

Analyse couplée par micro-tomographie et émission acoustique des endommagements par fatigue d'un composite tissé chanvre/époxy : effet de l'humidité.

Coupled analysis by micro-tomography and acoustic emission of fatigue damage in a woven hemp/epoxy composite: moisture effect.

Romain Barbière, Fabienne Touchard, Laurence Chocinski-Arnault, David Mellier

Département Physique et Mécanique des Matériaux
Institut Pprime, CNRS - ISAE-ENSMA - Université de Poitiers
1 Avenue Clément Ader, 86961 Futuroscope Chasseneuil, France
e-mail : romain.barbiere@ensma.fr

Résumé

Ce travail vise à caractériser l'influence de l'humidité sur le comportement en fatigue de composites tissés chanvre/époxy. Dans une première partie, l'absorption d'eau du composite est étudiée, avant d'analyser son comportement mécanique en fatigue. Deux conditionnements sont étudiés : pour le conditionnement nommé « Ambient » les éprouvettes ont été stockées et testées à l'ambiante, alors que pour celui nommé « Eau » les éprouvettes ont été immergées dans l'eau jusqu'à saturation et testées en fatigue dans une enceinte climatique maintenue en humidité. Les résultats montrent que la tenue en fatigue est influencée par le conditionnement hydrique : pour un niveau de contrainte donné, la durée de vie en fatigue est plus faible pour les éprouvettes « Eau » que pour les éprouvettes « Ambient ». Les mécanismes d'endommagement ont été analysés durant l'essai par émission acoustique, et post mortem par MEB-FEG et micro-tomographie. Les micro-tomographies et les émissions acoustiques combinées mettent en évidence des mécanismes d'endommagement distincts en fonction du conditionnement. Les éprouvettes « Eau » ont subi un endommagement plus important en volume et plus précoce au cours de l'essai par rapport aux éprouvettes « Ambient ».

Abstract

The purpose of this work is to characterise the influence of moisture on the fatigue behaviour of a woven hemp fibre reinforced epoxy composite. At first, the water uptake of this composite has been studied, then the mechanical behaviour is analysed under two different conditionings. The so-called "non-aged samples" have been stored and submitted to fatigue tests at ambient temperature and hygrometry, and the so-called "water-aged" samples have been tested in 95% of relative humidity atmosphere after water immersion until saturation. Results show that the fatigue behaviour is affected by the moisture conditions: for a given fatigue stress level, the fatigue lifetime is shorter for the "water-aged" samples. Fatigue damage mechanisms have been analysed by combining different techniques: in-situ acoustic emission monitoring (AE), post-mortem scanning electron microscopy (SEM) and X-ray micro-tomography. For the "water-aged" specimens, damage appears earlier during the fatigue tests and is more extended than for the "non-aged" ones.

Mots Clés : Eco-composite, Fatigue, Emission acoustique, Micro-tomographie, Vieillesse hydrique

Keywords : Eco-composite, Fatigue, Acoustic emission, Micro-tomography, Moisture

1. Introduction

Les composites à renforts d'origine végétale constituent une alternative écologique aux matériaux composites traditionnels tels que les composites à fibres de verre, qui représentent aujourd'hui 90% en volume des composites utilisés [1]. Cependant, dans le cas des composites à fibres végétales, le renfort est fortement hydrophile par rapport à la matrice polymère, contrairement aux composites à fibres de verre. Il est donc nécessaire d'étudier l'influence de l'eau sur le comportement mécanique de ces éco-matériaux [2]. En particulier, la tenue en fatigue est déterminante pour de nombreuses applications industrielles. Très peu d'études ont été publiées sur l'influence de l'eau sur le comportement en fatigue des éco-composites à fibres longues. Sodoké et al. ont travaillé sur des

composites lin/époxy $[0_2/90_2/\pm 45]_s$, qu'ils ont testés à l'ambiante, avec un suivi par émission acoustique, après vieillissement hydrique puis séchage [3]. Cependant, une étude antérieure a montré que le séchage entraîne la création d'endommagements dans le matériau [4]. Berges et al. ont étudié des composites unidirectionnels lin/époxy vieillis dans l'eau puis emballés dans du film plastique pour les tests en fatigue, afin de limiter autant que possible la désorption d'eau [5]. Toutefois, cela empêchait l'utilisation de l'émission acoustique.

Dans ce travail, on se propose donc d'étudier l'influence de l'eau sur le comportement en fatigue d'un composite tissé chanvre/époxy avec suivi in situ par émission acoustique. Deux conditionnements ont été considérés : stockage puis tests de fatigue à l'ambiante ou immersion dans l'eau à $21 \pm 3^\circ\text{C}$ jusqu'à saturation puis tests dans une enceinte climatique à $21 \pm 1^\circ\text{C}$ et sous une humidité relative de $97 \pm 2\%$. Le but de ce maintien en humidité est d'éviter l'endommagement des éprouvettes par désorption d'eau. Les mécanismes d'endommagement ont été analysés durant l'essai par émission acoustique, et post mortem par MEB-FEG et micro-tomographie.

2. Matériaux et techniques

Le matériau de l'étude est un composite à renfort tissé de chanvre et à matrice époxy. Le tissu utilisé est une toile de densité surfacique $290 \pm 5\text{g/m}^2$. La résine époxy est une résine Epolam 2020 fournie par Axson Group. Les composites sont constitués de sept plis de tissu. Les plaques de composites sont réalisées par infusion sous vide au laboratoire. Le matériau obtenu a une fraction volumique moyenne de renfort de $40 \pm 2\%$ et une densité de $1,25 \pm 0,05$. Les éprouvettes sont ensuite découpées par un Charlyrobot suivant deux orientations : $[(0/90)]_7$ et $[(\pm 45)]_7$.

Les deux types de conditionnement étudiés sont décrits dans le Tableau 1.

Conditionnement	Stockage	Condition d'essai
Ambiant	RH $50 \pm 5\%$, $21 \pm 3^\circ\text{C}$	RH $50 \pm 5\%$, $21 \pm 1^\circ\text{C}$
Eau	Immersion dans l'eau, $21 \pm 3^\circ\text{C}$	RH $97 \pm 2\%$, $21 \pm 1^\circ\text{C}$

Tab. 1. Conditions de stockage et d'essai pour les conditionnements « Ambiant » et « Eau ».

Les essais mécaniques ont été réalisés avec une machine hydraulique Instron 8802 et son enceinte climatique dédiée. Les essais de fatigue ont été effectués à une fréquence de 1Hz afin d'éviter l'auto-échauffement du matériau. Le signal du chargement est sinusoïdal et le rapport de charge de 0,01. La fixation des éprouvettes est effectuée grâce à des mors à serrage manuel où six vis permettent la bonne répartition de la pression de serrage.

3. Absorption d'eau

Un suivi gravimétrique a tout d'abord été effectué sur une dizaine d'éprouvettes avec les deux orientations. Les différentes courbes obtenues suivent toutes une loi de Fick permettant de déterminer les constantes de diffusion. La Figure 1 présente par exemple les résultats obtenus pour les composites $[(\pm 45)]_7$.

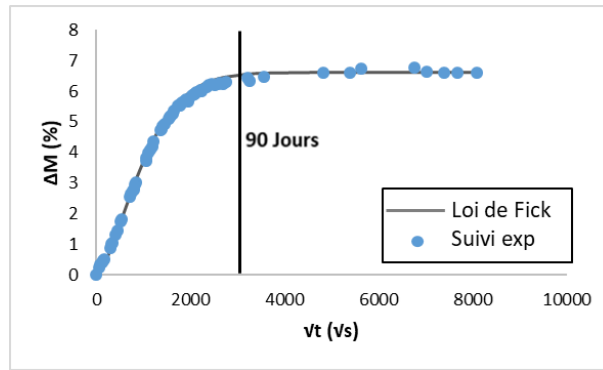


Fig. 1. Suivi gravimétrique et loi de Fick associée d'un composite tissé chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$.

La saturation complète des éprouvettes est atteinte au bout de 90 jours. Le gain de masse à saturation est le même quelle que soit l'orientation mais on observe un coefficient de diffusion légèrement supérieur pour les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ que pour les éprouvettes $[(0/90)]_7$ (Tab.2). Dans la suite, on s'intéressera plus particulièrement au comportement des composites $[(\pm 45)]_7$.

Immersion		
Orientation	D (10^{-7} mm ² /s)	ΔM_{∞} (%)
$[(0/90)]_7$	$6,2 \pm 0,7$	$6,25 \pm 0,05$
$[(\pm 45)]_7$	$7,7 \pm 0,8$	$6,3 \pm 0,4$

Tab. 2. Valeur des coefficients de diffusion et prise de masse à saturation selon la loi de Fick en fonction de l'orientation du composite chanvre/époxy immergé dans l'eau.

4. Résultats de fatigue

4.1 Courbes de Wöhler

Des essais de traction ont tout d'abord été réalisés, afin de déterminer les contraintes à rupture des éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ pour les deux conditionnements.

Les valeurs obtenues sont : $\sigma_{rupt}^{Ambiant} = 60 \pm 2$ MPa et $\sigma_{rupt}^{Eau} = 53 \pm 2$ MPa. Les essais de fatigue ont ensuite été effectués à trois niveaux de contrainte, $0,9\sigma_{rupt}$, $0,75\sigma_{rupt}$ et $0,6\sigma_{rupt}$ pour chaque conditionnement. Les courbes de Wöhler obtenues sont présentées sur la Figure 2.

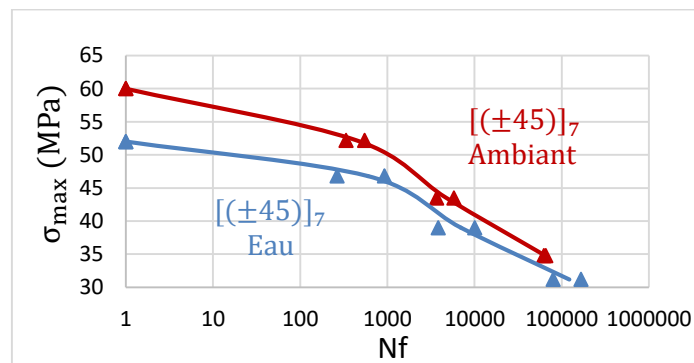


Fig 2. Courbes de Wöhler d'un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ pour les deux conditionnements : « Ambiant » et « Eau ».

Les courbes de Wöhler pour les éprouvettes $[(\pm 45)]_7$ « Ambient » et « Eau » mettent en évidence que le conditionnement en eau diminue la tenue en fatigue pour une contrainte donnée. Cette différence de durée de vie a ensuite été analysée en termes d'évolution des paramètres mécaniques et des mécanismes d'endommagement.

4.2 Evolution des paramètres mécaniques

Tout au long des essais de fatigue, les boucles d'hystérésis ont été enregistrées. Ainsi il a été possible de suivre l'évolution du module sécant et des valeurs de déformations maximales et minimales des boucles d'hystérésis en fonction du nombre de cycles. La Figure 3 présente l'évolution du module sécant normé E/E_0 (avec E le module sécant du cycle N et E_0 le module sécant du premier cycle stabilisé) au cours d'un essai de fatigue à $0,6\sigma_{rupt}$ d'un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ pour les deux conditionnements.

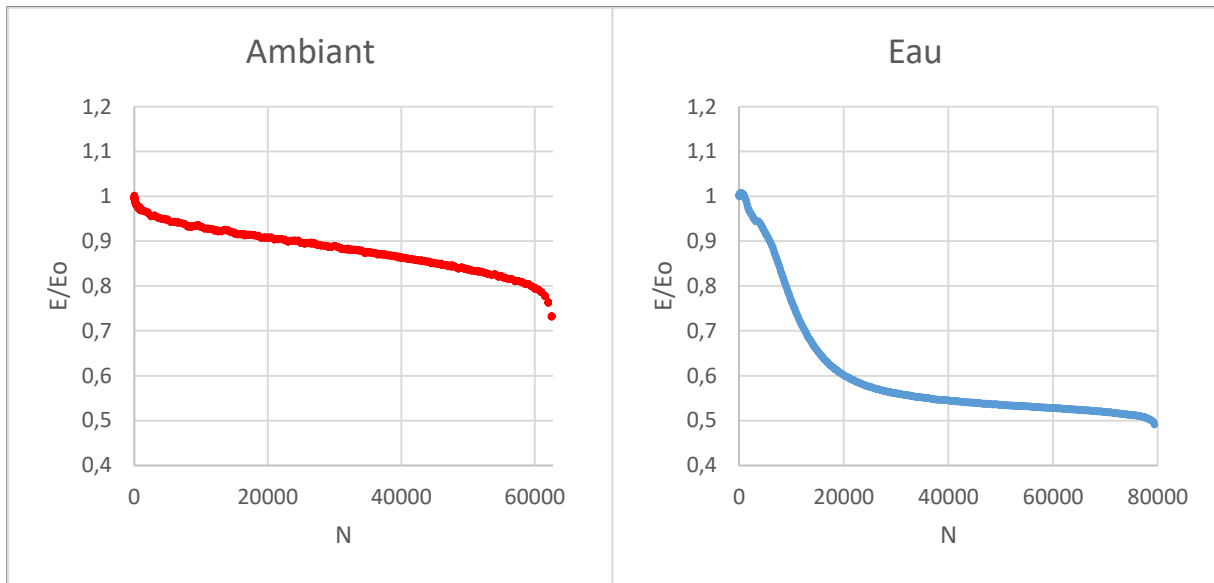


Fig. 3. Evolution du module sécant normé au cours d'un essai de fatigue à $\sigma_{max} = 0,6 \sigma_{rupt}$ d'un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ pour les deux conditionnements.

On constate sur la Figure 3 que le conditionnement a une forte influence sur l'évolution du module sécant. Pour l'éprouvette avec le conditionnement « Ambient », la rigidité subit une diminution rapide au début d'essai - de l'ordre de 5% au cours des 4500 premiers cycles, puis elle décroît progressivement avec une accélération en fin d'essai pour atteindre une perte de 27% au total. Pour le conditionnement « Eau », il y a une forte diminution de la rigidité dès le début de l'essai, atteignant 40% à 20000 cycles, puis la rigidité diminue plus progressivement avant une accélération en toute fin d'essai. Au total, l'éprouvette conditionnée « Eau » aura perdu 50% de sa rigidité au cours de l'essai.

Les évolutions des déformations maximales et minimales au cours d'un essai de fatigue à $0,6\sigma_{rupt}$ d'un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ pour les deux conditionnements sont présentées sur la Figure 4.

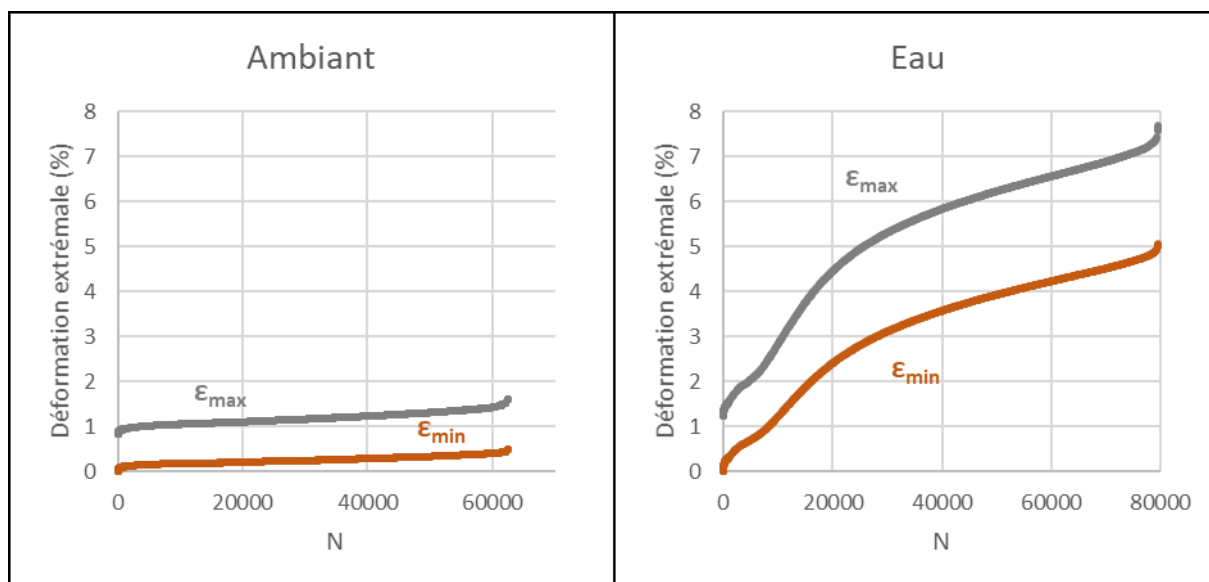


Fig. 4. Evolution des déformations extrêmes au cours d'un essai de fatigue à $\sigma_{max} = 0,6 \sigma_{rupt}$ d'un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ pour les deux conditionnements.

Le faible rapport de charge permet d'avoir des déformations à contraintes minimales proches des déformations résiduelles. On peut voir sur la Figure 4 que pour l'éprouvette avec le conditionnement « Ambiant » les déformations minimales et maximales subissent une faible croissance tout au long de l'essai, alors que pour le conditionnement « Eau » elles augmentent très fortement, atteignant respectivement 7,7% et 5,1%.

Ces résultats montrent que les éprouvettes avec le conditionnement « Eau » subissent une chute plus importante de leur module sécant et une augmentation plus marquée de leurs déformations extrêmes. Ces phénomènes sont à relier à l'effet plastifiant de l'eau sur la matrice, qui augmente la déformabilité de la matrice tout en baissant sa rigidité, mais également aux endommagements qui se développent dans les renforts et aux interfaces.

5. Analyse de l'endommagement

4.1 Suivi par émission acoustique

Au cours des essais de fatigue, deux capteurs d'émission acoustique ont été placés à chaque extrémité de la zone utile des éprouvettes, sans rentrer en contact avec les mors. Ils sont espacés de 63mm de centre à centre. Le système d'émission acoustique est composé de deux capteurs piézo-électriques à large bande (micro80), avec une fréquence de résonance de 300Hz, et du logiciel d'acquisition PCI-2 de Physical Acoustics Corporation. Des préamplificateurs de 40dB sont montés en amont des capteurs et de la pâte adhésive est utilisée en tant qu'agent couplant. Les évènements acoustiques sont déterminés à partir des hits enregistrés par chaque capteur qui correspondent au même signal acoustique. La vitesse de propagation des ondes sonores dans le matériau permet ensuite de remonter à la localisation de l'évènement et donc de l'endommagement. Il a ainsi été possible d'identifier les localisations des évènements acoustiques sur l'éprouvette après rupture (Fig. 5). On constate que des évènements acoustiques ont été enregistrés sur toute la longueur de l'éprouvette au cours de l'essai de fatigue, mais plus particulièrement au niveau de la zone de rupture. De plus, dans cette zone, les évènements acoustiques sont d'une amplitude plus importante. Il y a donc bien corrélation entre la multiplication d'évènements acoustiques de grande amplitude et la localisation de la rupture de l'éprouvette en fatigue.

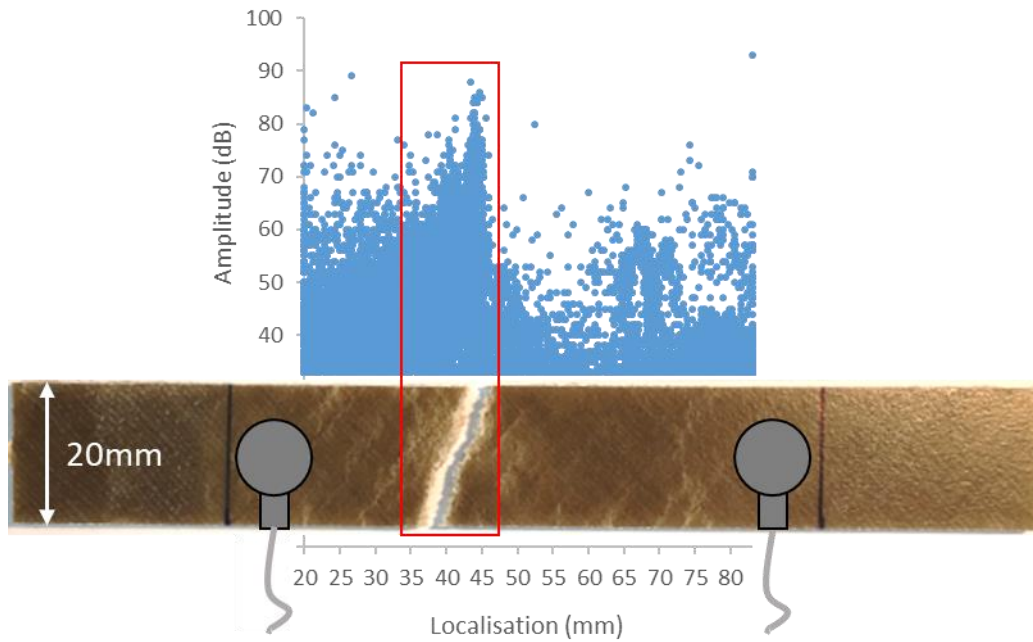


Fig. 5. Localisation des évènements acoustiques (chaque évènement est un point bleu) au cours d'un essai de fatigue à $\sigma_{max} = 0,6 \sigma_{rupt}$ pour un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ avec un conditionnement « Ambient ».

Le nombre cumulé d'évènements acoustiques enregistrés au cours de l'essai de fatigue a également été comparé au facteur d'endommagement mécanique d , défini à partir du module sécant (Eq. 1).

$$d = 1 - \frac{E}{E_0} \quad (\text{Eq. 1})$$

La comparaison entre le facteur d'endommagement mécanique et le nombre cumulé d'évènements acoustiques est faite sur la Figure 6. On constate qu'il y a une très bonne corrélation entre les deux courbes, ce qui montre que l'émission acoustique enregistrée peut être directement reliée à la baisse de rigidité de l'éprouvette au cours de l'essai de fatigue.

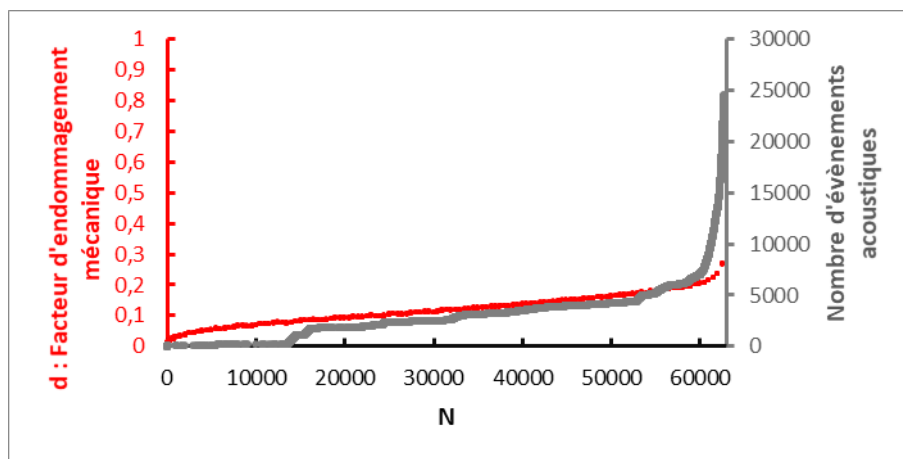


Fig. 6. Evolution du nombre cumulé d'évènements acoustiques et du facteur d'endommagement d au cours d'un essai de fatigue à $\sigma_{max} = 0,6 \sigma_{rupt}$ pour un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ avec un conditionnement « Ambient ».

4.2 Les différents types d'endommagement

Une analyse des faciès de rupture des éprouvettes après essais de fatigue a été réalisée par Microscopie Electronique à Balayage (MEB-FEG) sur un JEOL_7001F_TTLS. Trois grandes familles d'endommagement ont été observées : fissures matricielles, décohésions aux interfaces fibres/matrice et ruptures de fibres (Fig. 7).

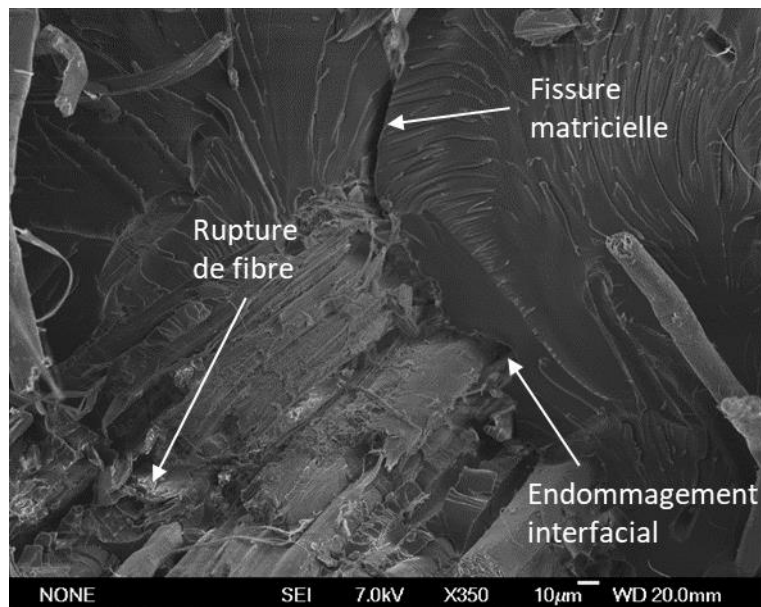


Fig. 7. Visualisation des trois types d'endommagement pour le composite chanvre/époxy au MEB-FEG.

Afin de pouvoir classer les évènements acoustiques suivant ces trois types d'endommagement, la méthode des K-moyennes a été employée. Dans un premier temps, toutes les données ont été normées, puis décomposées en composantes principales et enfin traitées par l'algorithme non supervisé des K-moyennes. Il a ainsi été possible de tracer le nombre cumulé relatif d'endommagements de chaque type en fonction du nombre de cycles (Fig.8).

On peut voir sur la Figure 8 que, pour le composite $[(\pm 45)]_7$ testé à $0,6\sigma_{rupt}$, la répartition des endommagements suivant les trois types est la même pour les deux conditionnements. La classe d'endommagement majoritaire est l'endommagement matriciel, la seconde est la décohésion interfaciale, et l'endommagement le moins important en nombre est la rupture de fibre. Par contre, on constate que l'évolution du nombre cumulé de ces endommagements est très différente d'un conditionnement à l'autre. En effet, on retrouve pour le conditionnement « Eau » une évolution beaucoup plus marquée dès le début de l'essai, qui tend à se stabiliser ensuite, contrairement au conditionnement « Ambient » pour lequel les différents types d'endommagement suivent une évolution progressive, avec une augmentation en fin d'essai conduisant à la rupture.

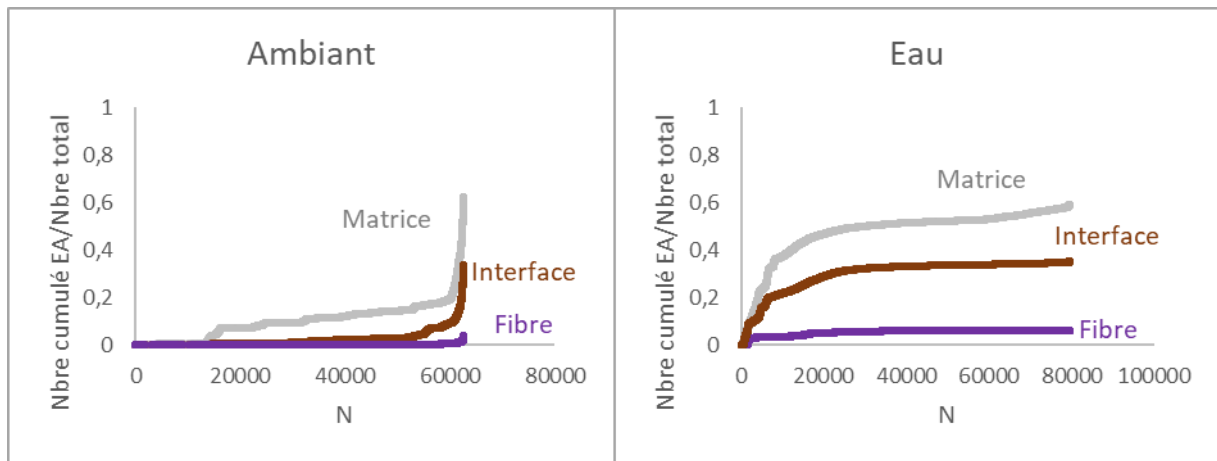


Fig. 8. Evolution du nombre cumulé relatif d'évènements acoustiques classés par type d'endommagement au cours d'un essai de fatigue à $\sigma_{max} = 0,6 \sigma_{rupt}$ d'un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)_7]$ pour les deux conditionnements.

4.3 Micro-tomographie : volume d'endommagement

Les éprouvettes suivies par émission acoustique lors des essais de fatigue ont ensuite été scannées par micro-tomographie aux rayons X. Le tomographe utilisé est un UltraTom de RX Solution et les images ont été réalisées avec une résolution de $14\mu\text{m}$. Pour analyser les images obtenues, un processus de segmentation systématique a été mis en place avec le logiciel Avizo.

La première étape est la reconstruction volumique en 3D des niveaux de gris (Fig.9a). Une zone de travail est ensuite définie à proximité de la zone de rupture en excluant les zones de vide (Fig.9b). L'endommagement est ensuite identifié par segmentation des niveaux de gris, c'est-à-dire par un seuillage à partir d'une valeur pour laquelle les voxels les plus foncés sont associés à de l'endommagement (Fig.9c). Pour finir, le volume identifié comme étant de l'endommagement est isolé (Fig.9d). On peut voir sur la Figure 9d que les endommagements sont présents dans tout le volume étudié, mais plus particulièrement localisés le long des bords libres de l'éprouvette.

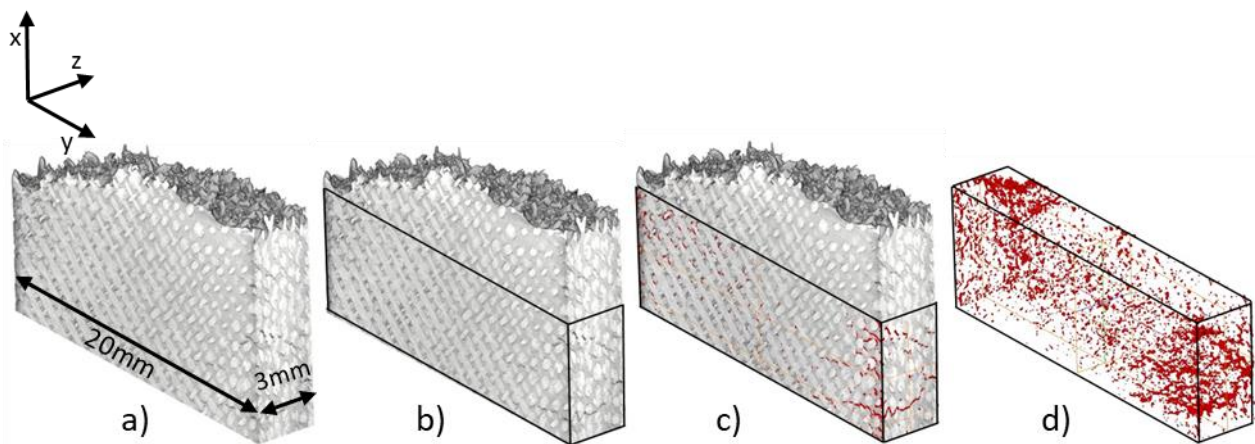


Fig. 9. Processus de segmentation d'une reconstruction 3D micro-tomographique pour l'identification de l'endommagement d'une éprouvette chanvre/époxy $[(\pm 45)_7]$ après rupture en fatigue.

Une quantification du volume endommagé a ensuite été réalisée et est présentée pour les deux conditionnements dans le Tableau 3.

Orientation	±45	
Conditionnement	Ambiant	Eau
σ_{max}	0,6 σ_{rupt}	0,6 σ_{rupt}
Volume endommagement (%)	0,75 ± 0,35	5,2 ± 0,8

Tab. 3. Volume relatif d'endommagement identifié par microtomographie après un essai de fatigue à $\sigma_{max} = 0,6 \sigma_{rupt}$ d'un composite chanvre/époxy $[(\pm 45)]_7$ pour les deux conditionnements.

Les résultats montrent que le volume d'endommagement est beaucoup plus important dans le cas du conditionnement « Eau » que dans le cas « Ambient », puisque la proportion de volume endommagé est globalement multipliée par 5. La présence de l'eau favorise donc la dégradation du matériau. Ce phénomène concorde bien avec les différences de comportement observées par émission acoustique et avec les données mécaniques macroscopiques. Il explique également pourquoi la durée de vie en fatigue de l'éprouvette avec le conditionnement « Eau » est plus faible que celle avec le conditionnement « Ambient ».

6. Conclusion

Ce travail a permis d'identifier l'influence de l'humidité sur le comportement mécanique en fatigue de composites tissés chanvre/époxy. Une étude du vieillissement hydrique de ces matériaux a tout d'abord été effectuée permettant l'identification des grandeurs caractéristiques de diffusion de l'eau dans ce composite ainsi que du temps nécessaire de maintien en eau pour atteindre la saturation. Deux conditionnements ont été étudiés et des essais de fatigue ont été effectués à trois niveaux de contrainte par conditionnement. Grâce aux outils d'analyse in-situ comme l'émission acoustique ainsi que post-mortem comme le MEB-FEG et la micro-tomographie, il a été possible de montrer que l'endommagement en fatigue dépend du conditionnement. Le conditionnement « Eau » s'est révélé plus critique en terme de durée de vie en fatigue que le conditionnement « Ambient » avec notamment une cinétique et un volume d'endommagement accrus.

Remerciements

Ce travail a bénéficié d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme « Investissements d'avenir » portant la référence ANR-11-EQPX-0018 pour l'équipement d'excellence GAP.

Références

- [1] P.Wambua, J.Ivens, I.Verpoest, « Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? », Composites Science and Technology, Vol. 63, pp. 1259-1264, 2003.
- [2] A.Shazad, « Effects of Water Absorption on Mechanical Properties of Hemp Fiber Composites », Polymer Composites, Vol. 33, pp. 120-128, 2012.
- [3] F.K.Sodoke, L.Toubal and L.Laperrière, « Hygrothermal effects on fatigue behavior of quasi-isotropic flax/epoxy composites using principal component analysis », Journal of Materials Science, Vol. 51, pp. 10793-10805, 2016.
- [4] A.Perrier, F.Touchard, L.Chocinski-Arnault, and D.Mellier, « Quantitative analysis by micro-CT of damage during tensile test in a woven hemp/epoxy composite after water ageing », Composites part A, Vol. 102, pp. 118-127, 2017.
- [5] M.Berges, R.Léger, V.Placet, V.Person, S.Corn, X.Gabrion, J.Rousseau, E.Ramasso, P.Lenny, and S.Fontaine. « Influence of moisture uptake on the static, cyclic and dynamic behaviour of unidirectional flax fibre-reinforced epoxy laminate », Composites part A, Vol. 88, pp. 165-177, 2016.