

# Scénarios d'endommagement des composites soumis à des sollicitations de compression, effet de la résine

## *Composite compression damage scenario and the resin influence on their mechanical properties*

Khalil HAMDI<sup>1</sup>, Gurvan MOREAU<sup>2</sup> et Zoheir ABOURA<sup>1</sup>

1 : département génie mécanique, Laboratoire Roberval FRE-CNRS 2012  
Sorbonne Université, Université de technologie de Compiègne  
Rue Personne de Roberval (UTC) 60200 Compiègne  
e-mail : khalil.hamdi@utc.fr 0626974932

2: Material & Process department, Safran Composites,  
33, avenue de la Gare, 91760 ITTEVILLE

### Résumé

Notre étude concerne l'étude des mécanismes d'endommagement des matériaux composites carbone/époxy soumis à des tests de compression CLC (combined loading compression). La démarche suivie est de mener une campagne comparative des propriétés en compression des matériaux composites ayant la même architecture de renfort, mais deux résines différentes. Le but étant de mettre en relief le rôle de la résine -et donc les zones interfaciales- pour la tenue de ces matériaux. La mise en place d'une telle analyse a nécessité le recours à des essais multi-instrumentés en corrélation d'image numérique (CIN), émission acoustique (EA) et microscopie in-situ ( $\mu$ -in-situ). Le déploiement de ces moyens permettra non seulement de se baser sur le comportement macroscopique des composites, mais surtout une analyse fine des mécanismes d'endommagement. En outre, les signaux de l'EA ont été classifiés par un algorithme non supervisé (K-means) ce qui a permis d'approfondir la compréhension des phénomènes constituant le scénario d'endommagement proposé, en concordance avec les données de la CIN et la  $\mu$ -in-situ.

### Abstract

This paper deals with the study of the mechanism of damage of carbon/epoxy composite materials exposed to combined load compression (CLC) tests. The followed approach was to compare between two materials compression properties. The studied materials have the same reinforcement architecture, but two different resins. The purpose is to highlight the role of the resin-and therefore the interfacial zones- for the resulting composite properties. The establishment of this postulate required the use of multi-instrumented tests in terms of digital image correlation (DIC), acoustic emission (AE) and in-situ microscopy (in-situ- $\mu$ ). The deployment of these instrumentation technics permits to go through fine analysis of the damage mechanism. In addition, an unsupervised algorithm (K-mean) which allowed the understanding of the phenomena constituting the proposed damage scenario, in agreement with the CIN data and microscopy classified the AE signals.

**Mots Clés :** composite à matrice organique, compression, émissions acoustique, corrélation d'image numérique

**Keywords :** composite material, compression, acoustic emission, digital image correlation

## 1. Introduction

Pour les matériaux composites à matrice organique et à renforts tissés, la compréhension des mécanismes d'endommagement suite à un effort de compression est loin d'être établie dans la littérature. D'une manière générale, plusieurs auteurs mentionnent la rupture par les bandes de 'Kink' (Tsampas et al., 2015) mais aussi des décohésions interlaminaires (Lee et al., 2000). Toutefois, les scénarios d'endommagement semblent être plus complexes et généralement couplés. Ce n'est donc pas surprenant que les études à ce sujet pronent des scénarios d'endommagement variés rassemblant à titre d'exemple : la rupture par cisaillement (Odom and Adams, 1990), décohésion interlaminaire (Tsampas et al., 2015) et interfaciale (Bai et al., 2009) en plus des kink band macro et micro (Bai and Keller, 2011; Sun et al., 2015).

Pour la compréhension des mécanismes d'endommagement, il est sans doute important de se focaliser sur une architecture de renfort précise. Par ailleurs, si on considère les matériaux composites à renfort tissé, il existe des postulats mettant en avant le lien entre les rayons de courbure des fibres (résultants de l'entrecroisement entre fils chaîne et trame) et l'amorçage de ruine en compression. Néanmoins, ces postulats ne sont pas étayés par des études fines et des observations à l'échelle des mèches. Vieille et al, se sont intéressés à la force critique de compression et un lien a été émis entre les angles de flambement des fibres longitudinales et l'apparition de l'endommagement (Vieille et al., 2014). Carvalho et al. ont étudié l'influence des séquences d'empilement sur la tenue en compression. Ils ont démontré qu'une stratification ordonnée accumule les distorsions des fibres dans l'épaisseur et précipite l'arrivée de l'endommagement (N. V. Carvalho, S. T. Pinho, 2009). Un tel empilement n'a pas lieu d'être dans le cas réel de stratification. Se positionner dans un cas extrême était aussi la démarche de Davidson et al. en insérant un défaut faisant augmenter les rayons de courbures initiaux des renforts. Par des mesures de champs en CIN, ils ont montré que les champs de déformation se concentrent au niveau des rayons de courbure des fibres longitudinales (Davidson et al., 2012). Selon eux, ces zones - le début des rayons de courbure- présentent l'amorçage des fissures.

Comme on peut remarquer, les études des modes de ruine par compression convergent vers la criticité des rayons de courbure (initiaux et induits par flambement) des fibres longitudinales sur les : scénarios d'endommagement d'une part et l'apparition des dommages majeurs de l'autre part. Dans ce sens, notre étude consiste à apporter de nouveaux éléments de compréhension du comportement en compression des composites à renfort 2D. Les briques composant les scénarios identifiés ont été appuyées et argumentées par la multi-instrumentation, à savoir : CIN, EA et  $\mu$ -in-situ. Un second volet de cette étude porte sur la contribution de la résine dans la tenue en compression. Afin d'isoler les effets de tension de surface (adhésion fibre/matrice), deux résines de la même famille (époxy) mais avec des propriétés macroscopiques différentes ont été considérées. Bien évidemment, on a eu recours au même type de renfort pour tous les matériaux de l'étude.

Un point très important à souligner dans cette étude est la fédération des signaux de la multi-instrumentation. Il est très important ainsi de profiter de la complémentarité des données diverses récupérées. Un travail particulièrement intéressant a été mené sur la classification des données de l'émission acoustique et la labellisation des classes.

## 2. Matériaux, matériel et méthodes

Les matériaux composites de notre étude ont été fournis par Safran Composites. Il consistait en deux types d'échantillons en fonction de la matrice utilisée pour la fabrication (tableau 1). Tous les échantillons ont le même renforcement : sergé carbone 2x2 ayant une masse surfacique de 335 g/m<sup>2</sup>. La séquence de stratification est également la même pour tous les matériaux : 10 plis [0/45/0/0/45/45/0/0/45/0]. Les échantillons (140\*12\*3mm<sup>3</sup>) ont été découpés détournés avec un état de surface et une rugosité conformes à la norme ASTM D6641, permettant un transfert de la charge combiné en compression depuis le plateau de compression et en cisaillement par les biais des blocs du montage CLC sans écraser la zone de contact (test CLC selon la norme ASTM D-6641).

Les résines	Notations utilisées	Module de Young (GPa)	Contrainte max (MPa)
Resin 7	R7	3.33 ( $\pm 4.5\%$ )	88.04 ( $\pm 2.8\%$ )
Resin 8	R8	4.59 ( $\pm 5.7\%$ )	105.53 ( $\pm 0.8\%$ )

*Tab.1. Identification des résines constituant les matériaux de l'étude.*

La compression a été effectuée par la machine d'essai mécanique INSTRON 1186 équipée d'un capteur de force 200KN. La vitesse de la traverse était de 1 mm/mn dans les phases de charge. Les essais ont été effectués en se référant à la norme ASTM D-6641 et les montages d'essai étaient conformes aux recommandations de la présente norme.

Pour commencer, des tests de compression monotones visant à mesurer le module et la résistance à la compression ont été réalisés. Des répétitions ont été effectuées au moins 5 fois pour chaque matériau. Pendant ces essais, les échantillons étaient uniquement équipés de deux jauges de déformation (KYOWA 5mm). La déformation longitudinale a été enregistrée de chaque côté de l'échantillon. Et la déformation nominale a été prise comme valeur moyenne entre les deux signaux de jauges. Ceci a permis de vérifier que les éprouvettes soumises à la compression ne flambent pas pendant ces essais.

Une fois les propriétés macroscopiques déterminées, des essais multi instrumentés ont été conduits, avec des maintiens de la charge à des niveaux visés afin d'effectuer des observations in-situ. Les moyens déployés sont comme indiqué précédemment : la CIN, l'EA et la  $\mu$ -in-situ.

La CIN permet de mesurer le champ de déformation à la surface des échantillons sur la tranche. La stéréo-corrélation (2 caméras) a été préférée à la mono-corrélation pour :

- Assurer la précision de la mesure
- Eviter les informations manquantes dans le cas de la mono-corrélation (1 caméra) liée au déplacement hors plan.

Un système de caméras a été utilisé pointant la tranche de l'échantillon, donnant accès aux déformations dans le sens de la charge ( $\epsilon_{yy}$ ) et hors plan ( $\epsilon_{zz}$ ). Des caméras ALLIED VISION TECHNOLOGIES (2048\*2048 pixels) ont été utilisées avec les objectifs XENOPLAN (2.0/28mm-0901) fournis par SCHNEIDER OPTICS. La calibration entre les deux caméras a été effectuée à une distance de 40 mm de la surface des échantillons avec un angle relatif de 25°. Avant de commencer la mesure, un mouchetis fin a été réalisé sur les surfaces de tous les spécimens, la taille des points étant au moins égale à trois pixels. La pertinence et la bonne qualité du mouchetis ont été systématiquement contrôlées avant le début du test. À la fin de la mesure, la corrélation a été réalisée sur toute la zone d'intérêt à l'aide du logiciel VIC3D®. Les valeurs de la déformation sont ensuite extraites à l'aide d'une jauge virtuelle d'environ 3mm\*14mm. Enfin, il est important de souligner que, dans cette seconde partie de ce travail, la CIN était la seule technique de mesure de la déformation.

Pour le suivi d'endommagement, la technique de l'EA a été utilisée. Le système était composé de deux capteurs (capteurs MISTRAS PICO) en contact avec l'une des faces de l'échantillon de part et d'autre selon son axe médian (horizontal). La distance entre les deux capteurs était fixée à 8mm. Le seuil et le gain d'acquisition AE étaient d'environ 40 dB (amplificateur MISTRAS). Le traitement des données a été effectué à l'aide du logiciel NOESIS®.

La dernière composante de la multi instrumentation est la  $\mu$ -in-situ. Un vidéo microscope mobile HIROX a été utilisé. Les observations ont été effectuées sur la tranche polie de l'éprouvette (à l'opposé de la tranche avec mouchetis). Les observations ont été effectuées pendant les plateaux de maintien de charge volontaire.

La figure 1 résume les dispositions des éléments de la multi instrumentation par rapport à l'éprouvette.

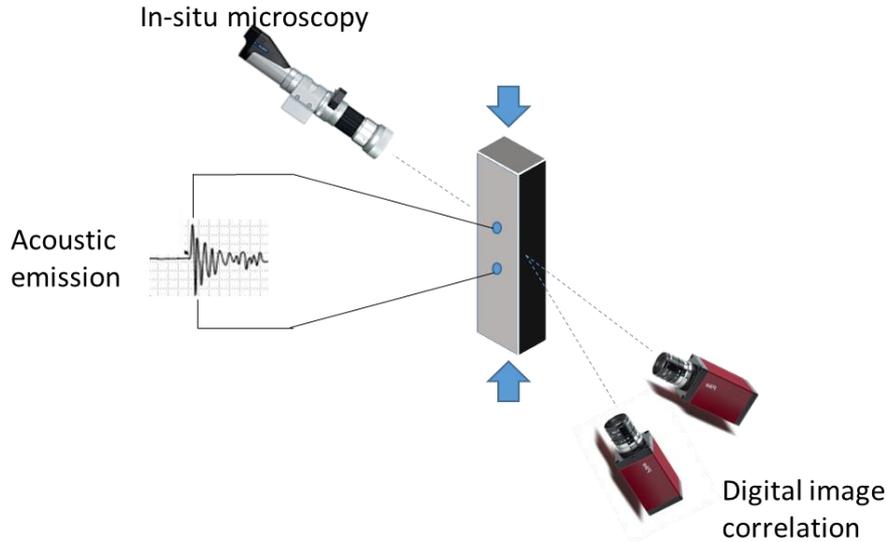


Fig. 1. La disposition des composants de la multiinstrumentation : corrélation d'image numérique (CIN), émission acoustique (EA), microscopie in-situ ( $\mu$ -in-situ).

### 3. Résultats et discussions

#### 4. Propriétés macroscopiques à la compression

Les propriétés à la compression en termes de contrainte maximale et de module sont représentées dans le tableau 2. Les composites R8 présentent une résistance à la compression supérieure à celle du R7. Pour le module en compression, la résine n'a pas d'effet significatif. Ces premiers résultats vont dans le sens que la résine a une influence sur l'initiation ou la propagation de micro-dommages. Cette supposition sera discutée en profondeur à l'aide des outils de multi-instrumentation.

Composites	Résistance compression		Module (GPa)	Ecart (%)
	(MPa)	Ecart (%)		
<b>R7</b>	451,9	4,98	58,35	4,50
<b>R8</b>	503,1	4,10	58,32	3,76

Tab.2. Identification des composites et leur propriétés à la compression.

#### 5. Analyse fine des scénarios d'endommagement

Les figures 2 (a) et (b) contiennent les résultats obtenus lors d'un essai de compression avec la variation de la contrainte mécanique en présence des trois composantes de la déformation moyenne mesurées par CIN. La première constatation à tirer de ces courbes est que la déformation de cisaillement est de moindre importance comparée aux deux autres composantes longi et transverse. Ceci est évident en tenant compte de la nature de l'essai ; compression uniaxiale.

Toutefois, et comme indiqué auparavant, le cisaillement est supposé se manifester localement au niveau des rayons de courbure des fibres longi. Il faut savoir avant tout, que cette composante est extraite à partir d'une jauge virtuelle couvrant la zone utile (14\*3mm<sup>2</sup>). Ceci explique que la valeur moyenne apparente de la déformation par cisaillement semble de second ordre.

D'autre part, et si on observe les champs de déformation  $\epsilon_{yz}$  récupérés à des niveaux de contraintes variables pendant l'essai, on remarque clairement la présence de poche de concentration de déformation  $\epsilon_{yz}$ . Au niveau de ces poches, et comme on peut le constater dans les figures a et b, les niveaux de déformation atteints localement pourraient atteindre |3%| à une contrainte autour de 350 MPa.

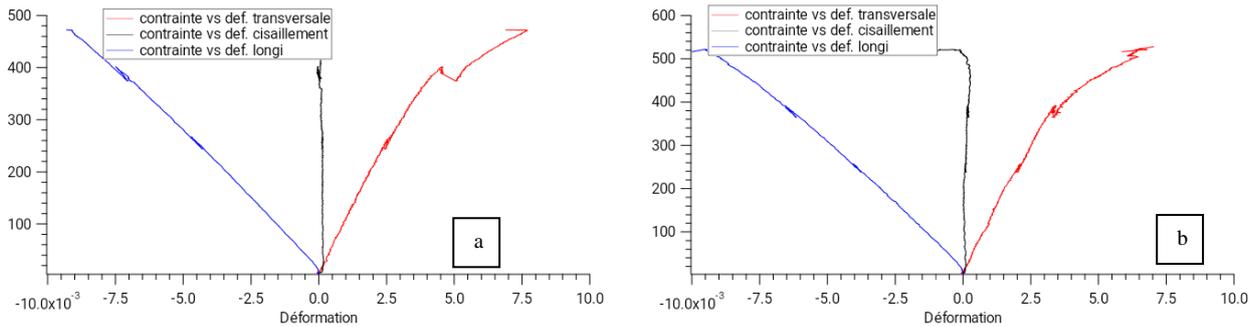


Fig. 2. Résultats de la compression des composites (a) R7 et (b) R8 en termes des trois composantes de la déformation hors plan.

Sans énoncer une hypothèse forte, l'observation des champs de déformation (illustré par des exemples à la figure 3 (a) à (d)) montrent une alternance de poche de résine. Cette alternance pourrait être localement attribuée au motif de tissage et sa répétition le long de la zone d'étude. Cette supposition devrait être confirmée et étayé par des observations de l'architecture du tissage sur laquelle viendra se superposer les mesures de champs.

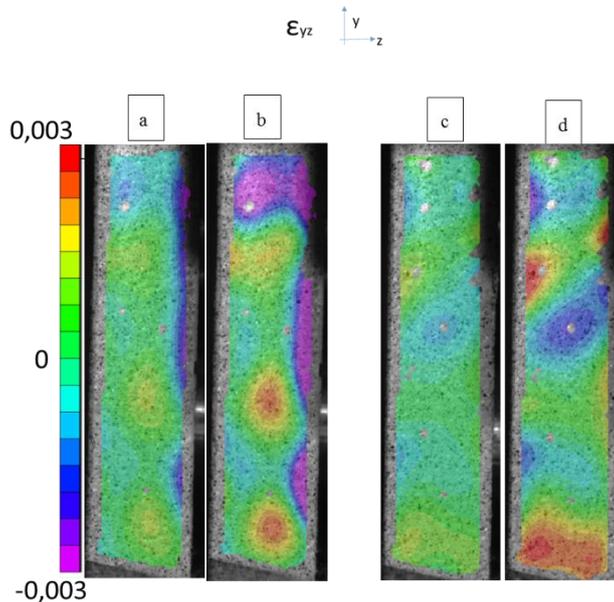


Fig. 3. Déformation de cisaillement pour les composites : R7 a des niveaux de contraintes respectives (a)200MPa (b) 350MPa, et R8 à des niveaux de contraintes respectives (c) 200MPa et (d) 350MPa.

L'EA est ensuite considérée, pour comparer les modes d'endommagement entre les matériaux de l'étude. Pour une première approche globale, les figures 4 (a) et (b) montrent l'évolution de

l'activité acoustique en termes d'amplitude et énergie acoustique absolue cumulée. Clairement, les émissions acoustiques liées aux matériaux R7 et R8 présentent une différence en termes de:

- l'apparition dans le temps.
- Les seuils atteints pour un niveau de contrainte donné.

Ces observations vont en concordance avec les résultats macroscopiques (modules et résistance) et prouvent que la résine utilisée a un effet sur l'apparition et l'amorçage de l'endommagement (microfissures) et puis les événements critiques synonymes de ruine totale des matériaux (délaminage et rupture des fibres).

Ces résultats, associées aux observations des champs de déformation consolident l'idée que la résine utilisée a un effet sur les propriétés globales des matériaux et surtout sur l'apparition de l'endommagement. Toutefois, les mécanismes d'endommagement semblent les mêmes et leur enchaînement ne varie pas chronologiquement.

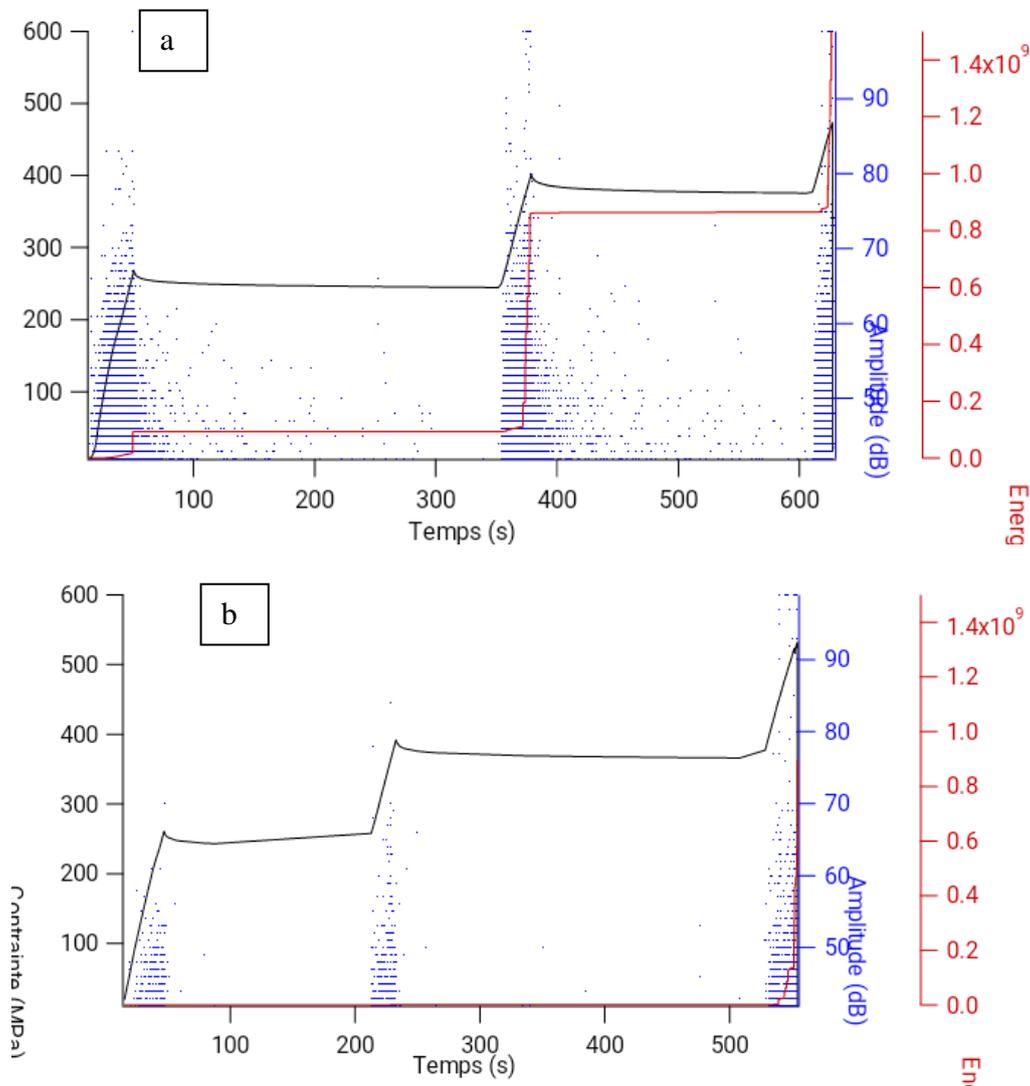


Fig. 4. Activité acoustique temporelle des matériaux (a) R7 et (b) R8 (amplitude et énergie acoustique absolue cumulée).

Ces hypothèses sont confirmées par les observations  $\mu$ -in-situ (figures 5 et 6). On constate que l'endommagement par compression semble être amorcé au niveau des joints de torons transverses et longitudinaux (figures 5(b) et 6(b)). Les zones sombres autour de ses torons sont attribuées à un décollement à l'interface fibre/résine. Ces événements sont exprimés par une activité faible à moyenne en EA. Pour des niveaux de contraintes plus élevés, l'amorçage des fissures et leur propagation semble prendre comme point de départ ces zones interfaciales, pour se transformer rapidement en fissures longitudinales dans la plupart des cas. Cette dernière famille est particulièrement critique puisqu'elle est exprimée par une activité acoustique très importante en nombre et intensité. Ces fissures longitudinales libèrent les torons subissant ainsi une rupture nette des fibres selon la diagonale (de la zone utile). Le résumé du scénario d'endommagement est présenté à la figure 7.

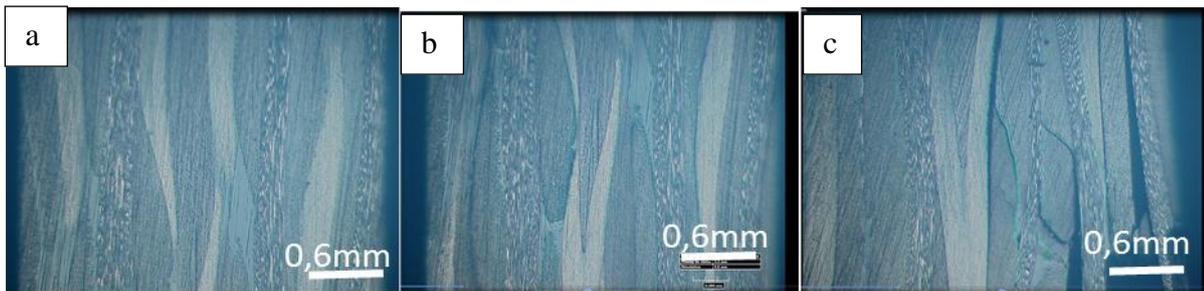


Fig. 5. Observations  $\mu$ -in-situ du composite R7 à (a) 0MPa (b) 200MPa et (c) 450MPa.

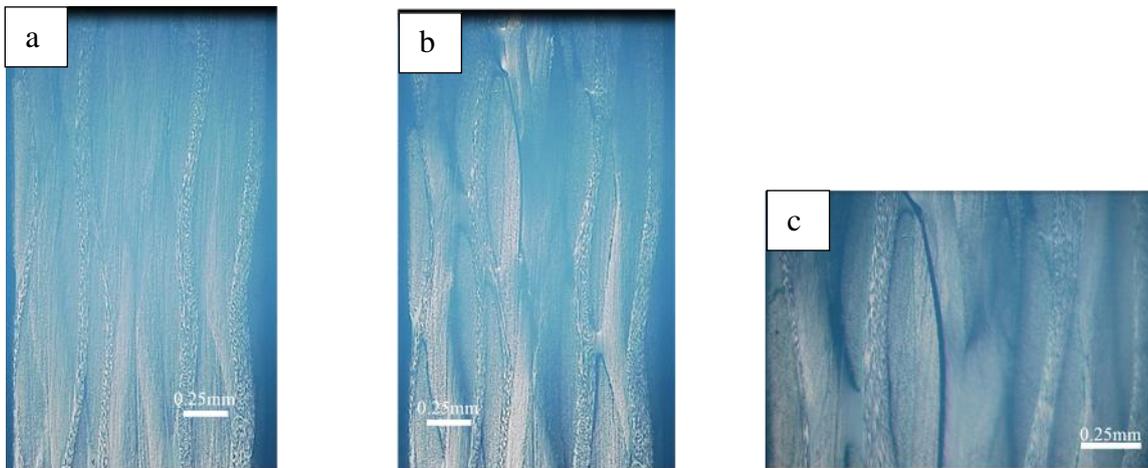


Fig. 6. Observations  $\mu$ -in-situ du composite R8 à (a) 0MPa (b) 350MPa et (c) 500MPa.

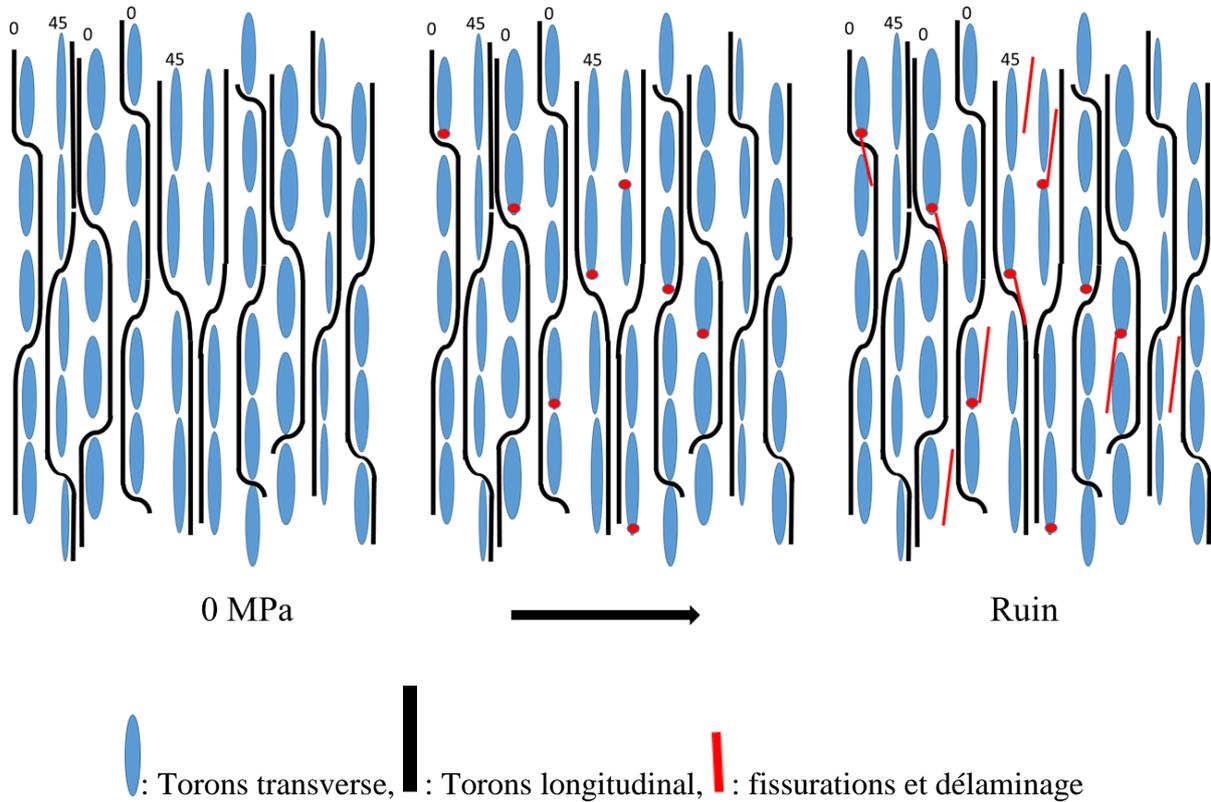


Fig. 7. Schématisation du scénario d'endommagement du début à la ruine totale par compression des matériaux.

Afin d'étayer encore plus les hypothèses du scénario d'endommagement émis et spécialement le début des endommagements majeurs. Un travail de classification des signaux acoustique a été entrepris. Cette classification est basée sur un algorithme non supervisé selon la méthode K-means. Le but est de classer puis labelliser les familles en lien avec les événements physiques identifiés par multiinstrumentation. Avoir recours à l'algorithme de K-means a nécessité des étapes de pré traitement des données à savoir :

- La normalisation des données
- Le choix des vecteurs influents : une analyse par composante principale et Dendrogram à l'appui, visant à déterminer les vecteurs porteurs de la majorité d'information des données acoustiques et donc réduire la taille de la base de travail
- L'utilisation d'un critère mathématique (DB : Davies-Bouldin) permettant d'avoir une idée sur le nombre de classe optimale (K) au sein de la population de données proposées, en lien avec le critère de DB, le nombre de classe optimale est confirmé par les observations microscopiques in-situ et post mortem.

L'application de cette démarche nous a permis d'identifier trois classes de signaux acoustiques (figure 8 et 9). Confrontées aux observations microscopiques, il en ressort une éventuelle labellisation de trois familles : bruit+microfissures/ micro-décohésion, décohésion/ fissuration, délaminage et rupture des fibres. Les différentes classes identifiées pour chaque matériaux sont représentées dans les figures 8 et 9 en termes de l'énergie acoustique absolue cumulée/classe. La première classe, est de moindre impact énergétique pour les deux matériaux pourrait être attribuée à des microfissures et la micro-décohésion. La seconde classe est la classe intermédiaire en termes d'énergie. Elle est donc assimilée à la fissuration et la décohésion. Cette famille est particulièrement importante dans notre étude vu qu'elle pointe le début de et l'amorçage des dommages.

L'apparition de cette famille diffère entre les deux matériaux en fonction du seuil de contrainte. Pour le matériau R7, l'apparition de la classe 2 et -donc l'endommagement- est à 200MPa contre 370MPa pour le matériau R8. Ceci confirme encore une fois les hypothèses sur le scénario d'endommagement ainsi que le rôle de la résine identifié par l'approche globale. La dernière classe concerne la famille des évènements donnant place à la ruine totale du matériau et donc la fin de l'essai.

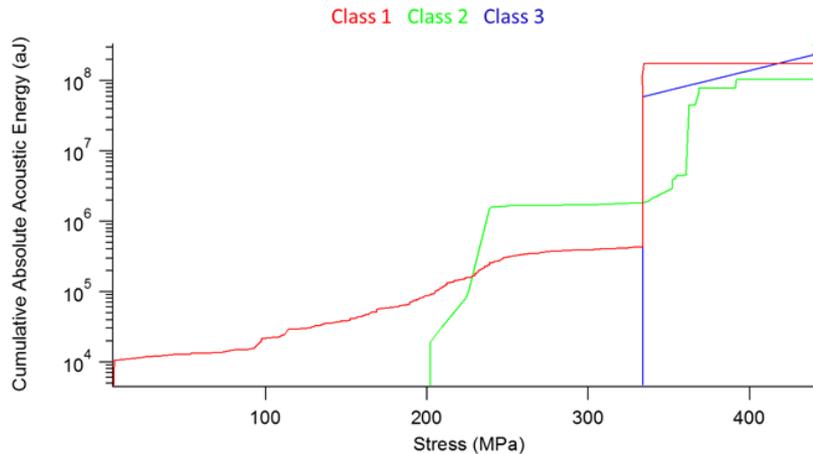


Fig. 8. Evolution de l'énergie acoustique absolue cumulée par classe de signaux pour le matériau R7.

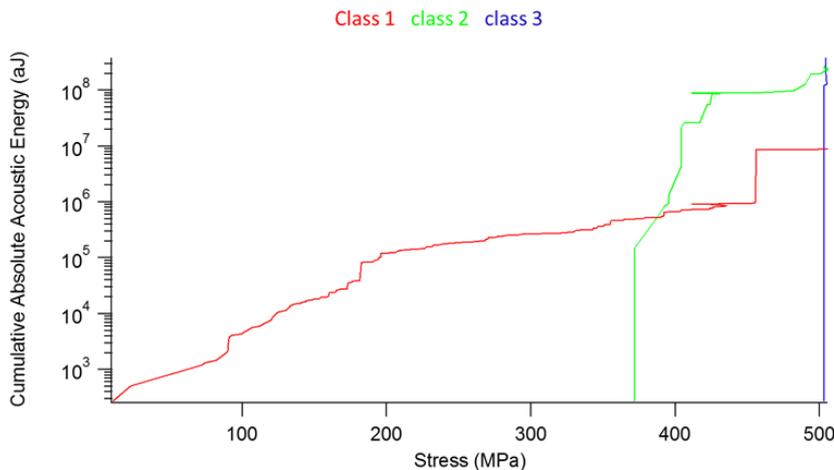


Fig. 9. Evolution de l'énergie acoustique absolue cumulée par classe de signaux pour le matériau R8.

## 6. Conclusion

Notre étude avait pour objectif d'identifier

- Les mécanismes d'endommagement dans des composites à renfort tissé
- L'effet de la résine utilisée sur la tenue en compression

La démarche suivie était basée sur l'exploitation des données issues d'une instrumentation riche (corrélation d'image numérique, émission acoustique, microscopie in-situ). La complémentarité de ces données a permis de mettre au clair l'apparition des phénomènes constituant le scénario d'endommagement. Un travail particulier sur les signaux d'émission acoustique en termes de classification des données a permis de raffiner et de consolider les hypothèses établies.

**Références**

- [1] Bai Y and Keller T (2011) Delamination and kink-band failure of pultruded GFRP laminates under elevated temperatures and compression. *Composite Structures* 93(2). Elsevier Ltd: 843–849. DOI: 10.1016/j.compstruct.2010.07.010.
- [2] Bai Y, Vallée T and Keller T (2009) Delamination of pultruded glass fiber-reinforced polymer composites subjected to axial compression. *Composite Structures* 91(1). Elsevier Ltd: 66–73. DOI: 10.1016/j.compstruct.2009.04.030.
- [3] Davidson P, Waas AM, Yerramalli CS, et al. (2012) Effect of Fiber Waviness on the Compressive Strength of Laminated Composites. In: *The Second International Symposium on Composite Materials and Structures*, 2012, p. 1422.
- [4] Lee SH, Yerramalli CS and Waas AM (2000) Compressive splitting response of glass-fiber reinforced unidirectional composites. *Composites Science and Technology* 60(16): 2957–2966. DOI: 10.1016/S0266-3538(00)00159-7.
- [5] N. V. Carvalho, S. T. Pinho PR (2009) Compressive failure of 2D woven composites. In: *ICCM International Conferences on Composite Materials*, 2009, p. 10.
- [6] Odom EM and Adams DF (1990) Failure modes of unidirectional carbon/epoxy composite compression specimens. *Composites* 21(4): 289–296. DOI: 10.1016/0010-4361(90)90343-U.
- [7] Sun W, Vassilopoulos AP and Keller T (2015) Experimental investigation of kink initiation and kink band formation in unidirectional glass fiber-reinforced polymer specimens. *Composite Structures* 130. Elsevier Ltd: 9–17. DOI: 10.1016/j.compstruct.2015.04.028.
- [8] Tsampas SA, Greenhalgh ES, Ankersen J, et al. (2015) Compressive failure of hybrid multidirectional fibre-reinforced composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 71. Elsevier Ltd: 40–58. DOI: 10.1016/j.compositesa.2015.01.002.
- [9] Vieille B, Casado VM and Bouvet C (2014) Influence of matrix toughness and ductility on the compression-after-impact behavior of woven-ply thermoplastic- and thermosetting-composites: A comparative study. *Composite Structures* 110(1). Elsevier Ltd: 207–218. DOI: 10.1016/j.compstruct.2013.12.008.