

Apport couplé de la micro-tomographie et des essais in-situ à la compréhension des mécanismes d'endommagement des polyamides renforcés de fibres de verre courtes.

G. ROBERT^a, H. ROLLAND^b, N. SAINTIER^b

a. Solvay Engineering Plastics (gilles.robert@solvay.com)

b. Institut de Mécanique et d'Ingénierie, équipe Fatigue des Matériaux et des Structures
(heloise.rolland@ensam.eu, nicolas.saintier@ensam.eu)

Résumé

Jusqu'à très récemment, l'essentiel de l'état de l'art sur l'endommagement des thermoplastiques était dû à des analyses en microscopie électronique à balayage faites soit sur des faciès de rupture, soit lors d'essais in situ. L'utilisation de la microtomographie, que ce soit lors d'essais in situ ou post mortem, permet de compléter et d'enrichir fortement les connaissances disponibles. Elle met en lumière le rôle joué par l'ensemble des zones de concentration de contrainte observables dans le matériau renforcé, et permet de quantifier au moins partiellement l'endommagement progressif des matériaux renforcés de fibres courtes sous chargement statique ou de fatigue.

Mots clés : polyamide 6.6, fibres de verre, fatigue, endommagement, essais in-situ

1. Introduction

Les polyamides renforcés de fibres de verre courtes sont des matériaux très répandus dans le secteur automobile, essentiellement sous le capot moteur, dans des périmètres où les sollicitations, les températures et l'environnement chimiques sont relativement exigeants. Leur usage se développe de plus en plus pour des pièces autrefois faites en acier ou aluminium : supports moteur, modules d'huile, vannes papillon, etc.

Les applications qui basculent vers le polyamide s'avèrent plus complexes que les applications déjà existantes. Les cahiers des charges mécaniques intègrent davantage de stabilité dimensionnelle et des niveaux importants de résistance au choc ou à la fatigue. La simulation numérique est nécessaire à la mise au point des pièces, et elle ne prend tout son sens qu'à la condition que l'orientation locale des fibres de verre soit prise en compte, ce que permet le logiciel Digimat, parmi d'autres solutions logicielles moins avancées (Converse, Hélius...). La simulation du comportement en fatigue de composites à renfort discontinu reste une question ouverte, même si l'orientation des fibres est prise en compte. Le projet DURAFIP (FUI12) a été consacré à ce sujet. Il a permis de réelles avancées sur la simulation, et il a aussi permis une bien meilleure compréhension des phénomènes d'endommagement à l'œuvre dans les polyamides renforcés chargés en fatigue. Les résultats expérimentaux ont été obtenus dans le cadre de deux thèses. Le travail a été initié dans le cadre de

la thèse de Muhamad Fatikul Arif [1], puis repris et considérablement prolongé dans le cadre de la thèse d'Héloïse Rolland [2].

Avant le travail mené par l'ENSAM, la vision classique de l'endommagement des composites à renforts discontinus était celle développée par des auteurs comme Horst [3] et Sato [4]. Pour ces auteurs, l'endommagement s'initie en pointe de fibres, se propage d'abord le long de la fibre, puis entre fibres, comme indiqué sur la figure 1. L'endommagement se développe initialement en pointes de fibres pour deux raisons. La première est l'existence de concentrations de contraintes en pointe de fibre. La seconde est l'absence locale d'ensimage menant à une faible adhésion fibres matrice. Les fibres courtes ont initialement une longueur de 4 ou 5 mm avant le mélange avec le polymère par extrusion. Pendant celle-ci, de nombreuses ruptures se produisent, jusqu'à obtenir une longueur moyenne de fibres de l'ordre de 250 μm à 300 μm . Les surfaces résultant de ces ruptures ne sont pas recouvertes d'ensimage, et n'adhèrent donc pas parfaitement au polymère.

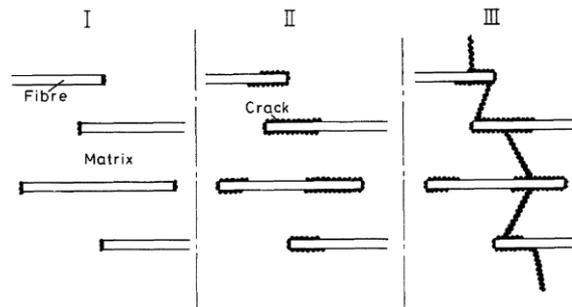


Figure 1 : l'endommagement des composites à renfort discontinu vu par Sato

Des premières images de tomographie obtenues par Solvay Engineering plastics sur des matériaux préalablement sollicités en 2009 avaient indiqué que le scénario « traditionnel » de l'endommagement n'était sans doute pas complet. Les échanges ultérieurs lors du montage de DURAFIP, en particulier avec les équipes de l'ENSAM (I2M et LEM3) ont confirmé l'intérêt de revisiter en profondeur les mécanismes d'endommagement, en les visionnant à l'aide de la microtomographie haute résolution. Très rapidement, l'I2M s'est orienté vers l'utilisation de la tomographie lors d'essais mécaniques in situ, en traction puis en fatigue.

2. Les dispositifs expérimentaux

2.1 Les dispositifs d'essai mécanique et les éprouvettes

Les essais in situ ont été réalisés avec des machines conçues et réalisées au laboratoire I2M. Ces machines ont évolué et se sont perfectionnées tout au long de DURAFIP. Aujourd'hui, une variante existe pour les essais monotones et une autre pour les essais de fatigue. Les versions dédiées aux essais statiques et en fatigue sont présentées sur la figure 2, dans leur environnement sur ligne de tomographie. Les deux versions sont équipées d'un capteur de force qui permet de mesurer précisément les contraintes. L'éprouvette utilisée dans les deux cas a des dimensions qui permettent de visualiser une section complète pendant l'essai in situ. Les éprouvettes sont découpées dans des plaques moulées avec du polyamide 6.6 renforcé à 30% en masse de fibres de verre Technyl A218V30 ayant absorbé des quantités variables d'eau (0%, 2,8%, 5,3%) dans la matrice de manière à modifier la ductilité à température ambiante. Une seule position de découpe est utilisée dans la plaque. Les zones utiles d'éprouvettes d'orientation différente correspondent au même volume.

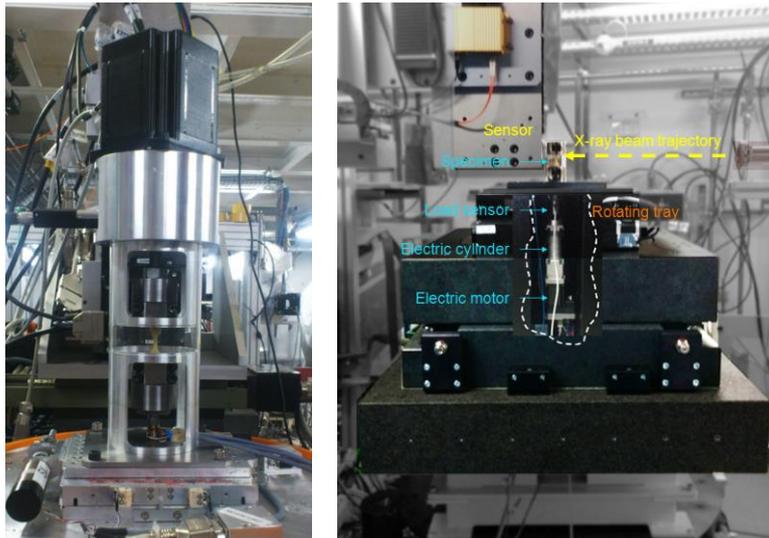


Figure 2 : dispositif d'essais mécaniques pour les essais *in situ* sur ligne de tomographie ; à gauche pour essais de traction ; à droite pour essais de fatigue

2.2 Microtomographie et traitement des images

Les différents essais ont été réalisés sur deux lignes de tomographie, l'une ID19 à l'ESRF, et l'autre, PSICHE, à SOLEIL. Les résolutions des différents essais sont comparables : 0,65 μm et 0,7 μm . Les conditions d'imagerie sont définies sur les deux lignes pour maximiser la qualité des images obtenues. Un histogramme des niveaux de gris pour des images correspondant à différents niveaux de gris a été réalisé pour des images correspondant à un même matériau pour différents niveaux de déformation lors d'un essai de traction *in situ*. Les différentes courbes obtenues sont présentées sur la figure 3. Les niveaux de gris attribués à la matrice et aux fibres restent constants lors de l'essai. Une population d'objets plus sombres apparaît en cours d'essai et est attribuée à l'endommagement.

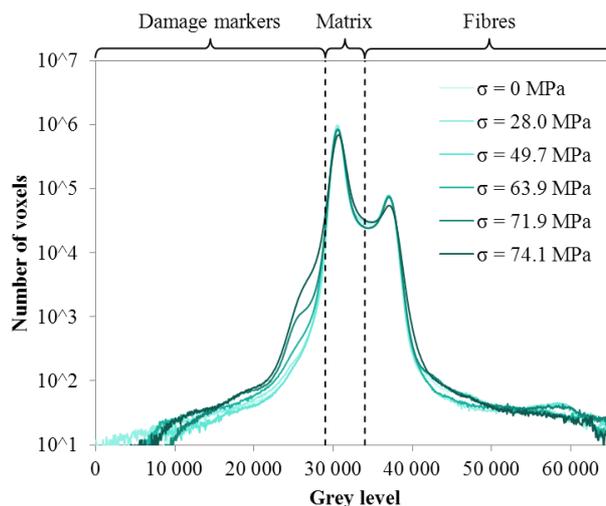


Figure 3 : distribution des niveaux de gris pour différents niveaux de déformation lors d'un essai de traction suivi par microtomographie

3. Identification des phénomènes élémentaires d'endommagement

Les coupes extraites des images volumiques permettent de visualiser clairement les mécanismes d'endommagement élémentaires à l'œuvre dans les polyamides à renfort discontinu [5-7]. Les phénomènes identifiés sont donnés ci-dessous.

- **L'endommagement en pointe de fibres** est le phénomène le plus précoce. En fin d'essai il touche un nombre considérable de fibres. Ce phénomène bien connu est la résultante d'un défaut local d'adhésion et de concentrations de contraintes. Un exemple du développement de ce type d'endommagement est donné par la figure 4.
- **La rupture des fibres**, qui peut se produire transversalement, ou plus rarement longitudinalement. Ce phénomène contribue à augmenter le nombre de défauts en pointe de fibre. Il contribue de manière importante au développement des stades ultimes de l'endommagement.
- **La délamination de l'interface fibre –matrice**. Ce phénomène semble essentiellement lié à la configuration locale des fibres et aux concentrations de contrainte. La délamination est par exemple observée lorsque plusieurs fibres sont très rapprochées.
- **La fissuration de la matrice** se produit par croissance d'un endommagement préexistant d'un autre type (délamination, endommagement en pointe de fibre). Les triaxialités de contrainte locales semblent jouer un rôle important dans son développement.
- **La cavitation dans la matrice** se produit plutôt lors des essais in-situ de fatigue. Des vides sphériques de petite taille apparaissent de manière sporadique dans la matrice en cours d'essai.

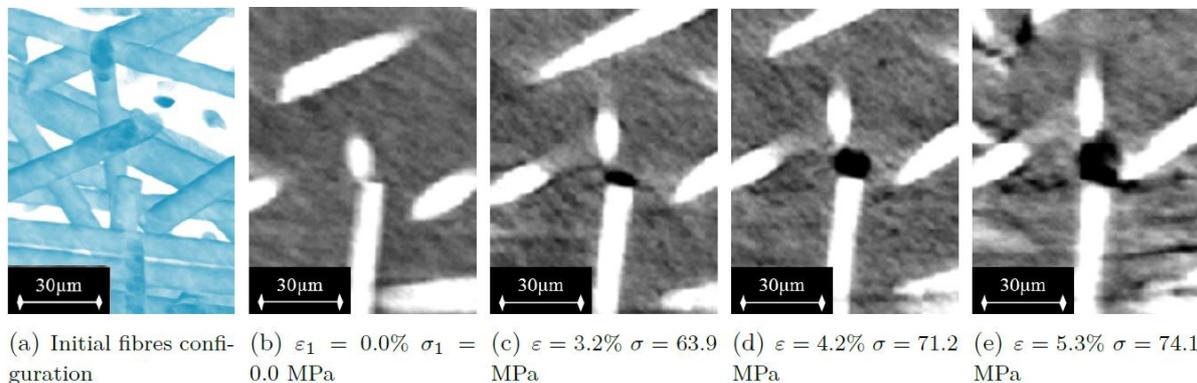


Figure 4 : évolution en une même localisation de l'endommagement lors d'un essai de traction in situ (orientation 45°, 2,8% d'eau dans la matrice)

4. Quantification des différents mécanismes d'endommagement

Il est possible de quantifier le développement des différents marqueurs de l'endommagement en utilisant leurs propriétés géométriques : volume, longueur caractéristique, et facteur de forme. L'endommagement en pointe de fibre correspond à de petits volumes, avec un faible facteur de forme et une faible longueur caractéristique ; la délamination correspond également à de faibles volumes, mais avec un facteur de forme beaucoup plus important et une longueur caractéristique plus élevée. La figure 5 synthétise la manière dont les différents phénomènes ont été séparés. A l'aide de ce crible, il est possible de décrire des cinétiques d'endommagement en fatigue ou traction

monotone pour différents niveaux de contrainte, déformation, plastification par l'eau et orientation des fibres de verre. Quelques exemples de ces quantifications sont donnés sur la figure 6. Elles sont disponibles pour les différents mécanismes d'endommagement identifiés, et dans chaque cas pour différentes orientations de fibres et différentes concentration d'eau dans le polymère. Les résultats probablement les plus frappants sont donnés sur la figure 6 : l'endommagement en pointes de fibres se développe considérablement lors d'un chargement de fatigue. Dans le volume sondé, on trouve environ 10000 fibres, ce qui veut dire que lors de la rupture, une majorité des fibres présente un défaut à leurs extrémités. L'autre résultat le plus saillant est la différence de comportement entre l'orientation longitudinale et les autres orientations testées : à 0°, le nombre de microfissures qui se développent avant la rupture finale est beaucoup plus important.

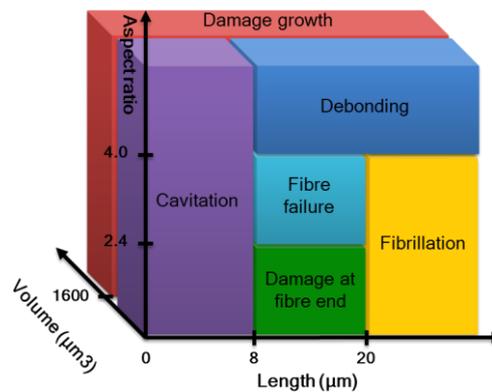


Figure 5 : discrimination des phénomènes d'endommagement par leurs caractéristiques géométriques.

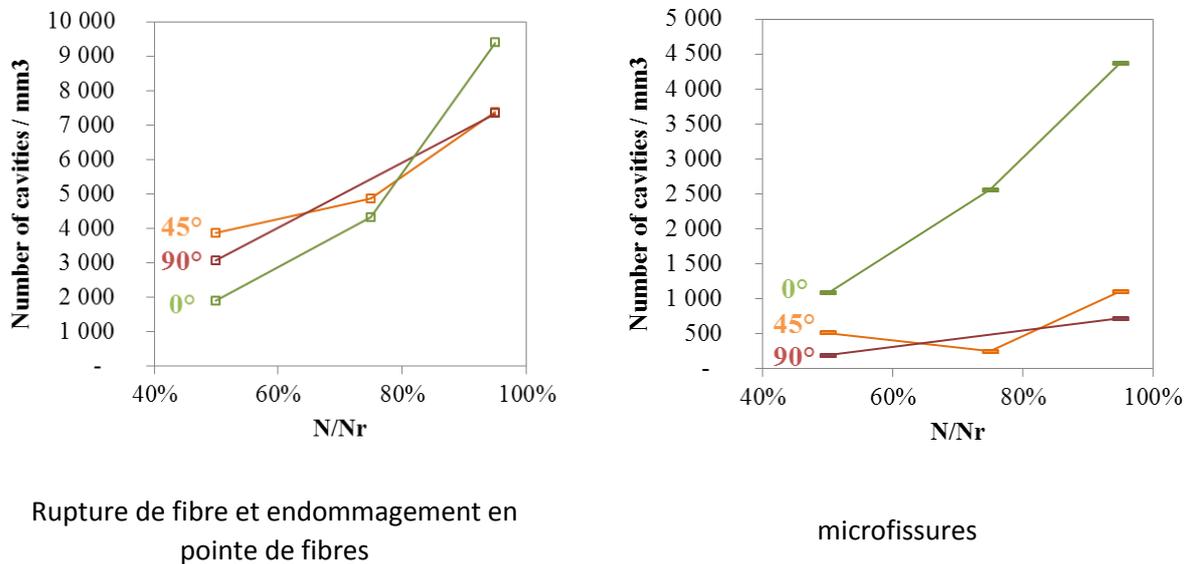


Figure 6 : exemple de quantification des mécanismes d'endommagement, dans le cas de PA66 contenant 2,8% d'eau sollicités en fatigue pour différentes orientations des fibres de verre

5. Mécanismes de rupture en fonction de l'orientation

A partir de la quantification du développement de l'endommagement, il est possible de construire un scénario de la rupture en fatigue des polyamides renforcés de fibres de verre qui tient compte de l'orientation. Quand celle-ci est longitudinale, le matériau est beaucoup plus tolérant à

l'endommagement. Il passe par une phase intermédiaire de propagation de microfissures de petite taille avant la rupture. La propagation des défauts est alors freinée par les fibres. Pour des orientations différentes, la phase intermédiaire de propagation devient négligeable : les premières microfissures qui se développent suffisent à provoquer la rupture, car leur direction de propagation est parallèle aux fibres.

Les essais de fatigue in situ ont également permis de mieux comprendre les stades précoces de la rupture en fatigue, en particulier dans le cas d'éprouvettes longitudinales. La figure 8 montre le défaut qui amène quelques cycles plus tard la rupture en fatigue. Il s'initie dans le cœur d'orientation transverse, et se propage dans la peau.

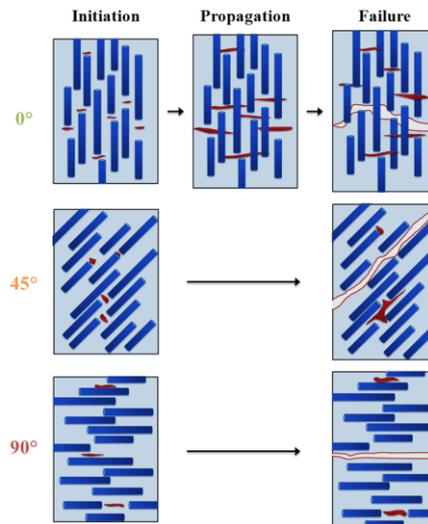
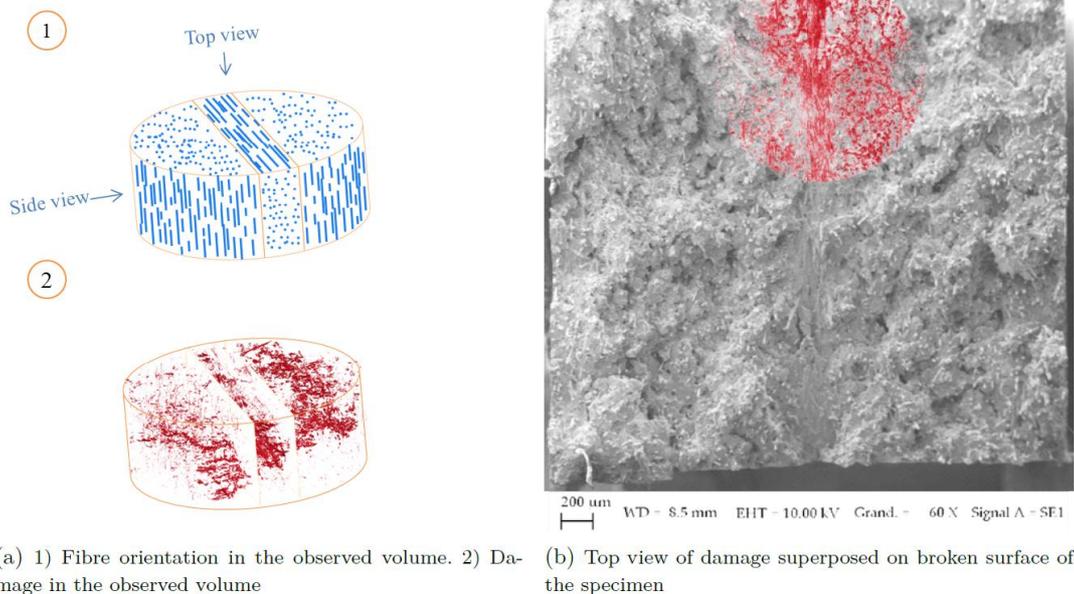


Figure 7 : scénario de propagation de défauts et de rupture en fatigue selon l'orientation des fibres



(a) 1) Fibre orientation in the observed volume. 2) Damage in the observed volume

(b) Top view of damage superposed on broken surface of the specimen

Figure 8 : localisation des défauts amenant la rupture dans une éprouvette longitudinale

6. Conclusion

Les essais mécaniques in situ couplés à l'imagerie par tomographie haute résolution amènent une vision beaucoup plus complète qu'auparavant de l'endommagement et de la rupture en conditions de fatigue ou sous chargement monotone des polyamides renforcés de fibres. Ils permettent l'identification et la quantification de plus de mécanismes que dans les scénarios traditionnels de type Horst et Sato, et donnent une chronologie convaincante des phénomènes qui amènent à la rupture.

Du point de vue du fournisseur de matières, les travaux menés par l'équipe d'I2M ouvrent de très nombreuses perspectives. En complément des observations en microtomographie, un gros effort a été réalisé pour mailler les morphologies observées et simuler leur comportement mécanique local, en collaboration avec C. Mareau, LAMPA, ENSAM Angers. Ce type de simulations donne des clés sur les éléments du comportement de la matrice qui pilotent la résistance à l'endommagement et peut à terme être utilisé pour améliorer les matériaux commerciaux.

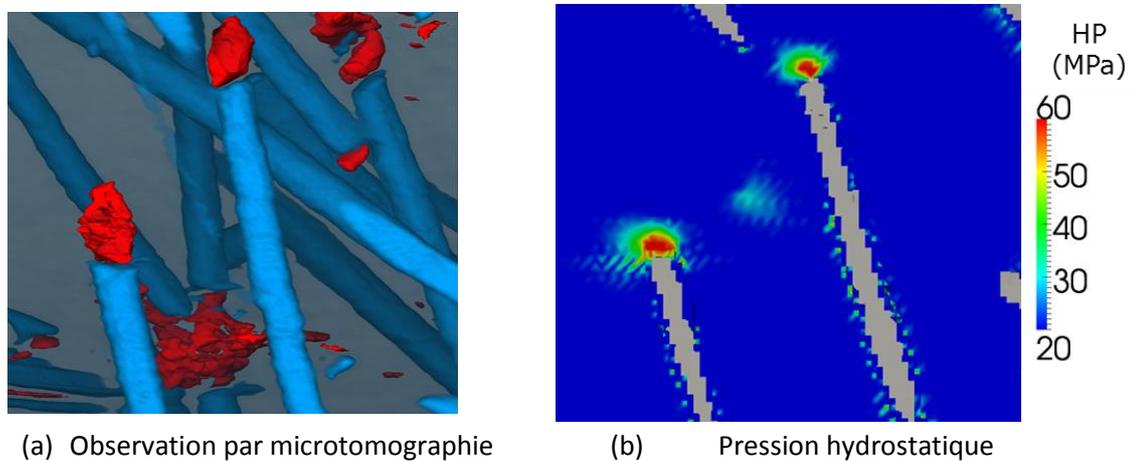


Figure 9 : comparaison entre simulation par éléments finis et microtomographie sur le même volume. Mise en évidence du rôle de la pression hydrostatique

Remerciements

DURAFIP est un projet FUI financé par la BPI et d'autres financeurs locaux. Les auteurs tiennent donc à remercier les entités qui ont rendu le projet possible, ainsi que l'ensemble des partenaires du projet.

Références

- [1] ARIF M.F., Damage mechanisms in short glass fiber reinforced polyamide 6.6 under quasi static and fatigue loading: Effect of relative humidity and injection molding induced microstructure, Thèse, ENSAM Metz, 2014
- [2] ROLLAND H., Comportement en fatigue et mécanismes d'endommagement du polyamide 6,6 renforcé de fibres courtes. Application à la fatigue sous chargement d'amplitude variable, Thèse, ENSAM Bordeaux, 2017
- [3] N. Sato, T. Kurauchi, S. Sato, and O. Kamigaito, "Mechanism of fracture of short glass fibre-reinforced polyamide thermoplastic," Journal of materials science, vol. 19, pp. 1145–1152, 1984

- [4] J. J. Horst and J. L. Spoormaker, "Mechanisms of fatigue in short glass fiber reinforced polyamide 6," *Polymer Engineering & Science*, vol. 36, no. 22, pp. 2718–2726, 1996
- [5] H. Rolland, N. Saintier, G. Robert, "Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during in situ microtomography tensile tests," *Composites Part B, Engineering*, vol. 90 pp.365-377, 2016
- [6] H. Rolland, N. Saintier, N. Lenoir, A. King, G. Robert, "Fatigue mechanisms description in short glass fibre reinforced thermoplastic by microtomographic observations, " *Procedia Structural Integrity* vol. 2 pp. 301–308 , 2016
- [7] H. Rolland, N. Saintier, P. Wilson, J. Merzeau, G. Robert, "In situ X-ray tomography investigation on damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastics: Effects of fibre orientation and relative humidity," *Composites Part B, Engineering*, vol. 109 pp. 170-186, 2017