ces dernières est momentanée ou plus rapide que celle du film (ou couche), ce qui engendre des interférences ou des chevauchements de modes entre les deux réponses (film/substrat, respectivement substrat/couche) et cela rend la distinction entre les pics très difficile, donc la détermination des vitesses est quasi impossible (figure II.1)

Ajouté à ça, les films polymères, sujet de cette étude, sont utilisés dans la fabrication du verre feuilleté (sandwichs) qui permet de diminuer les bruits, l'amortissement des chocs, la protection des usagers des véhicules ainsi que les biens immobiliers, c'est pour cela que les signaux temporels réfléchis sont généralement fortement atténués.

Ce qui rend difficile le calcul des vitesses des ondes qui se propagent à la surface et dans le volume du matériau considéré (Figure II.2).

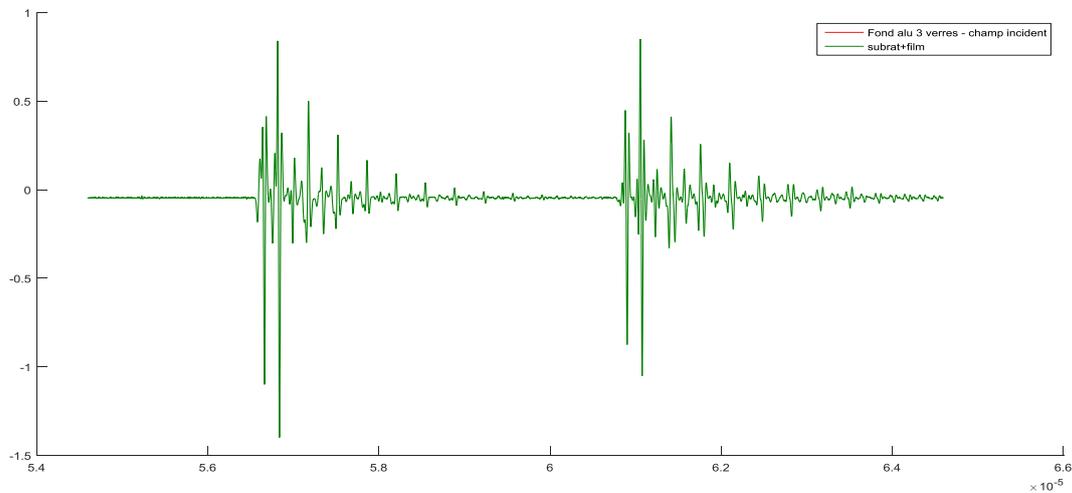


Figure II. 1: Signal temporel du champ réfléchi de la configuration film/verre.

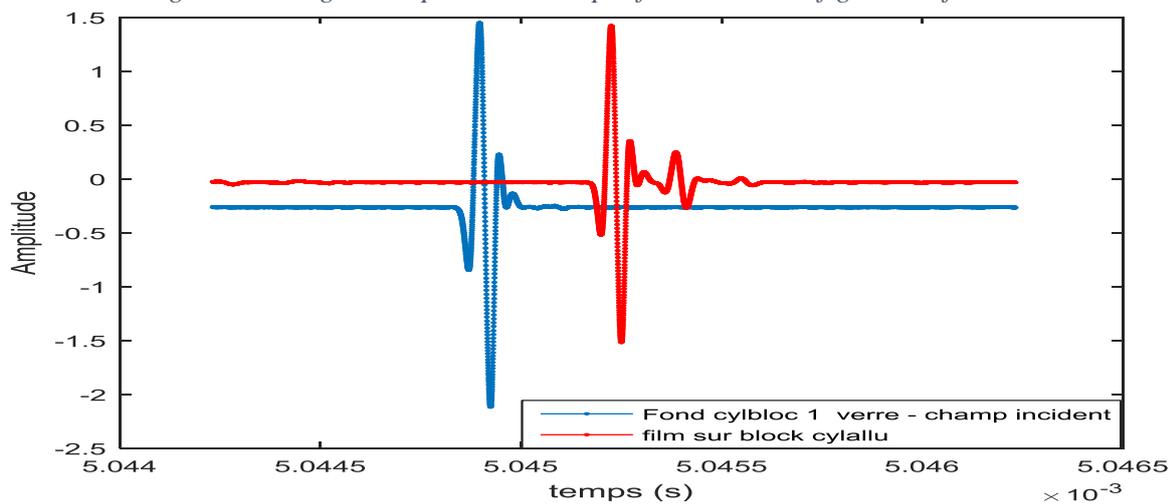


Figure II. 2: Atténuation des signaux pour deux films de polyester ayant une épaisseur de (100 et 200 μ).

Suite aux explications, et sur la lumière de ce qui a été donné précédemment et afin de développer une méthode efficace, simple et évidente pour la caractérisation des films polymères posés sur différents substrats, on a mis au point une méthode qui permet de mesurer le coefficient de réflexion $|R|$ à partir duquel on peut déterminer les différentes vitesses (V_L, V_T, V_R) qui interagissent dans la structure considérée ainsi que les paramètres mécaniques de nos films.

Le calcul des paramètres mécaniques des films polymères a été réalisé en trois (03) phases:

1. La première phase (partie expérimentale): consiste à développer un nouveau stand de mesure du coefficient de réflexion des configurations précitées (citées précédemment).

2. La deuxième phase (technique Acoustique): Analyse du pouvoir réflecteur $|R(\theta)|$ (coefficient de réflexion) en mode de réflexion pour les configurations suivantes :

- substrat immergé dans un fluide;
- film posé sur substrat (différents substrats);
- film collé sur substrat (différents substrats).

3. La troisième phase: confrontation (comparaison) de nos résultats expérimentaux avec ceux de la théorie aux résultats

III.2 Méthode expérimentale

III.2.1 Équipements et montage :

Dans cette partie un dispositif expérimental a été mise en place (figure 3) afin de déterminer les coefficients de réflexion elle est composée de:

- Cuve ultrasonique (100cm x 50cm x 50 cm) ;
- Un système mécanique de déplacement (x, y, z) ;
- Un support pour transducteur ;
- Un transducteur de 50 MHz (V358/50/0.25 163920 Pamaetrics) ;
- Un Générateur HF-75 MHz (OLYMPUS 5073PR Pulser/Receiver);
- Un oscilloscope (Tektronix TDS3824B).

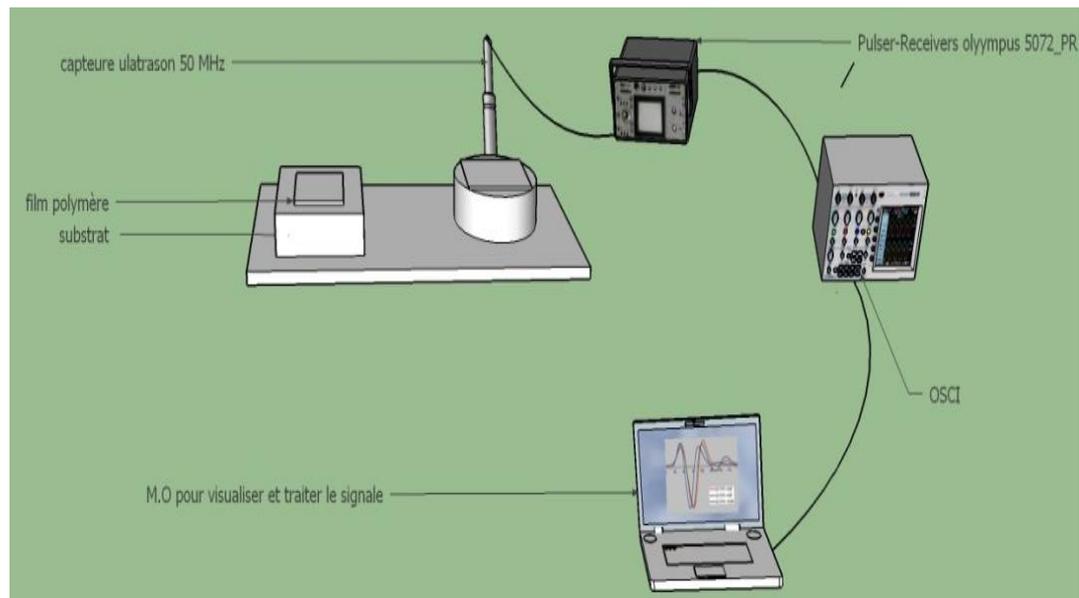


Figure II. 3: Schéma du montage utilisé pour mesurer le coefficient de réflexion

III.3 Mesure de coefficient de réflexion

Le coefficient de réflexion est le rapport entre le champ de l'onde acoustique réfléchi et le champ incident de la même onde. Le champ réfléchi c'est le signal qui s'affiche sur l'oscilloscope, donc il reste à déterminer le champ incident, pour ce faire il faut un milieu massif placé à la même distance (distance entre le capteur et la surface réfléchissante) de celui du dispositif (échantillon + milieu semi infini) pour que les deux signaux (incident et réfléchi) aient le même parcours (figure 4).

Donc on doit renverser le dispositif de tel manière que l'échantillon doit être en bas et le milieu massif en haut (figure 4).

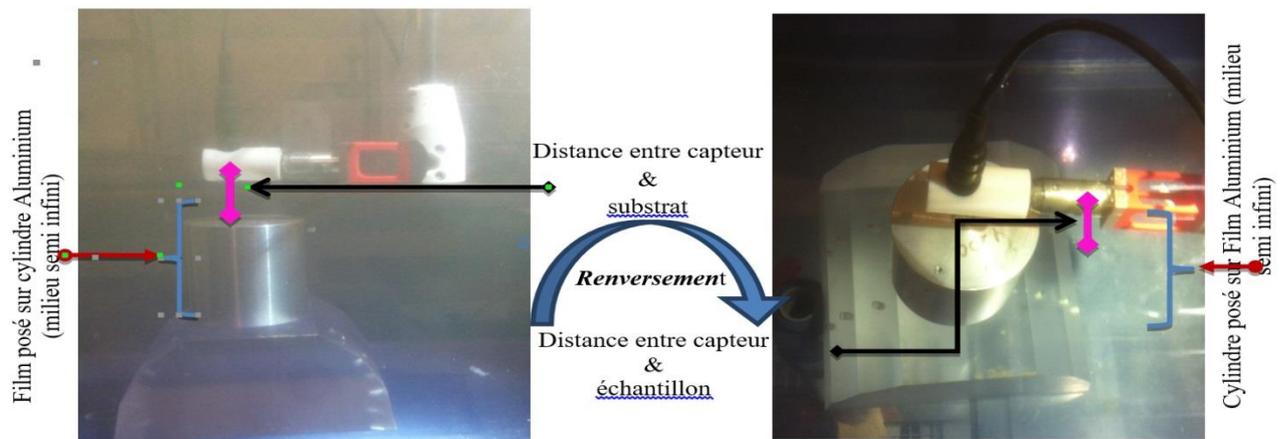


Figure II. 4: Technique utilisée pour mesurer le champ incident de l'onde acoustique.

Ceci est montré dans la figure (5), le signale réfléchi d'un substrat de verre (comme échantillon) posé sur une plaque d'Aluminium et le signal incident sur la même plaque d'Aluminium posée sur le substrat de verre.

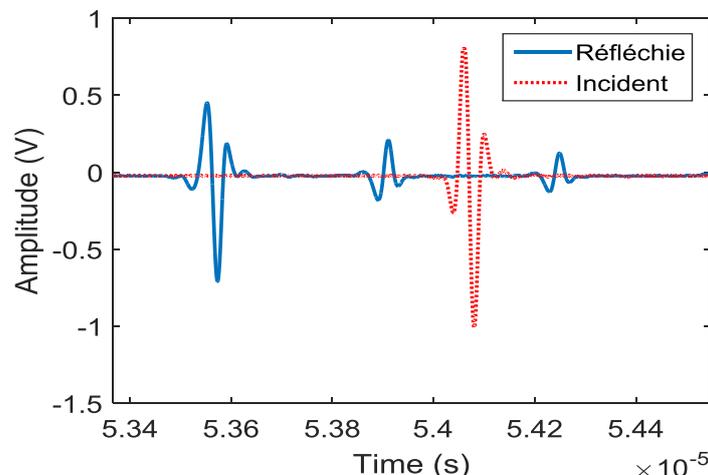


Figure II. 5: Signale réfléchi d'un substrat de verre posé sur une plaque d'Aluminium et signal incident sur la même plaque d'Aluminium posée sur le substrat de verre.

III.4 Paramétrage de la manipulation

Le travail consiste à mesurer le coefficient de réflexion $|R|$ des films polymères posés sur substrat en incidence normale, dans une cuve ultrasonique. Afin d'optimiser et d'augmenter la précision de mesure des paramètres mécaniques des matériaux (module de Young (E), coefficient de Poisson (ν) et la densité (ρ)) et en respectant le protocole expérimentale suivant.

III.5 Protocole expérimental

1. Remplir la cuve ultrasonique jusqu'à ce que l'on puisse considérer la partie supérieure transducteur-eau comme un milieu semi infini.
2. Régler la surface de l'échantillon/substrat qui doit être perpendiculaire à la normale du capteur ultrasonique ;
3. choisir la taille du film (échantillon) pour que les conditions aux limites soient respectées ;
4. découper les échantillons (films) avec un outil tranchant, afin de ne pas laisser des bords déchiquetés ;
5. utiliser un frottoir pour coller le film sur le substrat afin d'éliminer les bulle d'air entre le film et le substrat.

III.6 Films polymère

Il existe plusieurs types de films de sécurité spécialement utilisés pour renforcer et sécuriser le verre feuilleté et le verre Security ils permettent selon les différents cas :

- résistance aux chocs : le film retarde l'effraction et évite les éclats de verre ;
- résistance au feu: le film bloque la propagation des flammes et la vitre ne vole pas en éclats sous l'effet de la chaleur ;
- sécurité en cas de bris de vitre, le film réduit la projection des morceaux de verre en les retenant.

Les films objets de cette étude sont le Polyéthylène Téréphtalate (PET) et le poly(butyrac de vinyle) (PVB), ces films sont les plus utilisés dans le domaine de renforcement du verre (automobile, bâtiments...etc.).

III.6.1 Le Polyéthylène Téréphtalate (PET) :

C'est un polymère thermoplastique semi-cristallin, fabriqué par polycondensation, il appartient à la famille des polyesters aromatiques [1, 2]. Il a une clarté optique remarquable grâce à son orientation cristallographique [03].

III.6.2 Le poly (butyral de vinyle) (PVB):

Il est robuste et souple. Il est connu pour sa grande résistance aux chocs à basses températures [II.04], il possède d'excellentes propriétés adhésives avec le verre, le métal, le plastique et le bois. Il est largement utilisé comme peinture, agent adhésif, pâte d'impression ou comme film pour le verre de sécurité (automobiles) [II.05].

Les caractéristiques mécaniques et chimiques des films sujets de l'étude sont confinées dans tableau 1.

film	Densité (g/cm ³)	Module de Young: E (GPa)	coefficient de Poisson (ν)	Indice de réfraction
Polyéthylène Téréphtalate semi-cristallin (PET)	1.335 à 1.455 1,39 - 1,47	2,5 - 3	0.4 à 0.5	1.576 (25°C) 1.64 (23°C)
poly(butyral de vinyle)	(1083 à 1100) (1007 à 1008)	0.95	0.45 à 0.49	1.76

Tableau I. 2: les caractéristiques des films de Polyéthylène Téréphtalate semi-cristallin (PET) et le poly(butyral de vinyle) [25.].

III.7 Tests réalisés

L'objectif est de mesurer le coefficient de réflexion pour plusieurs configurations (substrat de verre émergé dans l'eau, film de polymère posé ou collé sur différents substrats), pour valider le modèle mathématique développé, afin de déterminer les paramètres mécaniques des films polymères. Dans ce qui suit on va montrer les tests réalisés au niveau du laboratoire Onde & Imagerie/LMA/CNRS – Marseille France.

III.8 Coefficient de réflexion

Mesure du coefficient de réflexion pour la configuration substrat de verre immergé dans l'eau La figure (06) montre le dispositif qu'on utilise pour l'acquisition du signal temporelle engendré par le substrat immergé dans l'eau et par la suite mesurer le coefficient de réflexion pour un substrat verre, dans un second temps on fait l'acquisition du signal incident par renversement de la structure.

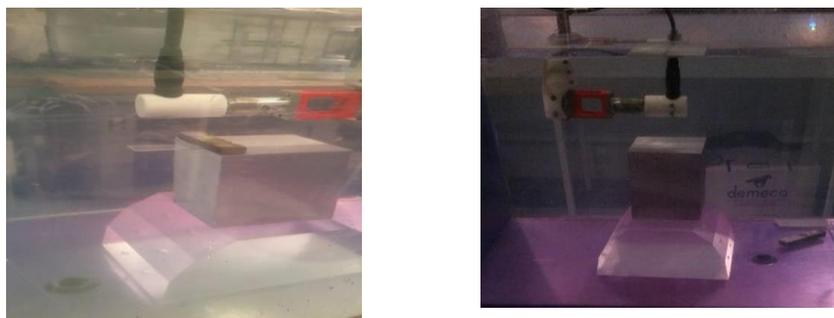


Figure II. 6: Dispositif pour mesurer le coefficient de réflexion.

Le calcul du coefficient de réflexion $|R|$ est fait à partir du modèle développé dans notre laboratoire sous environnement Matlab (équation II-01).

$$R = \frac{\text{Onde réfléchie}}{\text{Onde Incidente}} \quad (\text{II-01})$$

III.9 Mesure du coefficient de réflexion pour la configuration verre/cuivre, verre/Acier et verre/Aluminium

Afin de déterminer le substrat le plus adéquat pour récupérer le signal incident, on a effectué plusieurs tests, afin de trouver le milieu réflecteur le plus approprié pour notre étude et cela pour chaque cas. Dans ce qui suit on montre l'effet de ces milieux sur le coefficient de réflexion $|R|$ représenté dans les figures (figures II.7a et II. 7b).

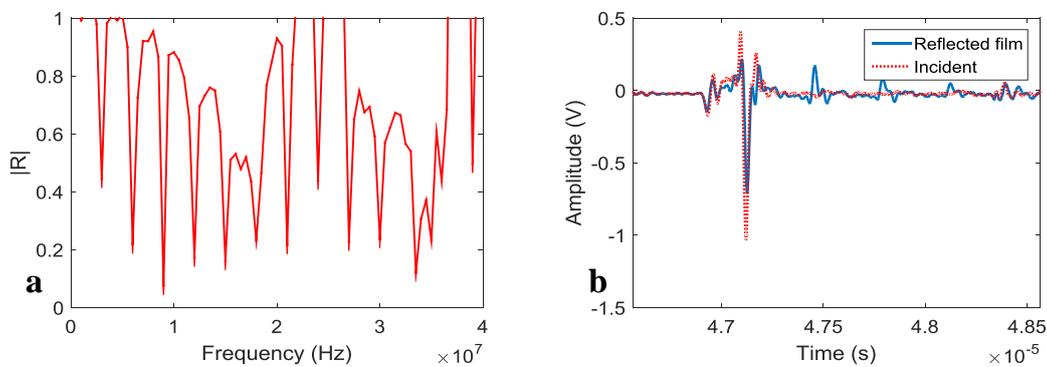


Figure II. 7: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour substrat de verre de (50 mm x 20 mm x 1mm) posé sur une plaque d'Acier (250 mm x 60 mm x 20mm), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.

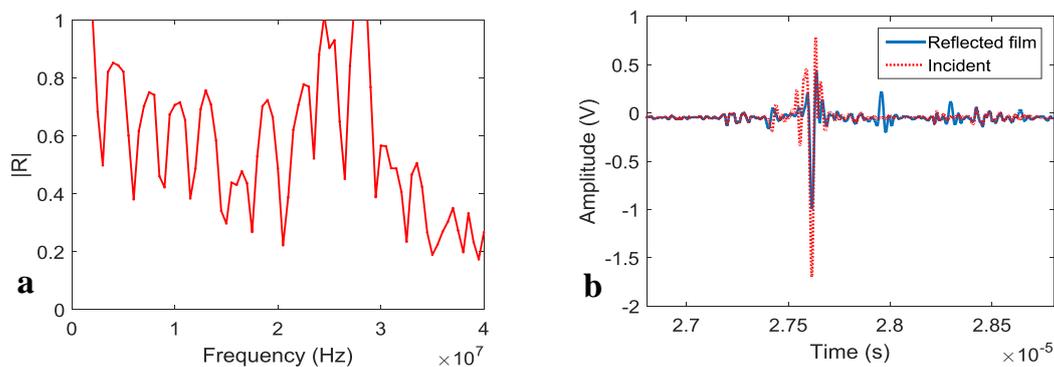


Figure II. 8: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un Substrat de verre de (50x20x1mm) posé sur une plaque d'Aluminium (100x50x7mm), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.

Les figures (II.08a et II.08b) montrent les amplitudes du coefficient de réflexion des configurations verre/aluminium et verre/Acier, la différence entre ces deux amplitudes est due au type des substrats, le signal réfléchi par l'acier et plus important que celui réfléchi par l'Aluminium.

III.10 Mesure du coefficient de réflexion d'un film polymère

Le film de poly(téréphtalate d'éthylène) utilisé dans cette étude est un film autocollant transparent d'une épaisseur de 100 μm , on l'utilisé comme un moyen de protection des vitres et surtout pour les pare-brise des voitures contre les chocs à faibles vitesses.

La figure (II.09) représente le coefficient de réflexion d'un film collé sur un substrat en acier, tandis que dans les figures (II.10) et (II.11) le film est collé sur un substrat en Aluminium et en verre respectivement, pour différentes épaisseurs, l'acquisition a été faite par un capteur de 50 MHz.

III.10.1 Film PET 100 μm / Acier (250 x 60 x 20 mm)

La figure (II.9b) présente deux signaux temporels de réflexion, le premier est à l'interface Eau/PET, le deuxième est à la face avant de la plaque d'Acier. Un décalage en temps est provoqué par une distance légèrement différente entre le transducteur et la plaque.

Dans la figure (II.9a) on a obtenu trois oscillations entre 10 MHz et 30 MHz, l'amplitude du coefficient de réflexion est comprise entre 0,9 et 0,8; ça signifie que le signal incident est proche de celui réfléchi.

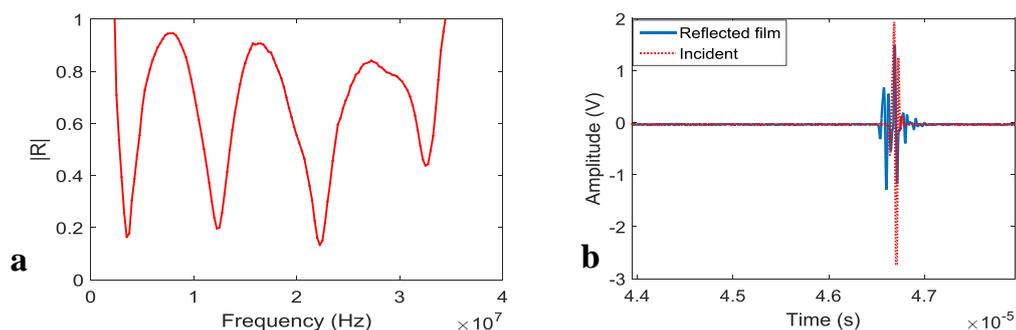


Figure II. 9: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PET100 μm semi-cristallin.

III.10.2 Film PET 100 μm /cylindre d'Aluminium

Dans la figure (10-a) l'amplitude du coefficient de réflexion est plus atténuée que pour le substrat d'Acier (figure II.9a), les trois oscillations apparaissent dans les mêmes endroits, une grande partie de l'énergie a été dissipé dans le substrat d'Aluminium.

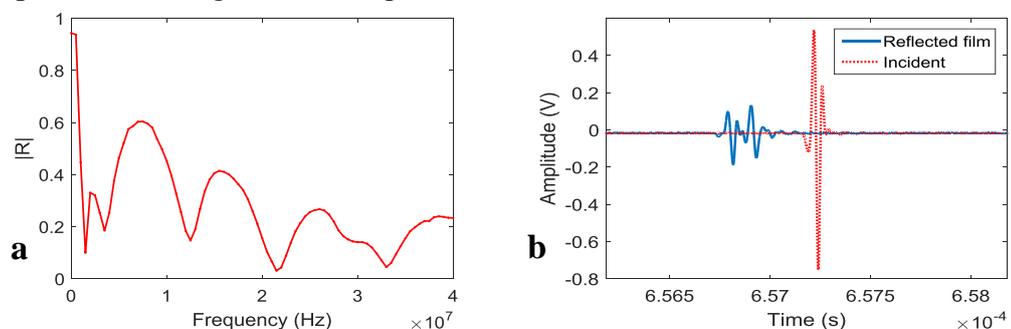


Figure II. 10: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PET 100 μm semi-cristallin collé sur cylindre d'Aluminium, b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.

III.10.3 Film PET 100 μm /verre (300x300x8mm)

Les Deux signaux temporels de réflexion à l'interface eau/PET et PET/verre est représenté sur la figure (II.11b). Un décalage en temps moins que pour les deux premiers (film/Acier et film/Aluminium).

Les trois oscillations sont obtenues aux mêmes endroits (10 MHz , 20 MHz et 30 MHz), l'amplitude du coefficient de réflexion est comprise entre 0,9 et 0.4; une partie de l'énergie a Dissipé dans le substrat de verre, elle est moins que pour le cas d'un substrat d'Aluminium.

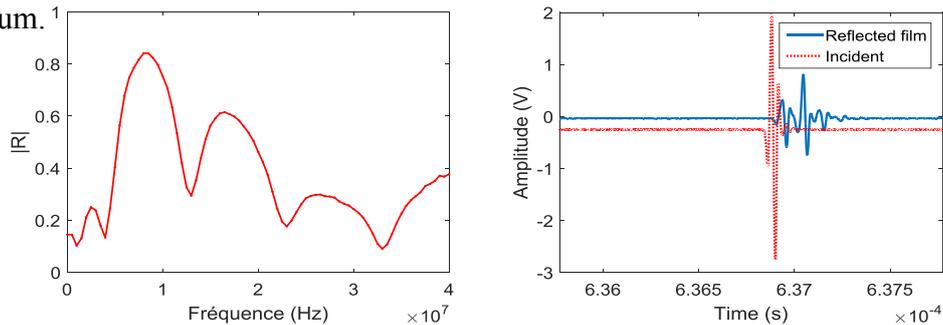


Figure II. 11: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PET 100 μm semi cristallin collé sur plaque de Verre (300x300x8mm), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.

III.10.4 Film (polybutyral de vinyle) 380 μm (PVB) /plaque de Verre (300x300x8)

Le PVB adhère très bien avec le verre, pour cela on utilise une plaque de verre ordinaire ; le signal est fortement atténué, il est compris entre 0 MHz et 2 MHz. Dans les différents cas d'épaisseur ceci est représenté dans les figures (II.12, II.13 et II.14).

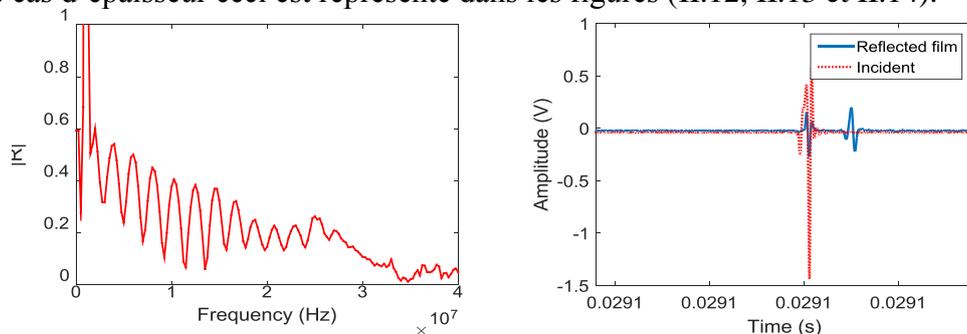


Figure II. 12: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PVB - 380 μm posé sur substrat plaque de verre (300x300x8), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.

III.10.5 Film poly(butyral de vinyle) (PVB) - 450 μm /plaque de Verre (300x300x8).

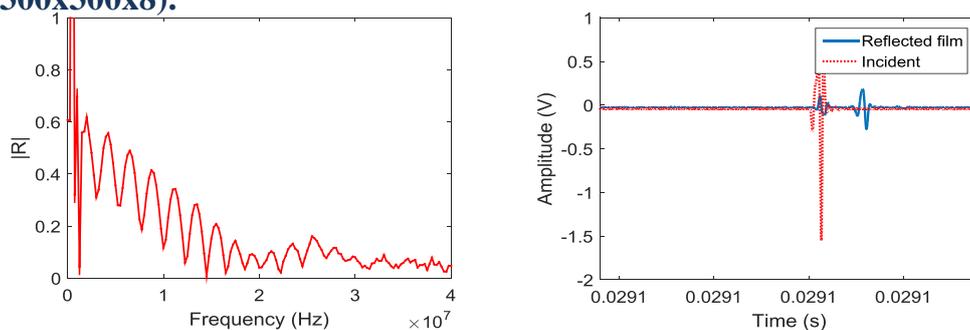


Figure II. 13: a) Amplitude due coefficient de réflexion pour un film PVB - 450 μm posé sur substrat plaque de Verre (300x300x8), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.

III.10.6 Film PVB - 750 μm / plaque de Verre (300x300x8).

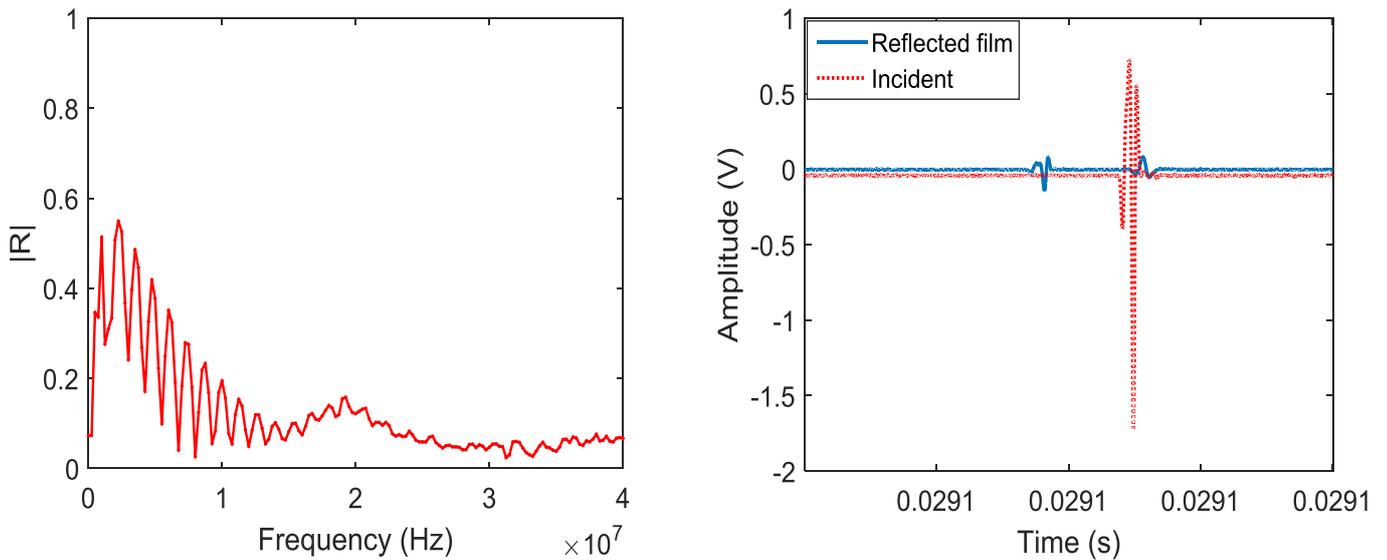


Figure II. 14: a) Amplitude de coefficient de réflexion pour un film PVB 750 μm posé sur substrat plaque de Verre (300x300x8), b) Signal temporel du champ incident et réfléchi.

III.11 Analyse des résultats expérimentaux

III.11.1 Atténuation et interférence des signaux temporelles

De ce qui précède, on peut conclure que le type du substrat et le collage de film sur le substrat sont deux paramètres primordiales pour avoir un bon signal du coefficient de réflexion. Comme on a vu certains signaux temporels sont fortement atténués ce qui rend le calcul des vitesses à partir du temps de vols difficile (figure II.15).

Dans ce qui suit, on montre le rôle de chacun de ces deux facteurs (type du substrat et l'adhérence entre le film et le substrat).

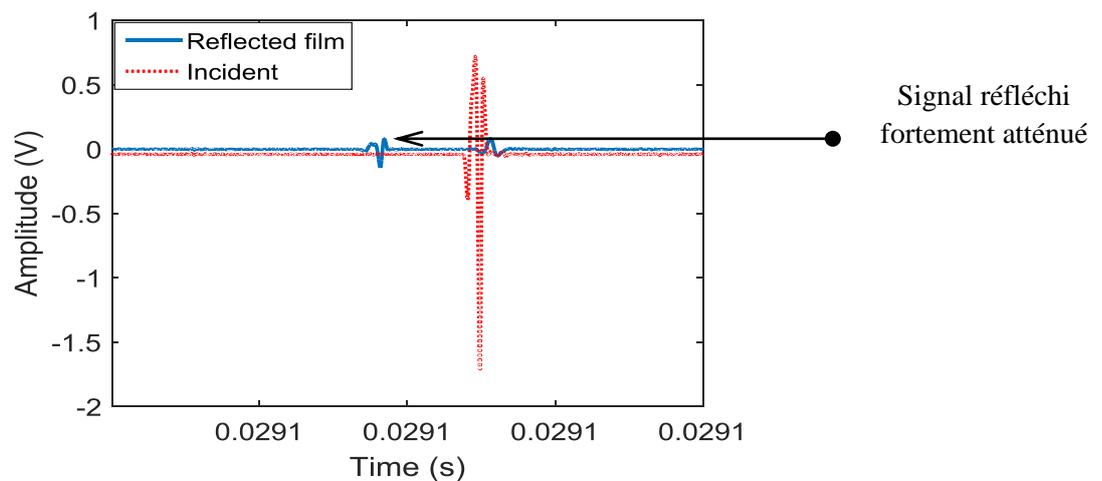


Figure II. 15: Atténuation du signal temporel du champ réfléchi film PVB 750 μm .

III.11.2 Effet du substrat sur le coefficient de réflexion

Pour comprendre l'effet du substrat sur le coefficient de réflexion on utilise plusieurs types des matériaux de différentes tailles et différentes épaisseurs comme il est représenté dans les figures II.9, II.10 et II.11, on trouve que l'écart entre les amplitudes du coefficient de réflexion est très important lorsque celui-ci est important entre les impédances acoustiques ($z = \rho C$) des deux couches (film/substrats) (figure II.16)

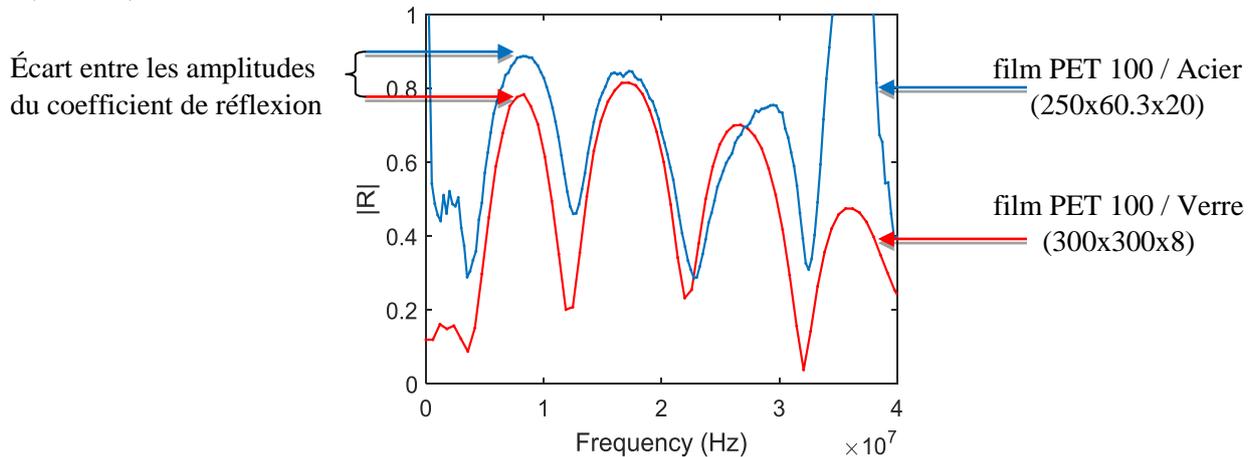


Figure II. 16: Ecart entre les deux amplitudes de coefficient de réflexion

III.11.3 Effet d'adhérence entre le film et le substrat sur le coefficient de réflexion

Maintenant on va traiter deux cas de dépôt des films :

- 1^{er} cas, le film est collé sur le substrat par une colle (colle d'acrylique),
- 2^{ème} cas, le même film est posé directement sur le substrat (sans colle).

L'amplitude du coefficient de réflexion dans le premier cas est plus importante par rapport à l'amplitude du deuxième cas représenté sur la figure II.17, on a obtenu le même résultat dans le cas où on pose le film PVB sur une plaque de verre, c'est-à-dire une forte atténuation du signal.

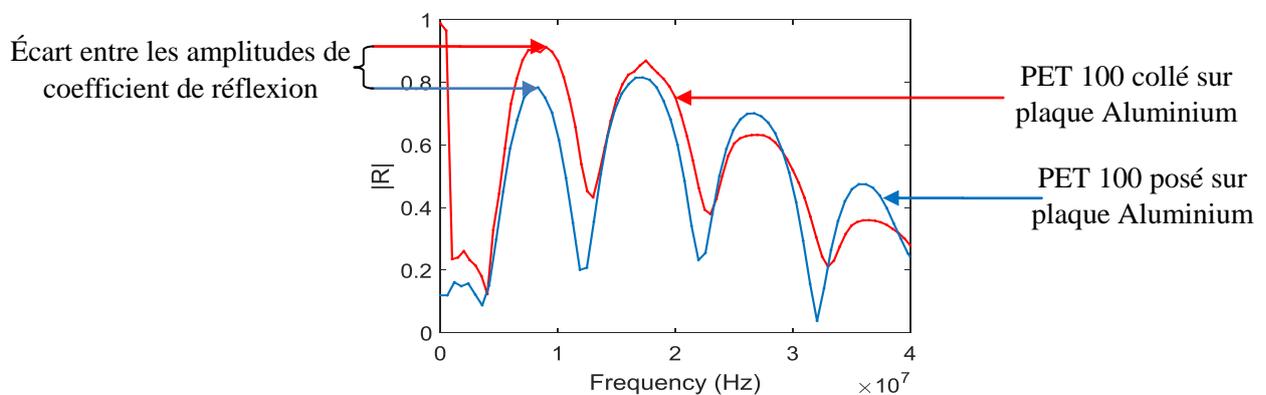


Figure II. 17: Ecart entre les deux amplitudes de coefficient de réflexion

Donc pour avoir de bons résultats :

- Il faut prendre soin de bien choisir le substrat et l'adhésion entre l'échantillon et le substrat.
- Le capteur doit être perpendiculaire sur la surface de l'échantillon a caractérisé.

III.12 Modèle théorique

Un matériau se déforme lorsqu'il est soumis à des forces extérieures, il reprend sa forme initiale lorsque ces forces sont supprimées c'est-à-dire que les déformations et les contraintes s'annulent simultanément au repos, on dit qu'il est élastique, sinon il est plastique; les matériaux utilisés dans cette étude sont des polymères élastiques (Polyéthylène Téréphtalate, Polycaprolactone (PCL) et le poly (butyral de vinyle)) [06], donc ils obéissent aux lois de l'élasticité et selon l'hypothèse de petites déformations, le comportement élastique d'un solide est décrit par une loi linéaire, appelée loi de Hooke [8], qui relie le tenseur des contraintes σ_{ij} au tenseur des déformations ε_{ij} [07]. Pour un matériau linéaire homogène anisotrope, cette relation s'écrit en fonction des constantes élastiques du matériau, sous la forme [9, 10]

$$\sigma^s = \lambda tr(\varepsilon)I + 2\mu\varepsilon \quad (\text{II-02})$$

Avec:

- $tr(\varepsilon) = \theta = \nabla u$, c'est la variation de volume qui donne le déplacement u (champ de déplacement particulaire),
- λ et μ : Sont respectivement les coefficients de Lamé.

Le tenseur des déformations s'écrit en fonction des déplacements sous la forme (cette relation est bien détaillée par J. F. Allard [10]):

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right); \quad i \text{ et } j \in \{1, 2, 3\} \quad (\text{II.03})$$

Le déplacement du solide est la somme du deux potentiels scalaire et vectoriel, théorème de Helmholtz – Hodge [11], et donné par :

$$u = \nabla \varphi_s + \nabla \times \Psi_s \quad (\text{II.04})$$

Considérant un mouvement irrotationnel $(\nabla \times \Psi_s) = 0$ défini par un changement de volume:

$$\Theta = \nabla u = \nabla \cdot \nabla \varphi_s \quad (\text{II.05})$$

Dans le cas où le mouvement est seulement rotationnel, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de changement de volume on a :

$$\Theta = \nabla \mathbf{u} = \nabla \cdot \nabla \varnothing_s \text{ et } \mathbf{u} = \nabla \times \Psi_s \quad (\text{II.06})$$

Les équations (II-05) (cisaillement) et (II-06) (longitudinales) sont ensuite utilisées séparément, en utilisant le théorème de Helmholtz–Hodge dans l'équation de Navier [12, 13], pour donner les deux équations d'ondes (longitudinale ou onde P et transversale ou SH-ondes).

$$\left\{ \begin{array}{l} \nabla^2 \varnothing_s = \frac{\varnothing_s}{v_p^2} \\ v_p = \left(\frac{\lambda_s + 2\mu_s}{\rho_s} \right)^{1/2} \\ \nabla^2 \Psi_s = \frac{\Psi_s}{v_{sh}^2} \\ v_{sh} = \left(\frac{\mu_s}{\rho_s} \right)^{1/2} \end{array} \right. \quad (\text{II.07})$$

v_p, v_{sh} sont respectivement les vitesses longitudinales et transversales.

III.13 Relation entre le module de Young (E_s), Module d'onde de compression (M_s) et le coefficient de Poisson (ν_s) [14]

$$E_s = \frac{M_s(1+\nu_s)(1-2\nu_s)}{(1-\nu_s)} \quad (\text{II-08})$$

$$\mu_s = \frac{M_s(1-2\nu_s)}{2(1-\nu_s)} \quad (\text{II-09})$$

$$\lambda_s = \frac{M_s\nu_s}{(1-\nu_s)} \quad (\text{II-10})$$

$$v_p = \sqrt{\frac{M_s}{\rho_s}} \quad \text{et} \quad v_{sv} = \sqrt{\frac{G_s}{\rho_s}} \quad (\text{II-11})$$

III.14 Calcul du coefficient de réflexion

III.14.1 Couche immergé dans un fluide (Équations de mouvement)

Le modèle est développé afin de calculer le coefficient de réflexion pour différentes configurations, la configuration présentée au-dessous est la configuration le plus simple substrat immergé dans un fluide (figure II.18).

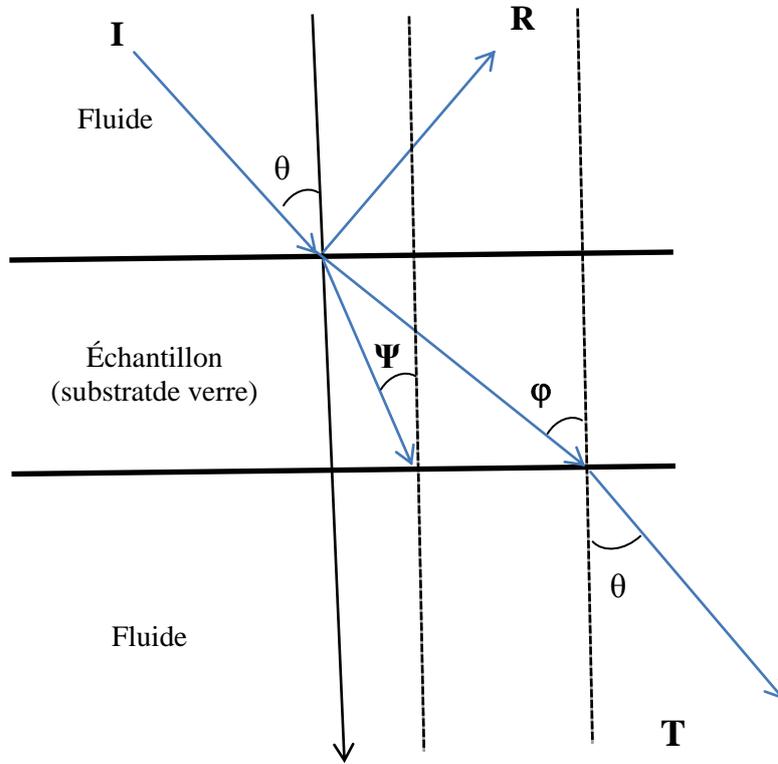


Figure II. 18: Représentation géométrique de la propagation des ondes dans un substrat immergé dans un fluide.

I: onde longitudinale incidente, le potentiel du champ incident est donné par :

$$Pf1(x, z) = (e^{k_f \cdot z} + R \cdot e^{-k_f \cdot z}) \cdot e^{-k_f \cdot x} \cdot p_i \quad (\text{II-12})$$

θ : angle d'incidence ;

R: onde réfléchie ;

Ψ : onde longitudinale dans la couche ;

ϕ : Onde transverse dans la couche ;

I: onde longitudinale transmise, le potentiel du champ transmis est donné par :

$$Pf3(x, z) = (e^{k_{z1} \cdot L + k_f \cdot (z+L)}) \cdot e^{-k_f \cdot x} \cdot p_i \quad (\text{II-13})$$

La résolution de l'équation (05), pour le champ incident et le champ réfléchi de l'onde longitudinale (P-wave) et l'onde de cisaillement (SH-wave) donne [13]:

$$\psi_s(s, z) = (\Phi_1 \exp(-k_1^z z) + \Phi_1' \exp(k_1^z z)) \exp(-k_1^x x) \quad (\text{II-14})$$

$$\varphi_{s3}(s, z) = (\Phi_3 \exp(-k_3^z z) + \Phi_3' \exp(k_3^z z)) \exp(-k_3^x x) \quad (\text{II-15})$$

Avec :

Ψ_s : Onde de compression dans la couche ;

φ_{s3} : Onde de cisaillement dans la couche ;

$kz_1 = i.a_1$: nombre d'ondes de l'onde longitudinale dans la couche ;

$kz_3 = i.a_3$: nombre d'ondes de l'onde transversale dans la couche.

Selon la loi de Snell-Descartes on peut écrire :

$$k_0 \cdot \sin(\theta) = k_1 \cdot \sin(\theta_1) = k_3 \cdot \sin(\theta_3) \quad / \quad \gamma = k_0 \cdot \sin(\theta) \quad (\text{II-16})$$

$$\text{avec : } \gamma = k_0 \cdot \sin(\theta) \quad (\text{II-17})$$

On peut écrire :

$$a_1 = \sqrt{k_1 - \gamma} \quad (\text{II-18})$$

$$a_2 = \sqrt{k_3 - \gamma} \quad (\text{II-19})$$

$$k_1 = \omega \sqrt{\frac{\rho_s}{M}} ; k_3 = \omega \sqrt{\frac{\rho_s}{\mu}} \quad (\text{II-20})$$

$$k_0 = \frac{\omega}{cf} \quad \text{et} \quad kf = i \cdot \gamma \quad (\text{II-21})$$

III.14.2 Coefficient de réflexion pour une couche immergée dans un fluide

On considère une couche immergée dans un fluide, la partie supérieure et inférieure de la couche sont considérées comme deux milieux semi infinis, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de réflexion dans ces deux milieux, et que les deux ondes longitudinale et transversale dans la couche, vont générer seulement une onde longitudinale dans le fluide (figure II.19).

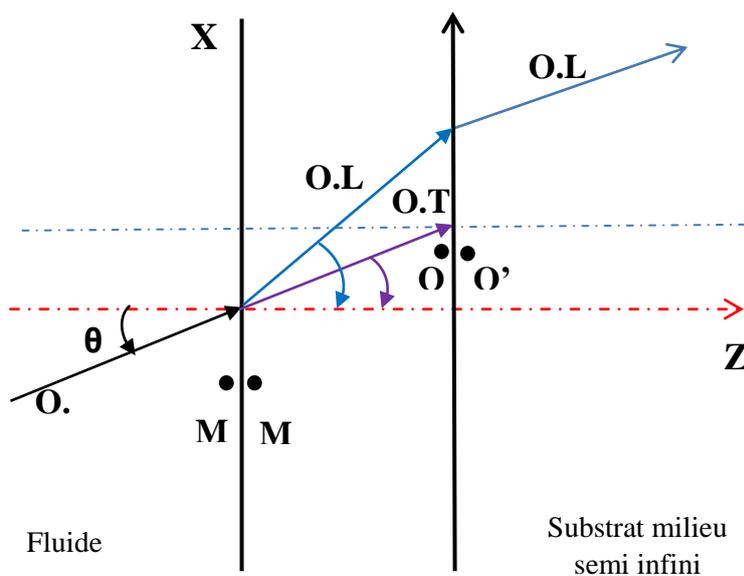


Figure II. 19: Représentation géométrique de la propagation des ondes dans une couche immergée dans un fluide avec les conditions aux limites.

L'onde incidente est caractérisée par la pression $p = p(x,y)$ et tant que l'onde est harmonique et que le milieu est homogène, la vitesse de déplacement des particules dans le champ sonore est écrite [15] :

$$v = \frac{\text{grad}p}{i\rho\omega} \quad (\text{II-22})$$

Les expressions pour l'onde incidente et réfléchié sont écrites comme suit :

$$\begin{cases} p_{f1}(x, z) = p_{inci}(x, z) + p_R(x, z) \\ p_{f1}(x, z) = (e^{k_x \cdot z} + R e^{-k_x \cdot z}) e^{k_f \cdot x} \cdot p_{ii} \end{cases} \quad (\text{II-23})$$

R : Le coefficient de réflexion.

Conditions aux limites

Aux interfaces entre la couche et le fluide (interface avant et arrière), on écrit les conditions aux interfaces correspondant à un contact parfait, une continuité des déplacements normaux et continuité des contraintes normales [16, 13].

- À la première interface ($z = 0$)

$$\begin{cases} v(M) = v(M') \\ G_{zz} = -p \\ G_{xz} = 0 \end{cases} \quad (\text{II-24})$$

Avec :

$V(M)$: Vitesse dans le fluide;

$V(M')$: Vitesse à la surface de l'échantillon (couche) ;

G_{zz} : Contrainte selon l'axe Z et p la pression du champ incident (signe moins selon l'axe Z) ;

G_{xz} : Contrainte transversale à l'interface.

À la deuxième interface ($z = -L$) :

$$\begin{cases} v(Q) = v(Q') \\ G_{zz} = -p \\ G_{xz} = 0 \end{cases} \quad (\text{II-25})$$

$v(Q)$: Vitesse dans l'échantillon ;

$v(Q')$: Vitesse dans le fluide ;

G_{zz} : Contrainte selon l'axe Z et p : la pression du champ incident ;

G_{xz} : Contrainte transversale à l'interface.

Les vitesses s'expriment en fonction des potentiels par [13]:

$$\begin{cases} v_x = s \left(\frac{\partial \psi_{s1}}{\partial x} - \frac{\partial \phi_{s3}}{\partial z} \right) \\ v_z = s \left(\frac{\partial \psi_{s1}}{\partial z} + \frac{\partial \phi_{s3}}{\partial x} \right) \end{cases} \quad (\text{II-26})$$

Où : v_x est la vitesse transversale et v_z est la vitesse longitudinale.

Selon la loi de HOOKE, les contraintes s'expriment en fonction des déplacements comme suit [13] :

$$\begin{cases} \sigma_{zz}^s = \lambda \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} + \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + 2\mu \frac{\partial u_z}{\partial z} \\ \sigma_{xz}^s = \mu \left(\frac{\partial u_x}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial x} \right) \end{cases} \quad (\text{II-27})$$

Avec :

$$\begin{cases} u_x = \frac{\partial \psi_{s1}}{\partial x} - \frac{\partial \phi_{s3}}{\partial z} \\ u_z = \frac{\partial \psi_{s1}}{\partial z} - \frac{\partial \phi_{s3}}{\partial x} \end{cases} \quad (\text{II-28})$$

L'équation (II.28) dans l'équation (II.27), donne le système d'équation (II-29):

$$\begin{cases} \sigma_{zz}^s = (\lambda + 2\mu) \left(\frac{\partial^2 \psi_{s1}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \psi_{s1}}{\partial z^2} \right) - 2\mu \left(\frac{\partial^2 \psi_{s1}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \phi_{s3}}{\partial x \partial z} \right) \\ \sigma_{xz}^s = \mu \left(2 \frac{\partial^2 \psi_{s1}}{\partial x \partial z} + \frac{\partial^2 \phi_{s3}}{\partial x^2} - \frac{\partial^2 \phi_{s3}}{\partial z^2} \right) \end{cases} \quad (\text{II-29})$$

III.14.3 Détermination du coefficient de réflexion de la couche

Par l'utilisation des conditions aux limites définies dans les équations (II.24) et II.25) pour les deux interfaces et le développement analytique à partir des équations (II.26, 27, 28 et II.29) on écrit le système d'équation suivant sous forme d'une matrice

$$[M] \times [\Phi_1; \Phi_{p1}; \Phi_3; \Phi_{p3}; R; T] = [C] \quad (\text{II-30})$$

$\Phi_1, \Phi_{p1}, \Phi_3, \Phi_{p3}$ sont respectivement les amplitudes des ondes incidentes et réfléchies longitudinales et transversales.

R , T sont respectivement les coefficients de réflexion et de transmission. La figure (20) montre l'amplitude du coefficient de réflexion calculé pour une couche de verre émergée dans l'eau.

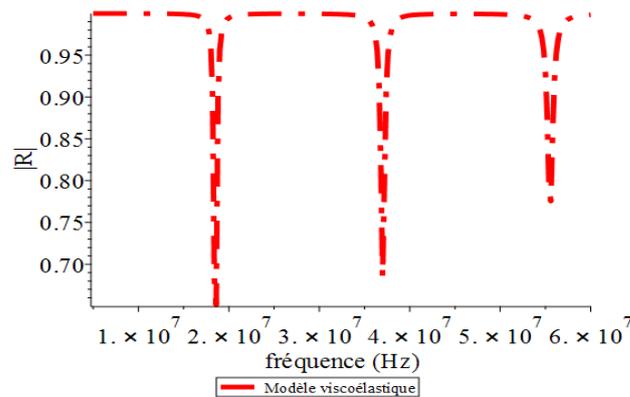


Figure II. 20 : Amplitude du coefficient de réflexion calculé pour une couche de verre émergée dans l'eau.

III.14.4 Film collé sur un substrat

On considère maintenant que la couche est collée sur un substrat et le tout est immergé dans un fluide, le substrat est considéré comme un milieu semi-infini, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de réflexion dans ce milieu, et que les deux ondes longitudinale et transversale générées dans la couche vont gérer respectivement une onde longitudinale et une onde transversale dans le substrat (figure II.21).

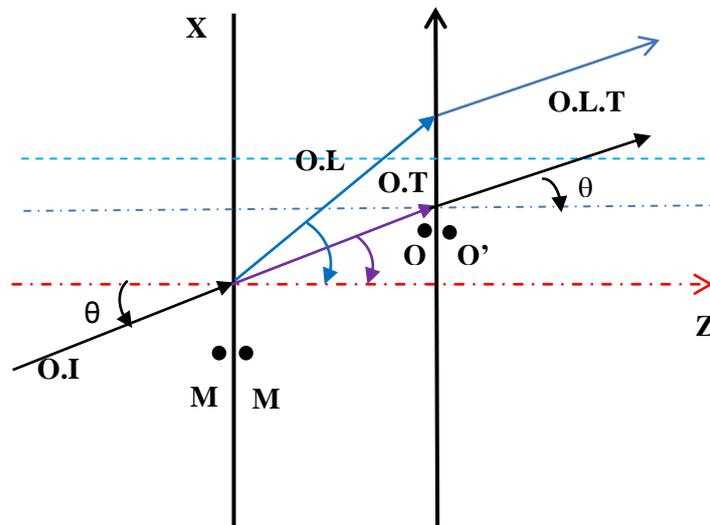


Figure II. 21: Représentation géométrique de la propagation des ondes dans une couche collée sur un substrat immergé dans un fluide avec les conditions aux limites.

Donc la résolution de l'équation (05), pour le champ incident et le champ réfléchi de l'onde longitudinale (P-wave) et l'onde de cisaillement (SV-wave) pour la configuration fluide/couche/substrat est donnée par le système d'équation 31 :

$$\begin{cases} \psi_{s1}(x, z) = (A_{11} \cosh(k_{z11} \cdot z) + A_{12} \sinh(k_{z11} \cdot z)) e^{k_f \cdot x} \\ \varphi_{s1}(x, z) = (B_{11} \cosh(k_{z31} \cdot z) + B_{12} \sinh(k_{z31} \cdot z)) e^{k_f \cdot x} \\ \psi_{s2}(x, z) = (\phi_{12} e^{k_{z12}(z+L)}) e^{k_f \cdot x} \\ \varphi_{s2}(x, z) = (\psi_{12} e^{k_{z32}(z+L)}) e^{k_f \cdot x} \end{cases} \quad (\text{II-31})$$

III.14.5 Conditions aux limites

Aux interfaces entre fluide/couche et couche/substrat (interface avant et arrière), on écrit les conditions aux interfaces correspondantes à un contact parfait, continuité des déplacements normaux et continuité des contraintes normales.

- **Première interface (z=0)** : (les mêmes conditions pour une couche émergée dans un fluide)

$$\begin{cases} v(M) = v(M') \\ G_{zz1} = -p \\ G_{xz1} = 0 \end{cases} \quad (\text{II-32})$$

Avec :

$V(M)$: Vitesse dans le fluide;

$V(M')$: Vitesse à la surface de l'échantillon (couche) ;

G_{zz1} : Contrainte selon l'axe Z à l'interface fluide/couche et p la pression du champ incident

G_{xz1} : Contrainte transversale à l'interface fluide/couche.

- **Deuxième interface (z=-L)**

$$\begin{cases} v_{z1}(Q) = v_{z2}(Q') \\ v_{x1}(Q) = v_{x2}(Q') \\ G_{zz1} = G_{zz2} \\ G_{xz1} = G_{xz2} \end{cases} \quad (\text{II-33})$$

$v_{z1}(Q)$: Vitesse de l'onde longitudinale dans la couche;

$v_{z2}(Q')$: vitesse longitudinale dans le substrat;

$v_{x1}(Q)$: Vitesse de l'onde transversale dans la couche ;

$v_{x2}(Q')$: Vitesse transversale dans le substrat;

G_{zz1} : Contrainte dans la couche selon l'axe Z ;

G_{zz2} : Contrainte dans le substrat à l'interface couche/substrat;

G_{xz1} : Contrainte transversale à l'interface couche/substrat;

G_{xz2} : Contrainte dans le substrat à l'interface couche/substrat;

Par l'utilisation des équations des vitesses en fonction des potentiels (équation 22) et les équations des contraintes en fonction de déplacements (26, 27, 28 et 29) [13], et le développement analytique des résultats obtenus, on peut écrire le système d'équation suivant sous forme d'une matrice (voir annexe 01-1) :

$$[M] \times [A_{11}; A_{12}; B_{11}; B_{12}; \phi_{12}; \psi_{12}; R; T] = [C] \quad (\text{II-34})$$

$A_{11}, A_{12}, B_{11}; B_{12}; \phi_{12}; \psi_{12}$: sont respectivement les amplitudes des ondes incidentes, réfléchies et transmises des ondes longitudinales et transversales. R, T : sont respectivement les coefficients de réflexion et de transmission.

La figure (II.22) montre l'amplitude du coefficient de réflexion calculé pour une couche (film PET 100 μm) collé sur un substrat d'aluminium émergée dans l'eau.

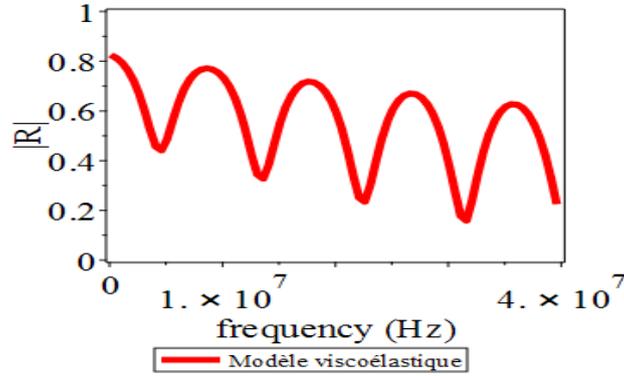


Figure II. 22: Amplitude du coefficient de réflexion calculé pour une couche (film PET) collé sur un substrat d'Aluminium émergé dans l'eau.

III.14.6 Film posé sur un substrat

Dans ce cas le film est posé sur un substrat et les deux sont émergés dans un fluide, en comparissant avec la configuration précédente (film posé sur un substrat), le seul changement sera à la deuxième interface. Il n'y a pas de continuité des contraintes transversales ($G_{xz1}=G_{xz2}=0$). On écrit les conditions aux limites comme suit :

- **Première interface** ($z = 0$)

$$\begin{cases} v(M) = v(M') \\ G_{zz1} = -p \\ G_{xz1} = 0 \end{cases} \quad (\text{II-32})$$

- **Deuxième interface** ($z=-L$)

$$\begin{cases} v_{z1}(Q) = v_{z2}(Q') \\ v_{x1}(Q) = v_{x2}(Q') \\ G_{zz1} = G_{zz2} \\ G_{xz1} = G_{xz2} = 0 \end{cases} \quad (\text{II-33})$$

Par l'utilisation des mêmes équations de vitesses en fonction des potentiels (17) et les équations des contraintes en fonction de déplacements (26, 27, 28 et 29) [13], et le développement analytique des résultats obtenus, on peut écrire le système d'équation peut être écrit sous la forme d'une matriciel (Annexe 01-2).

$$[\text{Mat}] \times [A_{11}; A_{12}; B_{11}; B_{12}; \phi_{12}; \psi_{12}; R; T] = [C] \quad (\text{II-34})$$

La figure (II.23) montre l'amplitude du coefficient de réflexion calculé pour une couche (film PET 100 μm) posé sur un substrat d'aluminium émergée dans l'eau.

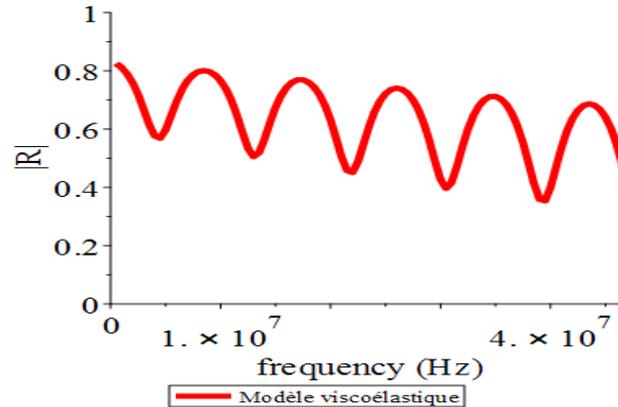


Figure II. 23: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche (film PET) posé sur un substrat d'aluminium émergée dans l'eau.

IV. Résultats expérimentaux et théoriques

Dans cette rubrique on va tracer le coefficient de réflexion calculé (en rouge) et le coefficient de réflexion mesuré (en bleu) de différents films de polymères ayant différentes épaisseurs, ces derniers ont été posé sur différents substrats, afin de valider le modèle développé et de déterminer les paramètres mécaniques de ces films.

IV.1 Film PET 100 μm collé sur un substrat (cylindre) d'Aluminium

Le film de Polyéthylène Téréphtalate (PET) qu'on a utilisé est un film autocollant conçu spécialement pour la protection des vitres, il a été fourni par la société française ITD, entreprise spécialisée dans la sélection et la distribution de produits innovants.

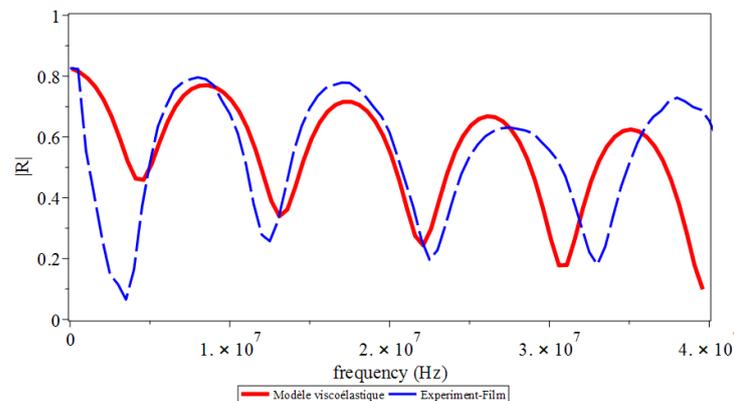


Figure II. 24: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche (film polymère) posé sur un substrat d'aluminium immergé dans l'eau.

IV.2 Film PET 100 μm collé sur un substrat d'Aluminium (plaque)

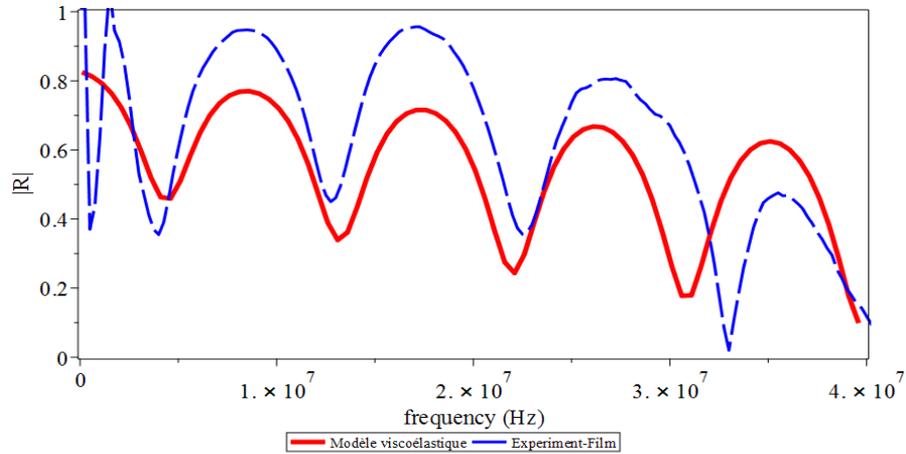


Figure II. 25: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche (film polymère) collé sur un substrat d'aluminium émergée dans l'eau.

IV.3 Film PET 100 μm collé sur un substrat de Verre (plaque 8mm)

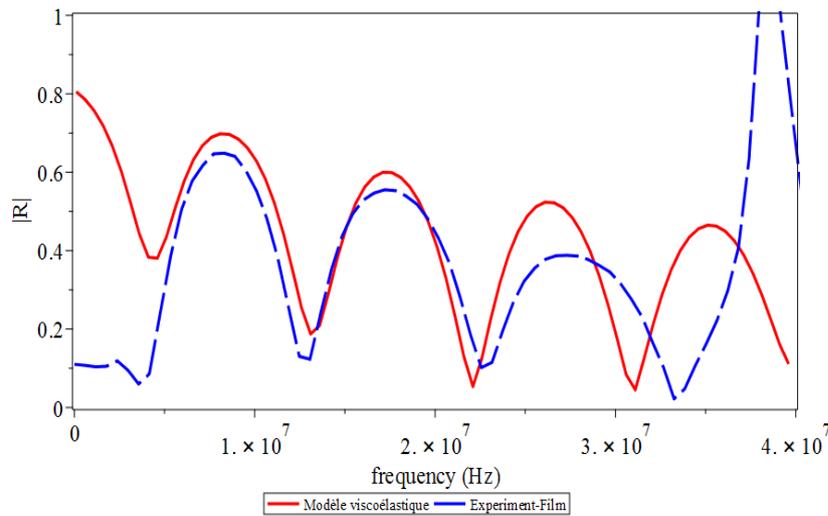


Figure II. 26: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche (film polymère) collé sur un substrat de Verre émergée dans l'eau.

Film : densité 1450 kg/m³, épaisseur 100 μm module de Yong 1.6 GPa, coefficient de Poisson 0.43.

Verre : densité 2500, module de Yong 65 GPa, coefficient de Poisson 0.25.

Film : densité 1450 kg/m³, épaisseur 100 μm module de Yong 1.6GPa, coefficient de Poisson 0.43.

Aluminium : densité 2780, module de Yong 70 GPa, coefficient de Poisson 0.25.

IV.4 Film 200 μm collé sur un substrat (cylindre) d'Aluminium

Le film de polycaprolactone (PCL) est un des films utilisé pour renforcer le verre ; comme le PET, le PCL est un autocollant on le pose sur la surface intérieure de la vitre pour le protéger contre les chocs de faible vitesses.

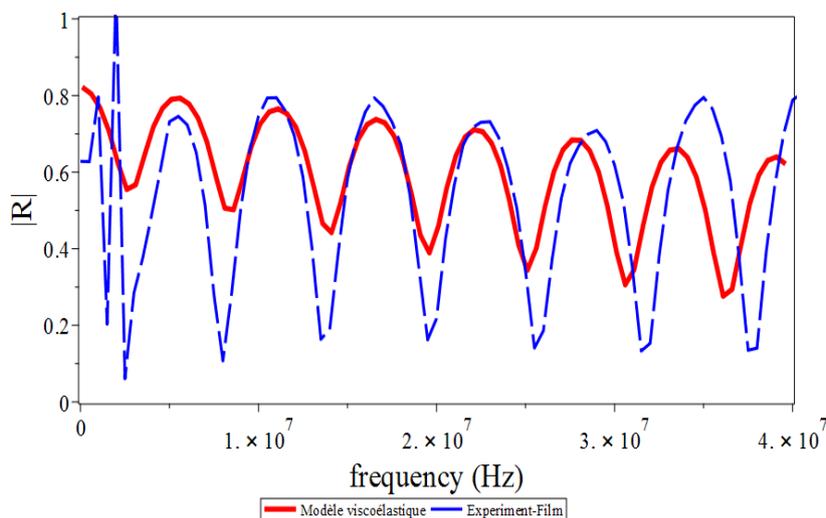


Figure II. 27: Amplitude de coefficient de réflexion calculée pour une couche (film polymère) posée sur un substrat d'aluminium émergé dans l'eau.

Film : densité 1500 kg/m³, épaisseur 200 μm module de Yong 1.49 GPa, coefficient de Poisson 0.44.
Aluminium : densité 2780 kg/m³, module de Yong 70 GPa, coefficient de Poisson 0.25.

IV.5 Film PET 100 μm posé sur un substrat d'Aluminium (plaque)

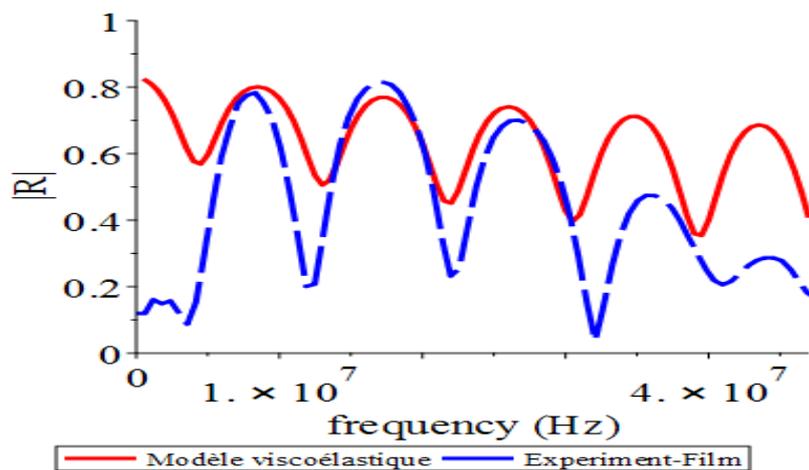


Figure II. 28: Amplitude de coefficient de réflexion calculée pour une couche (film polymère) posée sur un substrat d'aluminium émergé dans l'eau.

Film : densité 1450 kg/m³, épaisseur 100 μm module de Yong 1.6 GPa, coefficient de Poisson 0.43.
Aluminium : densité 2780 kg/m³, module de Yong 70 GPa, coefficient de Poisson 0.25.

IV.6 Film PVB 380 μm posé sur un substrat de Verre (plaque 8mm)

Poly (butyral de vinyle) (PVB) est le film le plus utilisé dans l'industrie d'automobile précisément les pare-brise de véhicules, grâce à leur forte adhérence avec le verre aussi il est caractérisé par sa résistance aux chocs. On a utilisé trois films de PVB de différentes épaisseurs ; ces films sont fournis par la société Algérienne SARL MK-KODS, sis à Annaba. La figure (II.29) montre l'amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche (film polymère) posé sur un substrat de verre immergé dans l'eau.

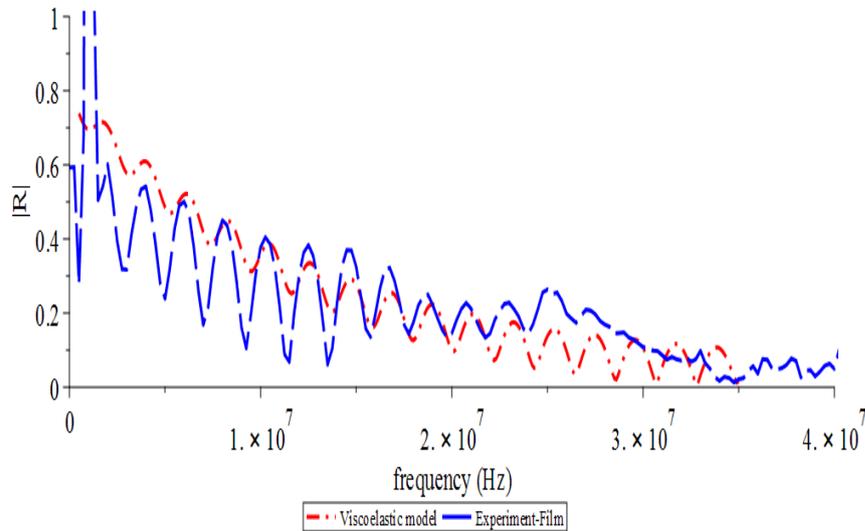


Figure II. 29: Amplitude de coefficient de réflexion calculé pour une couche (film polymère) posé sur un substrat de verre émergé dans l'eau.

Film PVB: densité 1028 kg/m^3 , épaisseur $380 \mu\text{m}$ module de Yong 1.8 GPa , coefficient Poisson 0.33 .
Verre : densité 2500 kg/m^3 , module de Yong 65 GPa , coefficient de Poisson 0.25 .

IV.7 Film PVB 450 μm posé sur un substrat de Verre (plaque 8mm)

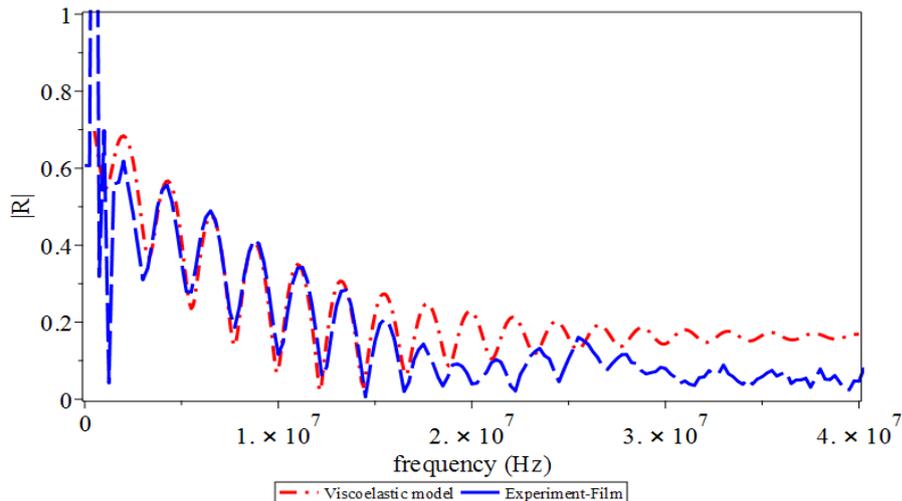


Figure II. 30: Amplitude de coefficient de réflexion calculée pour une couche (film polymère) posé sur un substrat de verre émergé dans l'eau.

Film PVB: densité 1028 kg/m^3 , épaisseur $450 \mu\text{m}$ module de Yong 2.18 GPa , coefficient Poisson 0.38 .
Verre : densité 2500 , module de Yong 65 GPa , coefficient de Poisson 0.25 .

IV.8 Film PVB 750 μm posé sur un substrat de Verre (plaque 8mm)

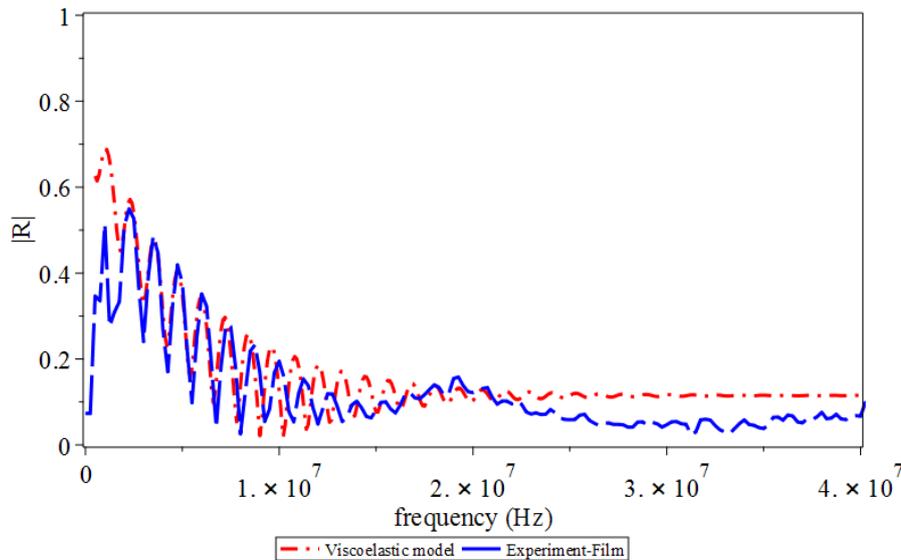


Figure II. 31: Amplitude de coefficient de réflexion calculée pour une couche (film polymère) posé sur un substrat de verre émergé dans l'eau.
Film PVB: densité 1028 kg/m^3 , épaisseur $750 \mu\text{m}$ module de Yong 2.18 GPa , coefficient Poisson 0.34 .
Verre : densité 2500 kg/m^3 , module de Yong 65 GPa , coefficient de poisson 0.25 .

D'après les résultats obtenus on peut dire qu'il y a une compatibilité entre les deux coefficients de réflexions mesuré et calculé par le modèle développé, les modes apparaissent à la même valeur de fréquence et les deux signaux sont presque superposés.

Les deux coefficients sont proches l'un à l'autre mais il reste un décalage entre eux, tant que les variables dans la formule de coefficient de réflexion qui sont uniquement les trois paramètres mécaniques (module de Young, coefficient de Poisson et la densité) ce qui signifie qu'il y a une erreur sur ces valeurs, pour les rectifier on a utilisé la fonction coût qui sera présentée dans ce qui suit.

V. Le problème inverse et la fonction coût pour la reconstruction des paramètres mécaniques du film mince (PVB)

Le problème inverse est résolu afin de déterminer les trois paramètres mécaniques (module de Young, coefficient de Poisson et la densité) avec une haute précision. Le coefficient de réflexion mesuré du film posé sur un substrat placé dans une cuve d'eau. Le modèle d'interaction viscoélastique (IM) a été développé. Une fonction d'erreur (fonction coût) [17] exprimant la distance entre les données de coefficients de réflexion du modèle d'interaction et du modèle expérimental a été calculée pour chaque ensemble de valeurs d'essai des paramètres (E, ν, ρ) .

Cette fonction est donnée par la relation suivante [18]:

$$\square(E, \nu, \rho) = \sum_{n=1}^{N1} (R^{IM}(\omega_n, E, \nu, \rho) - R_{IR}^{expér}(\omega_n))^2$$

Où:

R^{IM} : le coefficient de réflexion calculé par le modèle viscoélastique (IM).

R_{IR}^{exp} : le coefficient de réflexion mesuré pour le film posé sur le substrat et N_s nombre d'échantillons.

Les paramètres (E , ν et ρ) ont été récupérés en calculant chaque fois la variation de la fonction coût en fonction d'un paramètre et en fixant les deux autres, par exemple pour calculer la densité on fixe le module de Young et le coefficient de Poisson, après on trace la fonction $\square(E, \nu, \rho)$ en fonction de la densité (intervalles pas trop large) on fait la même chose pour les autres paramètres (E et ν) comme il est présenté sur la figure (33) et après on prend la valeur minimale de chaque paramètre.

V.1 Résultats

V.1.1 Films PVB (450 μm)

La figure citée au-dessous représente la fonction coût calculée pour un film de PVB 450 μm posé sur un substrat de verre de 8 mm d'épaisseur, et les deux coefficients de réflexion expérimentale et théorique après correction.

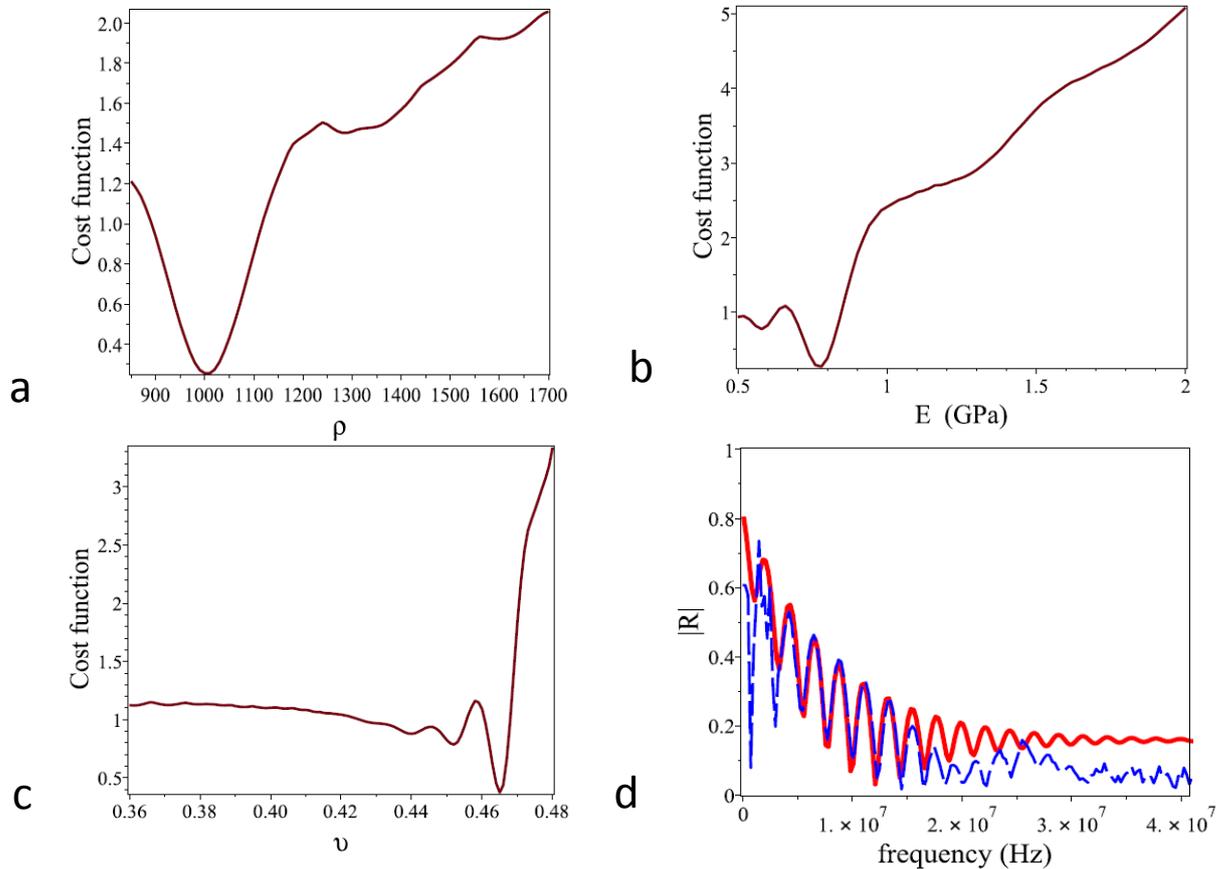


Figure II. 32: Fonction coût pour la récupération des trois paramètres mécaniques du PVB (450 μm), a) la densité, b) module de Young, c) Coefficient de Poisson et d) comparaison entre le coefficient de réflexion mesuré (bleu discret) et calculé (rouge continu).

Les paramètres mécaniques (E , ν et ρ) mesurés pour trois films de PVB posé sur substrat de verre de 8 mm d'épaisseur sont regroupé dans le tableau 2,. Ces paramètres sont calculés à partir de la fonction coût figure (32).

	Épaisseur (μm)	Vitesse mesurée par temps de vol (m/s)	Vitesse calculée (m/s)	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Densité (Kg/m^3)
PVB	750	1904	1850	$0.80 \cdot 10^9$	0.455	980
	450	1991	1979	$0.77 \cdot 10^9$	0.465	1015
	380	1603	1581	$0.80 \cdot 10^9$	0.450	1217

Tableau II. 1: Vitesse longitudinale et paramètres mécanique mesuré pour des films de PVB

V.1.2 Film PET (100 μm)

La figure (II.33) représente la fonction coût calculée pour un film de Polyéthylène Téréphtalate semi-cristallin (PET) 100 μm , collé sur un substrat de verre de 8 mm d'épaisseur et les deux coefficients de réflexion expérimentale et théorique après correction.

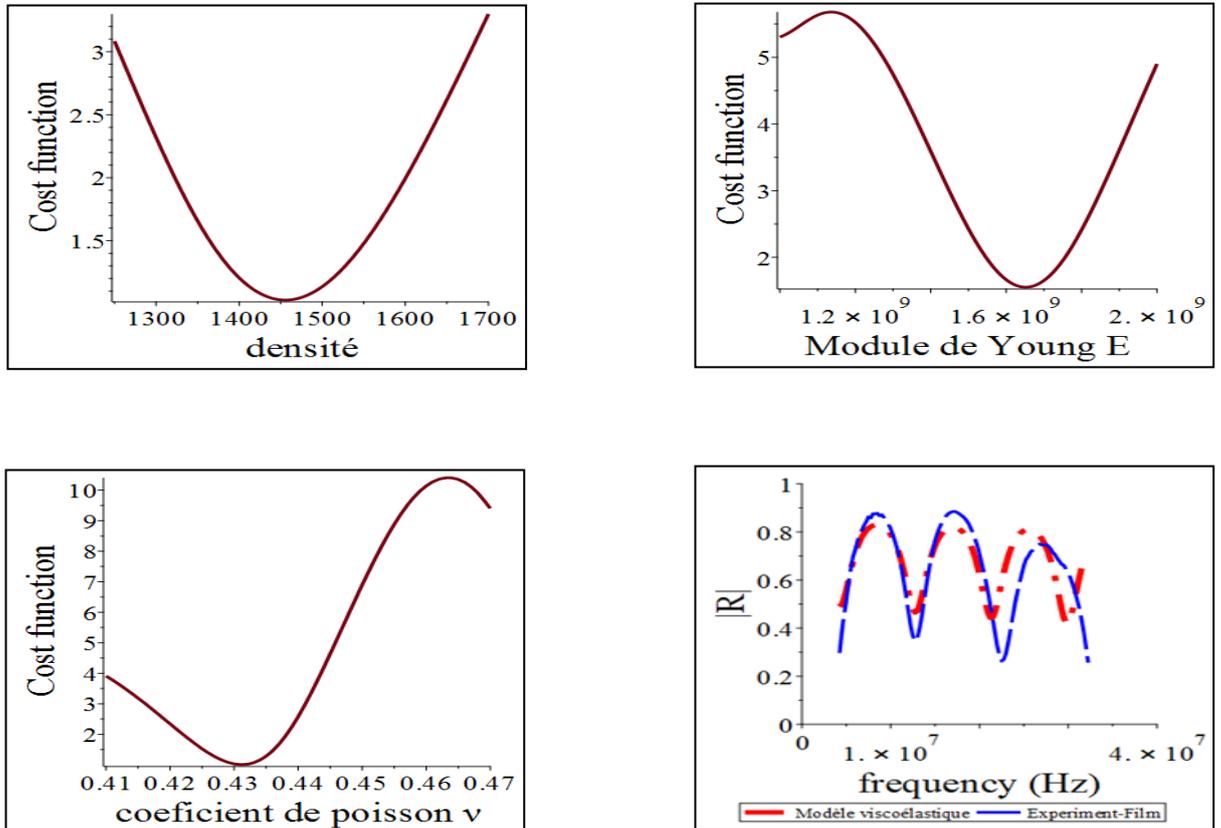


Figure II. 33: Fonction coût pour la récupération des trois paramètres mécaniques du PVB (450 μm), a) la densité, b) module de Young, c) Coefficient de Poisson et d) comparaison entre le coefficient de réflexion mesuré (bleu discret) et calculé (rouge continu).

Le tableau 3, représente les valeurs des trois paramètres mécaniques (E , ν et ρ), de film de Polyéthylène Téréphtalate semi-cristallin (PET) 100 μm , collé sur un substrat de verre de 8 mm d'épaisseur. Ces paramètres sont calculés à partir de la fonction coût figure (33).

	Épaisseur (μm)	Vitesse mesurée par temps de vol (m/s)	Vitesse calculée (m/s)	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Densité (Kg/m^3)
PET	100	1851	1788	$1.175 \cdot 10^9$	0.432	1560

Tableau II. 2: Les valeurs des paramètres mécaniques mesurés et la vitesse longitudinale pour le film PET de 100 μm .

V.1.3 Film PCL 200 μm

La figure (II.34) représente la fonction coût calculée pour un film de Polycaprolactone (PCL) 200 μm collé sur un substrat d'Aluminium et les deux coefficients de réflexion expérimentale et théorique après correction.

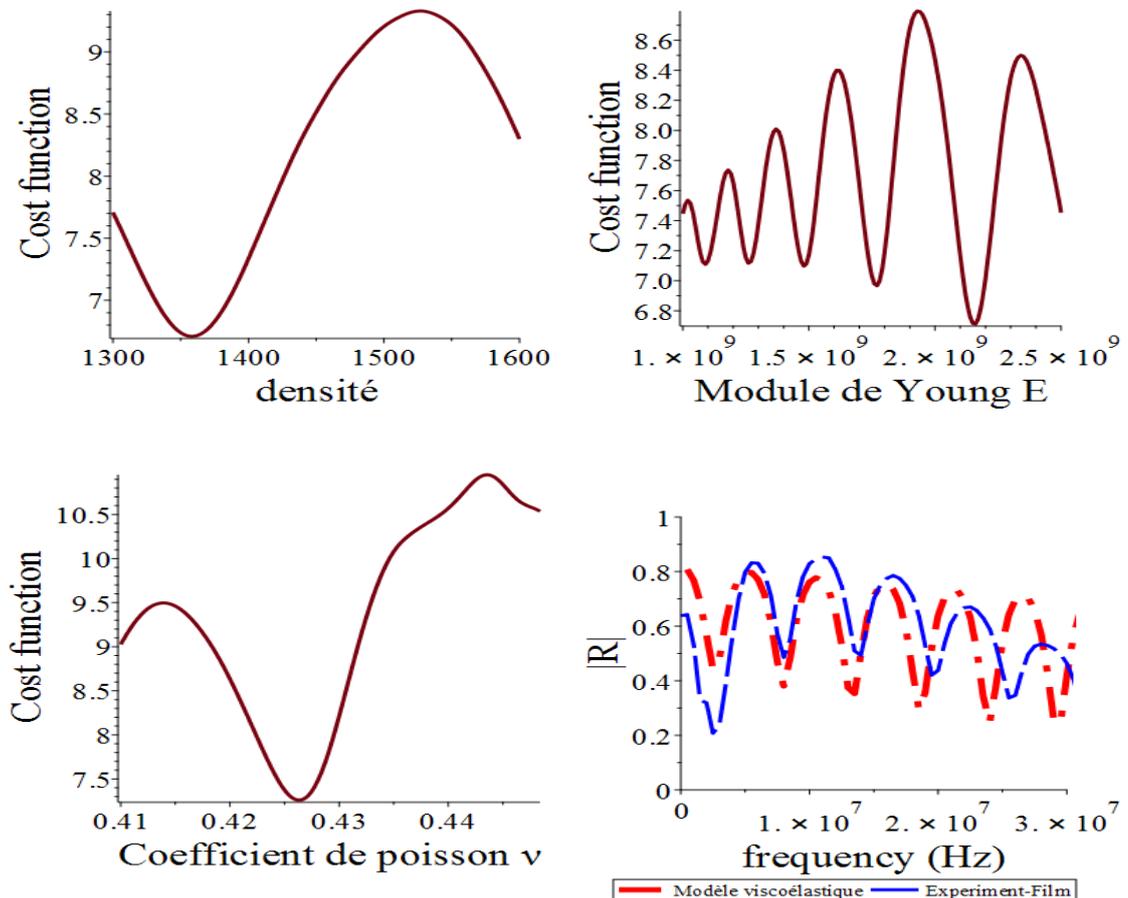


Figure II. 34: Fonction coût pour la récupération des trois paramètres mécaniques du Polycaprolactone (PCL) (200 μm), a) la densité, b) module de Young, c) Coefficient de Poisson et d) comparaison entre le coefficient de réflexion mesuré (bleu discret) et calculé (rouge)

Le tableau 4, représente les valeurs des trois paramètres mécaniques (E , ν et ρ) et la vitesse longitudinale mesuré à partir de temps de vol et calculé par le modèle d'interaction MI pour le film de Polycaprolactone (PCL) 200 μm , collé sur un substrat de d'Aluminium. Ces paramètres sont calculés à partir de la fonction coût figure (34).

	Épaisseur (μm)	Vitesse mesurée par temps de vol (m/s)	Vitesse calculée (m/s)	Module de Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Densité (Kg/m^3)
PCL	200	2267	2238	$2.156 \cdot 10^9$	0.426	1356

Tableau II. 3: Les valeurs des paramètres mécaniques mesurés et la vitesse longitudinale pour le film (PCL) de 200 μm .

VI. Conclusion

Dans ce chapitre on a présenté une méthode qu'on a été développé pour la détermination des paramètres mécaniques (E, ν, ρ) des films thermoplastiques (PET, PCL et PVB), ces films sont le plus utilisés pour le renforcement de verre, la méthode est composé de trois parties:

1. La première partie (expérimentale) : dans cette partie on a mis un dispositif expérimental pour la mesure de coefficient de réflexion R_{exp} . L'onde ultrasonore a été générée en utilisant un transducteur de 50 MHz, le transducteur a été utilisé comme émetteur et récepteur, l'ensemble du banc d'essai a été placé dans une cuve d'eau.; on a présenté aussi la procédure d'acquisition de champ incident et les corrections de décalage appliquées pour obtenir les coefficients de réflexion corrects, on a montré, dans cet partie, l'effet du substrat sur le coefficient de réflexion mesuré, pour cela la mesure a été réalisée pour plusieurs substrats (Acier, Aluminium et Verre).

2. La deuxième partie (théorique) : dans cette partie on a développé un modèle mathématique (Modèle d'Interaction viscoélastique (**IM**)) qui peut calculer le coefficient de réflexion $R_{\text{théo}}$; les calculs ont été faits par le logiciel de calcul formel Maple. placés sur des substrats élastiques et un modèle d'interaction (viscoélastique) ont été développés. Le film de PVB a été simplement placé sur le substrat. La condition d'interface étant modélisée en utilisant les conditions aux limites glissantes. La difficulté de faire coïncider la pression incidente avec la pression réfléchié à partir du film mince est due à la déformation de ce dernier par le substrat (lorsque le substrat se trouvant au-dessus de film).

3. La troisième partie : cette partie est le résultat des deux premières parties (expérimentale et théorique) où on a confronté les deux résultats (superposition des deux courbes de R_{exp} et $R_{\text{théo}}$) et sur la base du problème inverse on a calculé les trois paramètres mécaniques (E, ν et ρ) en utilisant la fonction coût, qui est une fonction d'erreur exprimant l'écart entre les données de coefficients de réflexion du modèle d'interaction et du modèle expérimental.

Les paramètres mécaniques obtenus concordent bien avec ceux qui sont rapportés dans la littérature pour des matériaux de même composition.

VII. Chapitre III : Analyse physique et mécanique des films et des plaques polymères

VII.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de vérifier sommairement : la qualité ainsi que la dégradation des films et des plaques polymères que l'on utilise dans la fabrication des sandwichs anti-balles (chapitre §4). Dans un premier temps on étudie le comportement physique et mécanique des films et des plaques en polymères, ou des analyses spectroscopiques seront présentées pour déterminer la composition chimique de ces matériaux. Ensuite on fait des essais destructifs (essai de traction et de dureté) pour déterminer les paramètres mécaniques statiques; puisque on va étudier un phénomène très important dans le cas des polymères, qui est le vieillissement photochimique et l'effet des rayonnements UV-visible sur les polymères.

VII.2 Analyse par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

L'analyse par Infrarouge (IR) dans la gamme de 4000 cm^{-1} à 500 cm^{-1} permet de déterminer la nature des liaisons chimiques. Elle est basée sur la déformation propre de chaque type de liaison. Ainsi, la sollicitation énergétique du faisceau IR de l'appareil entraîne une "réponse" propre en fonction de la nature de la liaison (simple, double, triple et rotation ou vibration). Chaque pic d'absorption est une caractéristique propre d'un certain type de liaison. La mesure se présente sous forme de spectre décrivant l'évolution de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde [01].

L'appareil utilisé est de marque NICOLET modèle 6700, équipé d'un détecteur (DTGS) (Sulfate de Triglycine Deutéree) couplé à un microscope infrarouge NICOLET Continuum de l'Institut National de Criminalistique et de Criminologie de la Gendarmerie National (INCC-GN). Les échantillons que l'on utilise sous forme de film polymère, et leur analyse est effectuée en mode Réflectance Totale Atténuée (ATR).

VII.2.1 Analyse des films de sécurité de poly(téréphtalate d'éthylène) ou PET

Le Poly (téréphtalate d'éthylène) (PET) est un polyester thermoplastique obtenu par polycondensation de l'acide téréphtalique et de l'éthylène glycol. Les échantillons utilisés pour cette étude sont fournis par le même fabricant et sont sous la forme de films minces de $100_1\ \mu\text{m}$, $100_2\ \mu\text{m}$ et $175\ \mu\text{m}$. Les films de PET sont des films qui offrent au verre feuilleté une très grande résistance aux chocs extérieurs.

Le spectre du PET (figure III.1) révèle des bandes des vibrations d'élongation OH vers 3400 cm^{-1} ainsi que celles des liaisons C-H des groupements H-C-H à 2970 cm^{-1} et 2870 cm^{-1} . La bande de la vibration de valence du groupement carbonyle est détectée vers 1700 cm^{-1} . Le domaine de vibrations du squelette carboné s'étend entre 1500 et 500 cm^{-1} Aux alentours de

1600 cm^{-1} et 1500 cm^{-1} , on observe les vibrations caractéristiques du noyau aromatique alors que les bandes assignées aux déformations des $-\text{CH}$ de la chaîne alkyle sont observé à 1470 cm^{-1} et 1380 cm^{-1} . Les bandes intenses se trouvant entre 1200 cm^{-1} et 1100 cm^{-1} et vers 700 cm^{-1} sont attribuées, respectivement, aux vibrations de déformation de la liaison C-O de l'ester et du groupement phényle C-H.

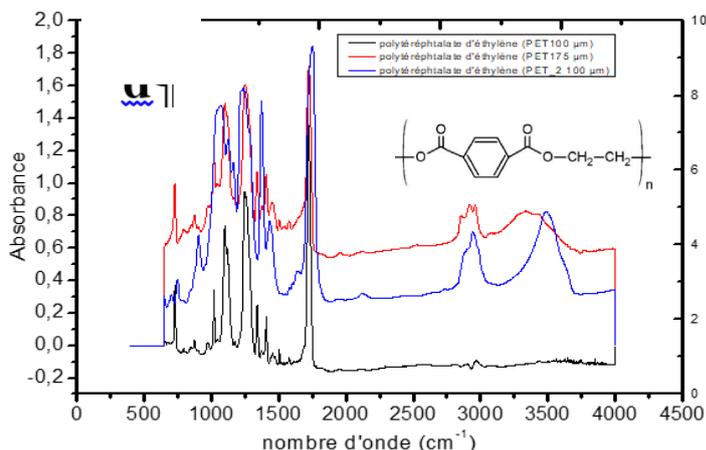


Figure III. 1: Spectre FTIR des trois films de PET : a) 100 μm ; b) 175 μm ; c) (2) 100 μm

VII.2.2 Analyse des plaques de polycarbonate et du PMMA

Le spectre du PC pur (figure III-7) montre Cinque bandes principales à 3120 - 2850 cm^{-1} , 1750 cm^{-1} , 1620- 1500 cm^{-1} , et entre 1300-1130 cm^{-1} qui caractérisé la présence des différents fonctions (liaisons, groupements). Le spectre (figure V-7) montre aussi plusieurs pics caractéristiques des vibrations d'élongation et de déformation des liaisons **C-H** des groupes $-\text{CH}_2-$ qui apparaissent à 3100- 3010 cm^{-1} , 2930 cm^{-1} , 2850 cm^{-1} , l'apparition aussi la band de vibration d'élongation ($-\text{C}=\text{N}-$) à 2250 cm^{-1} . Et l'apparition d'une bande de déformation hors du plan du cycle aromatique ($\text{C}=\text{C}$) à 699 cm^{-1} , La présence de l'anhydride maléique apparait clairement à 1780 cm^{-1}

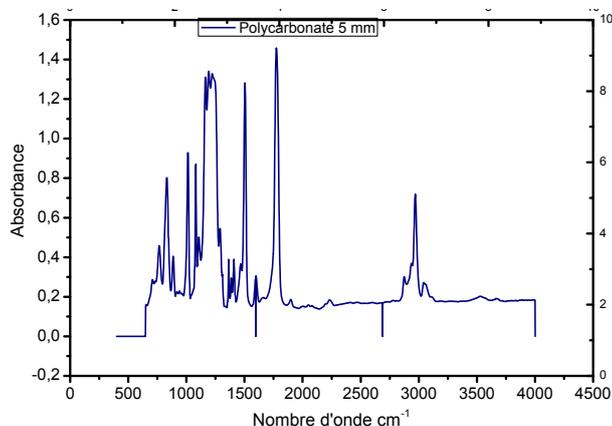


Figure III. 2: Spectre FTIR d'une plaque de PC 5 mm

VII.3 Analyses du film de sécurité PET par DSC

Le PET présente toutes les transitions thermiques caractéristiques d'un polymère semi-cristallin. On observe sur le thermogramme successivement (figure III.3): une transition vitreuse située à 71°C, une cristallisation froide centrée sur 130°C et ayant une amplitude de 33,7 J/g puis une fusion intervenant à 249°C avec une enthalpie de fusion de 61,6 J/g. Dans la littérature, on relève une valeur de l'enthalpie de fusion du PET 100 % cristallin de $\Delta H_{100\%}=140$ J/g (106).

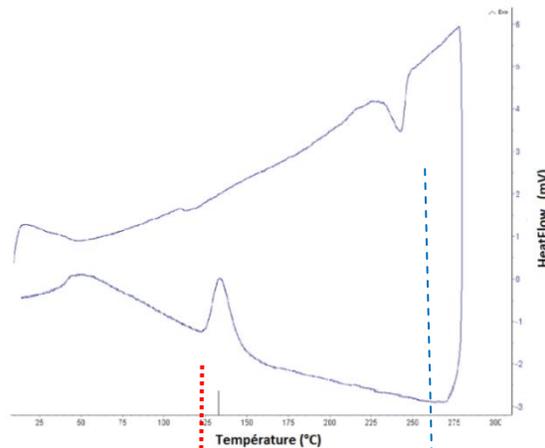


Figure III. 3: Thermogramme DSC d'un échantillon de PET de 175 μm d'épaisseur

VII.4 Analyse par diffractométrie X (DRX)

L'analyse structurale a été effectuée par la technique de diffraction à rayons X (DRX), cette technique d'analyse a pour principe la diffraction des rayons X sur la matière, pour la détermination des structures cristallines des matériaux. Dans le cas des polymères, elle est utilisée pour étudier l'arrangement et l'orientation des chaînes dans le matériau. La caractérisation d'un composé par DRX se base sur la position et sur l'intensité des raies de diffraction: l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau est ainsi enregistrée. Les directions de diffractions sont déterminées à partir de la loi de Bragg [03]:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{III-1})$$

Où (d) est la distance inter-réticulaire entre deux plans cristallographiques, (n) l'ordre de réflexion (nombre entier), θ est le demi-angle de déviation (angle entre le faisceau incident et la direction du détecteur) et λ , la longueur d'onde des rayons X.

Durant l'interaction des rayons X avec l'échantillon, un détecteur balaie l'échantillon pour mesurer l'intensité des rayons X réfléchis. Cette analyse structurale est faite sur un diffractomètre de marque Italstructures (Département Examen Véhicules, INCC-GN), modèle APD 2000 doté d'un goniomètre de modèle GD. Un 2^{ème} diffractomètre de marque Rigaku Ultima IV puissance 3 KW au niveau de Advanced Systems and Materials Laboratory

(LASMA); physics department; Badji Mokhtar-Annaba University/Algeria Research, Center in Industrial Technologies CRTI, P.O Box 64 16014 Cheraga, Algiers a été utilisé pour confirmer nos résultats. Pour la détermination du taux de cristallinité, on a utilisé le logiciel d'exploitation des données WinDust32

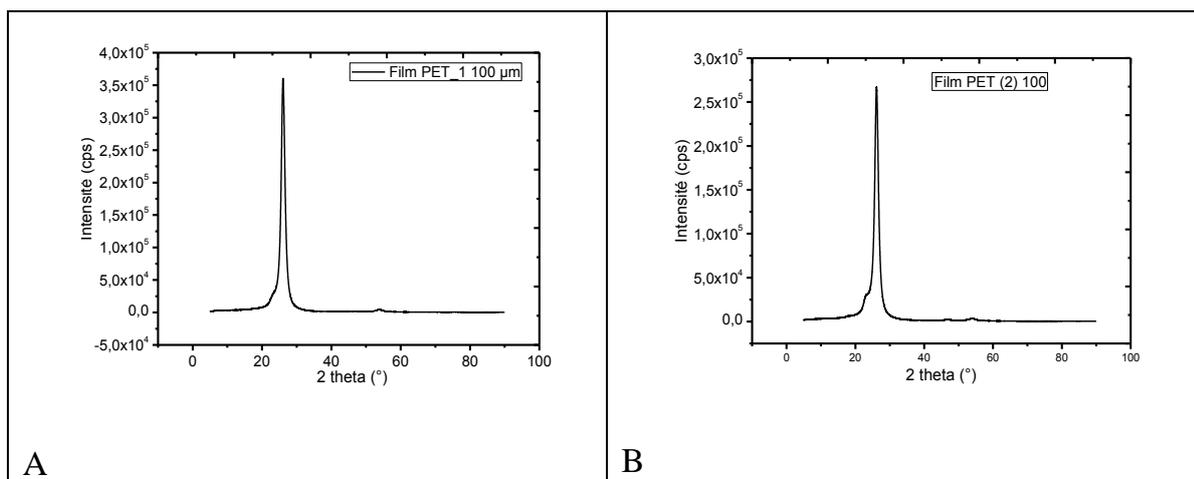
La technique DRX permet d'une part de déterminer le taux de cristallinité [04], et d'autre part de suivre le changement des paramètres mécanique (module de Young) [05, 06].

Dans ce qui suit on va étudier deux types de polymères ; le poly(téréphtalate d'éthylène) (PET), sous forme des films de différents épaisseurs, et le polycarbonate (PC), sous forme des plaques de différentes épaisseurs. Ces deux types de matériaux sont le plus utilisés dans le domaine de renforcement de verre multicouche [07].

VII.4.1 Analyse structurale de poly(téréphtalate d'éthylène)

VII.4.1.1 Film PET100 μm (degré de cristallinité 60,73 %)

Le spectre de diffraction X des trois films de PET (100_1 μm , 100_2 μm et 175 μm) (figure (04)) montrent principalement: Un pic à $2\theta = 26^\circ$, ce qui confirme que nos films présentent un caractère cristallin, la diffusion est élastique donc l'onde incidente et l'onde diffusée sont identiques ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$), les distances inter-réticulaires d_{hkl} , sont mesurées à partir de l'angle 2θ selon la relation de Bragg (équation 1), ce qui donne un ($d_{hkl} = 3.5 \text{ \AA}$). Les figures (III.4 A, B et C) sont comparable avec la figure de référence (figure III.4D) (**2014 International Centre for Diffraction Data**) [???]; les valeurs présentées dans le tableau (III.1) sont ceux d'un matériau de forme Hexagonal.



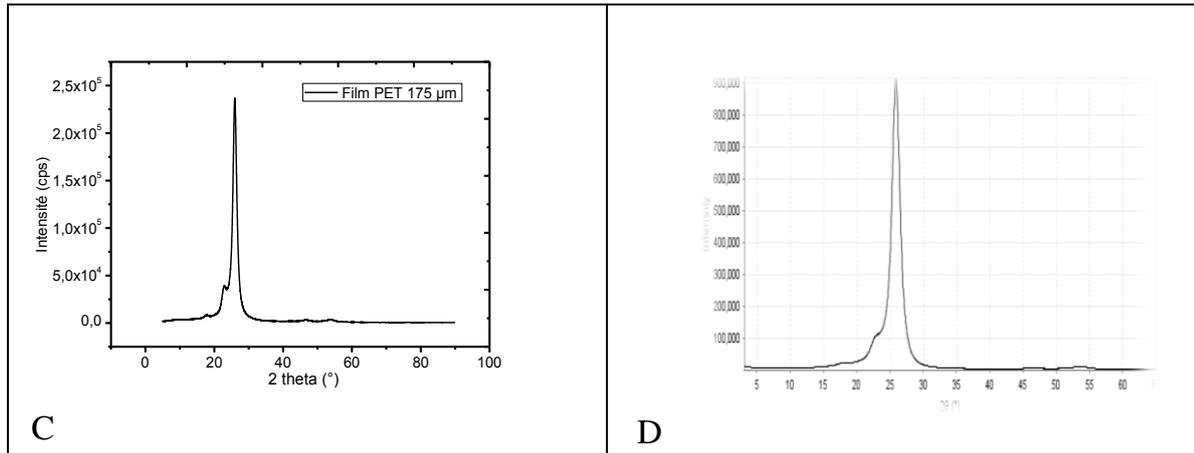


Figure III. 4: Diffractométrie de rayons X (DRX) pour un film : A) PET (1) 100 µm, B) PET (2) 100 µm, C) PET 175 µm et D) PET de référence (2014 International Centre for Diffraction Data).

Data set name	a(A)	b(A)	c(A)	Alpha(deg)	Beta(deg)	Gamma(deg)
100_1µm	2.26(6)	2.26(6)	6.8247(12)	90.00	90.00	120.00
Courbe de	4.96	4.96	5.42	90.00	90.00	120.00
175 µm						

Tableau III. 1: Paramètres des cristaux constituant le film de poly(téréphtalate d'éthylène) PET (100).

Le taux de cristallinité est calculé pour les trois films de poly(téréphtalate d'éthylène) on utilisant le logiciel Match 3 les résultats sont regroupés dans le tableau (III.2) et ils sont en bon accord avec ceux de la bibliographie.

Film (µm)	Taux de cristallinité (%) (diffraction peaks)
100	60.73
100	63.55
175	67.99

Tableau III. 2: Taux de cristallinité (Diffraction peaks) poly(téréphtalate d'éthylène) PET (100, 100 et 175 µm).

VII.4.2 Analyse structurale de polycarbonate

Le spectre de diffraction X (figure III.5), montre principalement un pic à ($2\theta = 17^\circ$) pour les plaques de polycarbonate (PC) d'épaisseur 5 mm et 3.5 mm, ceci confirme la possibilité de la présence de l'état cristallin dans la structure des plaques ; la diffusion est élastique de l'onde incidente et de l'onde diffusée ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$), les distances inter-réticulaires d_{hkl} , sont mesurés à partir de l'angle 2θ , ce qui donne un ($d_{hkl} = 2.63 \text{ \AA}$).

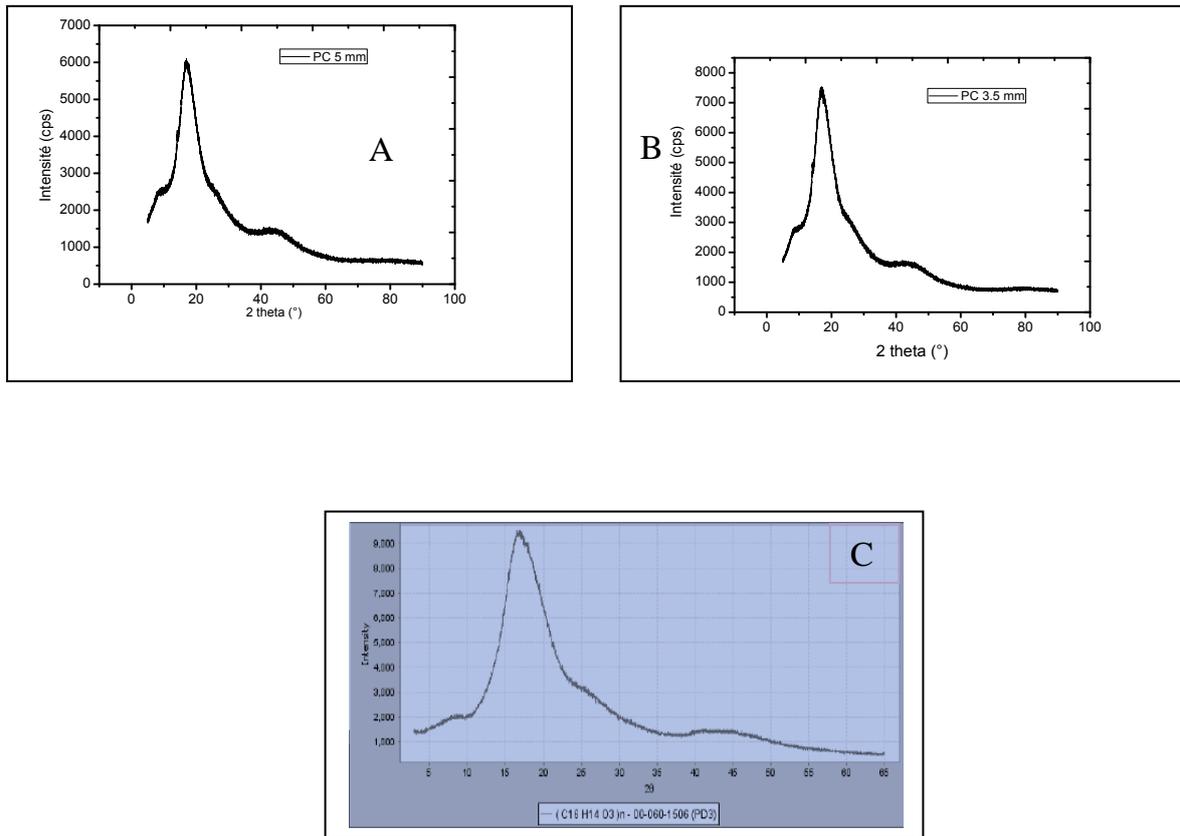


Figure III. 5: Diffraction des rayons X (DRX) plaque PC : A) 5 mm, B) 3.5 mm et C) référence (2014 International Centre for Diffraction Data).

Le taux de cristallinité a été calculé pour les deux films de Polycarbonate on utilisant le logiciel Match 3 les résultats sont résumés dans le tableau III.3.

Plaque (mm)	Taux de cristallinité (%) (diffraction peaks)
3.5	10.52
5	10.57

Tableau III. 3: Taux de cristallinité (Diffraction peaks) polycarbonate 3.5mm et 5 mm.

VII.5 Indentation des plaques de polycarbonate

L'essai de dureté a été développé depuis plus d'un siècle. Le concept de dureté semble être inné à l'être humain puisqu'avant même que l'on apprenne à parler, on a la notion de "dur" et de "mou" qu'on distingue via nos organes de sens. Pour quantifier une valeur de dureté d'un matériau, l'idée est d'enfoncer un objet de forme géométrique connue et plus dur que le matériau à étudier. A partir de la valeur de l'effort appliqué et des caractéristiques de l'empreinte résiduelle, une valeur est déduite et sera associée au matériau testé, c'est la dureté du matériau. L'essai Vickers est appliqué à une large gamme de matériaux utilisés par l'être humain.

VII.5.1 Principe de l'indentation :

Le principe de l'essai d'indentation consiste à appliquer une charge sur un indenteur de forme connue (pyramide, bille ou cône, ...etc.) à la surface du matériau à tester (Figure III.6). Sous l'action de la charge d'indentation, l'indenteur s'enfonce dans le matériau en produisant des déformations élastique et plastique dans la zone de contact. A la suppression du chargement, une empreinte résiduelle persiste. Plus la charge appliquée est élevée, plus la taille de l'empreinte résiduelle est grande. La dureté est calculée par le rapport entre la charge appliquée (P) et une surface représentative de l'empreinte (A). La relation générale s'écrit:

$$H = \frac{P}{A} \quad (\text{III.2})$$

$$H_v = \frac{2Fx \frac{\sin \theta}{2}}{gd^2} \quad (\text{III.3})$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (\text{III.4})$$

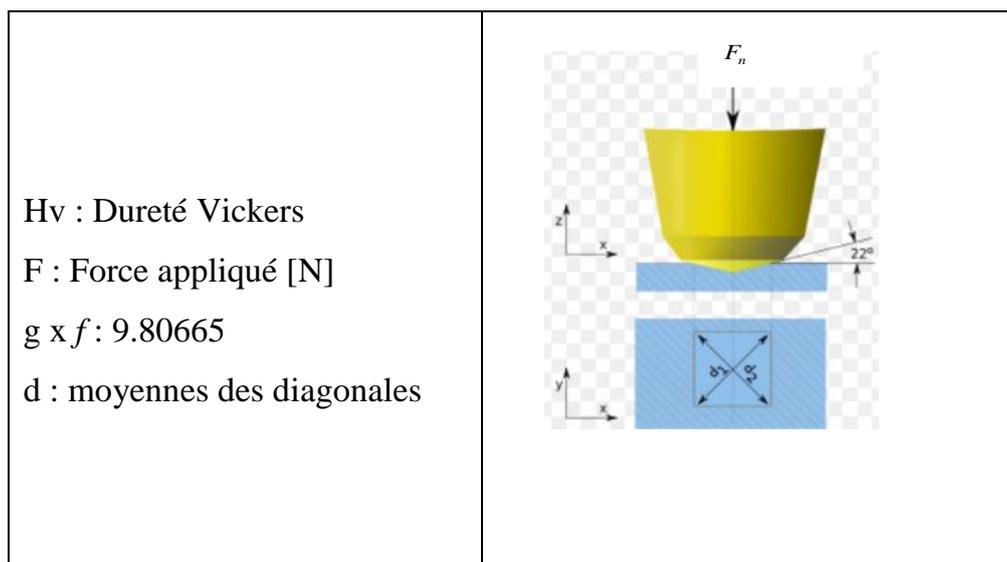


Figure III. 6: Schéma de l'essai d'indentation

Selon la nature de l'essai, l'aire considérée dans la relation (III.1) est soit l'aire réelle de contact, soit l'aire projetée de l'empreinte [16, 17].

Un essai à charge imposée, illustré sur la figure III.7, se décompose en trois phases :

✚ **Chargement** : Une fois le contact établi, la charge imposée est progressivement augmentée, l'indenteur s'enfonce jusqu'à atteindre un seuil correspondant à l'effort maximal ou un déplacement maximal imposés.

✚ **Maintien**: La charge maximale est maintenue pendant la durée voulue (10 à 30 s).

✚ **Déchargement** : La charge est progressivement diminuée jusqu'à l'annulation de celle-ci, c'est-à-dire la fin du contact entre l'indenteur et l'échantillon [14, 16]

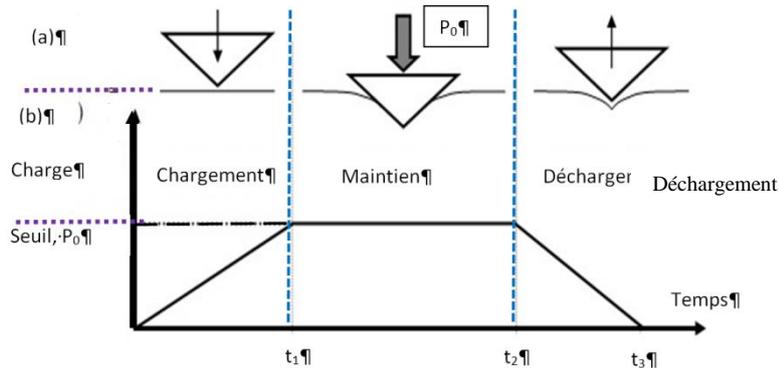


Figure III. 7: Description d'un essai d'indentation piloté en effort (vitesse de chargement et déchargement constantes), (a) Mouvement de l'indenteur et interaction avec la matière, (b) Charge en fonction du temps [BERN 06].

Suivant le type d'essai, le chargement et le déchargement peuvent être contrôlés en effort ou en déplacement, de même pour le seuil imposé en fin de chargement et lors du maintien peut être un effort ou un déplacement [].

Si le chargement est relevé en fonction de la pénétration, on se trouve alors dans le cas d'un essai d'indentation instrumenté (Figure III.8).

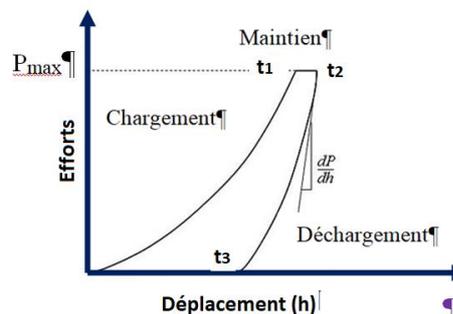


Figure III. 8: Courbe effort-déplacement d'un essai d'indentation instrumentée de charge/décharge [BERN 06].

VII.5.2 Les indenteurs

Les techniques d'indentation font appel à l'utilisation de différents types d'indenteurs de grande dureté pour produire, par contact, des systèmes de fissuration spécifiques sur des matériaux fragiles tel que :

- Indenteur Vickers ;
- Indenteur Knoop ;
- Indenteur bille (Essai hertzien) ;
- Indenteur Berkovitch.

VII.5.3 Indenteur Rockwell HRB

Dans ce travail on s'intéresse à l'essai Rockwell (HRB), le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée. L'angle entre les deux faces triangulaires opposées est de 136° et entre les deux arêtes opposées de 148° (Figure III.9).

Il consiste à imprimer dans la couche superficielle de la pièce à essayer, un pénétrateur normalisé (EN ISO 6508-1) qui peut être un cône en diamant industriel (HRC) ou une bille en acier trempé (HRB) sur lequel on applique une faible charge. L'essai se déroule en 3 phases.

1. Application sur le pénétrateur d'une charge initiale $F_0 = 98 \text{ N}$ (9,8 daN), ce qui permet d'éliminer les incertitudes propres aux défauts de surface. Le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur initiale (a). Cette profondeur étant l'origine, qui sera utilisée pour le calcul de la dureté Rockwell.
2. Application d'une force supplémentaire (\vec{F}_1) et le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur (b) (figure III.9).

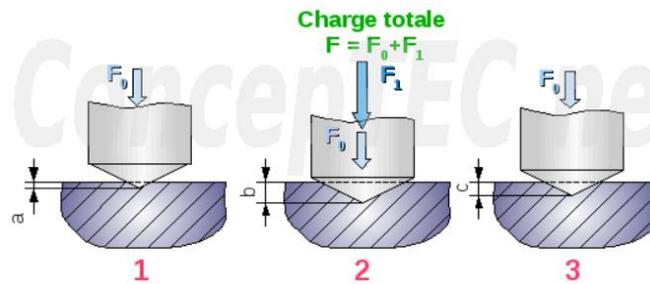


Figure III. 9: Principe d'indentation Rockwell

3. Relâchement de la force (\vec{F}_1) et lecture de l'indicateur d'enfoncement, c'est-à-dire la valeur $e = \text{enfoncement rémanent}$. ($b = c - a$)mm (figure 10)

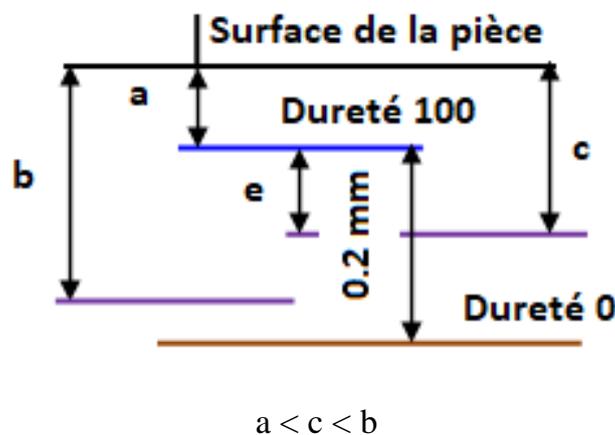


Figure III. 10: Principe de la déformation par l'indenteur Rockwell HRB [14].

Après la pénétration de l'indenteur à la surface d'un matériau, l'empreinte résiduelle est de forme carrée. Le tableau III.4 regroupe les définitions et les principaux essais [16].

Type d'indenteur	Vickers	Brinell	Knoop	Berkovitch	Rockwell
Matériau	Diamant	Tungstène	Diamant	Diamant	Diamant
Géométrie de l'indenteur	Pyramide à base carrée d'angle entre faces de 136°	Bille de diamant	Pyramide à base losange d'angle 172,30 et 130°	Pyramide à base triangulaire d'angle entre faces de 63,3°	Cône d'angle 120°
Paramètre géométrique mesuré	d: diagonale de l'empreinte	d: diagonale de l'empreinte	L : longueur de la plus grande diagonale de l'empreinte	d : profondeur de l'empreinte	e : déplacement du Cône lors de l'indentation
Nombre de durée	$HV = \frac{1854.5 * P}{d^2}$	$HB = \frac{2P}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}$	$HK = \frac{14.228 * P}{L^2}$	$H = \frac{P}{(4.95 - d)^2}$	$HRC = 100 - e$
Unités	P en gf, d en µm et HV en kgf/mm²	P en Kgf, D en mm et HB en kgf/mm²	L en mm, P en Kgf et HK en kgf/mm²	P en nM, d en nm et H GPa	E = 0,002 mm
Echelle de charge	Dureté Macroducté	Macroducté	Microducté Macroducté	nanodureté	Macroducté

Tableau III. 4: Différentes géométries d'indenteurs utilisées en indentation instrumentée[16].

Il ressort de ce qui précède que les valeurs de dureté données dans la littérature correspondent à une mesure faite suivant une méthodologie très précise. Un des paramètres les plus importants de ce type de contrôle est la charge appliquée. Ces charges appliquées à l'indenteur sont très variables suivant le type d'indentation et définissent différents domaines de mesure [5, 6 et 6', 2019].

- Macroducté : On parle de macroducté pour des essais effectués avec des charges supérieures à 0,102 Kgf ;
- Microducté: comprenant des essais effectués avec des charges allant de 0,0102 Kgf jusqu'aux charges de 0,102 mKgf ;
- Nano-microducté: technique permettant l'application de très faibles charges de l'ordre de 1nN.

VII.5.4 Déformation au voisinage d'une empreinte

Lorsque l'indenteur est en contact avec le matériau, celui-ci épouse la forme de l'indenteur. Lors du retrait du pénétrateur, on constate souvent une déformation de l'empreinte due au retour élastique du matériau.

Cette déformation peut prendre deux formes, une déflexion des faces de l’empreinte résiduelle (Figure III.11a) ou l’émergence d’un bourrelet de déformation dans le plan de l’essai d’indentation (Figure III.11b).

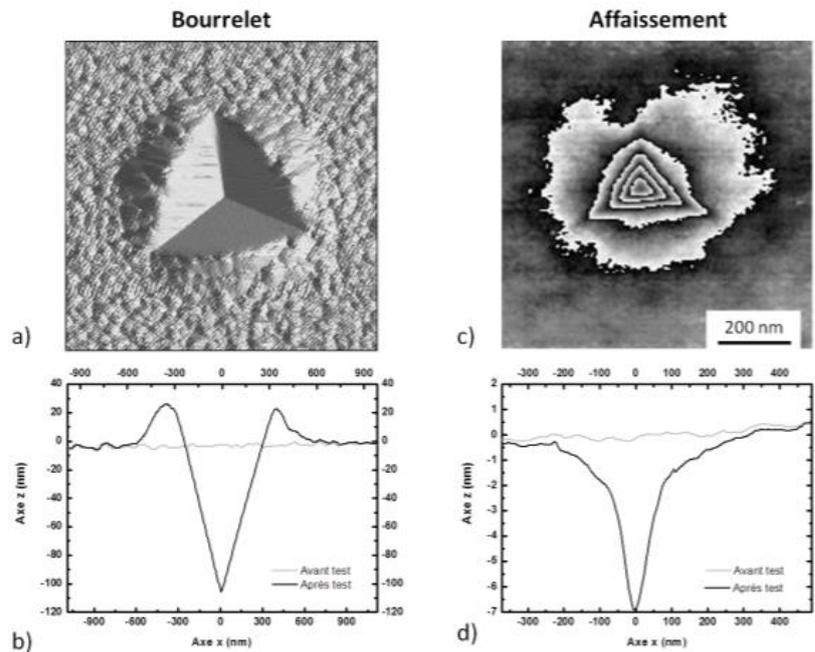


Figure III. 11: Exemples de déformation d’une empreinte d’indentation Vickers [16, 18].

VII.5.5 Comportement des polymères à l’indentation

D’un point de vue macroscopique ou sous de hautes contraintes localisées, il est couramment admis que les polycarbonates sous forme de plaque présentent une déformation permanente sans rupture complète de l’échantillon étudié, qui peut être dissociée :

- a) En une déformation permanente (abusivement nommée déformation plastique en référence à la déformation permanente relative à la plasticité des polymères) qui intervient par densification et/ou par glissements locaux.
- b) En une déformation par rupture (amorce et propagation de fissures) [19].

VII.5.6 Champs de contraintes induites par l’indentation Rockwell:

Pour un indenteur pointu, tel que l’indenteur Rockwell, en plus d’un champ de contrainte élastique induit pendant le chargement, il y a un champ de contraintes résiduelles autour de l’indentation après que la charge ait été enlevée. Ceci provient de la déformation plastique présentée par le pénétrateur pointu. Ces contraintes résiduelles jouent un rôle important dans la détermination de la ténacité des matériaux céramiques, et la détermination des propriétés de propagation des fissures [19].

VII.6 Analyse statistique de la résistance à la rupture

Si on considère des éprouvettes identiques constituées du même matériau, on observe que leur rupture se produit à des contraintes différentes. Corrélativement, il apparaît que pour une certaine contrainte imposée, une partie seulement des échantillons se rompt. Il en résulte que les contraintes de rupture présentent une dispersion statistique. La rupture sous une contrainte donnée présente une certaine probabilité de se réaliser. Ainsi, pour caractériser la rupture des matériaux fragiles, les approches statistiques probabilistes sont les mieux appropriées [19].

VII.7 Procédure expérimentale

VII.7.1 Objectif du travail Déformation au voisinage d'une empreinte

Il est connu aujourd'hui que l'état du matériau indenté est fortement modifié au voisinage de l'indentation avec la présence d'une zone plastique sous l'empreinte. Le contact entre cette zone de déformation plastique et la matrice élastique entraîne un état de contraintes résiduelles, en particulier à la surface du matériau. Le champ de contraintes, au voisinage d'une indentation, est biaxial. Elles sont de tension dans la direction tangentielle et de compression dans la direction radiale (relativement à la diagonale de l'empreinte). Les contraintes de tension agissent sur les fissures radiales comme une énergie de propagation. Ces contraintes sont importantes à connaître. Leur relaxation est indispensable pour les paramètres de propagation sous critique.

Le présent travail s'inscrit dans le cadre d'un thème de recherche qui consiste à étudier l'évolution de défauts introduits artificiellement par indentation Rockwell, dont la forme, la taille, la position et l'orientation sont connus. On a étudié le comportement des microfissures créées par indentations Rockwell lorsque celles-ci sont soumises à un traitement thermique de type vieillissement accéléré à une température moyenne de (§???) produite par 4 lampes de mercure dans une enceinte réalisée au niveau de notre laboratoire ades temps de maintien bien déterminés.

La technique de micro indentation permet de déterminer les contraintes résiduelles en surface. Ces contraintes peuvent être aussi déterminées par la photoélasticimétrie.

VII.7.2 Dispositif d'indentation

Le dispositif d'indentation utilisé (Figure 12a) (respectivement figure 12b) est constitué essentiellement d'une vis d'application de la charge, d'un indicateur de la force de chargement et d'une table porte-échantillon munie d'un système à vis micrométrique permettant le maintien et les déplacements horizontaux micrométriques de l'échantillon.

Le principe de fonctionnement de ce dispositif est le suivant : En tournant la vis d'application de la charge, elle descend et agit sur le ressort annulaire qui agit à son tour sur le porte Indenteur. Par conséquent l'Indenteur descend et entre en contact avec la surface de l'échantillon à indenter. La déformation du ressort, inséré entre la vis et l'Indenteur, est directement convertie en une force, indiquée sur le cadran du comparateur à cadran ou numérique. Ce dispositif peut être utilisé pour des charges allant de (0 Kg *f* à Kg *f*). La machine de traction est type EZ20 (Capacité 20 kN » Courses 870 mm 1 370 mm, Vitesses de 0,001 à 1016mm 0,2% de la valeur » Echantillonnage machines: 8 000 Hz logiciel: 1 000 Hz » Mesure de force EN ISO 7500:2004 Classe 0.5).

Le schéma de principe de fonctionnement est montré sur la figure (III.12). Il est constitué de trois parties principales :

- a. l'indentation ;
- b. le microscope optique ;
- c. la table XY ;
- d. Un ordinateur muni d'un d'une carte d'acquisition des datas.

Il est équipé d'une tête de mesure de dureté munie d'un pénétrateur Rockwell monté sur la colonne suspendue par des ressorts flexibles. Son mouvement est contrôlé par un double condensateur mobile. Le microscope optique est équipé d'une tourelle porte-objectifs ; munie de trois objectifs, (les grossissements sont 10x, 20x et 40x).

Il est relié directement à une caméra, pour sélectionner la position des indentations, communiquant avec un adaptateur placé entre le microscope et la camera CCD.

Les échantillons sont montés sur une table XY à mouvements croisés. La force est appliquée à l'aide d'un système électromagnétique, bobine-aimant, qui permet de faire varier les vitesses de mise en charge ou de décharge de plusieurs ordres de grandeurs en contrôlant le courant dans la bobine. L'appareil de mesure est piloté par un système informatique dont le logiciel permet de faire le dépouillement des données de façon quasi automatique.

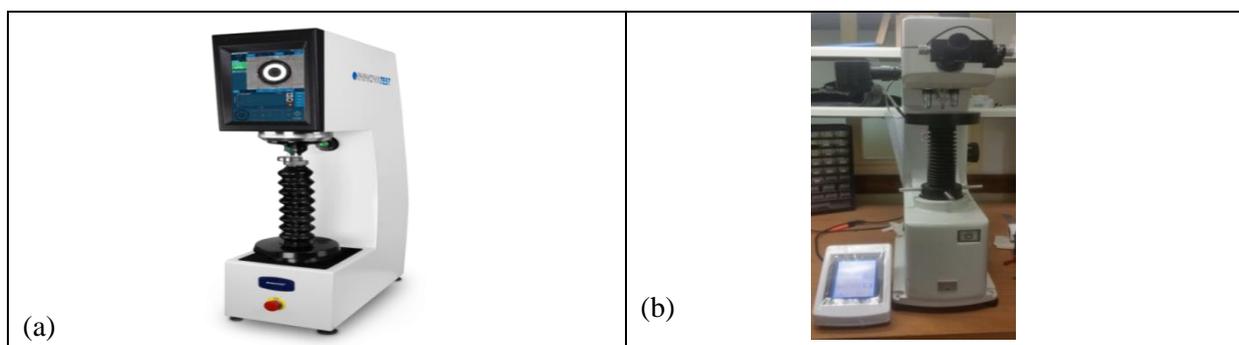


Figure III. 12: Microduromètres universel : a) NEXUS 7501, b) MITUTOYO HV 104.

VII.7.3 Microdureté - Résultats

VII.7.3.1 Indentation et observation au microscope optique du PET

Les résultats d'indentation de trois film de PET fournies par trois fabricants spécialisés dans le domaine des films anti brise, obtenus sur le microduromètre universel de marque "NEXUS 7501" (figure III.14a) à l'URMA/CRTI site université Badji-Mokhtar Annaba au lieu de l'essai Vickers (figure III.14b), par ce que l'empreinte de ce dernier va disparaître dès le déchargement de la force appliquée, cela est dû à la viscoélasticité du PET, sont regroupés dans le tableau III.5.

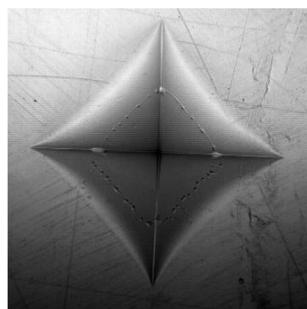
Filme	Dureté moyenne Rockwell(HRB)
PET 100_1 μm	60.72
PET 100_2 μm	91.13
PET 175 μm	62.00

Tableau III. 5: Dureté Rockwell d'un film de PET de : 100 μm et 175 μm .

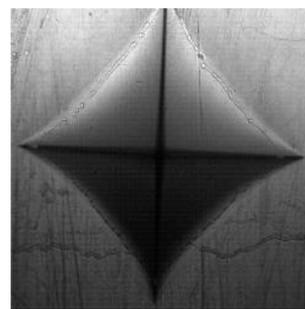
VII.7.3.2 Indentation et observation au microscope optique du PC

Les échantillons de polycarbonate de différentes épaisseurs utilisées dans ces mesures sont récupérés à partir de boucliers et des plaques utilisés pour le renforcement de verre feuilleté.

Les micrographies optiques (figure III.14), ainsi que les mesures de dureté (Tableau III.6) obtenus in-situ après indentation sur deux types de plaques de polycarbonate, montrent des empreintes types Rockwell (HRB) obtenu sur le microduromètre de marque MITUTOYO HV 114 du centre de recherche (CRD) de la gendarmerie national (figure III.13).



(a) 3.5 mm



(b) 5 mm

Figure III. 13: Empreintes obtenus sur des plaques de Polycarbonate par essais Rockwel. a) bouclier de police de 3.5 mm, b) plaque plate d'épaisseur 5 mm

N° éch	Épaisseur (mm)	HV (Kg)	Temps de maintien(s)	d1 (mm)	d2 (mm)	Dureté (MPa)
01	5.00	01	08	0.6165	0.6232	14.27
02	3.50	01	08	0.6170	0.6246	14.59

Tableau III. 6 : Résultats de la mesure de dureté des trois (03) échantillons

VII.8 Essais de traction

VII.8.1 Définition

Les essais de traction sont réalisés sur une machine universelle EZ20 (figure III.15), au niveau de l'École Militaire Polytechnique (EMP) et à l'URMA/CRTI-Annaba. L'essai consiste à placer une petite barre du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture. On enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte.

L'essai de traction donne plusieurs valeurs importantes tel que:

- Le module de Young (E) en MPa, respectivement la limite d'élasticité (σ_e) en (MPa), qui sert à caractériser un domaine conventionnel de réversibilité ;
- Le coefficient de Poisson ν , qui correspond à la proportion entre la déformation transversale (diminution de section)
- Et la résistance à la traction (σ_m), qui définit la limite à la rupture.
- L'allongement à la rupture (ϵ_r), qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous une charge avant sa rupture, cette propriété intéressante pour certaines applications

Pour calculer les paramètres mécaniques on utilise les relations suivant :

Habituellement la rigidité d'un matériau (module d'Young : E) est calculé à partir de la pente de la partie linéaire élastique d'une courbe en mode de traction (équation III-5):

$$E = \frac{F}{S_0} \int \frac{\Delta L}{L_0} \quad (\text{III-5})$$

Où: F est l'effort appliqué lors d'un essai de traction, S_0 la section initiale de l'éprouvette testée, L_0 la longueur initiale de la zone utile de l'éprouvette



Figure III.

14: Machine de traction type EZ20

Les éprouvettes sont préparées selon la norme "Designation D638-14; Standard Test method for Tensile Properties of Plastics type IVB" (figure : III.16 et tableau III.7) [07].

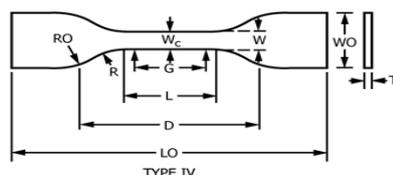


Figure III. 15: Dimensions des échantillons pour l'épaisseur, T , mm (D638 – 14 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics1)

Dimensions	Type IV ^B	tolérances
<i>W</i> —Width of narrow section	6 (0.25)	±0.5 (±0.02)
<i>L</i> —Length of narrow section	33 (1.30)	±0.5 (±0.02)
<i>WO</i> —Width overall, min	19 (0.75)	+ 6.4 (+ 0.25)
<i>WO</i> —Width overall, min	+ 3.18 (+ 0.125)
<i>LO</i> —Length overall, min	115 (4.5)	no max
<i>G</i> —Gage length I	±0.25 (±0.010)
<i>G</i> —Gage length I	25 (1.00)	±0.13 (±0.005)
<i>D</i> —Distance between grips	65 (2.5) J	±5 (±0.2)
<i>R</i> —Radius of fillet	14 (0.56)	±1 (±0.04)
<i>RO</i> —Outer radius (Type IV)	25 (1.00)	±1 (±0.04)

Tableau III. 7: Dimensions des éprouvettes selon la norme D638 – 14.

Les éprouvette sont dessinées et dimensionnées à l'aide d'un logicielle GALAAD 3 (Figure III.16) puis découpé à l'aide d'un Technodrille 03 au niveau de la GRD-GN (figure III.18).

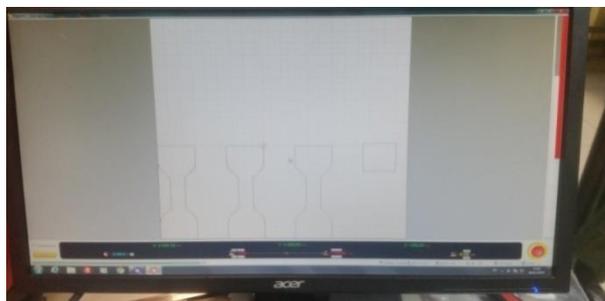


Figure III. 16: dessin et dimensionnement des éprouvettes par le logicielle GALAAD 3

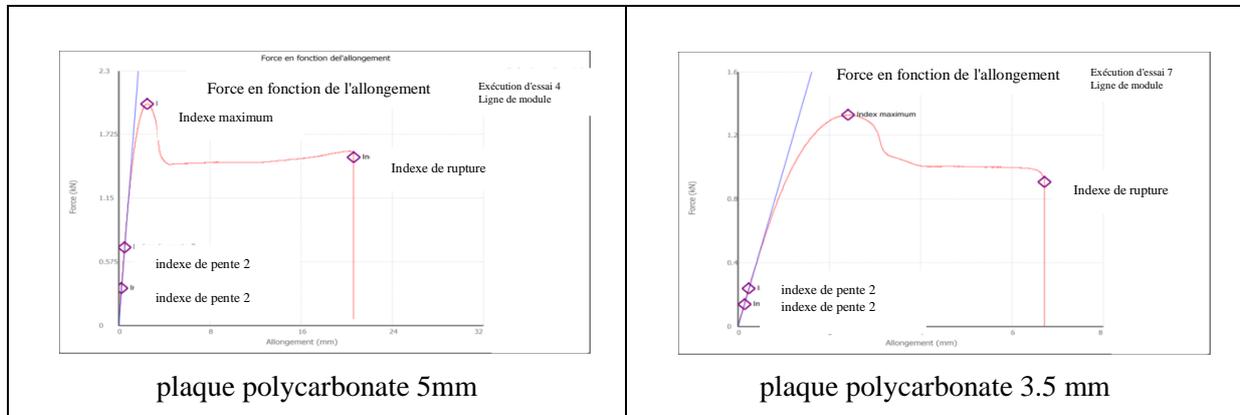


Figure III. 17 Technodrille 03 utilisé pour le découpage de l'éprouvette.

Les échantillons de polyéthylène téréphtalate (films) et les plaques de polycarbonate de différentes épaisseurs sont testés avec une vitesse de 5 mm/s et une température ambiante; ces

essais permettent de tracer les courbes contrainte-déformation $F(N) = f(e(\%))$ selon les deux relations suivantes

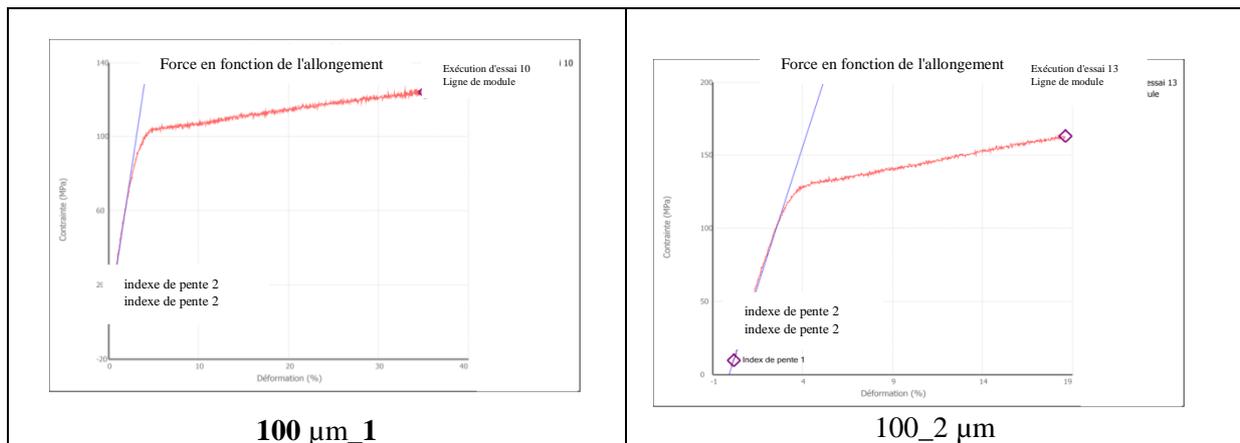
$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (\text{III-6})$$



avec : $\sigma = \frac{F}{S}$; et $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l}$

VII.8.2 Principe de l'essai

1. On mesure à mi-longueur de l'éprouvette, les dimensions de la section transversale et la longueur avec une précision de $\pm 0,05$ mm.
2. On place l'éprouvette en appui sur les mors de façon que la charge soit appliquée parallèlement aux cernes
3. On amène les deux têtes plans de chargement en contact avec la face supérieure, ensuite on augmente vitesse de chargement jusqu'à la rupture de l'échantillon.
4. Les résultats de mesure sont regroupé dans les tableaux III.8 et III.9 respectivement, ainsi que les courbes qui en découlent de ces essais (Figure III.19 et III.20).



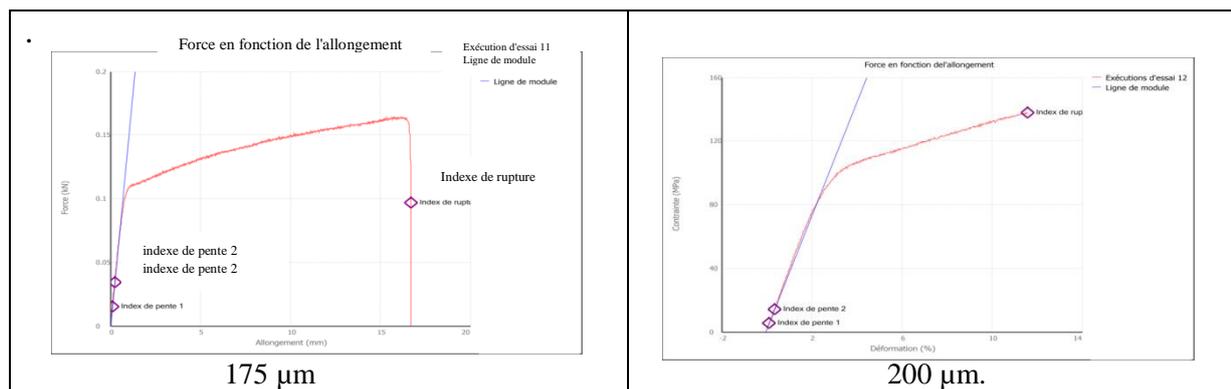


Figure III. 18: courbe de traction du polycarbonate avant vieillissement

Nom d'affichage	Épaisseur	Unité	100 µm_1	100 µm_2	175 µm	200 µm
Largeur		mm	6,700	6,700	6,700	6,700
Épaisseur		mm	0,100	0,100	0,175	0,200
Surface		mm ²	0,6700	0,6700	1,1725	1,3400
Pic de contrainte		MPa	125,0	161,4	121,9	134,6
Force maximale		kN	0,098	0,127	0,165	0,220
Déformation à la rupture		%	35,195	18,597	26,938	11,589
Modules		MPa	3168,70	3811,90	4021,4	3584,10
Taux de cristallinité		%	60,73	63,55	67,99	

Tableau III. 8: Résultats de l'exécution d'essai de traction film de poly(éthylène téréphtalate)

Nom d'affichage	Épaisseur	Unité	3,5 mm	5 mm
Largeur		mm	5,800	5,960
Épaisseur		mm	3,640	5,140
Surface		mm ²	21,1120	30,6344
Pic de contrainte		MPa	47,4	49,0
Force maximale		kN	1,329	2,000
Déformation à la rupture		%	11,011	33,838
Modules		MPa	1400,10	1426,70
Taux de cristallinité		%	10,57	10,52

Tableau III. 9: Résultats de l'exécution d'essai de traction plaque polycarbonate 3.5 et 5 mm.

VII.9 Discussions des résultats

Dans ce qui précède on va réaliser des analyses spectroscopiques et des tests mécaniques sur plusieurs échantillons de deux (02) types de polymères (PET et PC), dans le but de montrer la relation entre la structure et les propriétés mécaniques de ces polymères et pour ce faire, on a analysé les dits échantillons via l'FTIR en premier lieu, afin de s'assurer de la composition chimique de chaque matériau qu'on va étudier, en deuxième lieu on a utilisé la technique de DRX pour déterminer le taux de cristallinité de chaque échantillon; ces

analyses son suivi par des tests mécaniques (tests destructifs) en l'occurrence, essai de traction et essai de dureté.

on remarque qu'à partir de résultats obtenus (tableau III.8) que pour les trois films de poly(éthylène téréphtalate) d'épaisseurs PET_1 100 μm , PET_2 100 μm et 175 μm qu'il y a une différence entre les paramètres mécaniques (module de Young), ainsi qu'une différence entre les duretés, cette différence est due à la structure cristallin de chaque film. Tandis que les modules de Young des deux plaques de polycarbonate sont proche (Tableau III.9), cette faible différence est due au fait que le taux de cristallinité des deux plaque sont pratiquement identiques.

VII.10 Photo-vieillissement des plaques de PC

Le polycarbonate et le PMMA avec le verre sont les composants principales du verre feuilleté [07], ce dernier qui est toujours exposé au soleil qui enjointre plusieurs phénomène peut agir sur l'efficacité de nos pare brises. Dans ce que suit on va discuter une (01) de ces phénomènes qu'elle a une responsabilité très important dans la dégradation des matériaux et particulièrement les polymères. Photo-vieillissement.

VII.10.1 Définition

On convient d'appeler vieillissement toute altération lente et irréversible des propriétés d'un matériau, résultant de son instabilité propre ou d'effets de l'environnement [1]. Cette altération peut concerner la structure chimique des macromolécules ou des adjuvants (vieillissement chimique), la composition du matériau (pénétration ou départ de petites molécules), ou son état physique (taux de cristallinité, fraction de volume libre, contraintes internes...etc.

VII.10.2 Le photo-vieillissement

Les plastiques sont souvent utilisés à l'extérieur ou à l'intérieur des bâtiments et des véhicules, où ils sont exposés au rayonnement solaire, derrière une vitre pendant de longues périodes.

Il est donc très important de déterminer les effets du rayonnement solaire, de la chaleur, de l'humidité et d'autres influences climatiques sur la couleur et les autres propriétés de ces matériaux.

Cependant, il est souvent nécessaire d'évaluer plus rapidement l'effet climatique sur les propriétés physiques, chimiques et optiques des polymères afin de déterminer leurs durées de vie.

L'exposition aux intempéries dans les appareils de laboratoire doit être effectuée dans des conditions plus contrôlées que celles-ci, que l'on trouve dans les milieux naturels et qui

sont conçus pour réduire la dégradation des polymères, et accélérer les défaillances de produits.

Mais il reste difficile de comparer les résultats des contraintes causées par l'altération artificielle à intervalles de temps avec ceux obtenus dans des conditions de fonctionnement réelles parce que les essais en laboratoire ne simulent souvent pas toutes les contraintes auxquelles est soumis un polymère. Donc un seul essai de vieillissement ne peut être considéré comme une simulation complète des conditions réelles de fonctionnement [08]. Dans ce qui suit on va présenter un test de Photo-vieillissement qui a été inspiré de la norme BS EN 16472:2014 Mai 2014 «Plastiques Méthode de photo vieillissement artificiel accéléré utilisant des lampes à vapeur de mercure à moyenne pression – Plastics ». L'objet de ce test est de voir les effets d'UV sur les polymères (n'est pas pour déterminer la durée de vie de ces polymères).

VII.10.3 Photo-vieillissement accéléré

La norme BS EN 16472:2014 Mai 2014 décrit les exigences à respecter pour mesurer l'irradiation et l'exposition au rayonnement sur les surfaces des échantillons.

Afin d'obtenir rapidement des informations sur le comportement des matériaux, il existe des appareils spécifiques (enceinte de vieillissement) permettant de réaliser des vieillissements accélérés. L'enceinte de vieillissement est équipée de quatre lampes au mercure de moyenne pression (Novalamp RVC 400 W) placées de manière verticale aux quatre coins de la chambre de vieillissement figure (III.21). Les longueurs d'ondes inférieures à 295 nm sont filtrées par l'enveloppe en verre des lampes. L'irradiance dans la gamme de longueur d'onde de 300 à 400 nm est de 100 W/m². La température à la surface des échantillons est fixée à 60°C. Les échantillons sont retirés périodiquement afin d'être analysés [08, 09].

Vu la non disponibilité de ce type d'appareil (enceinte de vieillissement), un dispositif similaire a été monté par un groupe de chercheurs du CRD-GN.

VII.10.4 Montage expérimentale

Une chambre pour les essais de photo-vieillissement accéléré a été installée au niveau du CRD-GN, avec quatre lampes de 400 Watt aux halogénures métalliques disposant un spectre similaire d'une lampe à vapeur de mercure moyenne pression selon la BS EN 16472:2014. Les caractéristiques de ces lampes sont :

- Puissance : 400 W ;
- Flux lumineux (évalué) (min) :30000 lm ;

- Température de couleur corrélée (Nom) 4500 K ;
- Efficacité lumineuse (nominale) (Nom) 84 lm / W.

Les échantillons sont positionnés en face des lampes à une distance de 46 cm figure (18). l'irradiance spectrale relative générée par le dispositif devrait être très proche de celle du rayonnement solaire, en particulier dans la plage UV à ondes courtes [08].

Les échantillons sont laissés exposer aux radiations pendant une période de 59 jours, dans des températures de 55°C à 70°C.

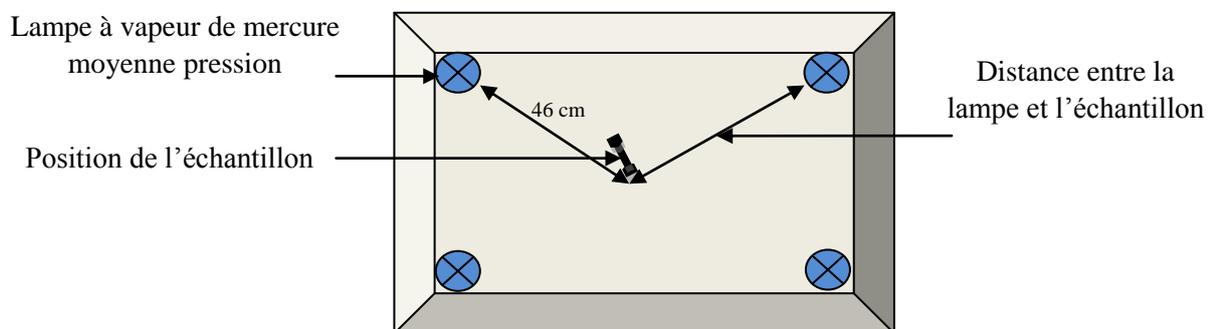


Figure III. 19: Schéma du dispositif expérimental utilisé pour étudier

On va faire une série de tests de traction et de dureté pour constater la dégradation de ces polymères (polycarbonate).

Les tests sont réalisés sur quatre (04) échantillons de polycarbonate transparent de différentes épaisseurs (2.5 mm, 3 mm, 3.5 mm, 4 mm) récupérés d'un casque de maintien de l'ordre qui est dédié à la protection de la face du gendarme, après l'exposition aux radiations à une période entre 0 jours et 59 jours.

VII.10.5 Essais de dureté

Les tests sont effectués sur un Microduromètre MITUTOYO HV 104 muni d'un pénétrateur en diamant sous forme pyramidal à 120°.

VII.11 Résultats et discussions

VII.11.1 Effet de l'indentation en fonction du temps de vieillissement

Des essais d'indentation en fonction du temps de vieillissement et de l'épaisseur sous une charge de 1 Kgf permettent de mesurer la dureté Vickers pour chaque éprouvette.

Pour s'affranchir de la géométrie de la structure testée et évaluer les propriétés mécaniques intrinsèques du matériau.

on trace les courbes représentant la déformation en fonction de la contrainte appliqué (figure III.20) et sur la figure III.21 une image optique obtenue sur un microscope optique ZEISS

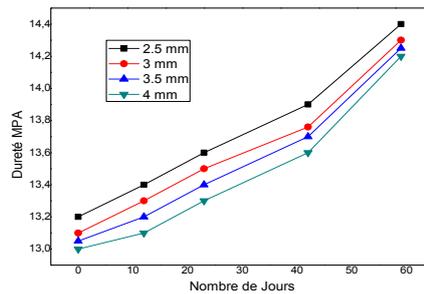


Figure III. 20: Courbes de dispersion de la dureté en fonction du temps d'exposition à la lumière UV

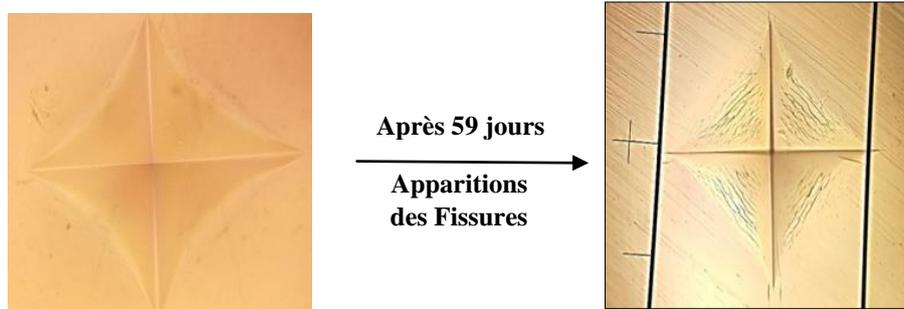


Figure III. 21: Empreinte de pénétrateur dû à l'effet de vieillissement du polycarbonate

VII.12 Résultats et discussions

La Figure III.23 présente les courbes d'indentation pour quatre échantillons le long des médianes des éprouvettes en fonction du temps de vieillissement, avec un pas de 2 cm obtenues avec une charge de 1 Kg f . Les essais montrent une assez bonne reproductibilité bien que les zones indentées soient différentes.

L'allure des courbes de duretés en fonction du temps de vieillissement augmente avec ce dernier, Ce dernier devient plus il est exposé aux rayonnements plus sa dureté augmente. Ce phénomène est observé sur la photo prise pour un échantillon de référence (0 jours) et une autre après 59 jours d'exposition aux rayonnements

La figure III.24a (échantillon de référence (0 jours) représente des micrographies de l'empreintes Vickers, réalisé avec une charge de 1 Kg f avec un indenteur de forme pyramidale, l'empreinte est défini par ses diamètres (d_1 et d_2) à partir duquel on détermine la dureté Vickers. Tandis qu'on observe sur la figure 25b une empreintes Vickers, obtenu après 59 jours de vieillissement, sous des irradiations de quatre Lampes à vapeur de mercure (figure III.20) et a une température moyenne de 65°C. On note clairement que la propagation des fissures est sous forme d'hyperboles par rapport aux médianes de l'éprouvette et sous forme de stries par rapport à la diagonale AB.

VII.13 Essais traction sur Polycarbonate transparent 2.5 mm

Les figures (III.22, III.23 et III.24) montrent qu'Après une exposition de sept jours des éprouvettes au rayonnement UV, on observe:

- un changement sur le comportement mécanique à travers le changement dans la limite d'élasticité, aussi on a constaté qu'il y a
- un changement au niveau de la pente de courbe contrainte/déformation, cette pente représente le module de Young,
- En outre l'interprétation des mesures dû vieillissement du polycarbonate doit tenir compte de l'observation du type de rupture, et de la courbe effort-déformation enregistrée lors de l'essai. La figure III.20b montre d'une part l'aspect des éprouvettes donnant lieu a une rupture fragile et ductile, et d'autre part les photos enregistrées lors de l'essai de dureté sur un polycarbonate.

Donc on peut conclure qu'il y a un changement dans la structure des échantillons du PC et ça après une exposition de 59 jours

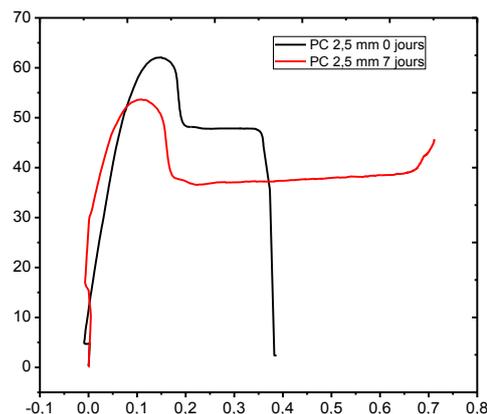


Figure III. 22: Courbes contrainte-déformation sur du PC 2.5 mm, obtenue par essai de traction après une exposition aux radiations UV durant 7 jours.

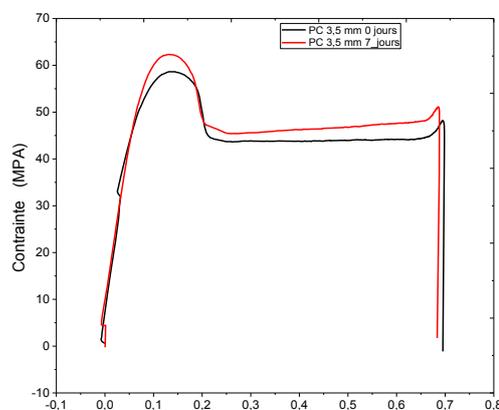


Figure III. 23: Courbes contrainte-déformation sur du PC 3.5 mm, obtenue par essai de traction après une exposition aux radiations UV durant 7 jours.

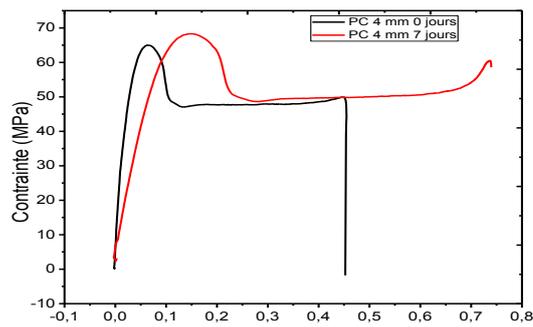


Figure III. 24: Courbes contrainte-déformation sur du PC 4 mm, obtenue par essai de traction après une exposition aux radiations UV durant 7 jours.

VII.14 Conclusion

Dans ce chapitre on a étudié la relation entre la microstructure des polymères et leurs propriétés mécaniques via l'essai de traction, l'essai de dureté et l'analyse par DRX. Comme on a étudié l'influence des conditions du vieillissement accéléré ou des tests de durabilité (le rayonnement UV et la température) sur le polycarbonate ; selon ces deux études on peut conclure que :

- Les méthodes d'élaboration des films ou des plaques de polymères peuvent déterminer leurs comportements mécaniques, d'où on a montré qu'il y a une relation proportionnelle entre le module de Young et le taux de cristallinité, ou cette dernière à un impact directe sur les paramètres mécanique des matériaux.
- L'exposition à l'UV du polycarbonate a un impact sur leur propriété mécanique et optique et que ce type de rayonnement peut accélérer son vieillissement.

Chapitre IV

VIII. Montage et test du verre feuilleté utilisé pour la protection contre les chocs de basse et de haute vitesse

On donne dans la première partie de ce chapitre, une étude sur la préparation et le processus de fabrication du verre feuilleté utilisé pour la protection des personnes et des biens (véhicules, maisons, ... etc.), contre le vandalisme, jet de pierres, ...etc.

Dans la deuxième partie on présente une étude sur le verre feuilleté pour des applications spécifiques (véhicules blindés, buildings administratifs, ... etc.). Ou le nombre feuillet du feuilleté est supérieur à trois (03).

Donc l'objectif de cette 2^{ème} étude et de trouver un compromis pour remplacer une partie des feuilles de verre par des polymères ayant les mêmes propriétés mécaniques et optiques, ainsi que le processus et les mécanismes pour fabriquer des feuilletés (pare-brises, carreaux latéraux) moins lourds, afin d'améliorer la puissance véhicule dû au surpoids du blindage des véhicule.



VIII.1 Première partie: Fabrication du verre feuilleté utilisé pour la protection contre les chocs de basse vitesse.

VIII.1.1 Introduction

On focalise dans cette première étude notre attention sur le verre feuilleté destinés à équiper essentiellement les fenêtres du matériel roulant ferroviaire (tramway Algérie). Pour cela trois types d'impact (chocs) sont réalisés selon la norme AFNOR NF 31-250 et la norme AFNOR NF 31-129.

- Chocs multiples (bille en acier de diamètre $(450 \pm 0,1)$ mm et de poids (500 ± 5) g) ;
- Choc unique (bille en acier de diamètre $(450 \pm 0,1)$ mm et de poids (500 ± 5) g);
- Fragmentation (marteau de 70 grammes muni de pointe en carbure de tungstène).

Les éprouvettes objets de tests sont des sandwiches en Verre/PVB/Verre, d'épaisseurs respectives: 3mm/0,76mm/3mm, ils sont prélevés périodiquement et aléatoirement sur la chaîne de production

VIII.1.2 Verre feuilleté

Le verre feuilleté est obtenu par un assemblage de deux ou plusieurs feuilles de verres collés sur toute leur surface par un ou plusieurs film(s) en polymère selon leurs applications. Le film est généralement constitué de butyral de polyvinyle, communément appelé "PVB", mais d'autres matériaux polymères, peuvent être utilisés tels que le polycarbonate (PC), le poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA), le poly(téréphtalate d'éthylène) (PET), les résines ou les gels. Le verre feuilleté est un matériau viscoélastique combinant les propriétés du verre aux propriétés du film polymère utilisé (adhésion au verre, élasticité, résistance à l'impact) (figure 1).

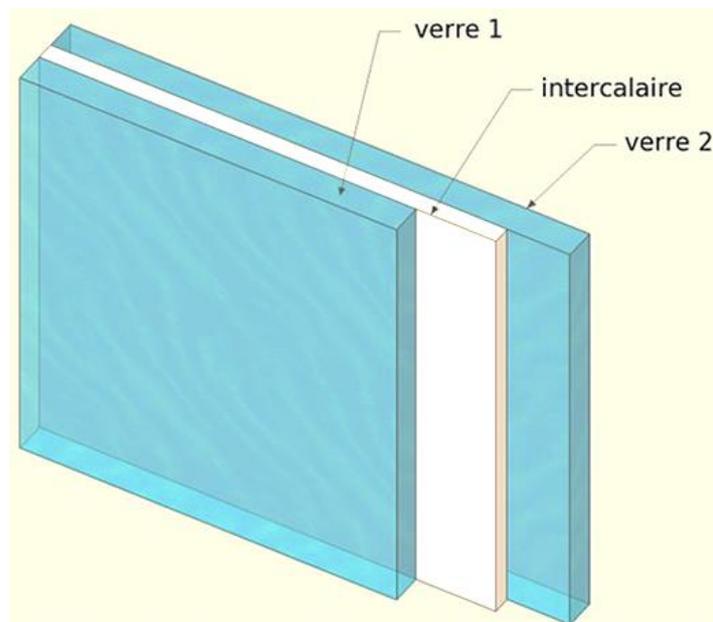


Figure IV. 1: Verre/PVB/Verre, 3 mm/0,76 mm/3 mm

VIII.1.3 Préparation des éprouvettes (Verre/PVB/Verre)

Le verre feuilleté avec l'intercalaire en PVB est fabriqué par laminage suivi d'un traitement dans un vacuum box et en autoclave dans lequel les pressions et les températures élevées assurent une bonne adhésion du verre à l'intercalaire et rendent le produit transparent en éliminant l'air emprisonné entre l'intercalaire en PVB et les feuilles de verre.

VIII.1.4 Protocole de montage des éprouvettes de verre feuilleté

❖ Première étape

Après la préparation des éprouvettes, on aspire l'air pour une structure multicouche (substrat de verre/couche de PVB/substrat du verre) dans la boîte à vide (vacuum box), (phase critique).

Après cette opération, on aspire l'air des éprouvettes après découpe et assemblage à l'extérieur de la boîte à vide et cela pendant 60 min. Ensuite, les éprouvettes sont placées dans la boîte à vide pendant 80 min à 120°C pour éliminer l'air et augmenter le facteur d'adhérence entre les trois couches. Les conditions de températures et de pression sont fonction du type d'assemblage et de la vitesse de la ligne de production.

❖ Deuxième étape

Après l'élimination de l'air et le pré-collage, les éprouvettes sont placées sur des chariots et enfermées directement dans l'autoclave pendant 3 h -30 min, selon le cycle de température suivant:

➤ Montée en régime (temps de chauffage)

Pendant la phase de montée en régime, la température passe de la température ambiante ($20 \pm 5^\circ\text{C}$) à la température de maintien finale (140°C) et la pression augmente de la pression atmosphérique à la pression de maintien finale (13.5 Bars) (figure 2).

➤ Maintien de régime (temps de maintien)

Cette partie du cycle a pour objet d'obtenir l'écoulement visqueux (permanent) de l'intercalaire en PVB en vue de développer pleinement les propriétés finales du feuilleté. La durée 70 mn et la température (140°C) sont les facteurs les plus importants, la pression ne revêtant qu'une importance secondaire. Les pressions typiques se situent dans une plage de ($10 - 14 \text{ Bars}$). La température doit être d'au moins 135°C , avec des durées de maintien de 15 à 30 min. Des durées plus longues doivent être observées pour des températures plus basses (figure 2).

➤ Sortie de régime (refroidissement)

À la fin de la période de maintien, les feuilletés doivent être refroidis tout en restant sous pression afin d'éviter la formation de bulles d'air, notamment sur ou à proximité des bords. La durée de refroidissement dépend de la capacité de refroidissement de l'autoclave et de la masse totale des laminas. À nouveau, comme pour le chauffage, il y a un décalage entre la température de l'air et la température de l'intercalaire. La pression doit être maintenue jusqu'à ce que la température dans l'autoclave descende à 60°C dans le cas des éprouvettes considérées (figure 2).

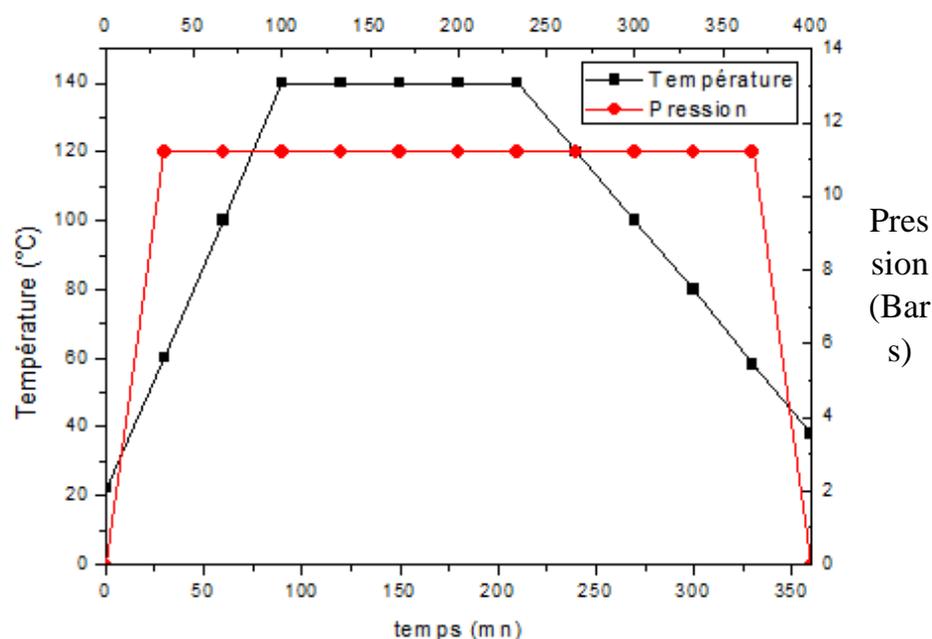


Figure IV. 2: Cycle de traitement des éprouvettes en Verre/PVB/Verre (3 mm/0.76 mm/3 mm).

VIII.1.5 Gamme de sollicitation

L'expérimentation a été effectuée conformément la norme AFNOR NF F31-250 du mois de mai 2013 (actualisé le 25 avril 2016)

VIII.1.5.1 Dimensionnement de l'échantillon et impact considéré

Les éprouvettes, sous forme de sandwich impacté, proviennent de la fabrication des vitrages constitués de deux verres de 3 mm d'épaisseur et d'un film intercalaire en PVB d'épaisseur 0,76 mm et qui sont utilisés principalement dans le transport en commun et en particulier dans le transport ferroviaire pour la protection des usagers contre le vandalisme, (jet de pierre, chute des personnes, ...etc.). Les éprouvettes font 300 mm de côté, 6.76 mm d'épaisseur et sont fixés sur un banc d'essai en bois dur dont les dimensions peuvent être ajustées en fonction de la demande du contractuel (figure. 3).

Remarque 01 : Le verre, plan ou bombé, est posé sans calage latéral en appui périphérique continu sur matériau en néoprène de dureté (46 ± 5) Shore de largeur comprise entre 20 mm et 25 mm et d'épaisseur comprise entre 2 mm et 5 mm. La face impactée est la face extérieure du verre (figure 03).

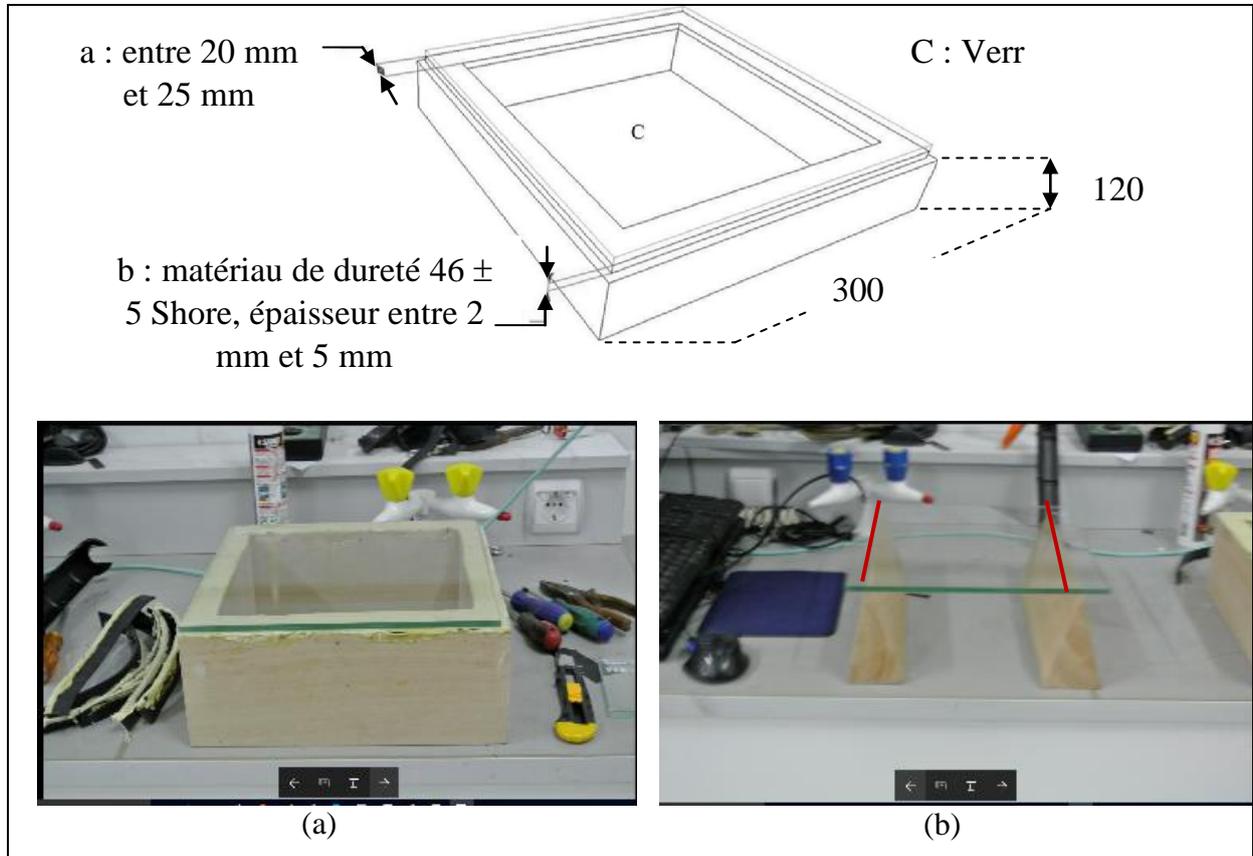


Figure IV. 3: Condition de fixation des éprouvettes, pour le Choc unique

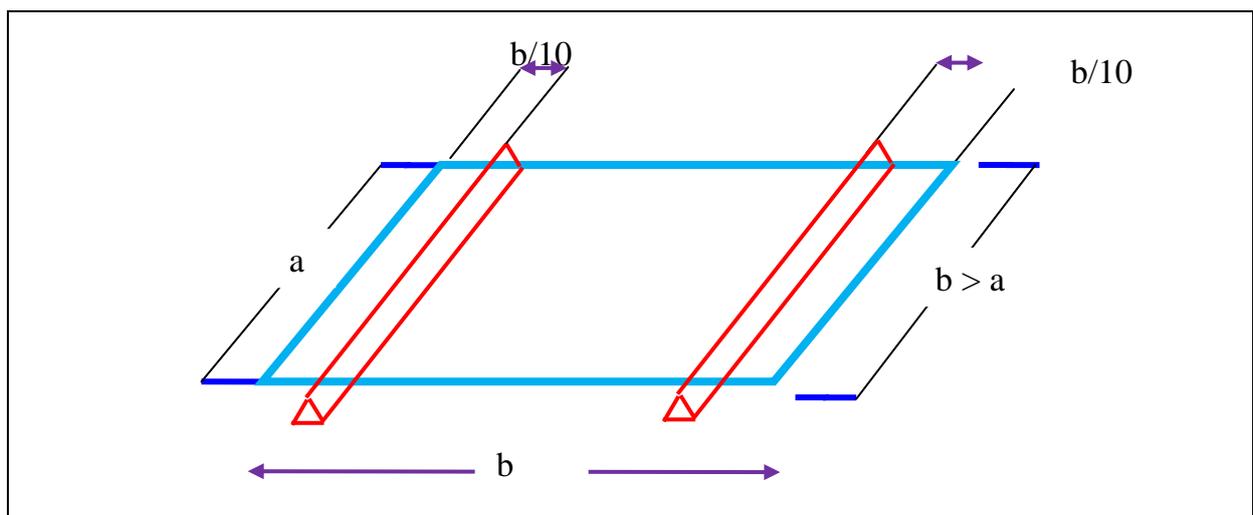


Figure IV. 4: Condition de fixation des éprouvettes pour le Choc répété.

VIII.1.5.2 Vitesse de chute

On recherche dans cette étude en premier lieu à déterminer la vitesse limite de perforation des vitrages feuilletés en fonction de la chute libre d'une bille en acier de (500 ± 10) g à partir d'une hauteur de $(h = 150 \text{ cm})$ et à la température ambiante.

Les éprouvettes (catégorie A) sont interposées dans le laboratoire conformément au cahier des charges norme AFNOR NF F31-250 [1].

VIII.1.6 Étapes d'essais

À partir de l'impact généré par l'essai normatif (hauteur de chute de (150 cm) , verre feuilleté catégorie A), (respectivement 3 m, verre catégorie B) sur des éprouvettes (verre feuilleté de $3\text{mm}/0.76\text{mm}/3\text{mm}$) et des essais de dureté sont effectuées, les mesures sont réalisées suivant l'ordre chronologie suivant, (figure 5) [1]:

- Flexion du vitrage feuilleté
- Initiation de la fissuration radiale et orthoradiale
- et d) Progression de la fragmentation
- Profil de déchirure du film intercalaire et passage du corps de choc.

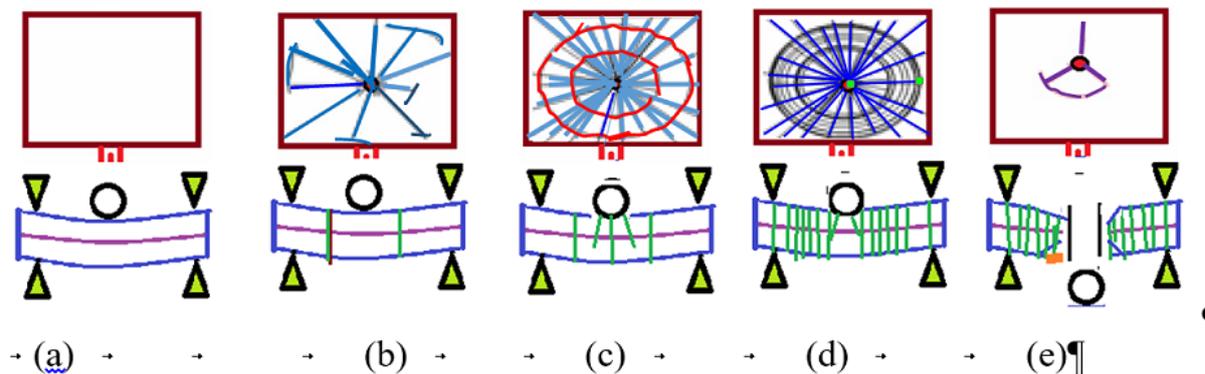


Figure IV. 5: Schématisation du processus d'impact perforant par un projectile sphérique en chute libre sur une éprouvette en Verre/PVB/Verre

La durée de ce type d'impact est de l'ordre de la centaine de millisecondes pour l'impact d'une bille d'acier de (500 ± 10) g chutant d'une hauteur de 150 cm sur un vitrage feuilleté, $(300\text{mm} * 300\text{mm})$ et d'une épaisseur totale du sandwich de $6,76\text{mm}$ en configuration horizontale.

VIII.1.6.1 Phase I:

Après une brève flexion du vitrage de quelques microsecondes, sans endommagement, les fissurations apparaissent. La sollicitation en flexion du vitrage avant rupture des plis de verre est liée aux caractéristiques mécaniques en petites déformations du film intercalaire en PVB. Le comportement du film intercalaire, que l'on peut considérer ici comme

viscoélastique linéaire, les modules réel et imaginaire représentant respectivement les composantes élastiques tel que le module de Young (E) et le module de cisaillement (G) (ou conservatives) et visqueuses (ou dissipatives) du comportement peuvent être identifiés par viscoélasticimétrie (figure 6).

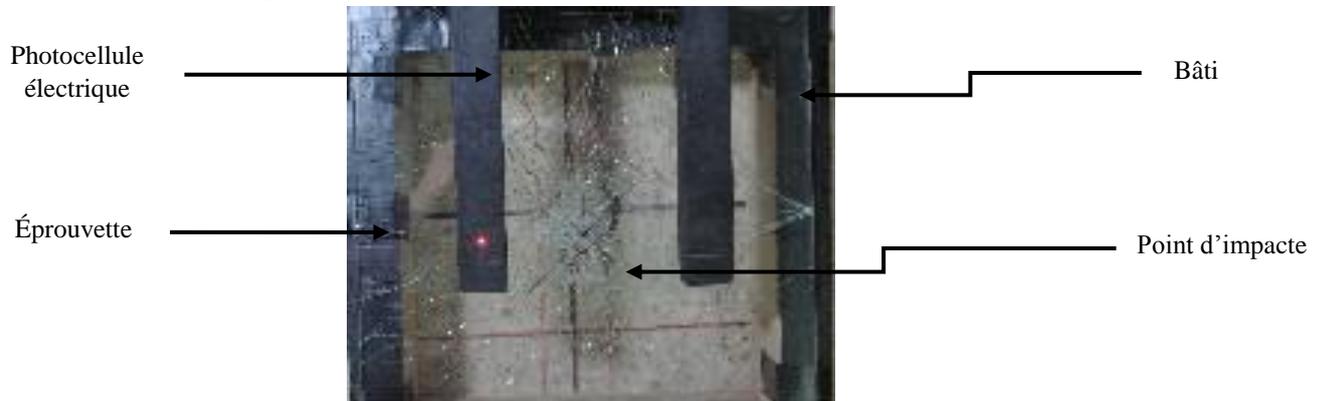


Figure IV. 6: Premier test

VIII.1.6.2 Phase II:

Le contact projectile en chute libre sur l'éprouvette combine les effets de pénétration et de flexion. Le poinçonnement est responsable d'une fragmentation très fine sous le point d'impact (figure 6). La fissuration au niveau du point d'impact est due à la compétition entre le processus d'endommagement bien connu par cône de Hertz en surface du pli de verre impacté et la rupture en flexion de la face opposée à l'impact [cône de Hertz]. Les fissures radiales apparaissent en premier et sont initiées par un ou plusieurs défauts activés sous le point d'impact sur les faces opposées à l'impact des plis de verre supérieur et inférieur (figures 5a et 5b). Il faut noter au centre des images de la figure 5, les défauts responsables de la rupture en flexion des plis de verre et la différence de taille entre les fragments issus du poinçonnement (figure 5a) et de la flexion. Les fissures radiales atteignent parfois le bord du vitrage mais leur progression peut être arrêtée par l'initiation de fissures orthoradiales. Celles-ci sont provoquées par flexion au niveau des conditions de fixation ou au niveau d'une zone de flexion plus réduite; en fonction de la rigidité du film intercalaire et de la forme du corps de choc.



Figure IV. 7: Impact d'une bille en acier de (500 \square 10) g chutant de 150 cm sur un vitrage feuilleté, les bords du feuilleté sont libres. (300mm par 300mm, sur un bâti cubique de 320mm*320mm)

Le comportement global du vitrage feuilleté sous impact perforant combine les mécanismes illustrés sur la figure 8.

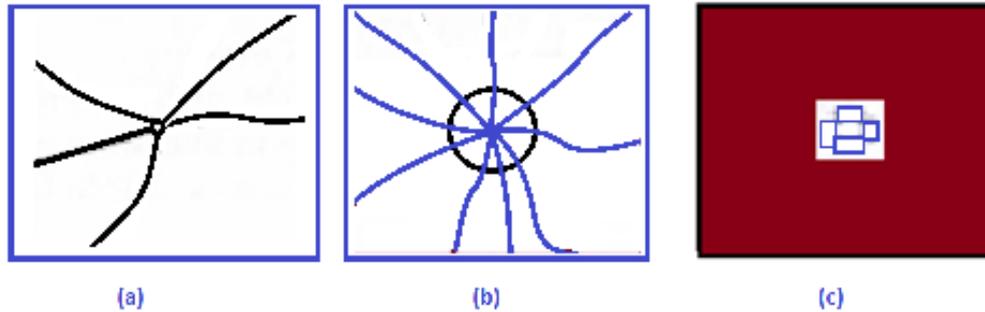


Figure IV. 8: Fissuration des éprouvettes en fonction du nombre de chocs pour $h = 1,50m$.

VIII.1.6.3 Phase III

Les fissures orthoradiales se propagent et forment deux cercles concentriques. Les fissures radiales se propagent et s'accroissent. Le film intercalaire transmet les efforts entre le pli de verre impacté et le pli de verre opposé à l'impact. Ainsi, les fissures sont coïncidentes entre les deux plis de verre. De plus, l'adhésion entre le verre et le film intercalaire favorise une rupture des plis de verre dans l'épaisseur (figures 9). En effet, les liaisons d'adhésion fortes qui existent entre le verre et le film intercalaire maintiennent une couche de fragments sur le film intercalaire. Les fissures dans le plan des plis de verre sont vraisemblablement dues aux différentes réflexions d'ondes acoustiques.



Figure IV. 9: Rupture des plis de verre dans l'épaisseur.

VIII.1.6.4 Phase IV :

Les zones de fissuration sont maintenant bien définies. Les fissures orthoradiales sont présentes dans une zone définie par les conditions de fixation et de flexion localisée. La zone de fissuration centrale est majoritairement constituée de fissures radiales. La flexion du vitrage ne peut se poursuivre que si le nombre de fissures augmente au niveau des conditions de flexion. Grâce aux caractéristiques adhésives du film intercalaire, la projection des fragments de verre ainsi formés est limitée.

Le faciès de rupture dépend de la répartition des défauts superficiels, des conditions d'adhérence, des propriétés mécaniques du film intercalaire ainsi que des conditions de fixation et géométriques (forme du projectile, dimensions du vitrage): tout paramètre influant

sur les multiples réflexions d'ondes élastiques de volume (longitudinale et de cisaillement) et de surface (Rayleigh) (figure 10).

Des fragments peuvent être projetés dissipant ainsi de l'énergie par transfert de quantité de mouvement. Ces fragments peuvent être issus du poinçonnement, se détacher du film intercalaire par délaminage ou être dus à la fissuration dans l'épaisseur des plis de verre.

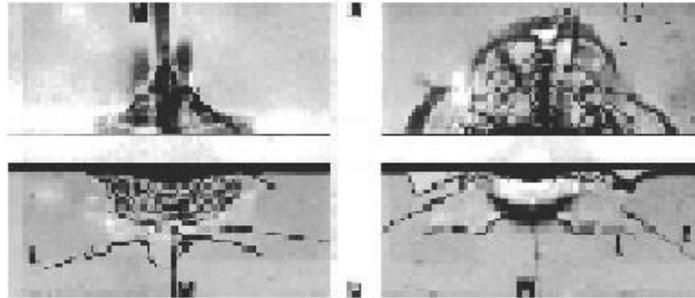


Figure IV. 10: Micrographies optiques d'indentations Vickers (30N) sur des verres silico-sodocalciques (gauche) et des verres de silice (droite). (a) surface libre, (b) vue de profil. Les fissures sont désignées par M (médiane), L (latérale) et C (cône de Hertz)

VIII.1.6.5 Phase V

Durant l'impact, au niveau des fissures, le film intercalaire est principalement sollicité en traction. Au niveau des fissures orthoradiales, la flexion du film est limitée par le contact des fragments de verre et l'épaisseur du film intercalaire. Au niveau des fissures radiales, le film est sollicité en flexion. La sollicitation peut cependant être globalement assimilée à de la traction. La rupture du film intercalaire survient une fois la contrainte de rupture atteinte ou du fait des grandes déformations que peut subir le polymère, après indentation par les fragments de verre. Le profil de la déchirure du film intercalaire dépend des conditions de sollicitation et du profil de fissuration des plis de verre. Il est circulaire dans le cas de la figure (11).

La déchirure s'est ensuite propagée le long des fissures radiales permettant le passage du corps de choc. En effet, l'énergie incidente est ici supérieure à l'énergie limite de perforation du vitrage (235 Joules contre 200 Joules).

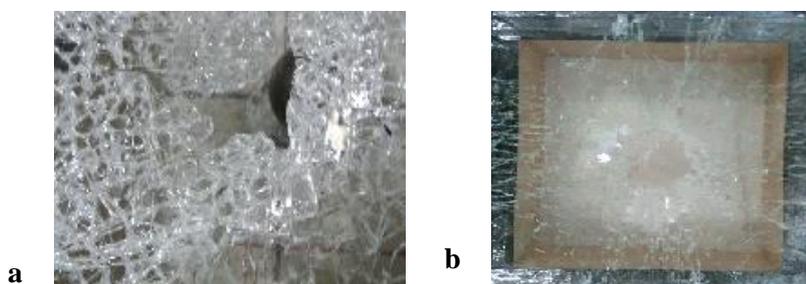


Figure IV. 11: Impact d'une bille en acier de 500 grammes chutant de 150 cm sur un vitrage feuilleté de 300 mm*300 mm*6.76 mm.

Le vitrage feuilleté se déforme sous impact jusqu'à l'apparition de déchirures suffisantes permettant le passage du corps de choc ou jusqu'à dissipation complète de

l'énergie cinétique incidente permettant son arrêt (figure 11a). Ces déchirures ou trous amorcés au sein du film polymère peuvent être activées ou non en fonction de leur localisation et du champ de déplacement induit par la flexion. Ces déchirures se propagent préférentiellement entre les lèvres des fissures (figures 11a et 11b) et la résistance à la déchirure de l'intercalaire joue alors le rôle de limiteur.

En résumé, au cours d'un impact, le film (intercalaire) en polymère est sollicité en traction avec une vitesse de déformation élevée en fonction de la hauteur de chute (vitesse de déplacement relatif des fragments de l'ordre de $50 \text{ à } 150 \text{ mms}^{-1}$) et est soumis à une force de pelage sous un petit angle qui tend à le décoller. Ce délaminage, au voisinage des fissures des plis de verre, favorise, par flexion du vitrage feuilleté, l'amorçage de déchirures au niveau des arêtes vives des fragments de verre mais favorise également la dissipation d'énergie par déformation viscoélastique voire viscoplastique.

VIII.1.7 Résultats des tests

VIII.1.7.1 Chocs répétés

Sur les figures 12a et 12b, on présente l'effet du choc n° 1 et le choc n°43. On remarque que les résultats obtenus sont en bon accord avec ceux de la norme AFNOR NF F31-250 et ceux de la bibliographie.

La masse des fragments (débris) de verre après 43 chocs est de l'ordre de **26,042 gr.** (grains micrométriques, macroscopiques, en paillette, ... etc.).

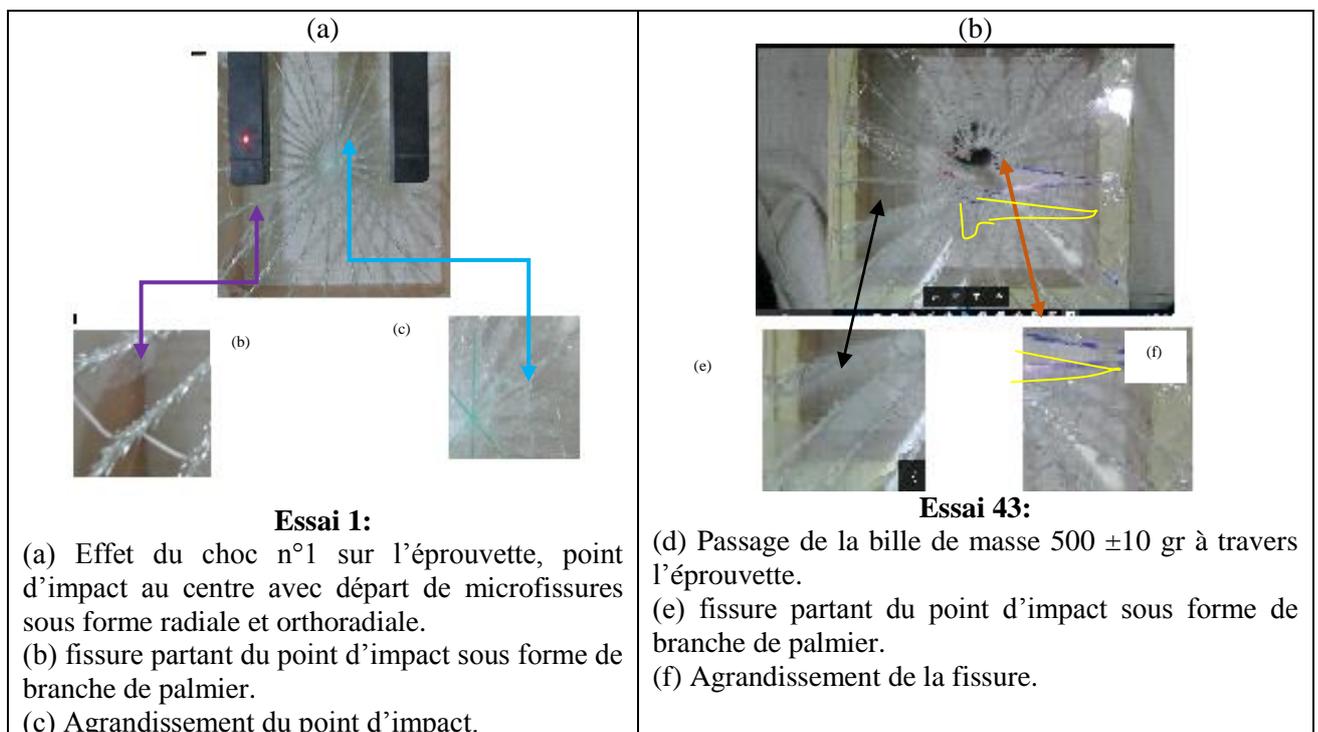
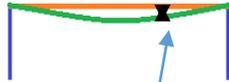
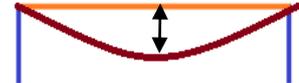
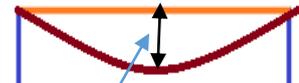


Figure IV. 12: Profil de fissuration et de déchirure d'un vitrage 33.2, 300 mm par 300 mm, en appui sur bâti cubique creux après l'impact perforant.

VIII.1.7.2 Chocs répétés sur verre plan (Verre/PVB/Verre, 3 /0.76 /3 mm)

On résume dans le tableau 1 quelques observations visuelles après 50 chocs répétés et sur la même face.

On présente sur la figure 13 les séquences de la chute de la bille de (500 ± 1) gr de l'électroaimant (instant de chute (t_1) à l'instant (t_2) , (t_3) .. et (t_f)) sur une hauteur de 150 cm, ainsi que la masse totale des fragments de verre après 50 chocs: grains micrométriques, macroscopiques, en paillette, ... etc. (figure 14).

N°	Observation visuelle	Flexion de l'éprouvette
01	Essai n°1: À partir du point d'impact de la bille en acier de 500 g, un ensemble de fissures radiale et orthoradiale (figure 1). La fissure se présente comme une feuille de palmier dont le diamètre d est inférieur à 1 mm.	 $d < 1 \text{ mm}$
02	Essai n°2: - 2 rebonds de la bille en acier. - Empreinte de la bille $< 1 \text{ mm}$. - quelques débris de verre.	 $\text{mm} < d < 4 \text{ mm}$
03	Essai n°5: Rebond de la bille avec une amplitude moindre que celle de l'essai 1. Une flèche de l'ordre de 6 mm	 $d = 6 \text{ mm}$
04	Essai n°20: Un premier petit trou de 3 mm de diamètre moyen est observé sur l'éprouvette (rupture du verre/PVB/verre).	
05	Essai n°24: 3 petits trous de diamètre moyen entre 3 et 4,5 mm (figure 24).	
06	Essai n°30: Une flèche de l'ordre de 29 mm. Avec une augmentation de la taille des trous 	 $d = 29 \text{ mm}$
07	Essai n°35: Une flèche de l'ordre de 38 mm	 $d = 38 \text{ mm}$

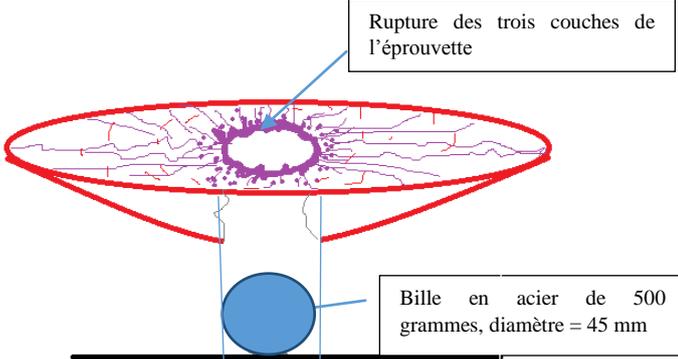
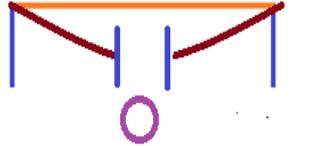
08	<p>Essai n°38:</p> <p>a : Rupture sur la partie supérieure de la lèvre du verre/pvb/verre par rapport à l'éprouvette d'une forme de lèvre.</p>	<p>b : Amorçage d'une fissure sur 20 mm par rapport au diamètre du point d'impact qui de l'ordre 50 mm, largeur de la fissure < à 1.4 mm</p>
09	<p>Essai n°40:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Rien de spéciale n'est observé. - On observe un affaissement de la partie A plus important Augmentation relative de la partie B 	
10	<p>Essai n°50:</p> <p>La bille passe à travers l'éprouvette. Le diamètre du trou est égal au diamètre de la bille en acier.</p> 	 <p>Passage de la bille après 50 chocs sur la même zone</p>

Tableau IV. 1: Effet du choc répété.

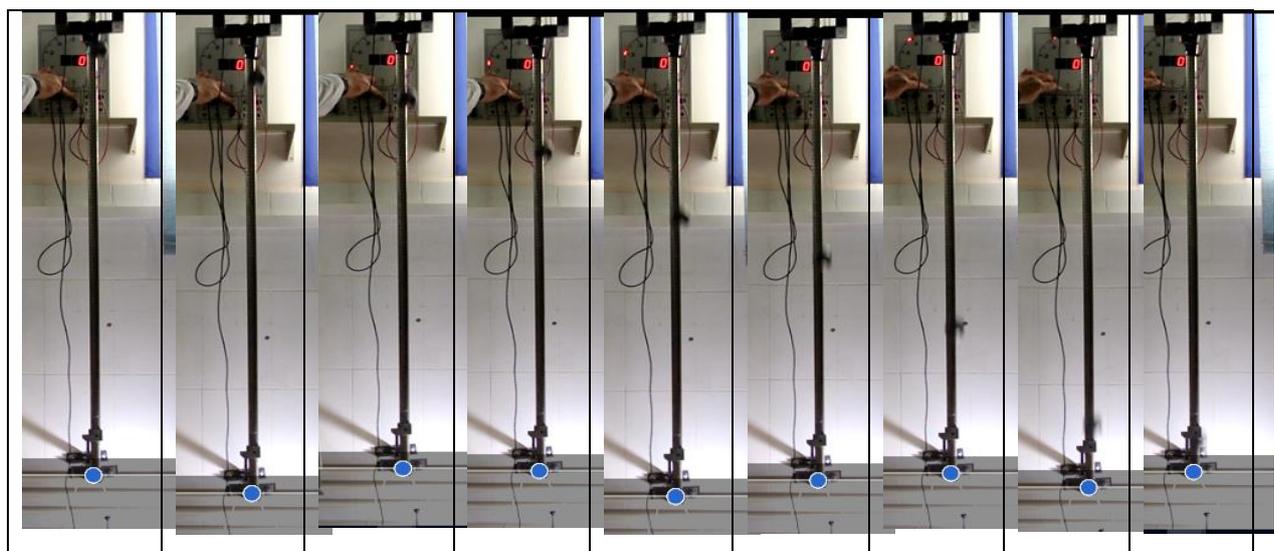


Figure IV. 13: Chocs répétés, Séquences de la chute de la bille de (500 ± 1) g de l'électroaimant jusqu'au point d'impact. (Instant de chute à l'instant t . et sur une hauteur de 150 cm).

La masse totale des fragments de verre (figure 14) après 48 chocs (grains micrométriques, macroscopiques, en paillette, ... etc.)est de 26.042 gr.



Figure IV. 14: Fragments dû aux chocs répétés sur le verre plats sous forme de sandwich (Verre/PVB/Verre ; 3 mm/0.76 mm/3 mm).

VIII.1.7.3 Choc unique

Dans les trois cas ($a = b = 30\text{ mm}$), ($a = 30, b = 50$) et ($a = 30, b = 60$), les configurations des fissures présentent pratiquement une symétrie par rapport à la fissure principale sur les deux faces (figures 15 et 16). Dans le cas où ($a = b$), la distribution des fissures est sensiblement identique aux chocs répétés. Dans le cas où ($a < b$), la distribution des fissures est pratiquement symétrique par rapport à la fissure médiane.

Aucun effet appréciable sur le PVB, pas de déchirure. La masse des fragments (débris) de verre du au choc sur la face 1 est négligeable ; par contre la masse dû au 2^{ème} choc sur la face 2 donne des fragments au total de poids de l'ordre 4,7412 g (figure 16). La figure 13 montre la chronologie du choc unique.

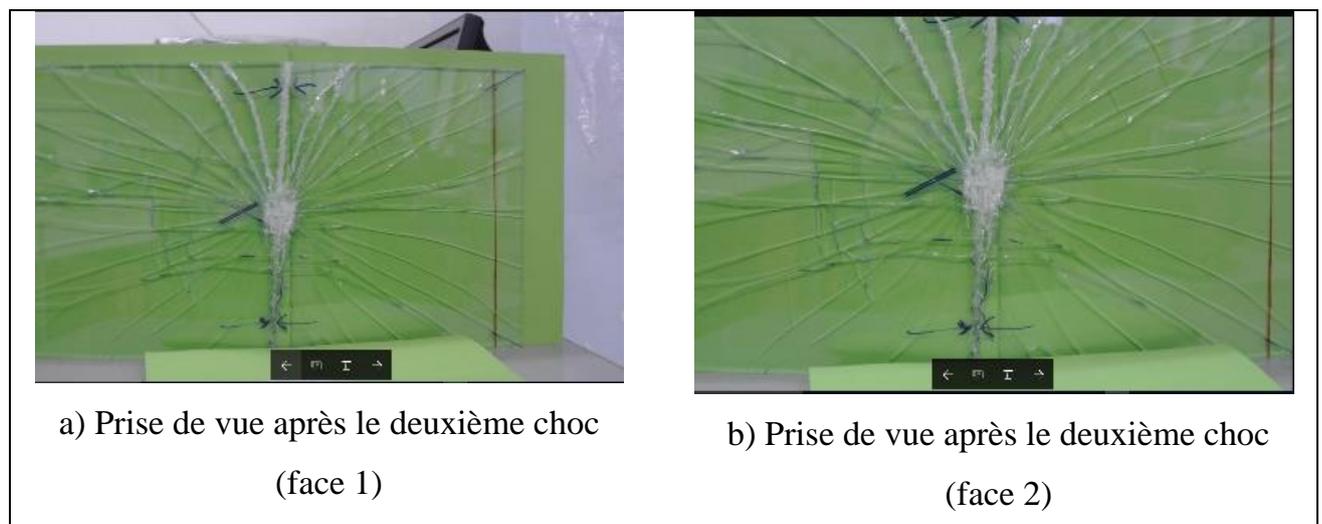


Figure IV. 15: Choc unique sur la 1ère et la 2ème face du feuilleté.

Sur les deux faces 4,7412 g des débris de verre résultant des chocs. 1 g de débris de verre résultant du choc sur la première face.



1^{ère} Prise de vue après le deuxième choc



2^{ème} Prise de vue après le deuxième choc

Figure IV. 16: Débris de verre après un choc unique sur les deux faces.

VIII.1.7.4 Essai pour les éprouvettes cas ($a=b$)

Dans le cas où l'éprouvette est sous forme carré ($a=b$):

- la distribution des fissures est sensiblement identique aux chocs répétés.
- Pas de déchirure du PVB.

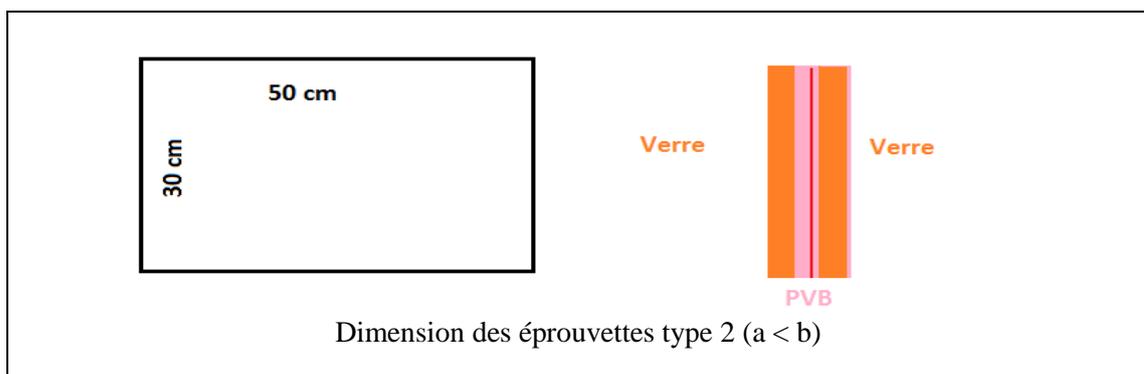
VIII.1.7.5 Essai pour les éprouvettes $a < b$

❖ Cas: $a < b$, $a=30$ et $b=50$

- La flèche du au choc sur la face 1 est de 10 cm par rapport à la position d'équilibre de l'éprouvette (figures 17).
- La flèche du au choc sur la face 2 est de 5,4 cm par rapport à la position d'équilibre de l'éprouvette (figure 18).

❖ Cas: $a < b$, $a=30$ et $b=60$

- La flèche du au choc sur la face 1 est de 9,8 cm par rapport à la position d'équilibre de l'éprouvette.
- La flèche du au choc sur la face 2 est de 4,2 cm par rapport à la position d'équilibre de l'éprouvette.
- Donc plus $b > a$, plus la flèche est importante dans les deux cas de figures.



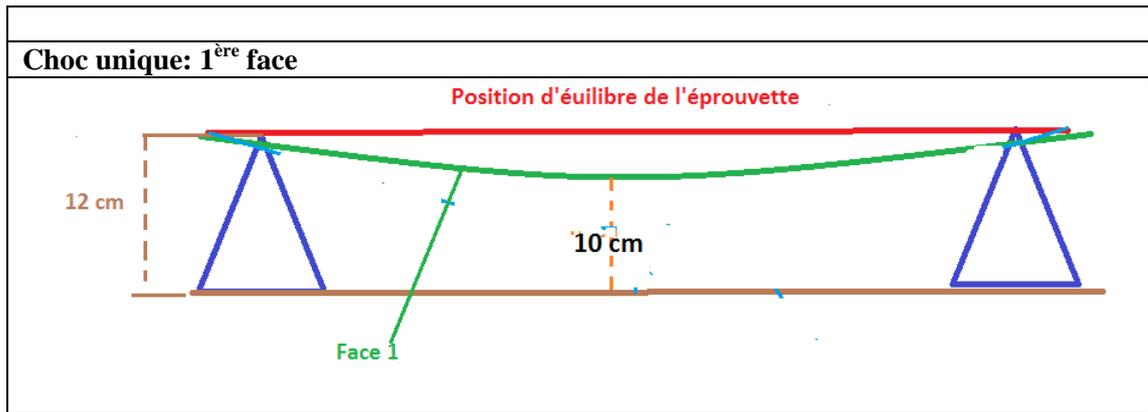


Figure IV. 17: Flèche après le choc sur la face 1.

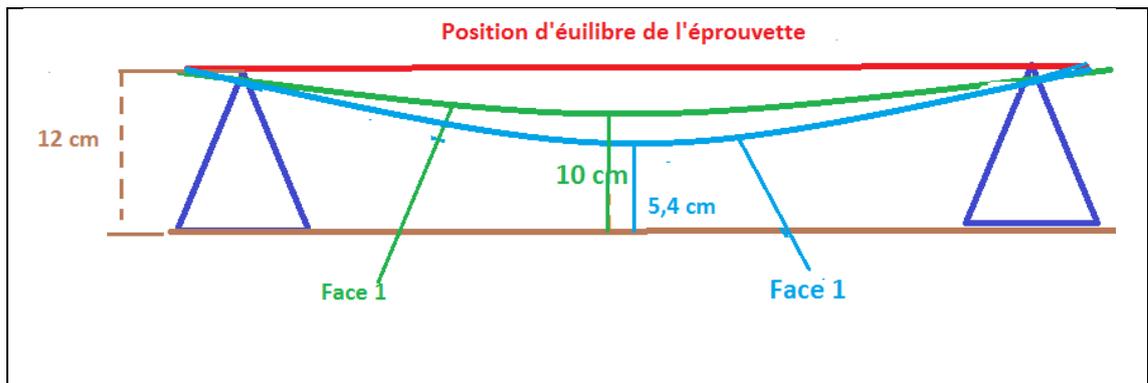


Figure IV. 18: Flèche après le choc sur la face 2

VIII.1.7.6 Fragmentation

La figure (19) montre l'effet de la fragmentation à l'aide d'un marteau de 15 gr en carbure de tungstène sur une éprouvette feuilleté Verre/PVB/Verre de 3m/0.76 mm/3 mm.

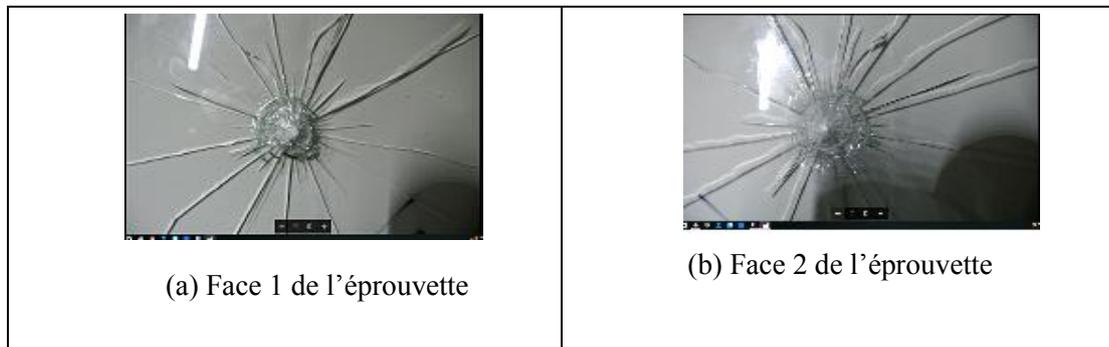


Figure IV. 19: Fragmentation (a) face d'attaque (b) effet de l'impact.

Autour du point de l'impact de taille inférieure à 4 mm, on note une distribution des fissures radiales et orthoradiales avec 3 distributions de fissures concentriques dont le diamètre n'excède pas les 30 mm (figure 19a et 19b).

- Par la suite un départ des fissures vers les bords de l'éprouvette
- La masse maximale du plus gros fragment pesé n'excède pas les 1,41 gramme.
- La longueur maximale du plus long fragment n'excède pas les 25,01 mm.

-
- La masse maximale des gros fragments avec les petits ainsi que les grains pesés n'excèdent pas les 6,99 gramme et cela après 14 chocs par rapport au choc initial (résultat complémentaire).

La figure (20) montre la chronologie des séquences prise à partir d'un film vidéo pour montrer l'effet de la fragmentation. Dans ces séquences, on montre le déplacement dans l'espace du plus grand grain du point d'impact jusqu'à la position d'équilibre avec une continuation de la fragmentation pendant un certain temps t , il faut noter que cela n'est pas observable qu'après visionnage du film image par image.



Préparation de l'échantillon



Les flèches jaunes indiquent les positions des grains
et des micros grains après fragmentation

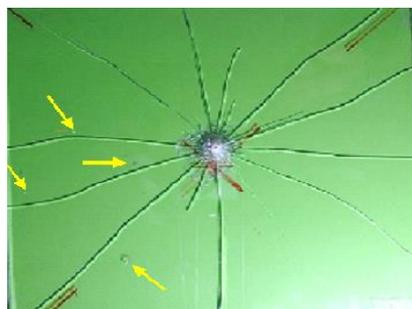


Figure IV. 20: Chronologie des séquences prises à partir d'un film vidéo pour montrer l'effet de la fragmentation.

VIII.1.8 Conclusion

Le produit qu'on va préparer en collaboration avec la SARL Miroiterie El-Kods sis Annaba, et étudier au niveau de notre laboratoire LEAM dans le cadre de cette thèse. , il est à signaler que ce travail rentre dans le cadre de l'intégration des produits fabriqués par les industrielles Algériens au profit des concessionnaires étranger en l'occurrence Cital-Alstom tramway Algérie) répond aux normes standards de fabrication du verre feuilleté conformément à la norme AFNOR NF. F31 250.

Le produit peut être utilisé dans le transport public et en particulier dans le transport ferroviaire roulant à grande vitesse sans aucun danger potentiel pour les usagers en cas de vandalisme extérieur, (jets de pierre, ... etc.).

Les conditions de découpes et d'assemblage du verre feuilleté répondent aux normes de fabrication standards et la norme AFNOR précitée.

Les équipements de traitement thermique répondent à la norme standard de fabrication des produits viscoélastique et autres.

On vient d'illustrer les principaux phénomènes et mécanismes provoquant la dégradation du vitrage et la dissipation d'énergie cinétique du corps de choc feuilleté (verre/PVB/verre, 3mm/0.76mm/3mm) en considérant celui-ci comme indéformable (viscoélastique). Trois points importants sont donc à souligner:

- Le premier est l'importance de la fragmentation et donc de la nature du verre, sur la forme même des fragments.

- Le deuxième est la nature de l'intercalaire (film PVB). On mit en évidence ses propriétés mécaniques/physiques, l'influence de la température, sa résistance en traction, sa résistance à l'indentation par essai de dureté et de microdureté (étude complémentaire) et sa résistance à la déchirure.

- Enfin le troisième est la qualité de l'adhérence. Il est à noter qu'une très forte adhérence diminuerait la décohésion locale à l'interface verre/film intercalaire. Cela conduirait à une déformation plus importante du film intercalaire qui favoriserait sa rupture en traction ou son indentation par les fragments de verre et ainsi la propagation d'éventuelles déchirures. À contraire, une trop faible adhérence limite la fonction même du vitrage qui est de retenir les fragments et d'assurer la stabilité de sa mise en œuvre.

VIII.2 Deuxième partie : Montage et test du verre feuilleté utilisé pour la protection contre les chocs de haute vitesse.

VIII.2.1 Introduction

Dans cette partie, on étudiera deux types de verre feuilleté anti-balle des véhicules blindés, ils sont conçus pour la protection des personnes contre les chocs à grandes vitesses (tires des balles).

Le premier type est composé de quatre couches de verre liées entre elles par trois films de polymères (PVB), il est caractérisé par sa résistance balistique, sa transparence optique mais une surcharge à vide très importante pour le véhicule, qu'on appelle par la suite '*configuration classique ou type 1*' [02].

Le deuxième type est composé de (n) couches de verre et (n-1) des plaques de polymères (PC, PMMA, ...etc.), liées entre elles par des films de polymères (PVB, PU). Il est caractérisé par sa résistance balistique élevée, un poids très faible et une transparence optique meilleure par rapport à la configuration classique du feuilleté. Ce type présente la nouvelle génération du verre balistique qu'on va appeler « *nouvelle configuration ou type 2* » [03].

L'ensemble des éprouvettes (échantillons) ont été élaborées en collaboration avec la SARL MK-Kods sis zone industrielle les mines de Annaba, spécialisé dans la fabrication du verre feuilleté et du verre sécurité.

VIII.2.2 Préparation des éprouvettes en verre feuilleté pour les tests balistiques

Deux types d'éprouvette de verre feuilleté (laminé) ont été préparées selon le procédé (Ch-04, partie 01).

Le premier est un feuilleté classique composé de (n) couche de verre de 6 mm d'épaisseur et (n-1) films en Polyvinyle de Butyral (PVB) de 1.8 mm (figure 21), les caractéristiques de ce prototype sont résumées dans le tableau 2.



Figure IV. 21: Dimensionnement de prototype de verre feuilleté pare-balle élaboré au niveau de l'usine SARL MK-Kods sis zone industrielle de Annaba.

Couche	Verre	Film polymère (PVB)
Nombre de couches	04	03
Épaisseur de chaque couche	6 mm	1.8 mm
Dimensions (L×M×E)	63mm ×32mm×33mm	
poids	16 Kg	

Tableau IV. 2: Caractéristiques du verre feuilleté de type configuration classique.

Le deuxième est un feuilleté de (n) feuille de verre et $(n-1)$ feuilles de polymère (nouvelle configuration), pour valider notre étude, on a réalisé sept (07) configurations (tableau 3).

Echantillon 1	Couches	Verre	PVB	Verre	PVB	Verre	PVB	PC	PVB	PC	Épaisseur après laminage
	Epaisseur (mm)	8	0,7	6	0,7	4	0,7	5	0,7	5	29,45 mm
	Poids (Kg)	12									
	Dimension(LxM) (cm)	50 * 41.5									
	Densité surfacique(Kg/cm ²)	57,23									
Echantillon 2	Couches	Verre	PVB	PMM A	PVB	Verre	PVB	PC		Épaisseur après laminage	
	Epaisseur (mm)	8	0,7	5	0,7	6	0,7	5		25.19 mm	
	Poids (Kg)	9.43									
	Dimension(LxM) (cm)	40 x 49.5									
	Densité surfacique(Kg/cm ²)	47,63									
Echantillon 3	Couches	Verre	PVB	Verre	PVB	Verre	PVB	PC		Épaisseur après laminage	
	Epaisseur (mm)	8	0,7	6	0,7	4	0,7	5		24.54	
	Poids (Kg)	10.39									
	Dimension(LxM) (cm)	40 x 50									
	Densité surfacique (Kg/cm ²)	51,95									
Echantillon 4	Couches	Verre	PU	PMM A	PU	P C	PU	PC		Épaisseur après laminage	
	Epaisseur (mm)	10	0,4	5	0,4	5	0,4	5		26.9 mm	
	Poids Kg	8.77									
	Dimension (LxM) (cm)	40 x 50									
	Densité surfacique (Kg/cm ²)	43,85									
Echantillon 5	Couches	Verre	PVB	Verre	PVB	Verre	PVB	PC		Épaisseur après laminage	
	Epaisseur (mm)	10	0,7	8	0,7	6	0,7	5		30.58 mm	
	Poids (Kg)	13.70									
	Dimension (LxM) (cm)	41x50									
	Densité surfacique(Kg/cm ²)	66,83									
Echantillon 6	Couches	Verre	PVB	Verre	PVB	Verre	PVB	PC		Épaisseur après laminage	

	Epaisseur (mm)	8	0,7	6	0,7	4	0,7	5	24,9
	Poids (Kg)	8.94							
	Dimension (LxM) (cm)	41.50							
	Densité surfacique(Kg/cm ²)	44,7							
Echantillon 7	Couches	Verre	PU	PMM A	PU	Verre	PU	PC	Epaisseur après laminage
	Epaisseur (mm)	8	0,4	5	0,4	6	0,4	5	25,3
	Poids (Kg)	8.86							
	Dimension (LxM) (cm)	40 x 50							
	Densité surfacique (Kg/cm ²)	44,3							

Tableau IV. 3: composition des éprouvettes de la nouvelle configuration utilisées dans les essais balistiques.

VIII.2.3 Verre feuilleté classique

Le protocole des tests balistique a été inspiré de la norme NIJ 0101.06 relatif aux essais de résistance balistique [04].

VIII.2.3.1 Banc d'essai

Les premiers essais balistiques sont effectués dans le tunnel de tir conditionné au niveau de l'Institut Nationale de Criminologie et Criminalistique de la Gendarmerie Nationale (INCC/GN), la cible est placée à 15 mètres de l'extrémité du canon du stand de mesure, la munition utilisée est équivalente à celle d'un fusil d'assaut de type AK-47 calibre 7.62*39 mm de (figure 22).



Figure IV. 22: Tunnel de tir pour tests balistique avec arme de type AK-47.

IX. IV.3.2 Caractéristiques des armes utilisées pour les tests

Comme indiqué auparavant les armes utilisées pour effectuer les tests balistiques sont le AK-47 et le Beretta 92fs (tableau 4).

Caractéristiques	AK47	Beretta 92fs
calibre	7.62 mm.	9 mm
vitesse initiale	715 mètres/ seconde.	390 m/s
pouvoir de pénétration	25 cm de sapin à 500 m.	/
pouvoir de perforation	3.5 mm d'acier à 300 m.	/

Tableau IV. 4: Caractéristiques des armes utilisées dans les tests balistiques.

IX.1.1.1 Tests balistiques (configuration classique)

Les Résultats des tests balistiques obtenus sur la première série d'éprouvette (voir tableau 2) ont été réalisés sur le banc d'essais 1, calibre : 7.62*39 mm, à une distance de 15m, où deux (02) tirs sont effectués sur chaque éprouvette, on note :

Deux impacts sont observés avec des fissures sur le premier verre de chaque éprouvette du sandwich sans atteindre le deuxième verre, tout en restant monobloc (figures 23).

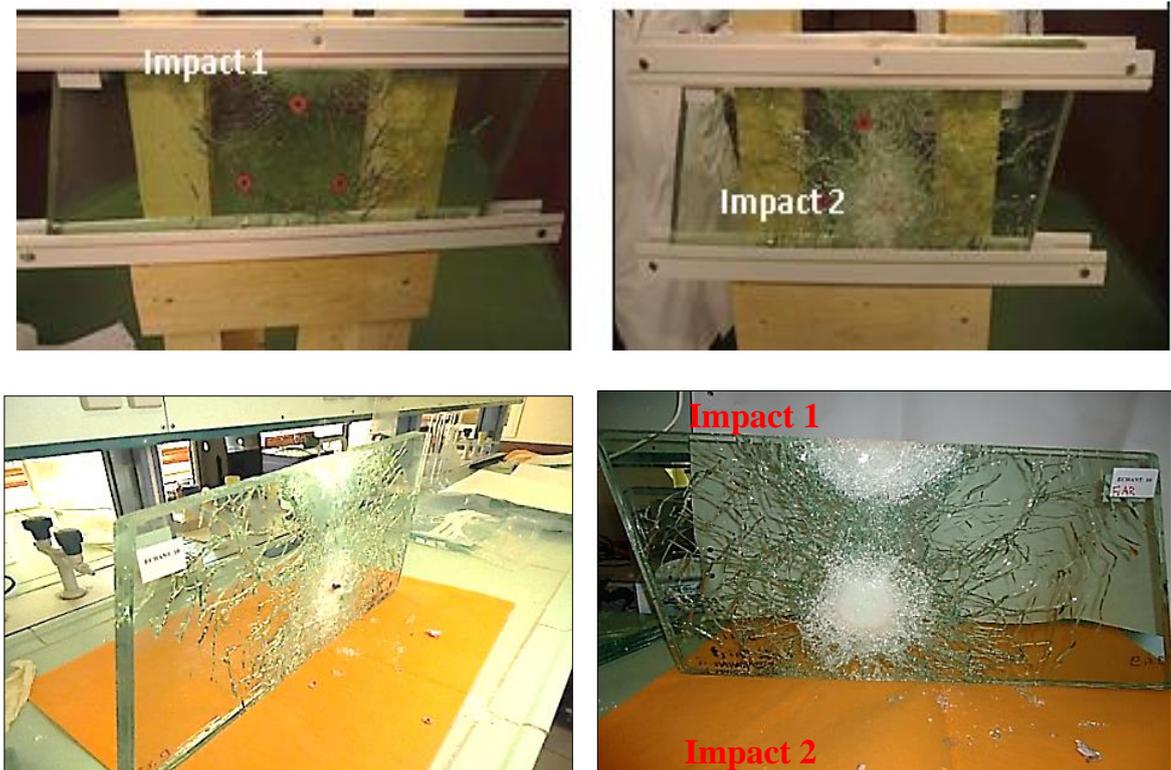


Figure IV. 23: Impacts sur l'échantillon N°1 après le premier et le deuxième tir (arme AK-47).



Figure IV. 24: Impact sur l'échantillon N°2 (face avant) après le premier tir (arme AK-47).

Pour la 2^{ème} série, la pénétration du projectile est de 8 mm avec formation d'une hernie sur la face arrière du sandwich (figure 24).

Les résultats des tests balistiques sont résumés dans le tableau 5.

Éprouvette	Type d'arme	Calibre (mm)	Distance de tir	Tir	Profondeur de perforation (mm)	Observation (s)
Série 1	AK-47	7.62 x 39	15 m	01	Projectile dévié par le support d'échantillon	tir N°1 manqué
Série 2				01	8	Absence de perforation totale
				01	8	Absence de perforation totale

Tableau IV. 5: Tests balistiques obtenus sur la série d'échantillon N°1 et 2 des feuilletés (configuration classique).

IX.1.2 Tests balistiques (Nouvelle configuration du verre feuilleté)

IX.1.2.1 Tests balistiques

Le protocole des tests balistique a été inspiré de la norme américaine (NIJ 0101.06) [04, 05].

IX.1.2.2 Armes et distances des tirs

Les tests balistiques ont été réalisés dans un champ de tir, part un groupe de sniper du DSI-GN, avec un fusil d'assaut de type AK-47 calibre 7.62*39 mm et d'une arme de pointe de type BERETTA 9 mm, à une distance de 15 m et 10 m à partir de l'extrémité du canon respectivement, (figure 25).



Figure IV. 25: Champ de tir pour tests balistique avec une arme de type AK-47 et arme de pointe BERETTA.

IX.1.3 Résultats des tests balistiques

Les tests balistiques effectués sur sept (07) échantillons (type 2) avec un calibre de 7.62*39mm et de 9 mm, à une distance de 15 m et 10 m respectivement sont représentés sur les figure 26, 27, 28, 29, 30, 31 et 32, tandis que les résultats d'observation sont regroupés dans le tableau 6.

Selon les résultats obtenus, on remarque que :

- l'échantillon (01) a arrêté une balle et l'échantillon (05) a pu stopper deux balles de tirs effectués par le AK-47.

- Tandis que les tirs effectués par l'arme de pointe Beretta sont arrêtés par toutes les éprouvettes (aucune éprouvette n'a été perforée).

Le prototype a reçu trois tirs. Dans ce qui suit les résultats seront présentés :

Impacts de la balle sur la face avant

Hernies sur la face arrière



Figure IV. 26: Échantillon N°1 après trois tirs (arme AK-47, 7.62x39 mm).

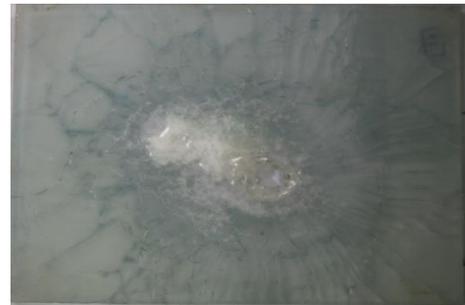


Figure IV. 27: Échantillon N°2 après trois tirs (arme AK-47, 7.62x39 mm).



Impacts de la balle sur la face avant

Hernies sur la face arrière

Figure IV. 28: Figure 27: Échantillon N°3 après trois tirs (arme BERETTA 9 mm).



Figure IV. 29: Échantillon N°4 après trois tirs (arme BERETTA 9 mm).



Figure IV. 30: Échantillon N°5 après trois tirs (arme AK-47, 7.62x39 mm).



Figure IV. 31: Échantillon N°6 après trois tirs (Arme AK-47et BERETTA).



Figure IV. 32: Échantillon N°7 après trois tirs (arme BERETTA 9 mm)

		Type d'arme	Calibre (mm)	Distance de tir	N° du Tir			perforation		
					01	02	03	non	oui	oui
Échantillon	1	AK-47	7.62 x 39	15	01	02	03	non	oui	oui
	2	AK-47	7.62 x 39	15	01	02	03	oui	oui	oui
	3	Beretta	9	15	01	02	03	Non	Non	Non
	4	Beretta	9	15	01	02	03	Non	Non	Non
	5	AK-47	7.62 x 39	10	01	02	03	Non	Non	oui
	6	Beretta troisième tire en AK-47	9 et 7.62 x 39	10	01	02	03	Non	Non	oui
	7	Beretta	7.62 x 39	15	01	02	03	Non	Non	Non

Tableau IV. 6: Résultats obtenus après tests balistiques sur les nouvelles configurations.

IX.1.4 Test de durabilité

Les essais de durabilité sont réalisés sur le verre feuilleté destinés à équiper les fenêtres des matériels roulants ferroviaires (tramway Algérie). Ils sont inspirés de la norme ISO 12543-4 [06], qui définit les méthodes de test de verre feuilleté vis avis les influences climatiques (chaleur et humidité), ces tests ont été réalisés au laboratoire Incident Chimique et Biologique/CRD-GN, en l'occurrence figure (33):

- Test à haute température ;
- Test d'humidité.

Les échantillons utilisés dans ces deux tests sont composées de deux couches de verre liés entre elle par un film de PVB.

IX.1.4.1 Vieillessement à haute température

Cet essai permet de déterminer si le verre feuilleté peut résister à une exposition à des températures élevées pendant une période de temps prolongée sans que leurs propriétés physicochimiques soient altérées.

Pour ce faire, une série d'éprouvette de verre feuilleté de dimension de [(30 mm x 30 mm x 0.78mm)] sont introduites dans une étuve universelle (figure 33b), un palier de température de 10°C/min est appliqué jusqu' à 100°C, puit maintenu durant 16 heures, suivit d'une trempe à l'air libre à température ambiante du laboratoire ($t_{\text{moy}} = 24^{\circ}\text{C}$).

L'inspection visuelle des éprouvettes (figure 34) n'a révélé aucune modification de l'aspect des feuilletés :

- Aucun délaminage, ni de trouble dans les éprouvettes (décoloration) ;
- Aucune apparition de bulles d'air à l'interface du feuilleté
- Invariance de l'indice de réfraction des sandwichs, etc...



Figure IV. 33: Montage expérimental de test à haute température (LICB/DAC/CRD-GN), (a) éprouvette, (b) étuve de traitement.



Figure IV. 34: Inspection d'échantillon après traitement thermique.

IX.1.4.2 Essais d'humidité

Cet essai permet de déterminer si les échantillons de verre feuilleté sont capables de résister aux effets d'humidité pendant une période prolongée sans que leurs propriétés optiques soient modifiées. Les effets d'humidité sont jugés par l'apparition des bulles d'air, délaminage et la brume.

Trois éprouvettes de verre feuilleté de dimension de (30 mm x 30 mm x 0.78 mm) sont sélectionnés aléatoirement à partir de trois lots différents puis sont verticalement dans un bac d'eau et introduit dans un incubateur universel, à une température de $50 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant 15 jours, et un taux d'humidité relative de $95 \pm 5\%$ pour provoquer une condensation de l'eau. Un espacement de 5 cm est nécessaire entre les éprouvettes. Afin que le condensat se forme sur les parois ou le plafond de l'enceinte d'essai et ne tombe pas sur les éprouvettes.

Après cette période d'incubation, les éprouvettes subissent un trempé à l'air libre pendant 2 heures puis sont placées dans un autoclave pendant 48 heures où le taux d'humidité est inférieure à $25 \pm 2^\circ$ pour des observations optiques (figure 36).

L'inspection visuelle des éprouvettes n'a révélé aucune modification de l'aspect des feuilletés :

- Aucune apparition de bulles sur les bords des feuilletés (15 mm)
- Pas de délaminage.

Remarque :

Dans le cas d'homologation du produit fini: Si un essai dans une série d'éprouvette donne un résultat négatif, une nouvelle série d'essai doit être effectuée.



Figure IV. 35: inspection d'un échantillon après le test d'humidité

IX.1.5 Conclusion

Dans ce chapitre on a présenté les résultats des tests balistiques effectués sur deux types de verre feuilleté, le premier type est un verre feuilleté ordinaire composé de plusieurs couches de verres liées entre elles par des films polymères (PVB) ; le deuxième est de nouvelle génération de verre feuilleté où les couches de verre sont remplacées par des plaques polymères (PC et PMMA). Ces deux types sont élaborés au niveau de l'usine SARL Miroiterie El-Kods – Annaba.

A. **Verre feuilleté ordinaire :** un test balistique a été effectué sur ce type de verre, il est concluant, où les deux échantillons de verre ont résisté aux tirs d'armes à feu (pas de perforation totale et bonne adhérence), un seul inconvénient, le poids qui a atteint les 16 Kg, ce qui représente un handicap lors de son utilisation.

B. **Verre feuilleté de nouvelle configuration :** dans le deuxième type de verre, on a essayé de minimiser le poids en remplaçant les couches de verre par des plaques

polymères en l'occurrence le PC et le PMMA, ces deux derniers sont les plus utilisées dans l'industrie de verre feuilleté pare-balle[08][09], lors des essais on a utilisé deux types d'armes à feu, une arme de pointe et un fusil d'assaut, afin de déterminer le niveau de protection de cette configuration; les résultats obtenues sont concluants, d'où une bonne résistance contre l'arme de pointe et le fusil d'assaut (l'échantillon (05)). mais on a remarqué que le PVB n'adhère pas bien au polycarbonate et au PMMA et que la couche de film PU qu'on a utilisé est très mince. La prise en considération de ces deux dernières remarques mène à augmenter le niveau de protection de ce type de verre feuilleté.

IX.1.6 Recommandations

1- La SARL-Miroiterie-El-Kods sis Annaba doit veiller sur les conditions de stockage des films en polyvinyle de butyrate (PVB).

2- Il doit contrôler le têt d'humidité des films en PVB avant de procéder à la découpe et l'assemblage du produit fini des sandwiches multicouches en verre/PVB/verre.

3- Doit faire des tests préliminaires de fabrication sur des d'échantillons témoins avant le lancement de chaque fabrication en série des sandwiches multicouches en verre/PVB/verre.

4- Vérifier la qualité du verre, de vérifier les paramètres optiques surtout pour les pare-brises (absorption réflexions des rayons solaires, ... etc).

5- Un contrôle technique périodiques des équipements rentrant dans le processus de fabrication (vacuum box, autoclave, machine de découpe, ... etc.) doit être effectué.

6- La découpe et le façonnage des bords doit être effectué sur une machine spécifique à la préparation du feuilleté.

X. Conclusion générale

La présente étude s'inscrit dans le cadre général de la caractérisation mécanique des systèmes multicouches (verre/film/verre/film...) par différentes techniques, domaine qui fait l'objet de nombreuses études. L'objectif de cette thèse était de comprendre et de modéliser le comportement mécanique d'un verre feuilleté composé de plusieurs couches de verre et des films polymères (PET, PVB...), monté sur des véhicules militaires exposés aux tirs des armes et aux explosions. La démarche qui a été établie consiste à développer un modèle expérimental-théorique, on utilisant les ondes ultrasonores de haute fréquence (50 MHz), afin de pouvoir déterminer les paramètres mécaniques (module de Young, coefficient de poisson et la densité) du différent composants du système multicouche (verre feuilleté) ; ce modèle est composé de trois parties :

4. Partie expérimentale : un dispositif expérimental a été mis en place pour la mesure de coefficient de réflexion R_{exp} . La procédure d'acquisition de champ incident et les corrections de décalage appliquées pour obtenir les coefficients de réflexion corrects ont également été développées.

5. Partie théorique : dans cette partie on a développé un modèle mathématique (Modèle d'Interaction viscoélastique (IM)) qui peut calculer le coefficient de réflexion $R_{théo}$; les calculs mathématiques ont été effectués par le logiciel de calcul formel Maple.

6. Troisième partie : les deux résultats (expérimentale R_{exp} et théorique $R_{théo}$) ont été confrontés pour calculer les paramètres mécaniques (E, ν et ρ) en utilisant la fonction coût.

On a trouvé que les paramètres mécaniques obtenus concordent bien avec ceux qui sont rapportés dans la littérature pour des matériaux de même composition.

Puis on a étudié la relation entre la microstructure des polymères et leurs propriétés mécaniques via l'analyse par DRX, l'essai de traction et l'essai de dureté, comme on a étudié le vieillissement accéléré du polycarbonate. Cette étude montre que :

- Les méthodes d'élaboration des films ou des plaques des polymères peuvent déterminer leurs comportements mécaniques ;
- L'exposition du polycarbonate à l'UV peut accélérer son vieillissement.

Après, on a montré qu'on peut améliorer le verre feuilleté dite ordinaire, qui est composé de plusieurs feuilles de verre liées entre elles par des films de PVB, en réduisant le poids et augmentant sa résistance balistique tout en gardant sa transparence, par le changement des feuilles de verre par des plaques de polycarbonate (PC) et de Poly(Méthacrylate de Méthyle) (PMMA).

Bibliographie

Bibliographie Introduction générale

- [01] Paul Elzière. Laminated glass: dynamic rupture of adhesion; Verre feuilleté: rupture dynamique d'adhésion Thèse de doctorat en physico-chimie des polymères Dirigée par Matteo Ciccotti, Étienne Barthel et Cécile Dalle-Ferrier. (2016).
- [02] Emmanuel Nourry. Laminated glass behaviour under perforating impact. Engineering Sciences [physics]. Arts et Métiers ParisTech. (2005).

Bibliographie Chapitre 01 partie 01

- [01] Datta, S. K. (Subhendu K.) ; Elastic waves in composite media and structures: with applications to ultrasonic nondestructive evaluation / Subhendu K. Datta and Arvind H. Shah. (Mechanical engineering series) ; ISBN 978-1-4200-5338-8; (2009).
- [02] Jonathan Ophir¹⁻², S. Kaisar ALAM¹⁻³, Brian S. GARRA⁴, F. Kallel¹, Elisa E. Konofagou L S, T. Krouskop⁶, Christopher R. B. Merritt⁷, Raffaella Righetti^{1'2}, Remi Souchon⁸, Seshadri Srinivasan¹⁻², and Tomy Varghese¹⁻⁹; Elastography: Imaging the Elastic Properties of Soft Tissues with Ultrasound; Ultrasonics (2002).
- [03] Eric J. Chen, Jan Novakofski, W. Kenneth Jenkins, and William D. O'Brien, Jr. Young's Modulus Measurements of Soft Tissues with Application to Elasticity Imaging ; Ultrasonics, (1996).
- [04] Jean-Sébastien Affagard; Identification des propriétés hyperélastiques des muscles de la cuisse à l'état passif Couplage des techniques de corrélation d'images aux techniques d'imagerie médicale ; thèse doctorat; Université de Technologie de Compiègne (UTC); (2013).
- [05] Sung-JinSong ;HyeonJaeShinYouHyunJang ; Development of an ultra-sonic phased array system for nondestructive tests of nuclear power plant components ; School of Mechanical Engineering, Safety and Structural Integrity Research Center, SungkyunkwanUniversity, 300 Chunchun-dong, Jangahn-ku Suwon Kyungkee 440 -746, Republic of Korea Nuclear Engineering and Design; (2001).
- [06] Qi Gaoming Lu Xiaoping ; The Research Advance of Crude Oil Emulsions Breaking Via Ultrasound ; College of Chemical Technology, Nanjing university of Technology ; Chemical Industry Times. (2001).
- [07] Cheeke, J. David N. Fundamentals and applications of ultrasonic waves; ISBN 0-8493-0130-0 (2002)
- [08] Lawrence E. Kinsler, Austin R. Frey, Alan B. Coppens, James V. Sanders; Fundamentals of Acoustics; ISBN: 978-0-471-84789-2 ; December 1999.
- [09] Rubén PicóVila ; Waves in Fluids and Solids, ISBN 978-953-307-285-2 ; (2011).
- [10] Daniel Royer Eugene ;Dieulesaint Elastic Waves in Solids I, Free and Guided Propagation ; ISBN 3-540-65932-3, (1965).
- [11] K. Yamanaka, Analysis of SAW Attenuation Measurement using the Acoustic Microscope, Electron. Lett., 18, p. 587.(1982)
- [12] J. Kushibiki, A. Ohkubo, N. Chubachi, Effect of Leaky SAW Parameters on V(z) Curves Obtained by Acoustic Microscopy, Electronics Letters, **18**, 15, (1989), p. 668.

-
- [13] J. D. ACHENBACH ; wave propagation in elastic solids ; Technological Institute, Northwestern University, Evanston, Illinois (1973).
- [14] F. A. Lahouari. "Etude et modélisation de la signature fréquentielle $V(f)$ en microscopie Acoustique: application à la caractérisation de l'adhérence". Thèse de Doctorat, U.S.T.L, Montpellier, France, (1993).
- [15] A. Briggs. "In Acoustic Microscopy". Clarendon Press, Oxford, (1992).
- [16] P. Dargent. "Contribution à l'interprétation des images obtenues par microscopie acoustique dans les matériaux hétérogènes et/ou anisotropes". Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris, France, (1989).
- [17] K. Alami. "Modélisation et analyse spectrale de la signature acoustique appliquée à la microcaractérisation des matériaux homogènes et stratifiés". Thèse de Doctorat, U.S.T.L, Montpellier, France, (1991).
- [18] H. L. Bertoni. "Ray optical evaluation of $V(z)$ in the reflection acoustic microscope" IEEE Trans. on Sonics and Ultras., Vol. 31, n°5, pp. 105-116, (1984).
- [19] H. L. Bertoni, M. G. Somekh. "Ray optical analysis of spherical focusing transducers for acoustic microscopy". IEEE Ultras. Symposium, pp. 715-719, (1985).
- [20] W. Parmon, H. L. Bertoni. "Ray interpretation of the material signature in the microscope" Electron. Letters, Vol. 15, n° 21, pp. 684 - 686, (1979).
- [20] L. M. Chan, H. L. Bertoni. "Ray representation of longitudinal lateral waves in acoustic microscopy". IEEE Trans. Ferro. Elec. Freq. Contr., Vol. 34, pp. 341-345, (1991).
- [21] A. Atalar, C. F. Quate, H. K. Wickramasinghe. "Phase imaging in reflection with the acoustic microscope". J. Appl. Phys., Vol. 49, n° 10, pp. 5130-5139, (1978).
- [22] A. Atalar. "An angular spectrum approach to contrast in reflection acoustic microscopy". J. Appl. Phys., Vol. 49, pp. 5130-5139, (1978).
- [23] A. Atalar. "A physical model for acoustic signatures". J. Appl. Physics, Vol. 50, pp. 8237-8239, (1979).
- [24] L. M. Brekhovskikh, O. A. Godin. "Acoustic of layered media I: plane and quasi-plane waves" Springer-Verlag, Berlin, (1990).

Bibliographie Chapitre 01 partie 02

- [01] M. D. Fernandez, M. J. Fernandez, P. Hoces; Synthesis of Poly(vinyl butyral)s in Homogeneous Phase and Their Thermal Properties; Departamento de Ciencia y Tecnologia de Polimeros, Facultad de Química, Universidad del País Vasco, P.O. Box 1072, 20080 San Sebastian, Spain; Received 14 February 2006; (2006).
- [02] Xi Yan Lin, Kai Wang, Ji Song Zhang, and Guang Sheng Luo; Process Intensification of the Synthesis of Poly(vinyl butyral) Using a Microstructured Chemical System; The State Key Laboratory of Chemical Engineering, Department of Chemical Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China; March 26, (2015).
- [03] Lindeman, M. K. Vinyl acetate and the textile industry. TextChem. Color. 21, 21-28.(1989).
- [04] Perkins, G. A. Process for making polyvinyl lacteal resins. U.S. Patent 2,194,613 A.(1940).
- [05] C. Carrot, A. Bendaoud, C. Pillon. 22 Dec 2015, Polyvinyl Butyral from: Handbook of Thermoplastics CRC Press Accessed on: (2019)

-
- [06] Yuzo Takahashi; Viscoelastic Properties of the Phenolic Resin-Polyvinyl Butyral System; Laboratory, Hokkai Can Manufacturing Co., Ltd., Otaur, Hokkaido, Japan; (1961)
- [07] H. Zeroub et M. Larbi; Le verre dans le bâtiment; Université Mhemed Bougara Boumerdes - Ingénieur d'état en génie des matériaux.
- [08] Andrew J. Peacock; Handbook of polyethylene structures, properties and Applications, Marcel Dekker, INC New York; ISBN: 0-8247-9546-6; (2000).
- [09] Patent US 2465319, Mar. 22, (1949).
- [10] Kako Linda Nait-Ali. Le PET recyclé en emballages alimentaires: approche expérimentale et modélisation des matériaux. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc Français., (2008).
- [11] L.A. Utracki, M.R. Kamal, Polym. Eng. Sci., 22, 96 (1982).
- [12] V. Chaffraix. Étude de l'extrusion du polyéthylène téréphtalate et de ses mélanges non comptabilisés avec le polyéthylène haute densité. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris Français., (2002).
- [13] L.A. Utracki, Polym. Eng. Sci., 23, 602 (1983).
- [14] L.A. Utracki, 'Polymer Alloys and Blends', Hanser, Munich (1989).
- [15] Robert O. Ebewele, polymer science and technology, Department of Chemical Engineering University of Benin, Benin City, Nigeria, by CRC Press LLC, (2000).
- [16] M. Fontanille, Y. Gnanou. Chimie et physico-chimie des polymères., (2014).
- [18] Robert O. Ebewele. Polymer science and technology. ISBN 0-8493-8939-9. (2002).
- [19] M. Grujcic, W.C. Bell, B. Pandurangan; Design and materials selection guidelines and strategies for transparent; armor systems; Department of Mechanical Engineering, Clemson University, Clemson, SC 29634, United States; Materials and Design 34 (2012).
- [20] Fried, Joel R. Polymer science and technology. Third edition. ISBN 978-0-13-703955-5 (2014)
- [21] Marc Carrega Aide-mémoire Matières plastiques 2^{ème} édition (2007).

Bibliographie : Chapitre II

- [01] Robert O. Ebewele, polymer science and technology, Department of Chemical Engineering University of Benin, Benin City, Nigeria, by CRC Press LLC, 2000.
- [02] V. Schmidt, V. Soldi, Influence of polycaprolactone-triol addition on thermal stability of soy protein isolate based films, Polymeric Materials Study Group (POLIMAT), Chemistry Department, Federal University of Santa Catarina (UFSC), 88040-900 Florianopolis-SC, Brazil, ScienceDirect, (2006).
- [03] A. Saleh Jabarin, Optical Properties of Thermally Crystallized Poly (ethylene terephthalate), Owens-Illinois, Inc. Toledo, Ohio 43666, polymer engineering and science, september, vol. 22, no. 13, (1982).
- [04] Xihong Zhang^{1*}, Hong Hao², Yanchao Shi³, Jian Cui³, The Mechanical Properties of Polyvinyl Butyral (PVB) at High Strain Rates, ¹School of Civil, Environmental and Mining Engineering, the University of Western Australia, 35 Stirling Highway, Crawley WA 6009, Australia., ²Tianjin University and Curtin University Joint Research Center of Structural Monitoring and Protection, School of Civil and Mechanical Engineering, Curtin University, Kent St., Bentley WA 6102, Australia., ³Tianjin University and Curtin University Joint Research Center of Structural Monitoring and Protection, Tianjin University, China.

-
- [05] R Iwasakia, C Satob, J L Latailladec and P Viotc, Experimental study on the interface fracture toughness of PVB (polyvinyl butyral)/glass at high strain rates, aGraduate School of Tokyo Institute of Technology, R2-31, 4259, Nagatsuta-cho, Midori-ku, Yokohama, 226-8503,Japan(2007).
- ^bPrecision& Intelligence Laboratory, Tokyo Institute of Technology, R2-31, 4259, Nagatsuta-cho, Midori-ku, Yokohama, 226-8503 Japan, ^cLA.M.E.F.I.P. –E.N.S.A.M., Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Centre de Bordeaux, Talence, Cedex 33405, France.
- [7] J. David N. Cheeke, Fundamentals and Applications,of Ultrasonic Waves By Physics Department Concordia University Montreal, Qc, Canada(2002)
- [8] S.V. Biryukov YU.V. Gulyaev, V.V. Krylov V.P. Plessky, Surface acoustic waves in inhomogeneous Media, ISBN 978-3-642-63348-5, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1995).
- [9] Heinrich Kuttruff, Acoustics An introduction, ISBN 0-203-97089-6, Taylor & Francis, London and New York (2007)
- [10] J. F. Allard propagation of sound in porous media Modelling Sound Absorbing Materials, Laboratoire d'Acoustique de l' Université du Maine, Le Mans, France(année???)
- [11] Santiago Esteban Perez Bergliaffaa, Katrina Hibberdb,Michael Stonec, Matt Visserd, Wave equation for sound in fluids with vorticity, aCentro Brasileiro de Pesquisas Fisicas, Rua Dr. Xavier Sigaud 150, 22290-180 Urca, Rio de Janeiro, RJ, Brazilb, GCEP, Center of Physics, Universidade do Minho, 4710-057 Braga, Portugalc, Physics Department, University of Illinois, 1110 W. Green Street, Urbana, IL 61801, USA, School of Mathematical and Computing Sciences, Victoria University of Wellington, PO Box 600, Wellington, New Zealand, Elsevier 7,(2003).
- [12] Fadil Santosa and Ivar Stakgld, Analytical and computational methods in scattering and applied mathematics, Chapman & HALL/CRC London New York Washington, D.C. (2000).
- [13] Erick Ogam¹, Z.E.A. Fellah, G. Ogam,Identification of the mechanical moduli of closed-cell porous foams using transmitted acoustic waves in air and the transfer matrix method, Physique Strasbourg, 26 September (2015).
- [14] Dr. Carlos, A. Brebbia, Topics in Boundary Element Research, Volume 2: Time-dependent and Vibration Problems, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg (1985).
- [15] S.V. Biryukov YU.V. Gulyaev, V.V. Krylov V.P. Plessky, Surface Acoustic Waves in Inhomogeneous Media, ISBN 978-3-642-63348-5, Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH, (1995).
- [16] Abdelhak El Mouhtadi, Caractérisation ultrasonore de plaques viscoélastiques homogène et composites, Thèse de Doctorat en Acoustique, Université du Havre Le Havre, France, (2011).
- [17] Erick Ogam^a and Z. E. A Fellah^a, Paul Baki, The inverse problem of acoustic wave scattering by an air-saturated poroelastic cylinder, ^aLaboratoire de Mécanique et d'Acoustique UPR7051 CNRS, 31 chemin Joseph Aiguier,13402 Marseille cedex 20, France ^bKenya Polytechnic University College, P.O. Box 52428-00200, Nairobi, Kenya(2013)
- [18] M. Ben Mansour, E. Ogam, Z. E. A. Fellah, A. Soukaina Cherif, A. Jelidi, S. Ben Jabrallah, Characterization of compressed earth blocks using low frequency guided acoustic waves, J. Acoust. Soc. Am. 139 (5) 2551–2560(2016).

Bibliographie : Chapitre III

- [01] Ian G. Crouch; The Science of Armour Materials; ISBN: 978-0-08-100711-2; Elsevier; 2017.
- [02] James M. Sands ; Parimal J. Patel ;Peter G. Dehmer ; Alex J. Hsieh; Army materials research, transforming land combat through new technologies; Weapons and Materials Research Directorate, Army Research Laboratory Aberdeen Proving Ground, MD; Department of Mechanical Engineering, Massachusetts Institute of Technology; Cambridge, MA; <http://amptiac.alionscience.com/quarterly>.
- [03] M.M. woolfson; An introduction to X-ray crystallography; SECOND EDITION Emeritus Professor of Theoretical Physics University of York; ISBN 0 521 42359 7; 2003.
- [04] B. Jaleh^a, P. Parvin^b, N. Sheikh^c, F. Ziaie^d, M. Haghshenas^e, L. Bozorg^a; Evaluation of physico-chemical properties of electron beam-irradiated polycarbonate film; a) Physics Department, Bu-Ali Sina University, 65174 Hamedan, Iran, b) Physics Department, Amirkabir University of Technology, P.O. Box 15875-4413, Hafez Avenue, Tehran, Iran, c) Nuclear Science and Technology Research Institute, Radiation Applications Research School, Tehran, Iran, d) Yazd Radiation Processing Center, P.O. Box 89175-389, Yazd, Iran, e) Engineering Research Institute (ERI), Tehran, Iran; Received 28 December 2006; accepted 4 March 2007.
- [05] A. Menyárd1*, P. Suba3, Zs. László3, H. M. Fekete3, Á. O. Mester3, Zs. Horváth1, Gy. Vörös1, J. Varga1, J. Móczó2; Direct correlation between modulus and the crystalline structure in isotactic polypropylene; ¹Laboratory of Plastics and Rubber Technology, Department of Physical Chemistry and Materials Science at Budapest University of Technology and Economics, Hungary; ²Hungarian Academy of Sciences, Chemical Research Centre, Institute of Environmental and Material Chemistry, Hungary; ³Tisza Chemical Works Ltd, Hungary; Received 9 October 2014; accepted in revised form 15 December 2014.
- [06] A. SEDIGHIAMIRI, T. B. VAN ERP, G. W. M. PETERS, L. E. GOVAERT, J. A. W. VAN DOMMELEN; Micromechanical Modeling of the Elastic Properties of Semicrystalline Polymers: A Three-Phase Approach Materials Technology Institute, Eindhoven University of Technology, Eindhoven, The Netherlands; Received 22 April 2010; revised 17 June 2010; accepted 18 June 2010.
- [07] ASTM D638-14; Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics; 2014.
- [08] Bilal DEMİREL^{1*}, Ali YARAŞ², Hüseyin ELÇİÇEK³^{1*}; Crystallization Behavior of PET Materials Erciyes University Faculty of Engineering, Department of Materials Science and Engineering, Kayseri. ²Bartın university Faculty of Engineering, Department of Metallurgy and Material Engineering, Bartın. ³Bartın University Faculty of Engineering, Department of Naval Architecture and Marine Engineering, Bartın.
- [09] Tom Blanton ; Data Mining and Phase Identification Methods– ICDD www.icdd.com; 2018.
- [08] Plastiques. Méthode de photovieillissement artificiel accéléré utilisant des lampes à vapeur de mercure à moyenne pression - Plastics. Method for artificial accelerated photoageing using medium pressure mercury vapour lamps; BS EN 16472:2014 Mai 2014.
- [09] Mohamedou Isselmou Mohamed Habib; Applications des méthodes de l'analyse thermique à l'étude du vieillissement des polymères; université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2013. France.

Bibliographie : Chapitre IV

- [01] NF F 31-250, Matériel roulant ferroviaire — Verres feuilletés; Mai 2013.
- [02] George Marsh; Ballistic composites-protecting the protectors; Reinforced Plastics, Elsevier Ltd, (2015).
- [03] Ian G. Crouch; Woodhead Publishing in Materials; The Science of Armour Materials Edited ; ISBN: 978-0-08-101002-0, ISBN: 978-0-08-100711-2 (online)(2016).
- [04] Ballistic Resistance of Body Armor NIJ Standard-0101.06 ; U.S. Department of Justice Office of Justice Programs National Institute of Justice (2008).
- [05] C. G. Fountzoulas, B. A. Cheeseman, P. G. Dehmer, and J. M. Sands; à Computational Study of Laminate Transparent Armor Impacted by FSP Weapons and Materials Research Directorate, ARL; A reprint from the Proceedings of the 23rd International Symposium on Ballistics, Vol. II, pp. 873–881, Tarragona, Spain, 16–20 (2007).
- [06] Verre dans la construction -- Verre feuilleté et verre feuilleté de sécurité -- Partie 4: Méthodes d'essai concernant la durabilité ISO 12543-4:2011;
- [07] Testing of glass; determination of coefficient of mean linear thermal expansion, DIN 52328. German Institute for Standardisation (Deutsches Institut für Normung) (1985).
- [08] Joyce L. Illinger, Robert W. Lewis and Dennis B. Barr; Effects of Adhesive Structure on Resistance and of Optical Properties Acrylic IPolycarbonate Laminates Impact; Army Materiel Research Center Watertown, Ma. L.-H. Lee (ed.), Adhesion Science and Technology© Plenum Press, New York (1975).
- [09] Ashok Bhatnagar; Lightweight ballistic composites Military and law-enforcement applications ; ISBN-13: 978-1-85573-941-3 ; (2006).



XI. Annexe 01

XI.1 Système d'équation pour un film collé sur un substrat (milieu semi infini)

$$\begin{array}{ccccccc}
 0 & s \kappa_{11} & s \kappa_f & 0 & 0 & 0 & -\frac{1. \cos(\theta_{etai}) \pi i}{c f p f} \\
 -s \sinh(\kappa_{11} L) \kappa_{11} & s \cosh(\kappa_{11} L) \kappa_{11} & s \cosh(\kappa_{31} L) \kappa_f & -s \sinh(\kappa_{31} L) \kappa_f & -s \kappa_{12} & -s \kappa_f & 0 \\
 s \cosh(\kappa_{11} L) \kappa_f & -s \sinh(\kappa_{11} L) \kappa_f & s \sinh(\kappa_{31} L) \kappa_{31} & -s \kappa_{31} \cosh(\kappa_{31} L) & -s \kappa_f & s \kappa_{32} & 0 \\
 (2 \mu l + \lambda l) \kappa_{11}^2 + \lambda l \kappa_f^2 & 0 & 0 & 2 \kappa_{31} \mu l \kappa_f & 0 & 0 & \pi i \\
 2 \left(\left(\mu l + \frac{1}{2} \lambda l \right) \kappa_{11}^2 + \frac{1}{2} \lambda l \kappa_f^2 \right) \cosh(\kappa_{11} L) - 2 \left(\left(\mu l + \frac{1}{2} \lambda l \right) \kappa_{11}^2 + \frac{1}{2} \lambda l \kappa_f^2 \right) \sinh(\kappa_{11} L) & -2 \kappa_{31} \mu l \kappa_f \sinh(\kappa_{31} L) & 2 \cosh(\kappa_{31} L) \mu l \kappa_f \kappa_{31} & -\lambda l \kappa_f^2 - \lambda l \kappa_{12}^2 - 2 \mu l \kappa_{12}^2 & -2 \mu l \kappa_f \kappa_{32} & 0 & 0 \\
 0 & 2 \mu l \kappa_f \kappa_{11} & \mu l (\kappa_f^2 - \kappa_{31}^2) & 0 & 0 & 0 & 0 \\
 -2 \mu l \sinh(\kappa_{11} L) \kappa_f \kappa_{11} & 2 \mu l \cosh(\kappa_{11} L) \kappa_f \kappa_{11} & \mu l (\cosh(\kappa_{31} L) \kappa_f^2 - \cosh(\kappa_{31} L) \kappa_{31}^2) & \mu l (-\sinh(\kappa_{31} L) \kappa_f^2 + \sinh(\kappa_{31} L) \kappa_{31}^2) & -2 \mu l \kappa_f \kappa_{12} & -\mu l (\kappa_f^2 - \kappa_{32}^2) & 0
 \end{array}$$

$$\mathbf{X} \begin{array}{c} -\frac{1. \cos(\theta_{etai}) \pi i}{c f p f} \\ 0 \\ 0 \\ -\pi i \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{array} \begin{array}{c} A_{11} \\ A_{12} \\ B_{11} \\ B_{12} \\ \Phi_{12}, \Phi_{12} \\ R \end{array}$$

XI.2 Système d'équation pour un film posé sur un substrat (milieu semi infini)

$$\begin{array}{ccccccc}
 0 & s \kappa_{11} & s \kappa_f & 0 & 0 & 0 & -\frac{1. \cos(\text{thetai}) \text{pii}}{c f f} \\
 -s \sinh(\kappa_{11} L) \kappa_{11} & s \cosh(\kappa_{11} L) \kappa_{11} & s \cosh(\kappa_{31} L) \kappa_f & -s \sinh(\kappa_{31} L) \kappa_f & -s \kappa_{12} & -s \kappa_f & 0 \\
 (2 \mu_1 + \lambda_1) \kappa_{11}^2 + \lambda_1 \kappa_f^2 & 0 & 0 & 2 \kappa_{31} \mu_1 \kappa_f & 0 & 0 & \text{pii} \\
 2 \left(\left(\mu_1 + \frac{1}{2} \lambda_1 \right) \kappa_{11}^2 + \frac{1}{2} \lambda_1 \kappa_f^2 \right) \cosh(\kappa_{11} L) & -2 \left(\left(\mu_1 + \frac{1}{2} \lambda_1 \right) \kappa_{11}^2 + \frac{1}{2} \lambda_1 \kappa_f^2 \right) \sinh(\kappa_{11} L) & -2 \kappa_{31} \mu_1 \kappa_f \sinh(\kappa_{31} L) & 2 \cosh(\kappa_{31} L) \mu_1 \kappa_f \kappa_{31} & -\lambda_2 \kappa_f^2 - \lambda_2 \kappa_{12}^2 - 2 \mu_2 \kappa_{12}^2 & -2 \mu_2 \kappa_f \kappa_{32} & 0 \\
 0 & 2 \mu_1 \kappa_f \kappa_{11} & \mu_1 (\kappa_f^2 - \kappa_{31}^2) & 0 & 0 & 0 & 0 \\
 -2 \mu_1 \sinh(\kappa_{11} L) \kappa_f \kappa_{11} & 2 \mu_1 \cosh(\kappa_{11} L) \kappa_f \kappa_{11} & \mu_1 (\cosh(\kappa_{31} L) \kappa_f^2 - \cosh(\kappa_{31} L) \kappa_{31}^2) & \mu_1 (-\sinh(\kappa_{31} L) \kappa_f^2 + \sinh(\kappa_{31} L) \kappa_{31}^2) & 0 & 0 & 0 \\
 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \mu_2 \kappa_f \kappa_{12} & \mu_2 (\kappa_f^2 - \kappa_{32}^2) & 0
 \end{array}$$

$$\mathbf{X} \begin{array}{c} -\frac{1. \cos(\text{thetai}) \text{pii}}{c f f} \\ 0 \\ -\text{pii} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{array} = \begin{array}{c} A_{11} \\ A_{12} \\ B_{11} \\ B_{12} \\ \Phi_{12} \\ \Phi_{12} \\ R \end{array}$$