

# Effet du vieillissement à long terme d'un composite carbone époxy sur la fatigue en fissuration pour application pâle d'hélice

## *Long-term seawater ageing effect on fatigue crack growth of CFRP for marine propellers*

Antoine Le Guen-Geffroy<sup>1</sup>, Pierre-Yves Le Gac<sup>1</sup>, Bertrand Habert<sup>2</sup> et Peter Davies<sup>1</sup>

1 : Laboratoire de Comportement de Structures en Mer  
Institut Français de Recherche pour l'Exploitation de la MER (IFREMER)  
ZI de la pointe du diable, CS10070, 29280 Plouzané, France  
e-mail : antoine.le.guen.geffroy@ifremer.fr

2 : IP/MCM/PMA  
Direction Générale de l'Armement  
PC62, 60 boulevard du Général Valin, 75015, Paris

### Résumé

Cette article présente l'effet du vieillissement à long terme en eau de mer sur les propriétés en fatigue en fissuration d'un composite. Ce matériau composite est composé d'une résine époxy et d'un renfort fibre longues en carbone. Les essais de fissuration en fatigue ont été effectués suivant le mode I et le mode II. Des vieillissements en eau de mer ont montré un comportement Fickien et les éprouvettes de fatigue ont donc été testées en condition non vieilli et à saturation. Les résultats indiquent une dégradation des propriétés après saturation. Par contre, en mode I cette réduction est permanente, tandis qu'en mode II elle est réversible.

### Abstract

This paper describes the influence of long-term immersion in seawater on the crack propagation behavior in composites. The composite studied is an epoxy resin reinforced by continuous carbon fibres. Crack propagation tests were performed under mode I and mode II static and cyclic loading. Seawater diffusion into this material was found to be Fickian and tests were carried out on specimens unaged, seawater saturated, and dried after saturation. Saturated mode I and mode II specimens lose fracture resistance. However, after drying mode II fracture energy is recovered, while losses measured under mode I loading are permanent.

**Mots Clés :** fatigue, fissuration, DCB, ELS, vieillissement

**Keywords :** fatigue, crack, DCB, ELS, ageing

## 1. Introduction

Dans un contexte fort de réduction de la pollution et des gaz à effets de serre, il est nécessaire de développer les technologies de demain permettant de réduire notre impact environnemental. Dans le domaine du transport comme dans celui des énergies, des travaux sont menés afin de réduire, voire supprimer, les émissions polluantes.

L'utilisation de matériaux composites pour fabriquer les hélices des navires permettrait une réduction de leur masse de l'ordre de 50%. En profitant également de l'aspect non-isotrope du matériau composite et du choix d'empilement des séquences de fibres, le rendement du système propulseur pourrait être amélioré [1-3]. Le résultat est une réduction de la consommation des systèmes de propulsion des navires et donc de leurs émissions polluantes. Un autre grand sujet de recherche porte sur les énergies marines renouvelables parmi lesquels nous pouvons compter l'éolien offshore, les usines marémotrices ainsi que les hydroliennes. Ces dernières convertissent l'énergie cinétique créée par les courants marins, en particulier ceux créés par les marées, en énergie électrique.

Ces deux systèmes utilisent des hélices multi-pâles de diamètres allant du mètre à la dizaine de mètres de diamètre. Leur fonctionnement se fait également en immersion en milieu marin. D'un point de vue matériaux, la question se pose donc quant à la tenue en fatigue de tels pièces composites soumises à des efforts importants, cycliques et prolongés. Le vieillissement en milieu marin peut influencer sur les propriétés mécaniques monotones du composite [4]. L'influence du vieillissement sur la tenue en fatigue en fissuration n'est, quant à elle, pas bien connue bien qu'il existe quelques études [5]. Cependant, une campagne récente d'essais de fatigue en flexion 4 points a révélé une tendance à rupture par délaminage. Pour cette raison cette étude se focalise sur le comportement en délaminage suivant les modes I et II du composite.

On étudie la résistance au délaminage, un mode de rupture particulier aux composites multi-couches, depuis plus de 30 ans. La caractérisation de l'avancement de fissures par la mécanique de la rupture a fait l'objet de plusieurs ouvrages (par exemple [8,9]) et il existe des essais normalisés [10].

Dans cette étude, un composite carbone époxy prévu pour des hélices a été sollicité en fatigue suivant deux modes de fissuration. Les résultats en fatigue et en quasi-statique montrent une sensibilité du matériau à l'environnement marin.

## 2. Matériaux et méthodes

### 2.1 Matériau d'étude

Le matériau d'étude choisi ici est un composite carbone époxy. Celui-ci est composé d'une matrice époxy dont la composition du pré-polymère est un diglycidylether de Bisphenol F (DGEBF), et de diglycidylether de bisphenol A (DGEBA) ainsi que d'hexadéniol diglycidylether. Cette résine commerciale est fabriquée par la société Sicomin® et sa température de transition vitreuse ( $T_g$ ) a été mesurée par DSC à une vitesse de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  à  $75^\circ\text{C}$ . Le renfort est un tissu de carbone unidirectionnel T700 de  $600\text{ g}/\text{m}^2$  de chez Torayca d'un module de traction de  $E_f=230\text{ GPa}$ . Le composite résultant a été fabriqué par infusion. La séquence d'empilement est un UD 6 plis avec deux films d'une épaisseur de  $13\text{ }\mu\text{m}$  et d'une largeur de  $80\text{ mm}$  à la mi épaisseur du stratifié sur deux tranches opposées de la plaque. Le taux de fibre volumique a été mesuré par analyse thermogravimétrique (ATG) sous azote ainsi que par pycnomètre à hélium. Le taux volumique de fibres mesurée est de  $V_f=55\%$ .

### 2.2 Méthodes d'essais

L'étude porte sur la fissuration en statique ainsi qu'en fatigue suivant le mode I et le mode II (Fig.1). Les essais de fissuration en mode I, *Double Cantilever Beam* (DCB), ont été réalisés suivant la norme ISO 15024. Les essais de fissuration en mode II ont quant à eux été réalisés suivant la norme ISO 15114, c'est-à-dire l'essai Edge Loaded Split (ELS).

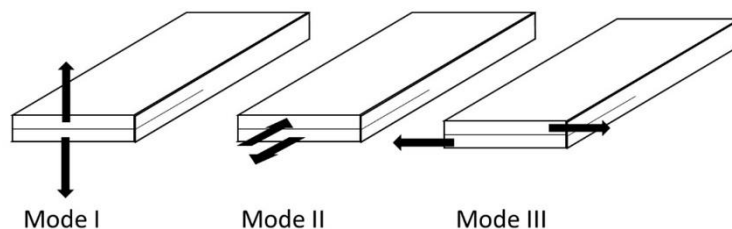


Fig. 1. Illustration des différents modes de fissuration des composites.

Pour chaque essai, une pré-fissure a été faite afin de dépasser la zone riche en résine juste après le film d'insert. Pour les essais statiques, un déplacement de traverse de 1 mm/min a été choisi et des images de la fissure ont été capturées à une vitesse d'une image par seconde par une caméra. La tranche des éprouvettes a été peinte en blanc permettant une meilleure vision de l'avancement de la fissure (Fig.2). Une bande de papier millimétré a également été collée sur le bord des éprouvettes quasi statiques pour déterminer la longueur de fissure au cours de l'essai.

Les essais de fatigue ont quant à eux été réalisés à une fréquence de 2 Hz à l'aide de vérins électriques. Les valeurs de déplacement ont été enregistrées par LVDT et les valeurs de force par un capteur 500N.

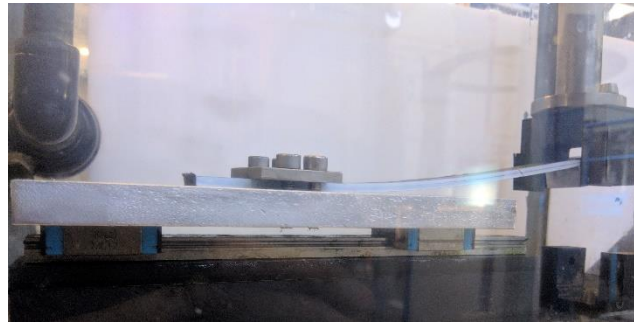


Fig. 2. Montage de fissuration en mode II.

Pour les essais de mode I, la méthode de *Compliance Calibration* (CC) a été utilisée car elle permet une bonne interpolation de la longueur de fissure pour les essais de fatigue. La valeur d'énergie de propagation de fissure est calculée grâce à l'équation de Berry :

$$G_{IC} = \frac{n \times P \times \delta}{2 \times b \times a} \quad (\text{Eq. 1})$$

Dans cette équation, n correspond à la pente de la complaisance C en fonction de la longueur de fissure a tels que  $n = \frac{\partial \log(C)}{\partial \log(a)}$  ; P correspond à la force en N,  $\delta$  est le déplacement de traverse en mm et b est la largeur de l'éprouvette en mm.

Les vieillissements en milieu marin ont été effectués dans des bacs d'eau de mer dont l'eau est puisée dans la Rade de Brest et constamment renouvelée. La caractérisation de la cinétique de diffusion a été réalisée par mesure de la variation de masse au cours du temps sur des échantillons carrés de dimension 50x50x3mm.

### 3. Résultats et discussion

#### 3.1 Prise en eau

Température de vieillissement	4°C	25°C	40°C	60°C
Temps de saturation pour une épaisseur de 3mm (jours)	2985	990	682	129
Coefficient de diffusion ( $\cdot 10^{-14} \text{m}^2/\text{s}$ )	2,7	8,3	12	63

Tableau 1 Coefficients de diffusion et temps de saturation théorique pour les différentes températures de vieillissement en eau de mer

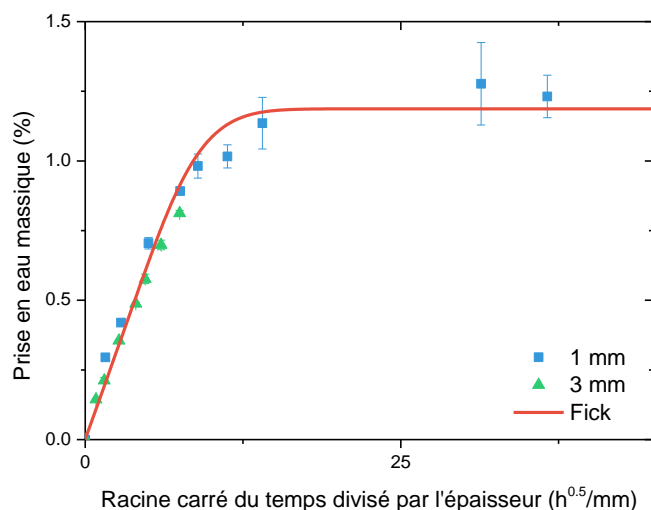


Fig. 3. Prise en eau du composite à 60°C dans l'eau de mer.

La caractérisation du vieillissement en eau de mer a été effectuée à 4 températures : 4, 25, 40 et 60°C sur des échantillons d'épaisseur 1 et 3 mm. L'identification du comportement Fickien a permis de déterminer le coefficient de diffusion ainsi que de la masse à saturation. La masse à saturation à 60°C et à 40°C a été mesurée à 1.2% et a été considérée similaire pour les températures 25 et 4°C. On peut ainsi modéliser la prise en eau pour ces différentes températures comme par exemple à 60°C (Fig. 3). On peut également tracer le coefficient de diffusion en fonction de la température suivant une loi d'Arrhenius (Fig. 4). La valeur d'énergie d'activation trouvée (ici 50 kJ/mol) permet d'estimer la valeur du coefficient de diffusion à une température définie et ainsi connaître son comportement. On peut ainsi prédire les temps de saturations pour les différentes températures (Tab. 1)

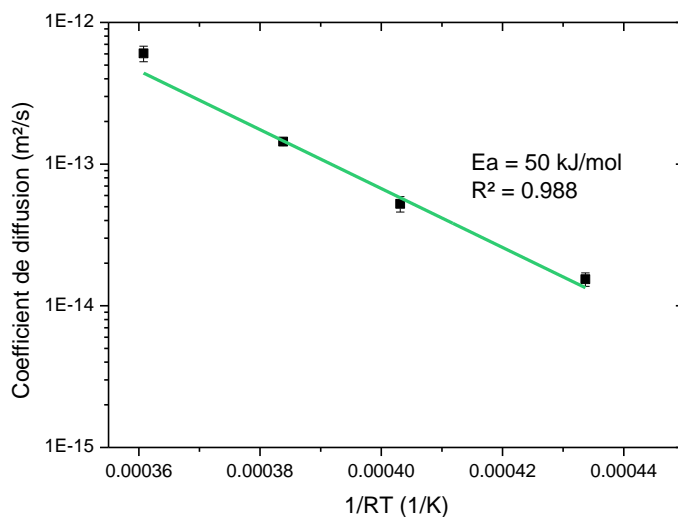


Fig. 4. Evolution du coefficient de diffusion de prise en eau d'un composite selon une loi d'Arrhenius.

Les épaisseurs des éprouvettes de fissuration faisant 3mm, les éprouvettes ont été saturées en eau de mer à 60°C pendant plus de 4 mois. Le même temps de séchage a été effectué. Ces derniers ont été effectués dans des dessiccateurs placés en étuve à une température de 60°C.

### 3.2 Effet de l'eau sur les propriétés de fissuration en mode I

Dans le but de quantifier l'influence du vieillissement en milieu marin sur les propriétés en fissuration du composite, un total de 30 éprouvettes a été testé en mode I. 15 éprouvettes ont été testées en statique et 15 en fatigue. Le premier lot d'éprouvettes a été testé à l'état non vieilli. Les éprouvettes restantes ont été placées dans les cuves de vieillissement à 60°C pendant 4 mois comme expliqué précédemment. Puis, la moitié de ces éprouvettes a été sortie pour effectuer les essais statiques et cycliques tandis que les éprouvettes restantes ont été mises en séchage. Le but étant, dans le cas d'un effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques, de voir si cet effet est réversible avec le séchage.

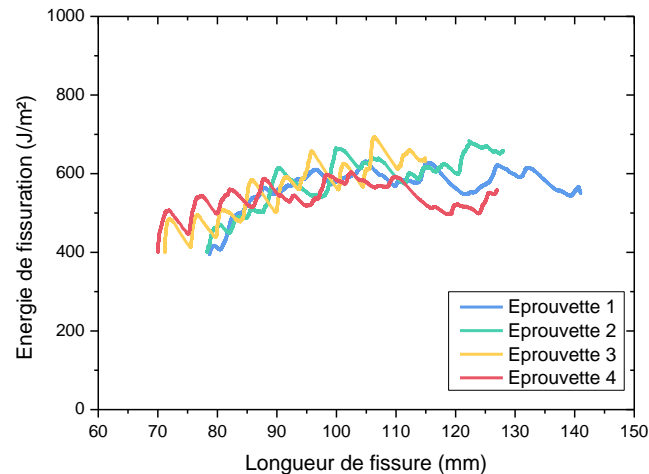


Fig. 5. Energies de fissuration en mode I statique, 4 éprouvettes

Pour chaque condition, la réponse d'une des éprouvettes, considérée comme représentative, a été sélectionnée. Il existe une variabilité dans les essais comme on peut le voir dans la figure 5 qui montre la réponse de 4 éprouvettes séchées après saturation. Ainsi, il est possible de comparer la réponse selon les trois différents cas de vieillissement et postuler sur un effet de vieillissement due à l'eau de mer présente dans le composite. On peut voir dans la figure 6 cet effet sur les propriétés statiques du composite.

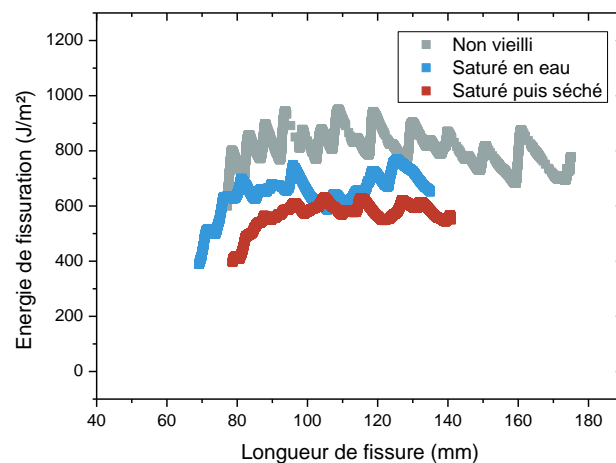


Figure 6. Influence du vieillissement, mode I statique.

Il est possible, grâce aux courbes d'énergie de fissuration en fonction de la longueur de fissure d'extraire les pics de ces courbes. Ces sommets correspondent à l'énergie libérée au moment de l'avancement de la fissure. Ainsi, la moyenne de ces pics passe d'une énergie de fissuration initial de  $G_{I,initial} = 840 \pm 90 \text{ J/m}^2$  à un niveau de  $G_{I,saturé} = 625 \pm 109 \text{ J/m}^2$  après saturation. Cette chute représente une baisse d'environ 25% par rapport aux valeurs initiales. Enfin, après séchage, l'énergie de fissuration chute encore légèrement, à une valeur moyenne de  $G_{I,séch\acute{e}} = 578 \pm 57$  qui représente cette fois-ci une baisse légèrement supérieur à 30% par rapport à la valeur avant vieillissement. La chute de l'énergie de fissuration après séchage indique que le vieillissement subit n'est pas réversible. Ces résultats vont à l'encontre de ce qui est rapporté dans la littérature [9-12]. En effet, dans ces études l'énergie de fissuration augmente avec la prise en eau. Cette augmentation se justifie par la plastification de la résine qui augmente sa ductilité. Cependant, ici, un autre phénomène semble intervenir. Des essais réalisés sur la résine ont montré la présence de vieillissement physique. Le vieillissement physique provoque une augmentation de la contrainte maximum mais diminue également l'allongement à la rupture de la résine. Il est donc possible que du vieillissement physique soit présent dans le composite à saturation et après séchage.

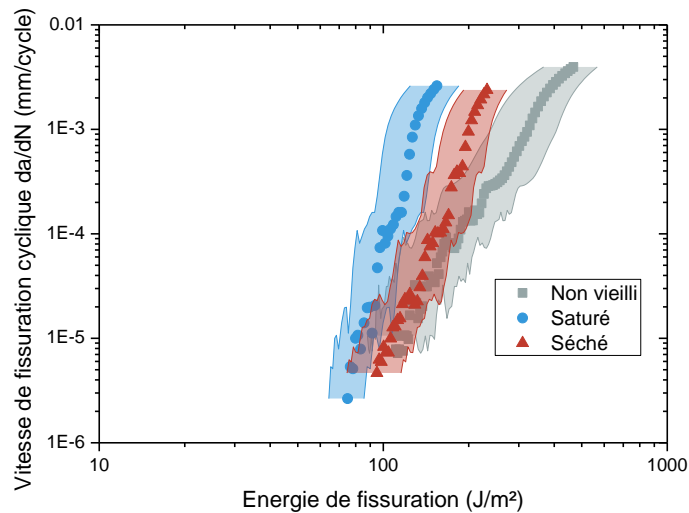


Figure 7. Influence du vieillissement, mode I cyclique.

Le même constat ne peut cependant pas être fait pour les propriétés en fatigue, Figure 7. En effet, on constate bien un décalage de la courbe  $da/dN$  vers des énergies de fissuration plus faibles pour l'état saturé, mais elles remontent après séchage du matériau. Il est important de noter que cette variation est plus importante pour des vitesses de fissuration cyclique plus élevées. Elle représente une perte de plus de  $300 \text{ J/m}^2$  à un  $da/dN$  de  $10^{-3} \text{ mm/cycle}$  contre moins de  $40 \text{ J/m}^2$  à une vitesse de fissuration de  $10^{-5} \text{ mm/cycle}$ . Cependant, après séchage, le matériau semble retrouver partiellement les propriétés initiales. Les réponses en fatigue et en quasi-statique ne semblent donc pas être les mêmes.

### 3.3 Effet de l'eau sur les propriétés de fissuration en mode II

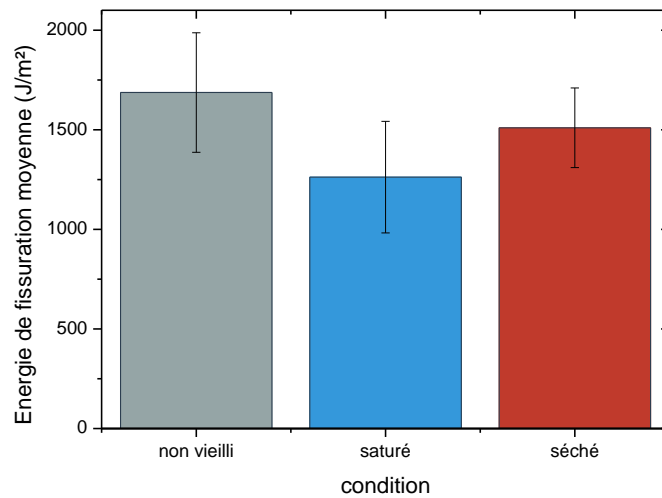


Figure 8. Influence du vieillissement, mode II.

La même procédure d'essai a été effectuée pour les essais de fissuration en mode II, Figure 8. Ces essais, réalisés selon la norme iso 15114 ont présentés une variabilité assez importante lors des essais quasi-statiques. La principale raison est que lors des essais de quasi-statique, plus la fissure avance, plus les frottements entre les deux faces de l'éprouvette augmente. Une moyenne des valeurs de fissuration a tout de même été possible avec une tendance pouvant être discutée au regard des valeurs des écarts types.

On observe tout d'abord une perte de l'énergie de fissuration passant d'une valeur de  $G_{II,initial} \approx 1690 \pm 300$  à une valeur de  $G_{II,saturé} \approx 1260 \pm 280$  ce qui représente une baisse d'environ 25% qui est similaire à la perte vue précédemment en mode I en quasi-statique. Cette baisse semble également réversible car en séchant le matériau, l'énergie de rupture remonte à une valeur de  $G_{I,séché} = 1510 \pm 200$ .

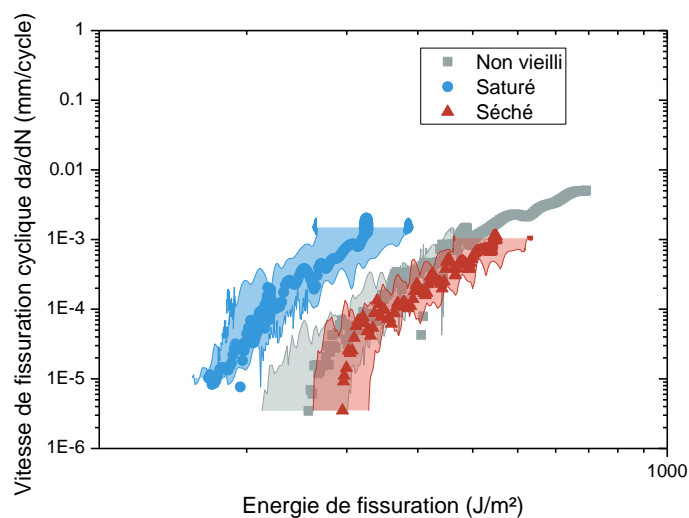


Figure 9. Influence du vieillissement, mode II.

Les essais de fatigue en mode II donnent quant à eux une tendance tout autre. En effet, comme on peut le voir dans le figure 9, la présence d'eau fait chuter la courbe da/dN de façon similaire à ce qui a été montré précédemment pour la fatigue en mode I. Cependant, après le séchage la courbe de fatigue da/dN montre des propriétés très proches voire supérieures aux propriétés initiales.

Ces résultats de cette étude sont en accord avec ceux trouvés dans la littérature [5,11,12]. Les essais de mode I et de mode II ne sollicitent pas les interfaces et la matrice de la même manière. Ceci expliquerait donc la différence de comportement trouvée en fatigue en mode I et en mode II.

#### 4. Conclusion

Cet article a montré la sensibilité d'un composite carbone époxy à l'environnement marin. Dans un premier temps, les cinétiques de prise en eau pour différentes températures ont été caractérisées. Le composite subit une diffusion d'eau conforme à la loi de Fick avec une valeur de masse à saturation de 1.2%.

Ensuite, les propriétés de fissuration en mode I et en mode II ont été étudiés sous trois conditions de vieillissement sous chargement statique. Ces trois conditions sont : non vieilli, saturé en eau de mer et saturé en eau de mer puis séché. L'énergie de fissuration en mode I ainsi qu'en mode II présente une perte de 25% lors des essais quasi-statiques. Cette perte de 25% s'est montrée irréversible dans le cas des essais de mode I et partiellement réversible dans le cas de la fissuration en mode II. Il n'est pas écarté qu'un phénomène de vieillissement autre que celui de l'environnement marin soit présent dans le matériau pouvant jouer sur la réponse mécanique de celui-ci.

D'un point de vue de la fissuration en fatigue, l'eau provoque une perte d'énergie de fissuration en mode I et en mode II. Cette perte semble plus importante pour les vitesses de fissuration plus élevées pour le mode I tandis qu'elle semble constante pour le mode II. La réversibilité est toutefois plus présente en mode II qu'en mode I. La présence d'un vieillissement autre que la prise en eau semble possible pour expliquer ce comportement. Des études mécaniques, microscopiques et physico-chimiques sur la matrice seule sont en cours, pour mieux comprendre les mécanismes qui interviennent pendant la fissuration.

#### Remerciements

Les auteurs souhaitent remercier la DGA ainsi que l'Ifremer pour leur soutien financier.

#### Références

- [1] Marsh, G. (2004). A new start for marine propellers?. *Reinforced Plastics*, 48(11), 34-38.
- [2] Taketani, T., Kimura, K., Ando, S., & Yamamoto, K. (2013, May). Study on performance of a ship propeller using a composite material. In *The Third International Symposium on Marine Propulsors smp* (Vol. 13).
- [3] Motley, M. R., Liu, Z., & Young, Y. L. (2009). Utilizing fluid-structure interactions to improve energy efficiency of composite marine propellers in spatially varying wake. *Composite Structures*, 90(3), 304-313.
- [4] Davies, P., & Rajapakse, Y. D. (Eds.). (2014). *Durability of composites in a marine environment* (Vol. 208). Dordrecht: Springer.
- [5] Landry, B., LaPlante, G., & LeBlanc, L. R. (2012). Environmental effects on mode II fatigue delamination growth in an aerospace grade carbon/epoxy composite. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(3), 475-485.
- [6] Friedrich, K. (Ed.). (2012). *Application of fracture mechanics to composite materials* (Vol. 6). Elsevier.
- [7] Sridharan, S. (Ed.). (2008). *Delamination behaviour of composites*. Elsevier.
- [8] Brunner, A. J., Blackman, B. R. K., & Davies, P. (2008). A status report on delamination resistance testing of polymer-matrix composites. *Engineering Fracture Mechanics*, 75(9), 2779-2794.
- [9] Selzer, R., & Friedrich, K. (1995). Influence of water up-take on interlaminar fracture properties of carbon fibre-reinforced polymer composites. *Journal of materials science*, 30(2), 334-338.



- [10] Tual, N., Carrere, N., Davies, P., Bonnemains, T., & Lolive, E. (2015). Characterization of sea water ageing effects on mechanical properties of carbon/epoxy composites for tidal turbine blades. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 78, 380-389.
- [11] Garg, A., & Ishai, O. (1985). Hygrothermal influence on delamination behavior of graphite/epoxy laminates. *Engineering fracture mechanics*, 22(3), 413-427.
- [12] Asp, L. E. (1998). The effects of moisture and temperature on the interlaminar delamination toughness of a carbon/epoxy composite. *Composites Science and Technology*, 58(6), 967-977.