

Utilisation de la résistance électrique pour la détermination rapide de la limite d'endurance des composites thermoplastiques en carbone/PPSU lors des essais d'auto-échauffement

On the use of the electrical resistance for rapid determination of the endurance limit of carbon fibers/PPSU thermoplastic composites during the self-heating tests

Walid Harizi¹, Rym Azzouz¹, Zoheir Aboura¹, Alan Martins¹ et Khalil Hamdi¹

Département Ingénierie Mécanique, Laboratoire Roberval FRE 2012
Sorbonne Universités – Université de Technologie de Compiègne
CS 60319, 60203 Compiègne Cedex FRANCE
e-mail : walid.harizi@utc.fr, zoheir.aboura@utc.fr

Résumé

L'étude se focalise sur la réponse électrique des composites à matrice organique (CMO) fabriqués avec une résine thermoplastique PPSU (polyphénylsulfone) renforcée par des tissus en carbone sergé 2/2 lors des essais d'auto-échauffement. La stabilisation des mesures thermique (température) et électrique (résistance), conduites simultanément, a été conformationnée et évaluée durant ce type de test. Ainsi, l'originalité de cette étude réside dans l'évaluation de la limite de fatigue des composites thermoplastiques à l'aide de deux quantités macroscopiques : la température et la résistance électrique. Ces deux grandeurs physiques fournissent une estimation assez rapide de la limite de fatigue avec un léger écart de 21%.

Abstract

The study investigates the electrical response of polymer-matrix composites (PMC) manufactured with the thermoplastic resin PPSU (polyphenylsulfone) which is reinforced by twill 2/2 carbon fabrics during the self-heating tests. The stabilization of the thermal (temperature) and electrical (resistance) measurements, conducted simultaneously, was conformed and evaluated during this type of test. Thereby, the originality of this study lies in the assessment of the fatigue limit of thermoplastic composites using two macroscopic quantities: temperature and electrical resistance. These two physical magnitudes provide a fairly fast estimation of the fatigue limit with a slight percentage difference of 21%.

Mots Clés : Composite à matrice organique, fibres de carbone, résistance électrique, auto-échauffement, limite de fatigue.
Keywords : Polymer-matrix composite, carbon fibers, electrical resistance, self-heating, fatigue limit.

1. Introduction

La limite d'endurance (σ_D) est par définition le seuil de sécurité en fatigue, elle est évaluée classiquement par les courbes S-N (ou courbes de Wöhler) qui nécessitent un nombre élevé des éprouvettes de test (au minimum 20 éprouvettes) et donc un temps très important et très coûteux [1]. Pour pallier ces limites, la méthode d'auto-échauffement a été proposée dans l'objectif de fournir une estimation assez rapide de σ_D à partir de l'observation des effets thermiques au cours de chargements cycliques [2]. L'auto-échauffement consiste à appliquer à une seule éprouvette une succession de blocs en chargement mécanique d'amplitude croissante. La température stabilisée durant chaque bloc en fonction du niveau de chargement illustre une tendance parabolique avec deux asymptotes linéaires dont l'intersection est la limite d'endurance en fatigue. Cette approche a été appliquée sur des matériaux métalliques, polymères et composites thermodurcissables et récemment thermoplastiques [3]. L'originalité de ce papier réside dans l'évaluation de σ_D des composites thermoplastiques en fibres de carbone sergé 2/2 renforçant une matrice thermoplastique en polyphénylsulfone (PPSU) en utilisant simultanément deux grandeurs macroscopiques au cours des essais d'auto-échauffement : la température et la résistance électrique.

Après une présentation du matériau étudié et des procédures expérimentales utilisées lors des essais d'auto-échauffement (section 1), les résultats seront présentés et discutés au niveau de la section 2 avec une comparaison des deux valeurs de la limite de fatigue obtenues en utilisant la température et la résistance électrique.

2. Matériau et méthodes expérimentales

Le matériau composite utilisé dans cette étude a été fabriqué avec huit couches en tissus de carbone sergé 2/2 (Tenax HTA 3K à 200 tex) et 16 feuilles de polymère PPSU (polyphénylsulfone) (Radel R5000, films Ajedium) d'une épaisseur de 125 μm . La méthode de « film stacking » ainsi que le procédé de thermo-estampage ont permis la consolidation des plaques thermoplastiques avec une épaisseur de 3 mm et une séquence d'empilement de $[0/90]_{4S}$ [4]. Le pourcentage des fibres et le taux des porosités étaient évalués respectivement à $40^{\pm 2} \%$ et $3^{\pm 1} \%$ (Fig. 1a). Toutes les éprouvettes prévues pour les tests mécaniques ont été découpées de la même plaque afin de réduire la variabilité des propriétés du matériau (cinq échantillons pour les essais en traction simple, six pour les essais d'auto-échauffement et cinq échantillons soumis à des essais de fatigue conventionnels jusqu'à 2.10^6 cycles afin de vérifier la limite de fatigue évaluée par la méthode d'auto-échauffement utilisant la température et la résistance électrique stabilisées) avec les dimensions détaillées à la Fig. 1b. Des talons fabriqués en fibres de verre orientées à ± 45 et d'une matrice d'époxy ont été collés sur les éprouvettes comme indiqué sur la Fig. 1b [5].

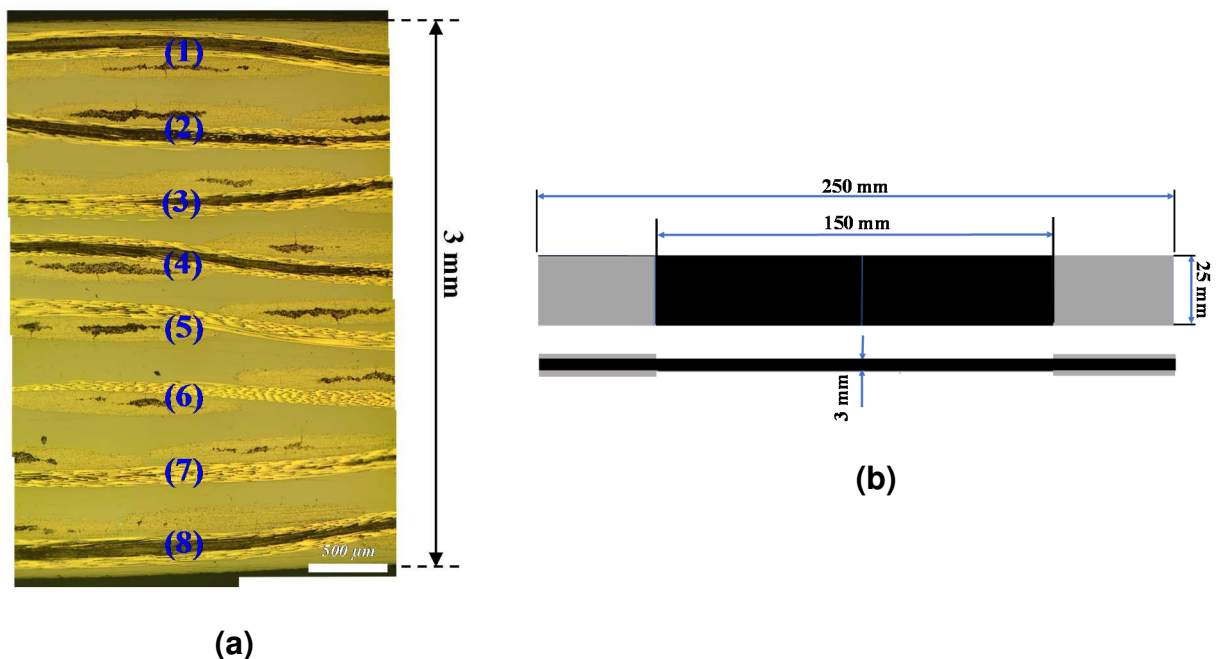


Fig. 1. (a) Observation micrographique établie sur toute l'épaisseur du matériau CMO, (b) dimensions des éprouvettes.

Les tests de fatigue ont été effectués sur la machine hydraulique Instron 1343 avec un capteur de force de 250 kN (Fig. 2a). Un extensomètre d'une longueur de référence de 10 mm est fixé à la surface de l'échantillon pour la mesure de la déformation. La variation de la température sur la surface de l'échantillon au cours de chargement mécanique a été évaluée par une caméra thermique infrarouge FLIR A320 avec une résolution de 640(H)x480(V) pixels et une sensibilité de 0,05 $^{\circ}\text{C}$. Cette caméra a été placée à 75 cm de l'échantillon pour surveiller la scène thermique avec une fréquence d'échantillonnage de 0,1 Hz (Fig. 2a). De même, le dispositif expérimental a été isolé à l'aide d'un rideau isolant-occultant noir afin d'éviter toute perturbation externe pouvant altérer la mesure thermographique. La salle de test est équipée de deux climatiseurs garantissant une température

externe fixe réglée à 20 °C pour tous les tests. En raison d'échauffement de deux mors hydrauliques lors du chargement cyclique, la variation de la température moyenne $\Delta T(t)$ au centre des éprouvettes a été ajustée en tenant compte de la température instantanée de deux mors à l'aide de l'équation (Eq. 1) [6] où $T(0)$ est la température moyenne initiale dans la zone centrale de l'échantillon CMO, $T_u(t)$ et $T_l(t)$ sont les températures instantanées des mors supérieur et inférieur respectivement (Fig. 2b).

$$\Delta T(t) = T(t) - T(0) - \frac{T_u(t) + T_l(t)}{2} + \frac{T_u(0) + T_l(0)}{2} \quad [^{\circ}\text{C}] \quad (\text{Eq. 1})$$

L'équation (Eq. 1) permet d'obtenir une stabilisation de la température durant chaque bloc du chargement mécanique.

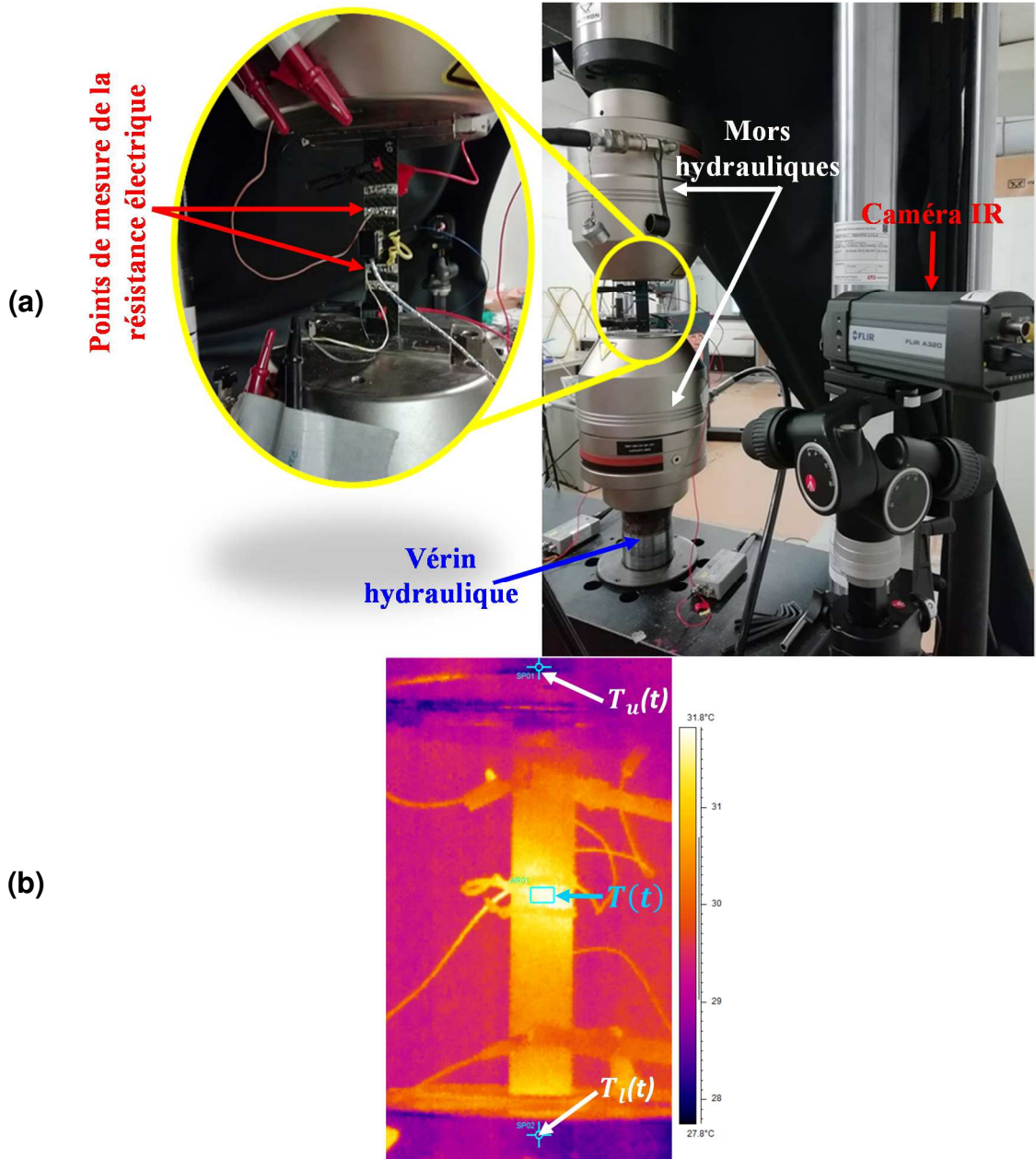


Fig. 2. (a) Dispositif expérimental utilisé en auto-échauffement, (b) mesure de la température infrarouge par la caméra thermique.

Les mesures en temps réel de la résistance électrique au cours des tests mécaniques ont été établies par la méthode de 4 fils (4 points) avec un multimètre numérique KEYSIGHT B2901A. Il se compose

de deux fils (lignes jaunes continues sur la Fig. 3) pour l'injection du courant et d'une deuxième paire de fils (lignes pointillées rouges) pour la mesure de la tension électrique. La méthode à 4 fils diminue les perturbations créées par le contact avec l'échantillon au moment de l'injection du courant. Les mesures électriques étaient menées avec un courant imposé de 10 mA et une fréquence d'échantillonnage de 0,5 Hz. La distance entre les fils d'alimentation en courant électrique est de 70 mm alors que celle entre les deux fils de mesure de tension est de 40 mm, comme indiqué à la Fig. 3. Il a été vérifié qu'une faible intensité de 10 mA ne provoque pas l'échauffement du composite PPSU/carbone. La variation de la résistance électrique $\Delta R/R_0$ est calculée à l'aide de l'équation (Eq. 2), où R_0 est la résistance initiale avant le chargement des éprouvettes et $R_i(t)$ est la résistance instantanée obtenue durant le test mécanique.

$$\frac{\Delta R}{R_0}(t) = \frac{[R_i(t) - R_0]}{R_0} \times 100 \text{ [%]} \quad (\text{Eq. 2})$$

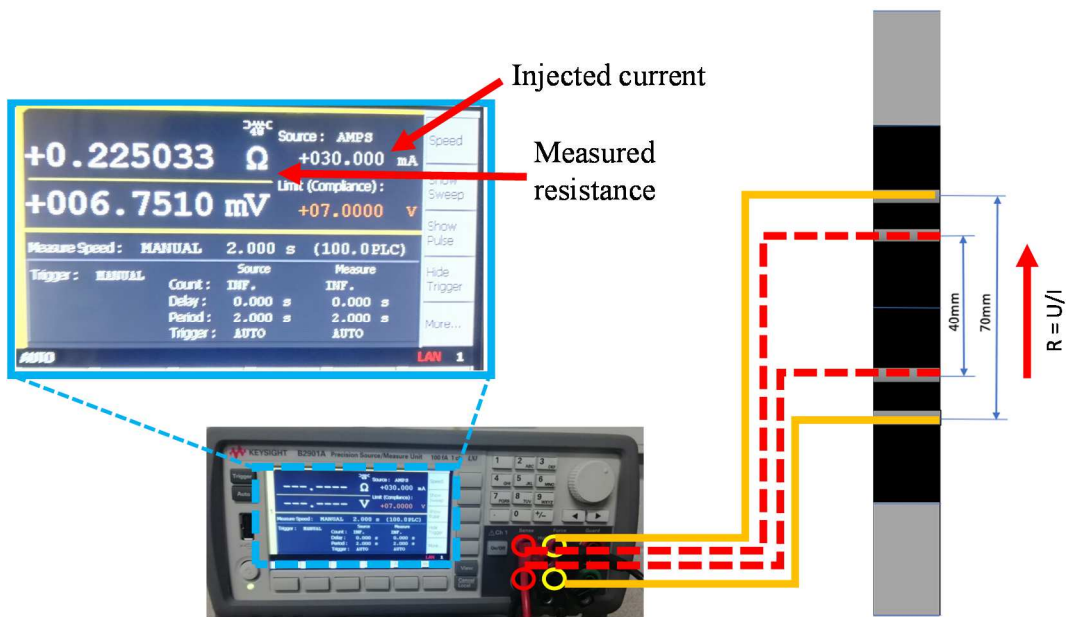


Fig. 3. La méthode à 4 fils utilisée pour la mesure de la résistance électrique.

La Fig. 4 présente le profil de chargement mécanique composé des plusieurs blocs de chargement cyclique. Les paramètres de chaque bloc sont indiqués dans le Tabl. 1. Le test d'auto-échauffement consistait à un chargement cyclique en traction-traction à partir d'une charge maximale de 2550 N (c'est-à-dire 34 MPa, valeur très inférieure à la résistance à la traction) qui augmente avec un pas de 10 MPa à chaque bloc jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Au début de chaque bloc, l'échantillon est sollicité à une vitesse de 2 mm/min jusqu'à atteindre la charge moyenne (F_{moy}). Ensuite, 5000 cycles sont appliqués avec une fréquence de 2 Hz et un rapport de charge R de 0,1. Au cours de cette étape, la température stabilisée et la résistance stabilisée sont respectivement surveillées par la caméra infrarouge et le multimètre numérique. À la fin du bloc, l'éprouvette est soumise à une décharge jusqu'à atteindre une force nulle où elle sera maintenue à cet état durant 6 minutes pour retrouver sa température initiale. Ensuite, la charge augmente à nouveau avec le bloc suivant par un ajout progressif de 10 MPa à la contrainte maximum ultérieure (Fig. 4 et Tabl. 1).

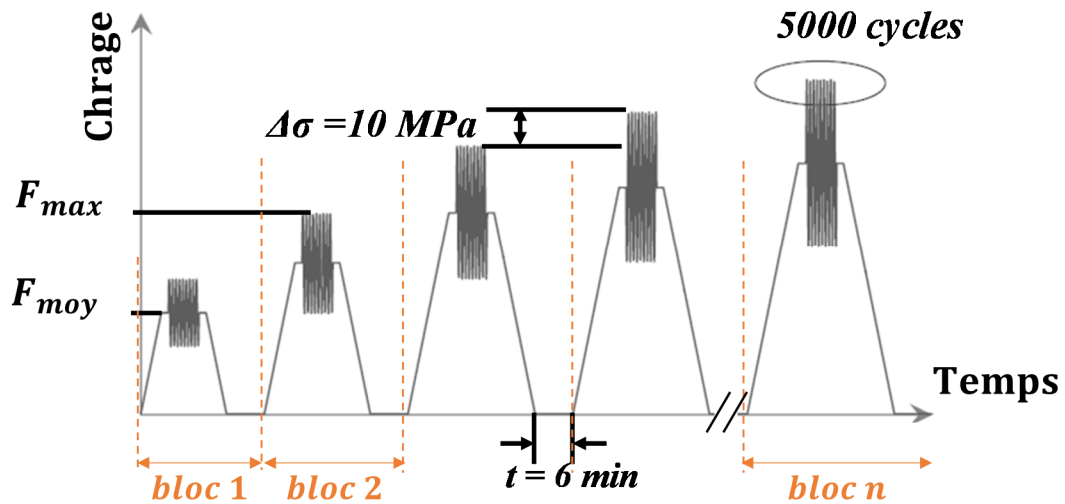


Fig.4. Profil de chargement mécanique appliqué au cours des essais d'auto-échauffement

Bloc	σ_{max} (MPa)	F_{max} (N)	F_{moy} (N)	F_a (N)
1	34	2550	1403	1148
2	44	3300	1815	1485
3	54	4050	2228	1823
4	64	4800	2640	2160
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮
Rupture de l'échantillon				

Tabl. 1. Paramètres de chaque bloc.

3. Résultats et discussions

La Fig. 5 illustre la réponse typique en ΔT (calculée en fonction de l'équation (Eq. 1), tracée en couleur rouge et lissée en vert) et en $\Delta R/R_0$ (calculée en fonction de l'équation (Eq. 2), illustrée en trait continu bleu et lissée en violet) du CMO carbone/PPSU suite au chargement cyclique. La mesure de la température est effectuée à la surface de l'éprouvette et à une distance de 75 cm, tandis que la résistance électrique est une mesure volumique effectuée en contact du matériau. La mesure thermique est effectuée tout au long de l'essai, du début du chargement jusqu'à la ruine finale des échantillons, tandis que la résistance électrique s'arrête avant la ruine finale car son augmentation drastique dépasse la plage du multimètre numérique. Ce comportement est principalement attribué à la rupture des fibres, un des mécanismes d'endommagement critiques du matériau CMO, qui devient non-conducteur suite à une rupture de son renfort (les fibres de carbone), ce qui fait conduire la résistance électrique à des valeurs infinies. Lors des premiers blocs de chargement, la température et la résistance électrique retrouvent leurs valeurs initiales suite à une décharge jusqu'à une force nulle. Cependant, lorsque l'endommagement est accentué, le composite ne parvient plus à atteindre ses valeurs initiales tout en étant maintenu à une contrainte nulle durant 6 minutes. La stabilisation de la résistance électrique est plus évidente lors des premiers blocs de chargement qu'à la fin de l'essai; ceci est principalement dû à l'accumulation et l'accentuation des endommagements du matériau tout au long de l'essai.

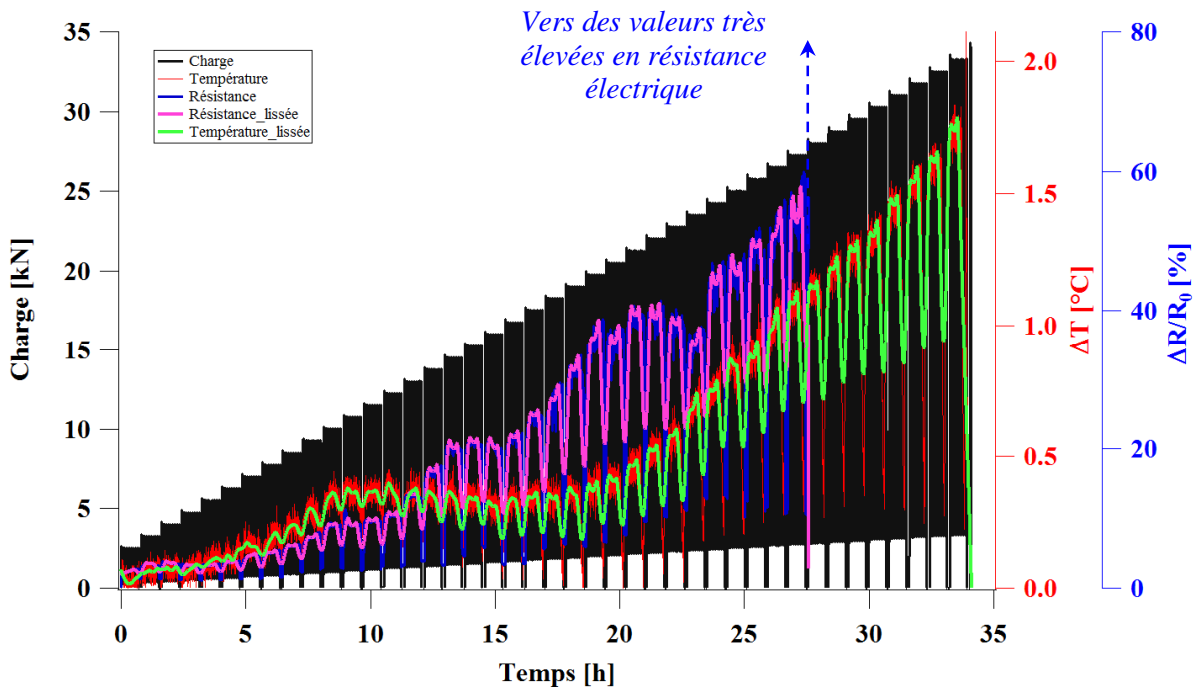


Fig.5. Comportement typique de la température (ΔT) et résistance électrique ($\Delta R/R_0$) au cours des tests d'auto-échauffement.

La température moyenne stabilisée au cours de chaque bloc de chargement a été révélée pour les six échantillons soumis aux tests d'auto-échauffement. La Fig. 6a illustre l'évolution de la température moyenne stabilisée en fonction de la contrainte maximum de chaque bloc. L'intersection de deux régressions linéaires de deux parties linéaires de la courbe donne une estimation rapide de la limite de fatigue du composite à 273 MPa.

La même procédure a été menée pour le traitement de la résistance électrique acquise pour les 6 échantillons CMO. Les résultats de la variation de la résistance électrique stabilisée en fonction de la contrainte maximum de chaque bloc sont présentés à la Fig. 6b. L'intersection des deux régressions linéaires estime une limite de fatigue de 225 MPa. L'originalité de cette étude réside dans l'utilisation de la résistance électrique en tant qu'une nouvelle approche permettant d'estimer rapidement la limite de fatigue par rapport à la méthode conventionnelle (courbe S-N). De même, cette technique peut être utilisée en parallèle avec la technique de thermographie infrarouge pour une estimation rapide de la limite de fatigue des matériaux conducteurs et semi-conducteurs.

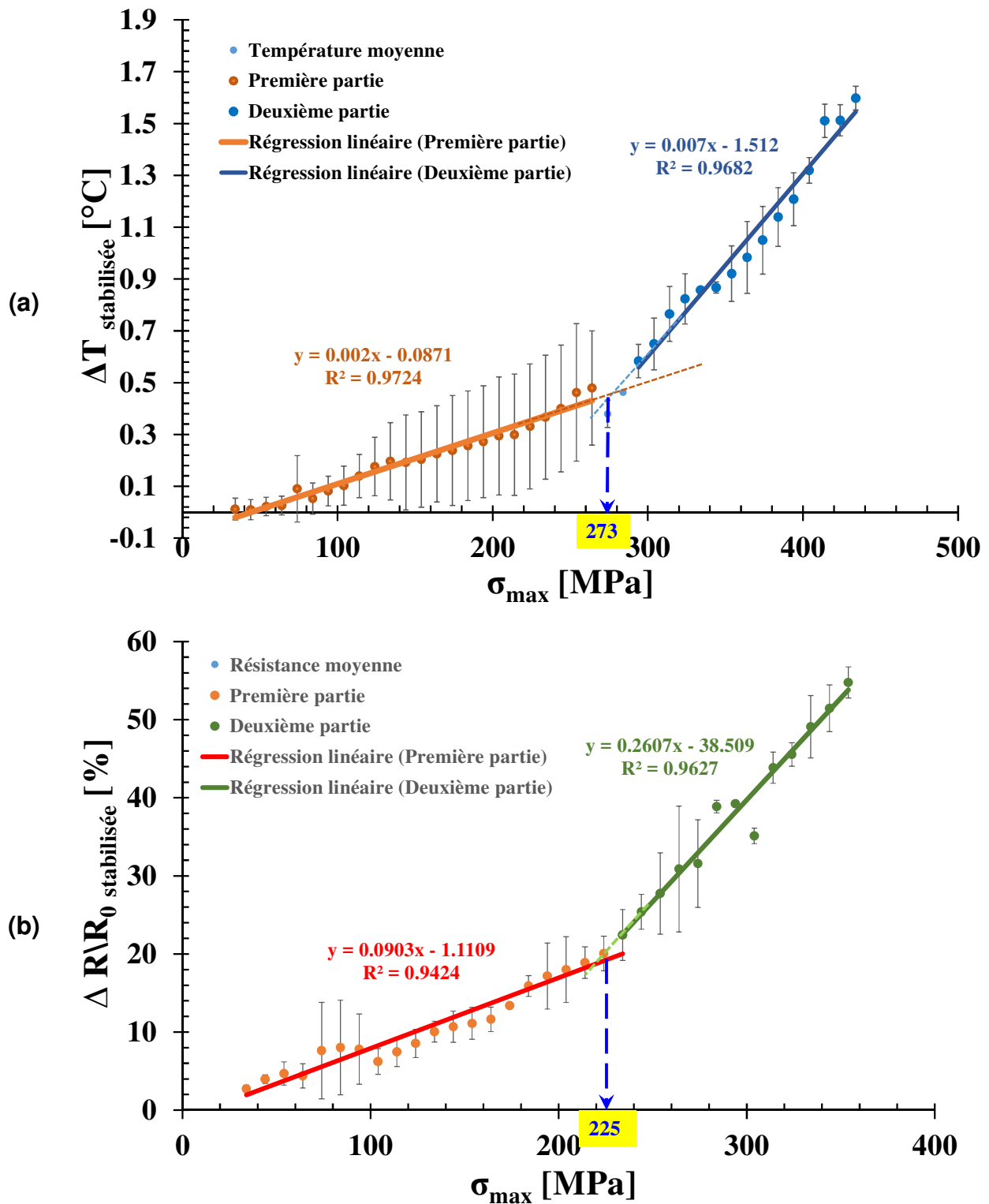


Fig. 6. Évaluation de la limite d'endurance du composite thermoplastique carbone/PPSU à partir de la température (a) et la résistance électrique (b) stabilisées.

Cinq échantillons ont été testés à $\sigma_{\text{max}} = 273$ MPa (la valeur la plus importante parmi les deux limites) lors des essais de fatigue classiques ($R = 0,1$ et une fréquence de 2 Hz) conformément au Tabl. 2 et ont atteint $2 \cdot 10^6$ cycles sans rupture. Ceci confirme que les deux valeurs obtenues par auto-

échauffement peuvent donner, avec deux grandeurs physiques, une estimation rapide de la limite de fatigue des matériaux composites thermoplastiques renforcés par des fibres de carbone.

σ_{max} (MPa)	F_{max} (N)	F_{moy} (N)	F_a (N)	Nombre des cycles
273	20475	11261	9214	>2.10 ⁶

Tabl. 3. Paramètres des tests de fatigue conventionnels

4. Conclusions

Dans cette étude, des CMO thermoplastiques renforcés par des fibres de carbone ont été soumis à des essais d'auto-échauffement. L'objectif était d'utiliser l'effet conducteur de ce type de matériau afin de proposer une nouvelle méthodologie pour l'estimation rapide de leur limite de fatigue. Ainsi, la résistance électrique stabilisée a été évaluée en fonction de la contrainte maximum de chaque bloc de chargement mécanique. La limite de fatigue a été estimée et comparée à celle déterminée en utilisant la variation de la température stabilisée conventionnelle. Les deux mesures étaient menées simultanément pendant les essais d'auto-échauffement. Ces deux grandeurs physiques sont de natures différentes : la première (la résistance électrique) est volumique et conduite en contact du matériau alors que la seconde (la température) est surfacique et portée à une certaine distance de la structure sous chargement. Pour cette raison, les deux estimations présentent un écart de 21%.

Cependant, la particularité de la mesure électrique réside dans le fait qu'elle est régie par les fibres de carbone (conducteurs de courant électrique) qui font partie du matériau. Pour cela, une mesure en temps réel de la variation de sa résistance électrique en fonction du chargement cyclique peut donner une estimation rapide de la limite de fatigue de la structure à laquelle ils appartiennent.

Afin de réduire l'écart entre ces deux estimations, un ajustement s'avère essentiel s'appliquant aux deux mesures techniques : l'amélioration de la qualité de soudure des fils électriques, la coloration en noir de deux mors hydrauliques, l'utilisation des thermocouples pour une mesure de température en contact...

Références

- [1] ISO 13003:2003 : Plastiques renforcés de fibres - Détermination des propriétés de fatigue en conditions de chargement cycliques.
- [2] G. La Rosa, A. Risitano, « Thermographic methodology for the rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components », *Int. J. Fatigue* Vol. 22, pp. 65–73, 2000.
- [3] C. Peyrac, T. Jollivet, N. Leray, F. Lefebvre, O. Westphal, L. Gornet, « Self-Heating Method for Fatigue Limit Determination on Thermoplastic Composites », *Procedia Engineering* Vol. 133, pp. 129 – 135, 2015.
- [4] K Hamdi, Z Aboura, W Harizi and K Khellil, « Improvement of the electrical conductivity of carbon fiber reinforced polymer by incorporation of nanofillers and the resulting thermal and mechanical behavior », *Journal of Composite Materials* Volume 52, Issue 11, Pages 1495-1503,1 May 2018.
- [5] ISO 527-4:1997 : Plastiques -- Détermination des propriétés en traction -- Partie 4: Conditions d'essai pour les composites plastiques renforcés de fibres isotropes et orthotropes.
- [6] Catherine Peyrac, Thomas Jollivet, Nolwenn Leray, Fabien Lefebvre, Ophélie Westphal, Laurent Gornet, « Self-Heating Method for Fatigue Limit Determination on Thermoplastic Composites », *Procedia Engineering* vol. 133, pp. 129 – 135, 2015.