



HAL
open science

Approche prévisionnelle dans la détermination du module d'élasticité de composites à matrice thermoplastique

L. Avérous, Jean-Christophe Quantin, Dominique Lafon-Pham, A. Crespy

► To cite this version:

L. Avérous, Jean-Christophe Quantin, Dominique Lafon-Pham, A. Crespy. Approche prévisionnelle dans la détermination du module d'élasticité de composites à matrice thermoplastique. Dixièmes Journées nationales sur les composites, AMAC - Association pour les matériaux composites, Oct 1996, Paris, France. hal-04662170

HAL Id: hal-04662170

<https://imt-mines-ales.hal.science/hal-04662170v1>

Submitted on 28 Aug 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**APPROCHE PREVISIONNELLE DANS LA DETERMINATION DU
MODULE D'ELASTICITE DE COMPOSITES A MATRICE
THERMOPLASTIQUE.**

**ESTIMATED APPROACH IN THE DETERMINATION OF ELASTIC
MODULUS FOR COMPOSITES WITH THERMOPLASTIC MATRIX.**

L. Avérous, J. C. Quantin, D. Lafon, A. Crespy

Ecole des Mines d'Alès, Laboratoire 3MO, 6, avenue de Clavières, 30319 Alès
Cedex - France

RESUME

Cette étude porte sur la mise en oeuvre d'un modèle mécanique mixte (multicouche-autocohérent), de manière à prévoir le module d'élasticité de composites. Le matériau étudié est un polypropylène chargé fibres de verre broyées. Afin de tester différents produits, des lots de fibres de longueurs différentes ont été utilisés. Afin d'alimenter le modèle, nous avons procédé à des déterminations semi-automatiques par analyse d'images couplée avec la microscopie. Il s'agit de mesures de taille (granulométrie) et d'orientation des fibres au sein de leur matrice thermoplastique. Les résultats donnés par le modèle sont en bon accord avec ceux obtenus par voie expérimentale (essais de traction uniaxiale).

ABSTRACT

This study relates to the processing of a multilayer-selfconsistent mechanical model in order to estimate the elastic modulus of composites. The chosen material is short fiberglass reinforced polypropylene. In order to test different products, various fiberglass lengths were used. To process the model, some determinations by image analysis coupled with microscopy were performed. These determinations include size measurements and the orientation evaluations of the fibers inside the thermoplastic matrix. The results given by the model prove to be in good agreement with the experimental (tensile testing) values.

**ANALYSE D'IMAGES - MODELE MECANIQUE - MODULE D'ELASTICITE -
POLYPROPYLENE RENFORCE - FIBRES DE VERRE
IMAGE ANALYSIS - MECHANICAL MODEL - ELASTIC MODULUS -
REINFORCED POLYPROPYLENE - FIBERGLASS**

INTRODUCTION

Les composites à matrice polymère prennent une place toujours plus importante sur le marché des matériaux. L'étendue et la spécificité des domaines d'utilisation de ces matériaux nécessitent un ajustement de leurs propriétés. Cette adaptation peut se faire à travers leur élaboration. Ce travail s'inscrit dans le cadre de l'optimisation des propriétés mécaniques du matériau.

Pour cette étude, le matériau composite sélectionné est un polypropylène chargé fibres de verre courtes. Dans l'élaboration des produits étudiés, nous avons fait varier les caractéristiques des fibres avant leur incorporation dans la matrice.

Le point de départ de l'étude est l'obtention, par analyse d'images, de paramètres microtexturaux (Avérous, 1995) concernant les fibres de verre au sein d'une matrice. Ceci nous a permis de quantifier les variations générées lors de l'élaboration des matériaux. Nous avons notamment déterminé la granulométrie des fibres et leurs orientations dans la matrice. Ces paramètres, une fois établis, peuvent être pris en compte dans un modèle mécanique mixte (multicouche-autocoherent) que nous avons développé, dans une approche prédictive du module d'Young du matériau étudié. Ces résultats de modélisation sont ensuite comparés à ceux obtenus par des tests en traction uniaxiale effectués sur des éprouvettes de type haltère.

PARTIE EXPERIMENTALE

Matériaux étudiés

Le matériau sélectionné pour l'étude est un polypropylène homopolymère isotactique chargé à 30 % en masse de fibres de verre courtes broyées.

Le polypropylène utilisé est une résine commerciale d'Atochem (Appryl 3030 MN1), de masse moléculaire moyenne en nombre de l'ordre de $59000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ et de masse moléculaire moyenne en poids de $325000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$.

Les renforts utilisés sont deux lots de fibres de verre E de diamètre constant égal à $14 \mu\text{m}$ et de longueurs différentes. Ces deux lots sont dénommés FC et FCS dans la suite.

Le mélange entre la charge et la matrice thermoplastique est effectué dans une extrudeuse bi-vis corotative (Clextral BC 45). La charge est incorporée au niveau de la vis, en zone fondue (température d'environ $240 \text{ }^\circ\text{C}$), afin de minimiser le broyage des fibres lors du séjour dans l'extrudeuse (Lunt & Shortall, 1980). Les produits finaux se présentent sous forme d'éprouvettes haltère injectées (presse à injecter Billion de 90 tonnes de force de fermeture). C'est dans la partie centrale des éprouvettes que sont faites les déterminations microtexturales.

Déterminations par analyse d'images

A partir du couple analyse d'images et microscopie, nous avons développé et mis au point diverses techniques de caractérisation. Parmi celles-ci, une méthode de

détermination de la granulométrie des fibres (Avérous et al., 1994 et 1995a) nous permet notamment de déterminer les longueurs moyennes des fibres des produits finaux.

Il s'agit d'une technique semi-automatique qui traite les images obtenues par microscopie optique de fibres dispersées sur une lame de verre. Les fibres sont séparées de leur matrice thermoplastique par pyrolyse au four à 500 °C, pendant une heure. Un minimum de 800 fibres sont ainsi traitées pour chaque lot étudié, ce qui nous permet d'établir les distributions granulométriques en nombre et en mesure correspondantes.

De plus, nous avons mis au point une technique originale de détermination de l'orientation des fibres dans la matrice à partir d'observations de sections polies par microscopie électronique à balayage (Avérous, 1995 ; Avérous et al., 1995b). Les paramètres d'orientation de chaque fibre sont obtenus à partir de la mesure de l'empreinte elliptique de la fibre sur le plan de coupe. La qualité de la définition des empreintes des fibres est le résultat de délicates opérations de polissage. Par analyse d'images nous avons automatisé le traitement des images en niveaux de gris obtenues par microscopie électronique à balayage.

Méthodes d'obtention des résultats théoriques et expérimentaux

1-Modèle mécanique mixte (multicouche-autocohérent)

On considère le composite étudié comme la superposition de plusieurs couches unidirectionnelles ; Pour chacune, les fibres ont une orientation unique (approche du type Halpin & Kardos, 1978). Pour la matrice et la fibre on suppose un comportement élastique classique. La rigidité de chaque couche unidirectionnelle est déterminée selon un schéma dit autocohérent (Peyroux, 1990). Ce schéma est assez bien adapté à la description de composites à fibres courtes. La charge est considérée comme étant dans un milieu qui possède les mêmes propriétés que le composite réel, permettant une prise en compte des interactions entre charges.

Pour chacun des produits nous avons déterminé la répartition des inclinaisons des fibres par rapport à la direction de sollicitation. Cette répartition est divisée en n classes ; à chacune des classes on associe, dans la modélisation, une couche unidirectionnelle contenant une fraction a_i de l'ensemble des fibres. Dans chaque couche le module d'Young E_i dans la direction de sollicitation est déterminé selon un modèle autocohérent.

Deux méthodes sont alors proposées pour déterminer le module d'Young du composite :

- La première suppose que la rigidité du composite est égale à la moyenne des rigidités de chacune des couches pondérée par la fraction volumique de fibre contenue dans chaque couche. On obtient alors :

$$(1) \quad E_{comp}^{(1)} = \sum_{i=1}^n a_i E_i \text{ avec } \sum_{i=1}^n a_i = 1$$

- La deuxième suppose que la souplesse du composite est égale à la moyenne des souplesses de chacune des couches pondérée par la fraction volumique de fibre contenue dans chaque couche. On obtient alors :

$$(2) \quad \frac{1}{E_{comp}^{(2)}} = \sum_{i=1}^n \frac{a_i}{E_i} \text{ avec } \sum_{i=1}^n a_i = 1$$

La valeur du module du composite est théoriquement encadrée par les deux bornes précédentes $E_{comp}^{(1)}$ et $E_{comp}^{(2)}$.

2-Essais de traction uniaxiale (résultats expérimentaux)

Les essais sont réalisés sur les éprouvettes haltère injectées. Elles sont sollicitées sur une presse universelle d'essai DY26 Adamel Lhomargy, équipée d'un extensomètre asservi par un système optique de suivi de deux repères. La longueur d'éprouvette calibrée que nous avons utilisée est de 50 mm. Nous avons testé 10 éprouvettes pour chaque produit, selon les recommandations de la norme NF T 51-034. La vitesse de traction est de 1 mm/mn pour la détermination du module d'Young.

RESULTATS - DISCUSSION

Résultats d'analyse d'images

1-Détermination des longueurs des fibres

Les résultats granulométriques des produits testés, FC et FCS, en nombre et en mesure (longueur) sont présentés dans le tableau 1. Il apparaît qu'après mise en oeuvre, on obtient deux populations de fibres dont les tailles moyennes restent différentes. Celles-ci sont mesurées après pyrolyse de la matrice.

	Longueur moyenne en nombre : microns	Longueur moyenne en mesure : microns
FC	107	209
FCS	56	100

Tableau 1 : résultats granulométriques
Granulometric results

2-Détermination de l'orientation des fibres

Les résultats des répartitions par classe d'inclinaison des fibres par rapport à l'axe principal de l'éprouvette (direction d'injection et de sollicitation en traction uniaxiale) sont présentés dans le tableau 2. Au travers de ce tableau, il apparaît que plus les fibres sont longues et plus elles s'orientent préférentiellement dans le sens d'injection (voir Fig. 1). Ceci est dû à l'effet de la taille des fibres sur leur mobilité dans le flux de matière (Bailey & Rzepka, 1991).

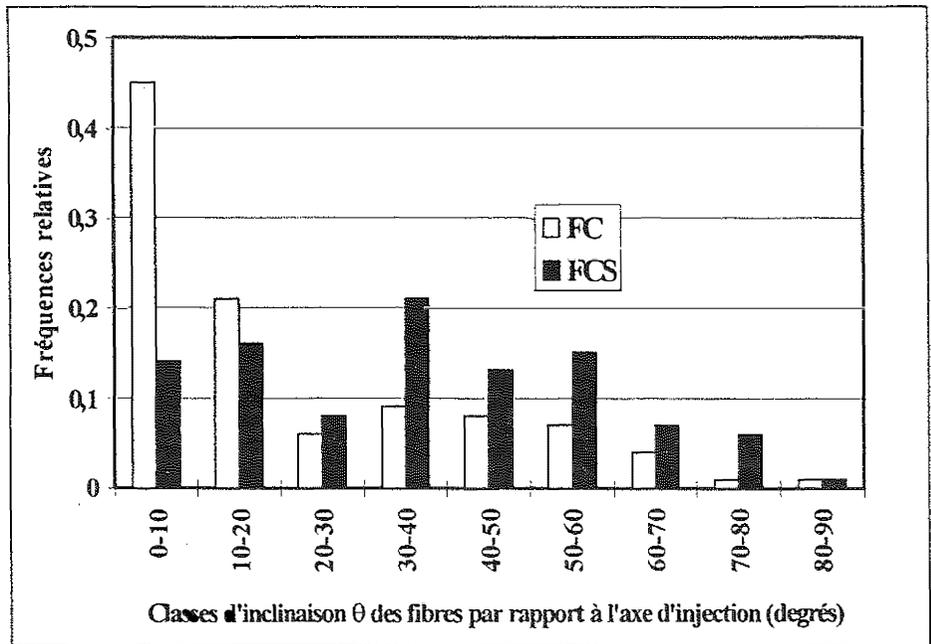


Fig. 1 : Histogramme de répartition des orientations de fibres par classes d'inclinaison, pour les produits FC et FCS
Repartition of the fiber inclinations (FC and FCS)

Valeurs prévisionnelles de module

Les résultats concernant les différentes rigidités calculées dans chaque couche pour les produits FC et FCS sont présentés dans le tableau 2.

Classe i		1	2	3	4	5	6	7	8	9
Inclinaison : degrés		0-10	10-20	20-30	30-40	40-50	50-60	60-70	70-80	80-90
FC	Fraction en fibres a_i	0,45	0,21	0,06	0,09	0,08	0,07	0,04	0,01	0,01
	E_i : MPa	6859	4957	3400	2549	2140	1987	1990	2072	2149
FCS	Fraction en fibres a_i	0,14	0,16	0,08	0,21	0,13	0,15	0,07	0,06	0,01
	E_i : MPa	4311	3645	2903	2385	2097	1978	1974	2030	2082

Tableau 2 : Détermination de l'orientation des fibres et de la rigidité calculée de chaque couche, pour les différents produits FCS et FC
Fibers orientation and stiffness results for each determined layer

Les résultats du modèle autocohérent ont été fournis par le logiciel « Self » (Peyroux, 1990). Dans ce calcul nous utilisons un élargissement moyen des fibres égal au rapport de la taille moyenne en longueur par le diamètre constant de la fibre. Les données complémentaires communes aux deux produits étudiés et nécessaires à l'exploitation du modèle sont présentées dans le tableau 3.

	Matrice PP	Fibres de verre
Module d'Young : MPa	1530	73000
Coefficient de Poisson	0,4	0,25

Tableau 3 : Modules d'Young et coefficients de Poisson de la matrice et de la fibre de verre
Matrix and fiberglass Young's modulus and Poisson's coefficient

Comparaison des résultats théoriques et expérimentaux

Les résultats finaux de l'approche prévisionnelle sont présentés dans le tableau 4 où ils sont comparés aux valeurs expérimentales (E_{comp}^{exp}).

	$E_{comp}^{(1)}$: MPa	E_{comp}^{exp} : MPa	$E_{comp}^{(2)}$: MPa
FC	4930 (+15 %)	4280	3910 (-9 %)
FCS	2730 (-12 %)	3090	2520 (-18 %)

Tableau 4 : Résultats des modules longitudinaux prévisionnels et expérimentaux (les écarts relatifs figurent entre parenthèses)
Estimated and experimental modulus results

Il apparaît que l'on a un bon accord entre le modèle mixte que nous avons développé, notamment pour les fibres les plus longues, et les résultats expérimentaux. Les fibres plus courtes génèrent un biais plus important sur la mesure des paramètres d'orientation (Averous, 1995) ce qui se traduit par une dérive plus importante sur l'estimation du module. De plus, pour chaque classe d'orientation, on devrait prendre en compte la distribution des élargissements correspondante. Mais les déterminations de ces deux distributions sont, dans notre cas, découplées. Nous utilisons donc dans notre calcul un élargissement moyen ; ceci peut être une source de biais supplémentaire.

CONCLUSION

Cette étude nous permet d'exploiter des données granulométriques et d'orientations des fibres au sein de leur matrice thermoplastique issues de déterminations faites par analyse d'images et microscopie.

Nous avons comparé des résultats mécaniques expérimentaux à des valeurs prévisionnelles obtenues par un modèle mixte multicouche-autocoherent. Pour alimenter ce modèle nous avons utilisé les résultats de granulométrie et d'orientation. Les résultats de modélisation démontrent la pertinence des paramètres microtexturaux pris en compte et l'intérêt d'une approche prévisionnelle des propriétés mécaniques par le contrôle de l'élaboration du matériau; ceci s'effectue, dans notre cas, en maîtrisant la granulométrie des fibres incorporées.

Cette étude peut s'intégrer dans un cadre plus large d'optimisation des propriétés des matériaux composites et peut, à ce titre, faire l'objet de nombreux développements.

BIBLIOGRAPHIE

- Avérous L., 1995. « Etude par analyse d'images de la microtexture d'un polypropylène chargé fibres de verre broyées. Relation avec les propriétés du matériau. », Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, juillet 1995.
- Avérous L., Quantin J. C., Lafon D. & Crespy A., 1994. « Microtextural characterization of fiberglass reinforced polypropylene : effect of the filler size. », ISPAC 7th, Les Diablerets (Suisse), may 1994, III.22-III.23.
- Avérous L., Quantin J. C., Lafon D. & Cespy A., 1995a. « Granulometric characterization of short fiberglass in reinforced polypropylene. Relation to processing conditions and mechanical properties. », International Journal of Polymer Analysis and Characterization, 1, 1995, 339-347
- Avérous L., Quantin J. C., Lafon D. & Crespy A., 1995b. « Determination of 3D fiber orientations in reinforced thermoplastics, using scanning electron microscopy. », Acta Stereologica, 14/1, 1995, 69-74.
- Bailey R. & Rzepka B., 1991. « Fibre orientation mechanisms for injection molding of long fibre composites. », Intern. Polymer Processing, VI, N°1, 1991, 35-41.
- Halpin J. C. & Kardos J. L., 1978. « Strength of discontinuous reinforced composites: I. Fiber reinforced composites. », Polymer Engineering and Science, 18, N°6, may 1978, 496-504.
- Lunt J. M. & Shortall J. B., 1980. « Extrusion compounding of short-glass-fibre-filled nylon 6.6 blends. », Plastics and Rubber : Processing, june 1980, 37-44.
- Peyroux R., 1990. « Caractéristiques thermoélastiques de matériaux composites à fibres courtes. », Thèse de l'Université de Montpellier II, mai 1990.