



HAL
open science

Microtomographie à rayons X et essais d'extraction pour caractériser les contacts fibre-fibre dans des composites à fibres courtes lors de leur mise en forme = X-ray microtomography and pull-out test to characterise fibre-fibre contacts in short fibre-reinforced composites during their processing

Olivier Guiraud, Laurent Orgéas, Pierre J.J. Dumont, Denis Favier

► **To cite this version:**

Olivier Guiraud, Laurent Orgéas, Pierre J.J. Dumont, Denis Favier. Microtomographie à rayons X et essais d'extraction pour caractériser les contacts fibre-fibre dans des composites à fibres courtes lors de leur mise en forme = X-ray microtomography and pull-out test to characterise fibre-fibre contacts in short fibre-reinforced composites during their processing. JNC 16, Jun 2009, Toulouse, France. 10 p. hal-00394723

HAL Id: hal-00394723

<https://hal.science/hal-00394723>

Submitted on 12 Jun 2009

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.

Microtomographie à rayons X et essais d'extraction pour caractériser les contacts fibre-fibre dans des composites à fibres courtes lors de leur mise en forme

X-ray microtomography and pull-out test to characterise fibre-fibre contacts in short fibre-reinforced composites during their processing

O. Guiraud¹, L. Orgéas¹, P.J.J. Dumont², D. Favier¹

¹CNRS / Université de Grenoble, Laboratoire Sols-Solides-Structures-Risques (3S-R)
BP 53 38041 Grenoble cedex 9

olivier.guiraud@grenoble-inp.fr, laurent.orgeas@grenoble-inp.fr, denis.favier@grenoble-inp.fr

²CNRS / Institut Polytechnique de Grenoble (Grenoble INP) Laboratoire de Génie des Procédés Papetiers (LGP2)
BP 65, 38402 Saint-Martin-d'Hères cedex, France

pierre.dumont@grenoble-inp.fr

Résumé

Au cours de leur mise en forme, les matériaux composites à matrice polymère renforcés par des fibres courtes tels que les SMC ou les GMT présentent un comportement rhéologique qui dépend très fortement des interactions fibre-fibre se produisant lors de leur écoulement. Pour quantifier ces interactions, des essais d'extraction sont réalisés sur des matériaux composites modèles dont la microstructure est contrôlée et imite celles des matériaux industriels : le renfort fibreux constitue un squelette dans lequel les fibres sont fortement connectées les unes aux autres. Une analyse de microstructures à partir de clichés obtenus par microtomographie à rayons X montrent que les réseaux fibreux sont à orientation plane et que le nombre de contacts fibre-fibre par fibre est bien représenté par une approche statistique de type « tube model ». Les essais de pull-out ensuite réalisés montrent les fortes influences de la fraction volumique de fibres, de la vitesse et de la longueur d'extraction, et de la contrainte de confinement sur les forces d'extraction. Ces deux aspects permettent alors de mettre en place un modèle de forces de contact.

Abstract

During their forming process, the rheology of short fibre reinforced polymer composites such as SMC or GMT is highly influenced by fibre-fibre interactions which occur during their flow. To quantify such contact interactions, pull-out tests were carried out on model polymer composites, the microstructure of which is controlled and mimic that of industrial composites : the fibrous reinforcement is a network where fibres are highly connected. A first analysis of the considered microstructures is performed by using X-ray microtomography volumes, showing (i) that corresponding fibrous networks exhibit planar orientation and (ii) that the number of fibre-fibre contacts per fibre is rather well predicted by the statistical tube model. Then pull-out results emphasise the strong influence of the volume fraction of fibres, the extraction velocity and length, and the confining stress on the extraction forces. These two aspects allow establishing a fibre-fibre interaction model.

Mots Clés : Composites à fibres courtes, essais d'extraction, microtomographie à rayons X

Keywords : Short fibre-reinforced composites, Pull-out tests, X-ray microtomography

1. Introduction

Les matériaux composites à matrices polymère renforcées par des fibres courtes tels que les Sheet Moulding Compounds (SMC), les Glass Mat Thermoplastics (GMT) ou bien encore les Carbon Mat Thermoplastics (CMT) sont très largement utilisés aujourd'hui dans les secteurs de l'automobile ou de l'électrotechnique. Les fibres ou mèches de fibres qui constituent leur renfort sont en une quantité telle (fraction volumique $\approx 0.05-0.2$ %) que chaque fibre ou mèche a de multiples points de contact avec ses voisines. Au cours de la mise en forme de ces matériaux, le plus souvent par compression à l'état mou (le polymère est fondu dans le cas de matrices thermoplastiques ou non réticulé dans le cas de matrices thermodurcissables), les mécanismes d'interaction se produisant au niveau de ces zones de contact conditionnent très largement leur rhéologie. Ils sont à la base de la plupart des modèles rhéologiques construits sur des considérations micromécaniques [1-5]. Pour mieux appréhender la micromécanique des contacts entre fibres ou mèches de fibres, plusieurs auteurs ont déjà réalisé des essais d'extraction (pull-out) de fibres ou de mèches dans le cas de composites de type GMT [2,3] ou CMT [6] à l'état mou. Ces études

sont assez complètes. Cependant, en raison de l'utilisation de mats de renforts fibreux d'origine industrielle, le panel de microstructures fibreuses testées est resté limité. De plus, le rôle de la contrainte de confinement pourtant présente en condition de mise en forme n'a pas été étudié. Enfin, des hypothèses fortes concernant l'architecture fibreuse ont été posées *a priori* pour établir les modèles micromécaniques de contacts ; elles n'ont malheureusement pas été validées.

En partant de ce constat, l'objectif de cette contribution est de compléter les travaux de la littérature cités précédemment [2,3,6]. Pour cela, des suspensions concentrées modèles à base de gel transparent et de mèches de fibres de verre, dont la microstructure est contrôlée et plutôt facilement quantifiable, sont élaborées de sorte à imiter l'architecture fibreuse des composites industriels (§ 2). Plusieurs fractions volumiques de renfort ou fibres sont étudiées. La microstructure de ces suspensions est ensuite analysée à l'aide d'imagerie par microtomographie à rayons X (§ 3). Ces suspensions sont alors soumises à des essais d'extraction avec ou sans pression de confinement, grâce au dispositif présenté au § 2. Les principaux résultats sont donnés et discutés au § 4.

2. Matériaux et procédure expérimentale

2.1 Elaboration des composites modèles

La matrice et les renforts suivants ont été utilisés pour constituer les suspensions de mèches modèles :

- Un gel de paraffine Versagel (Penreco), choisi comme matrice pour plusieurs raisons :
 - A une température de 50°C, ce gel est plutôt liquide et sa rhéologie présente un caractère visqueux, rhéofluidifiant. Sa viscosité η , déterminée en compression simple suit une loi puissance sur une grande plage de déformation, *i.e.* $\eta = \eta_0 \dot{\epsilon}^{n_m - 1}$, avec une sensibilité à la vitesse de déformation n_m proche de 0.8 et une consistance η_0 de l'ordre de 10^{-2} MPa s n_m , *i.e.* du même ordre de grandeur de celle des composites industriels lors de leur mise en forme.
 - A 120°C, sa viscosité chute très fortement ($\approx 10^{-6}$ MPa s n_m), ce qui permet une élaboration aisée des échantillons par imprégnation (*cf.* paragraphe suivant)
 - A l'ambiante, il est solide, ce qui facilite la manipulation des échantillons avant essais et fige les microstructures.
 - Il est transparent, permettant la visualisation des mèches de fibres à travers la matrice.
- Des mèches de fibres de verre fournies par la société Owens Corning. Elles sont composées de 200 fibres de verre cylindriques d'un diamètre de 15.4 μm et de longueur $l_f = 12$ mm. L'ensimage des fibres est un mélange de silane, de polyvinylacétate et d'époxydes. Au préalable, 10% des mèches sont teintées en noir afin de faciliter leur observation à travers le gel transparent.

Le protocole de fabrication des échantillons est scindé en deux étapes :

- La première étape consiste en la fabrication de mats de mèche de fibres. Pour cela, le dispositif et le protocole mis au point par Dumont *et al.* [7] puis par Vassal [8] sont utilisés. Ils permettent d'obtenir des mats de mèches de fibres de verre à orientation plane (type SMC) dont la microstructure est entièrement contrôlée, tant au niveau de l'homogénéité de la répartition spatiale des mèches (variation de fraction volumique absolue dans les échantillons de $\pm 2\%$ autour de la valeur désirée [8]) qu'au niveau de l'orientation globale des mats. Le protocole consiste à déposer le lit de mèches sur une couche de gel de paraffine très fluide (120°C). La suspension se forme par sédimentation des mèches. Deux lits de mèches préimprégnées de 3 mm d'épaisseur, de 170 mm de longueur et de 80 mm de largeur sont nécessaires par échantillon.
- La deuxième étape consiste, dans un premier temps, en empilant les deux pré-imprégnés refroidis, à y insérer 5 mèches identiques aux autres mèches, mais continues, parallèles et équidistantes (distance ≈ 10 mm), traversant l'échantillon dans le sens de la longueur des mats. Le tout est alors inséré dans un moule chauffé à 90°C : la viscosité de la matrice est abaissée et l'imprégnation des mèches facilitée. Cette imprégnation est réalisée sous une pression de $5 \cdot 10^{-3}$ MPa durant 10 min.

Divers échantillons ont été fabriqués en suivant cette démarche, leur fraction volumique de mèches ϕ variant de 0.017 à 0.126. Cette dernière est pilotée par la fraction massique de mèches utilisée pour fabriquer les échantillons. La photo de la figure 1 prise au-dessus de l'échantillon représente une des suspensions ainsi fabriquées (fraction volumique ϕ de 0.126). Comme le montre cette photo, les mèches teintées en noir sont très clairement visibles et sont bien réparties dans le plan principal (\mathbf{e}_1 , \mathbf{e}_2) de l'échantillon.

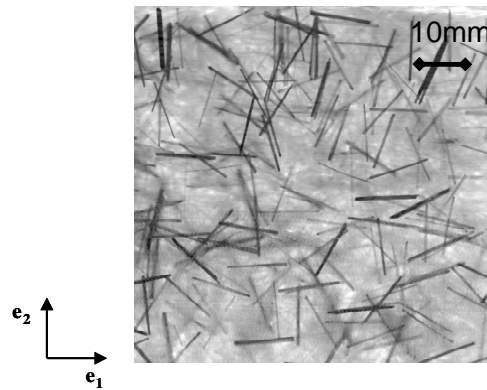


Fig.1. Exemple d'échantillon de composites modèles élaborés, à orientation de mèches isotrope dans $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ et avec une fraction volumique de mèches ϕ de 0.126. (10% d'entre elles sont visibles et teintées en noir).

2.2 Dispositif d'essais d'extraction

Le dispositif expérimental d'extraction qui a été conçu et mis au point, est représenté schématiquement sur la figure 2 ; Il est composé des éléments suivants:

- D'un moule fermé, dont les dimensions intérieures L et l dans $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ sont respectivement égales à 170 mm et 80 mm, dans lequel sont insérés les échantillons d'épaisseur $h \approx 6$ mm. Les parois fermant le moule longitudinalement sont percées de 5 trous permettant le passage des mèches continues traversant les échantillons imprégnés. De plus, le plateau supérieur permet d'appliquer une compression œdométrique sur l'échantillon testé. Enfin, l'ensemble du dispositif est asservi en température par un système de cartouches chauffantes.
- D'une presse manuelle et d'un dynamomètre placé sur le plateau supérieur du moule pour appliquer l'effort de confinement F_n .
- D'un capteur d'effort de 60 N fixé sur une presse MTS 4M dont la vitesse maximale de traverse est de 8 mm s^{-1} . La presse asservie en vitesse de traverse permet d'imposer la vitesse d'extraction v_e , d'enregistrer la longueur d'extraction L_e et le capteur d'effort permet d'enregistrer la force d'extraction F_e .

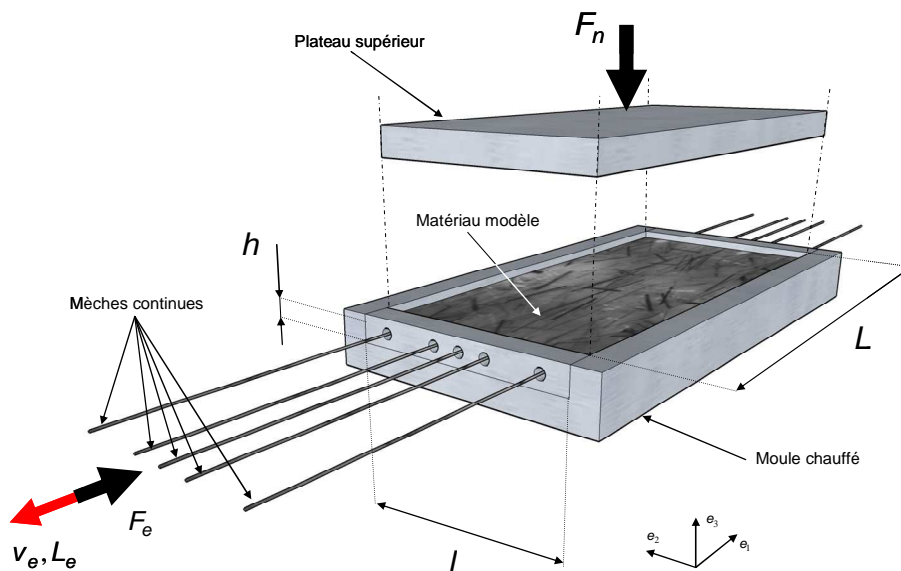


Fig.2. Schéma simplifié du dispositif expérimental d'extraction.

Les essais d'extraction sont réalisés dans des conditions isothermes à 50°C . Une des mèches de l'échantillon est alors fixée sur le capteur d'effort puis extraite à une vitesse d'extraction v_e constante (allant de $6.5 \cdot 10^{-3}$ à 16.5 mm s^{-1}), l'effort de confinement F_n (compris entre 0 et 250 N) étant maintenu constant au cours de l'essai. Les choix des plages d'analyse de v_e et de F_n sont guidés par les grandeurs caractéristiques auxquelles peuvent être confrontées les mèches au cours de compressions industrielles (vitesse relative au niveau des contacts et pression de confinement). L'effort d'extraction F_e ainsi que la longueur d'extraction, sont enregistrés au cours de l'essai. Les mèches sont extraites de l'échantillon sur

une longueur maximale $L_{e_{max}}$ de 20 mm correspondant au déplacement relatif maximal possible entre deux mèches lors de la compression de ces échantillons. Les essais sont réalisés sur les 5 fils de chaque échantillon.

3. Caractérisation des microstructures

Pour caractériser finement les microstructures ainsi élaborées, quelques échantillons de $10 \times 10 \times 6$ mm³ ont été extraits des plaques de composites et ont été analysés par microtomographie à rayons X sur la ligne ID19 de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), en utilisant 1500 projections radiographiques et un détecteur de 2000×2000 pixels : la taille des voxels constituant la reconstruction est de 7 μ m, ce qui permet, après filtrage et seuillage appropriés des volumes scannés, une bonne visualisation de l'architecture des mèches de fibres, comme le montre l'exemple donné sur la figure 3(a). Les volumes ainsi scannés ont ensuite été analysés pour en tirer des descripteurs pertinents en utilisant une démarche proche de celle déjà entreprise sur des SMC [9]. En particulier, toutes les lignes moyennes des mèches présentes dans les volumes scannés ont été extraites par une « squelettisation manuelle », les algorithmes automatiques actuellement disponibles dans les logiciels d'analyse d'images ne permettant pas une squelettisation exploitable.

- Le meilleur seuillage (apprécié à l'œil) permet une estimation de la fraction volumique de mèche ϕ_e dans le volume scanné de la figure 3(a) à 0.106 : cette valeur est cohérente avec la valeur moyenne estimée par pesée, en tenant compte des variations spatiales du taux de fibres dans les échantillons.
- Les sections droites des mèches peuvent être vues comme des ellipses très aplaties de grand axe moyen $d_{max} = 0.5 \pm 0.007$ mm et de petit axe moyen $d_{min} = 0.05 \pm 0.007$ mm. Le grand axe est contenu dans le plan $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$ des échantillons.
- La tortuosité moyenne des mèches, estimée par la moyenne des longueurs des lignes moyennes divisées par leur corde associée, est de l'ordre de 1.005 : les N mèches de fibres présentes dans le volume (150 sur la figure 3(b)) peuvent être considérées comme quasiment droites, on peut associer un vecteur directeur unitaire \mathbf{e}_i .
- En tenant compte de ce dernier point, il est alors aisé d'estimer l'orientation de la structure fibreuse. Par exemple le tenseur d'orientation des mèches du second ordre [10] pour le volume de la figure 3(a) vaut :

$$\mathbf{A} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \mathbf{e}_i \otimes \mathbf{e}_i = \begin{bmatrix} 0.468 & 0.013 & 0.038 \\ 0.013 & 0.537 & 0.008 \\ 0.038 & 0.008 & 0.005 \end{bmatrix}_{\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3}$$

ce qui prouve que les microstructures ainsi élaborées sont à orientation essentiellement plane (les composantes A_{3j} et A_{j3} sont négligeables devant les composantes A_{11} et A_{22}), avec une distribution plutôt isotrope dans le plan principal des échantillons (A_{11} et A_{22} sont assez proches). Ceci permet aussi, par la suite, de caractériser l'orientation des échantillons uniquement dans $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2)$, par simple analyse des photos telles que celle donnée sur la figure 1, sans nécessairement avoir recours à la microtomographie.

- Les contacts entre mèches sont ensuite estimés, par reconstruction des mèches autour de leur ligne moyenne, comme le montre la figure 3(b). Pour une mèche donnée b , un contact avec une mèche voisine c est détecté lorsque la mèche c intercepte un volume de contrôle d'épaisseur $\delta = 0.005$ μ m autour de la mèche b [5]. Le nombre de moyen de contacts mèche-mèche par mèche $n_{b/c}$ est alors estimé à 2.3, ce qui tend à montrer que le squelette de mèche est continu. Cette estimation peut aussi être comparée à celle donnée par le modèle géométrique et statistique de tube [5,11-13], en supposant les mèches droites, à sections droites, et réparties de manière homogène dans l'espace :

$$n_{b/c} = \frac{4\phi}{\pi d_{max} d_{min}} (1 + \delta) \left(l_f d_{min} \left(\frac{1}{N^2} \sum_{i=1}^N \|\mathbf{e}_i \times \mathbf{e}_i\| \right) + d_{max} d_{min} \left(\frac{1}{N^2} \sum_{i=1}^N |\mathbf{e}_i \cdot \mathbf{e}_i| \right) + d_{max} d_{min} \right)$$

En prenant $\phi = \phi_e$, le nombre de contacts mèche-mèche par mèche estimé par l'expression précédente est de 2.7, ce qui est en très bon accord avec le nombre de contacts mesuré directement, si l'on tient compte par exemple du fait que pour cette dernière estimation, quelques mèches sur le bord du volume scanné n'ont pas pu être reconstruites (celles dont la ligne moyenne étaient en dehors du volume). Ainsi, cette expression nous montre que le nombre de contacts mèche-mèche par mèche est une fonction linéaire de la fraction volumique de mèches ϕ , lorsque les autres paramètres microstructuraux sont constants. Pour les matériaux qui ont été élaborés ici, $n_{b/c}$ varie de 0.43 (pour $\phi = 0.017$), c'est-à-dire entre les régimes de suspensions semi-diluées et concentrées, à 3.2 (pour $\phi = 0.126$), c'est-à-dire

dans le régime de suspensions très concentrées. Les seuils au-delà desquels statistiquement les mèches ont toutes 1 et 2 contacts sont respectivement de $\phi = 0.04$ et $\phi = 0.08$.

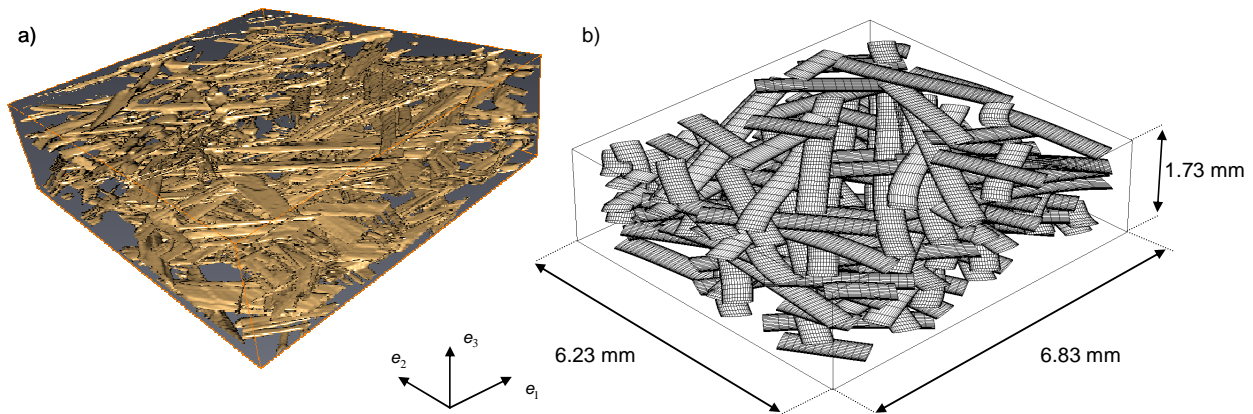


Fig.3. (a) Image 3D obtenue par microtomographie à rayons X (taille de voxel $7 \times 7 \times 7 \mu\text{m}^3$, ESRF, ID19) d'un échantillon de matériau modèle. (b) Reconstruction de l'architecture de mèches du même échantillon après squelettisation, pour la détection des contacts mèche-mèche.

4. Résultats des essais d'extraction et discussion

4.1 Allure générale des courbes

Les graphiques reportés sur la figure 4 représentent des allures typiques des courbes force d'extraction linéique $f_e = F_e/L$ en fonction de la longueur d'extraction L_e . Ces courbes ont été obtenues à une même vitesse d'extraction $v_e = 0.65 \text{ mm s}^{-1}$ et une contrainte de confinement $\sigma_n = F_n/(L)$ nulle, soit pour un même échantillon et sur les 5 mèches continues de cet échantillon (figure 4(a)), soit sur différents échantillons élaborés de la même façon (figure 4(b)).

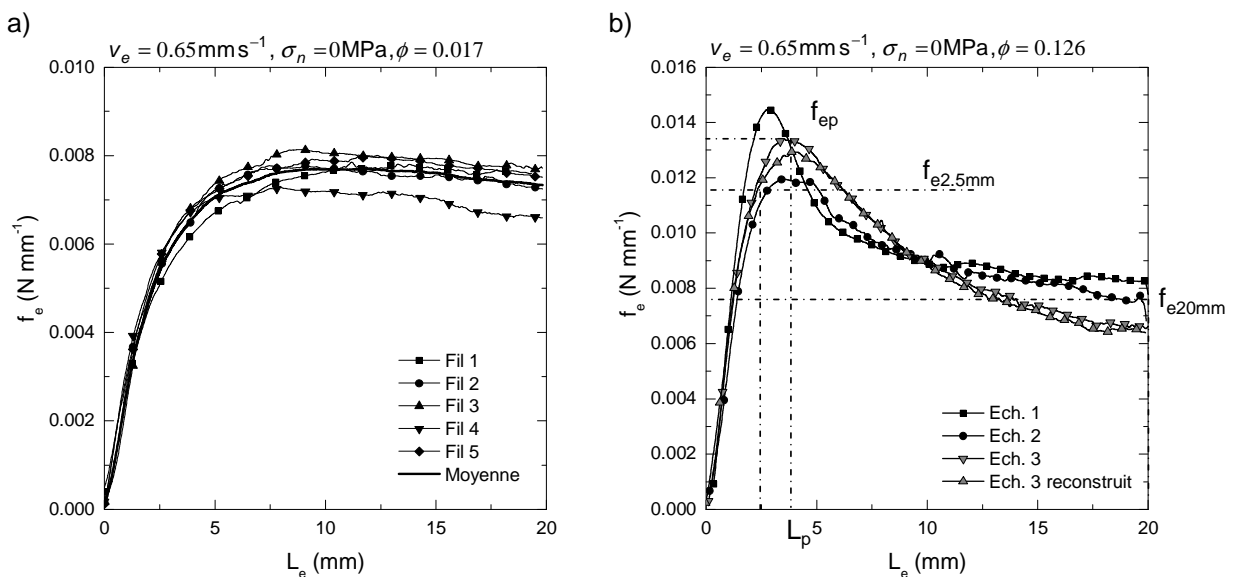


Fig.4. Courbes forces linéiques f_e en fonction de la longueur de mèche extraite L_e obtenues à une même vitesse d'extraction $v_e = 0.65 \text{ mm s}^{-1}$ et une contrainte de confinement σ_n nulle pour un même échantillon ($\phi = 0.017$) (a) et pour différents échantillons ($\phi = 0.126$) élaborés dans les mêmes conditions.

- Le graphique de la figure 4(a) montre que sur un échantillon, la reproductibilité des résultats est relativement bonne, la dispersion observée (de l'ordre de $\pm 10\%$) pouvant être induites par exemple par des variations locales du taux de mèches. Par la suite, seules les courbes moyennées sur les cinq mèches (cf. figure 4(a)) seront utilisées.
- Le graphique de la figure 4(b) montre que pour trois échantillons élaborés dans les mêmes conditions, les courbes moyennées obtenues sont plutôt superposées, validant de fait la procédure d'élaboration.

- Ce même graphique montre également qu'il est possible, sans modifier la réponse de l'essai, de « soigner » un échantillon déjà sollicité, par une simple « reconstruction » consistant à le reporter pendant quelques minutes à 90°C avant de le solliciter à nouveau.
- Enfin, comme le montrent les exemples de la figure 4, les courbes $f_e - L_e$ présentent systématiquement la même forme, quelles que soient les conditions d'essai envisagées : après une montée rapide de la force linéique f_e , un pic f_{ep} est enregistré à une longueur extraite L_{ep} , il est suivi d'une décroissance plus ou moins marquée de la force f_e avec la longueur extraite. Cette décroissance, qui est moins marquée lorsque le taux de mèches décroît, peut être attribuée à des réarrangements locaux de mèches se produisant autour de la mèche continue au cours de son extraction. Par la suite, nous analyserons plus précisément les évolutions de f_{ep} , L_{ep} , ainsi que de $f_{e2.5mm}$ et f_{e20mm} , forces relevées respectivement à des longueurs d'extraction L_e de 2.5 mm et de 20 mm.

4.2 Influence de la fraction volumique de mèches

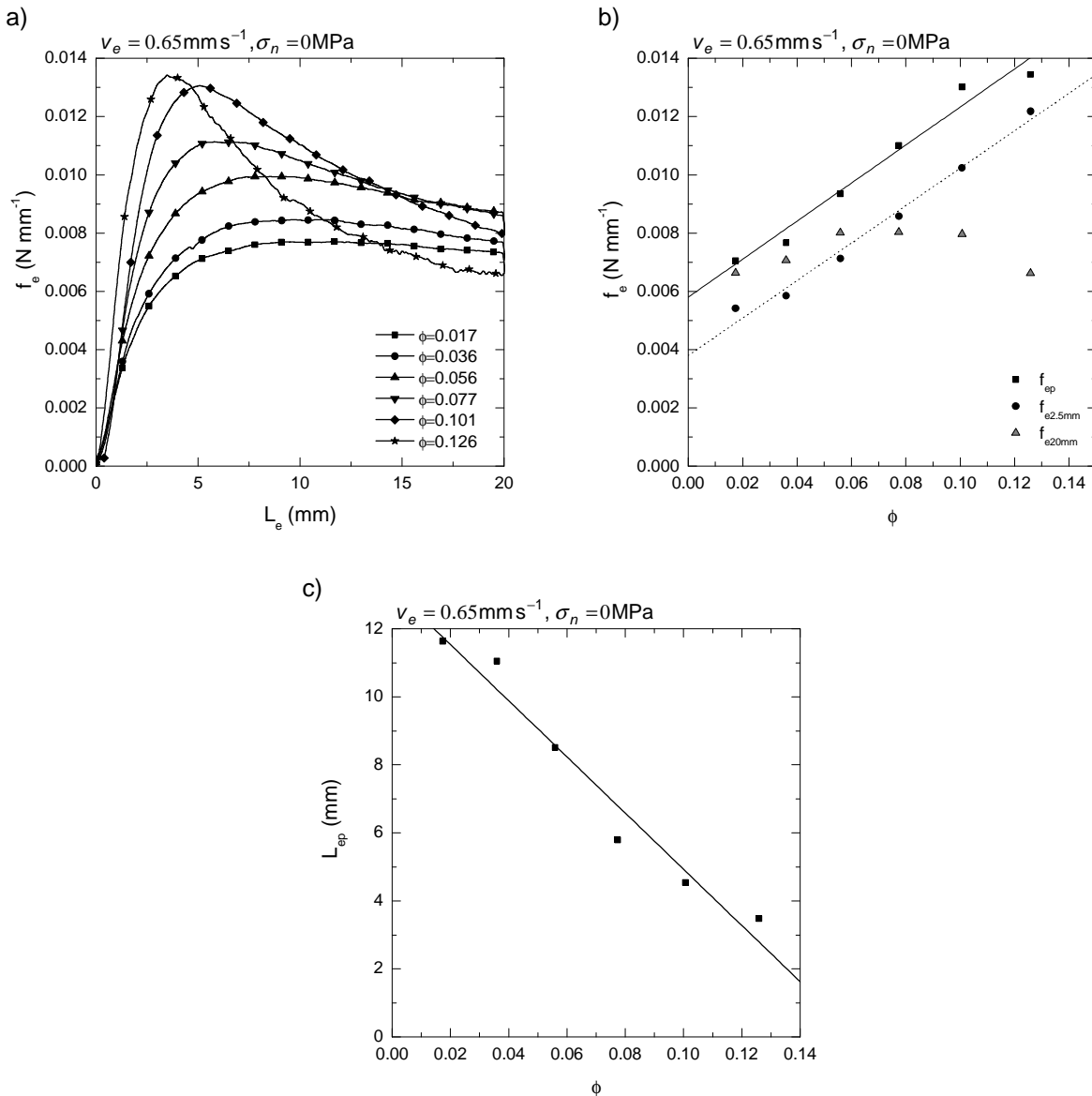


Fig.5. Influence de fraction volumique de mèches lorsque $v_e = 0.65 \text{ mm s}^{-1}$ et $\sigma_n = 0$: courbes $f_e - L_e$ (a), évolutions de f_{ep} , $f_{e2.5mm}$ et f_{e20mm} avec ϕ (b), évolution de L_{ep} avec ϕ (c).

La figure 5 illustre l'influence de la fraction volumique de mèches ϕ sur la réponse des composites : courbes $f_e - L_e$ (figure 5(a)), évolutions de f_{ep} , $f_{e2.5mm}$, f_{e20mm} avec ϕ (figure 5(a)), et évolution de L_{ep} avec ϕ (figure 5(a)). Les essais correspondants ont été réalisés à une vitesse d'extraction $v_e = 0.65 \text{ mm s}^{-1}$ et une contrainte de confinement σ_n nulle :

- Jusqu'au pic d'effort, les efforts d'extraction sont des fonctions croissantes du taux de mèches (cf. figure 5(a)). Aucune tendance claire ne se dégage au-delà.

- Pour des taux de fibres très faibles, *i.e.* pour $\phi < 0.04$, les forces relevées aux différentes longueurs d'extraction sont non négligeables, comme l'atteste la figure 5(b) : dans ce régime de concentration, le nombre de contacts mèche-mèche par mèche est faible, si bien que les efforts mesurés proviennent en grande partie des interactions f_{em} entre la mèche et la matrice polymère au cours de son extraction :

$$f_e \approx f_{em}$$

Si l'on suppose que la matrice a un comportement essentiellement de type loi puissance (*cf.* plus haut), f_{em} prend alors la forme générique suivante (écrite ici dans le cas où $v_e > 0$):

$$f_e \approx \lambda_m v_e^{n_m}$$

où λ_m est un coefficient de frottement hydrodynamique qui dépend des paramètres rhéologiques de la matrice et de la section droite des mèches [14].

- Au-delà, les évolutions de f_{ep} , $f_{e2.5mm}$ sont des fonctions affines de ϕ , comme le montrent les droites tracées sur le graphe de la figure 5(b). Dans les deux cas, la pente de ces droites est identique et égale à environ 11 N mm^{-1} . Ce n'est pas du tout le cas pour f_{e20mm} , plus ou moins indépendantes du taux de mèches. Il est à noter que dans ce régime de concentration, les contacts sont plus nombreux et leur contribution f_{ef} sur la force d'extraction de la mèche continue f_e devient non négligeable. Si l'on suppose que cette contribution est directement proportionnelle au nombre de contacts par mèche et par unité de longueur de mèches $n_{b/c}/l_f$ [2] et que, en première approximation grossière, f_{em} est peu changée par la présence de mèches, il vient alors :

$$f_e \approx f_{em} + f_{ef} = \lambda_m v_e^{n_m} + \alpha \frac{n_{b/c}}{l_f}$$

où α est un paramètre qui peut dépendre de la contrainte de confinement et de la vitesse d'extraction (*cf.* paragraphes suivants), on comprend alors, d'après l'expression de $n_{b/c}$, l'augmentation affine des forces d'extraction jusqu'au pic avec ϕ .

- La longueur L_{ep} est une fonction affine décroissante du taux de mèches ϕ , comme l'indique la figure 5(c).

4.3 Influence de la contrainte de confinement

Le rôle de la contrainte de confinement σ_n sur les essais de pull-out est mis en exergue sur la figure 6, dans le cas où $v_e = 0.65 \text{ mm s}^{-1}$ et où $\phi = 0.126$:

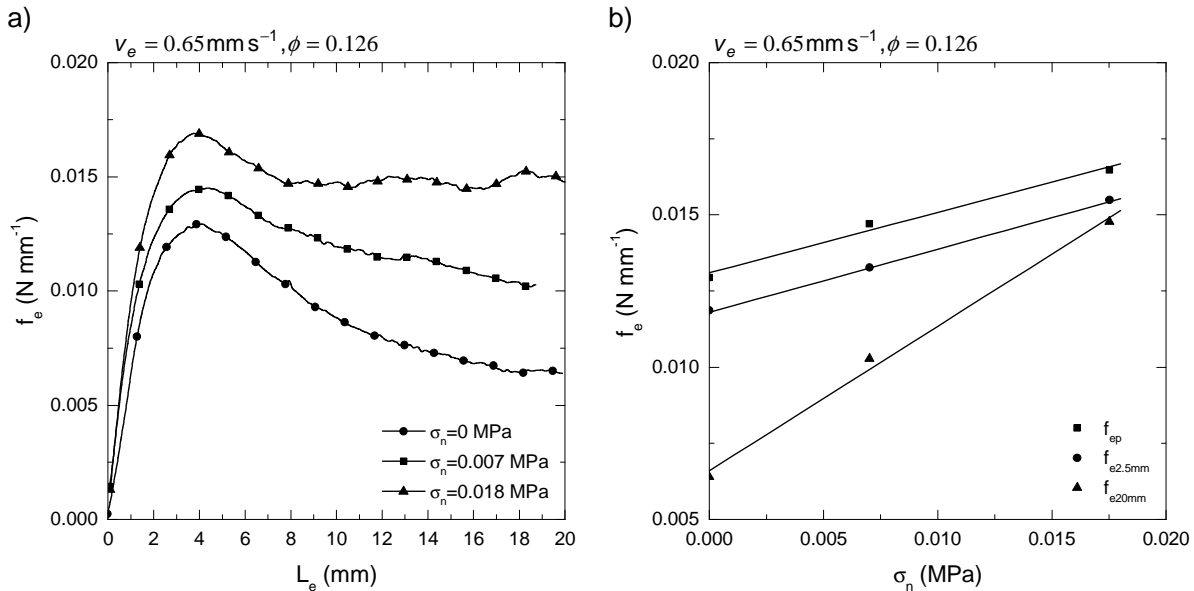


Fig.6. Influence de la contrainte de confinement σ_n lorsque $v_e = 0.65 \text{ mm s}^{-1}$ et $\phi = 0.126$: courbes f_e - L_e (a), évolutions de f_{ep} , $f_{e2.5mm}$ et f_{e20mm} avec σ_n (b).

- Les courbes f_e - L_e de la figure 6(a) montrent clairement que l'augmentation des efforts d'extraction avec σ_n , quelle que soit la longueur d'extraction L_e considérée.
- En augmentant, la contrainte normale σ_n diminue la décroissance de l'effort d'extraction après le pic f_{ep} , comme le montre la figure 6(a). Ceci tend à montrer que les possibles réarrangements de la microstructure autour de la mèche continue sont limités par l'augmentation de σ_n .
- Même si les contraintes de confinement scrutées ne sont pas nombreuses, les résultats obtenus et illustrés sur le graphe de la figure 6(b) montrent que les forces d'extraction f_{ep} , $f_{e2.5mm}$ et f_{e20mm} sont des

fonctions affines de σ_n . Une nouvelle fois les pentes obtenues pour f_{ep} et $f_{e2.5mm}$ sont identiques et égales à 0.2 mm. Si l'on suppose en première approximation que σ_n influe peu sur f_{em} , on peut alors écrire :

$$f_e \approx \lambda_m V_e^{n_m} + \beta \left(1 + \frac{\sigma_n}{\sigma_c} \right) \frac{n_{b/c}}{l_f}$$

où β peut dépendre de la vitesse d'extraction (cf. paragraphe suivant) et où la contrainte caractéristique σ_c peut être prise comme une constante jusqu'au pic d'effort.

4.4 Influence de la vitesse d'extraction

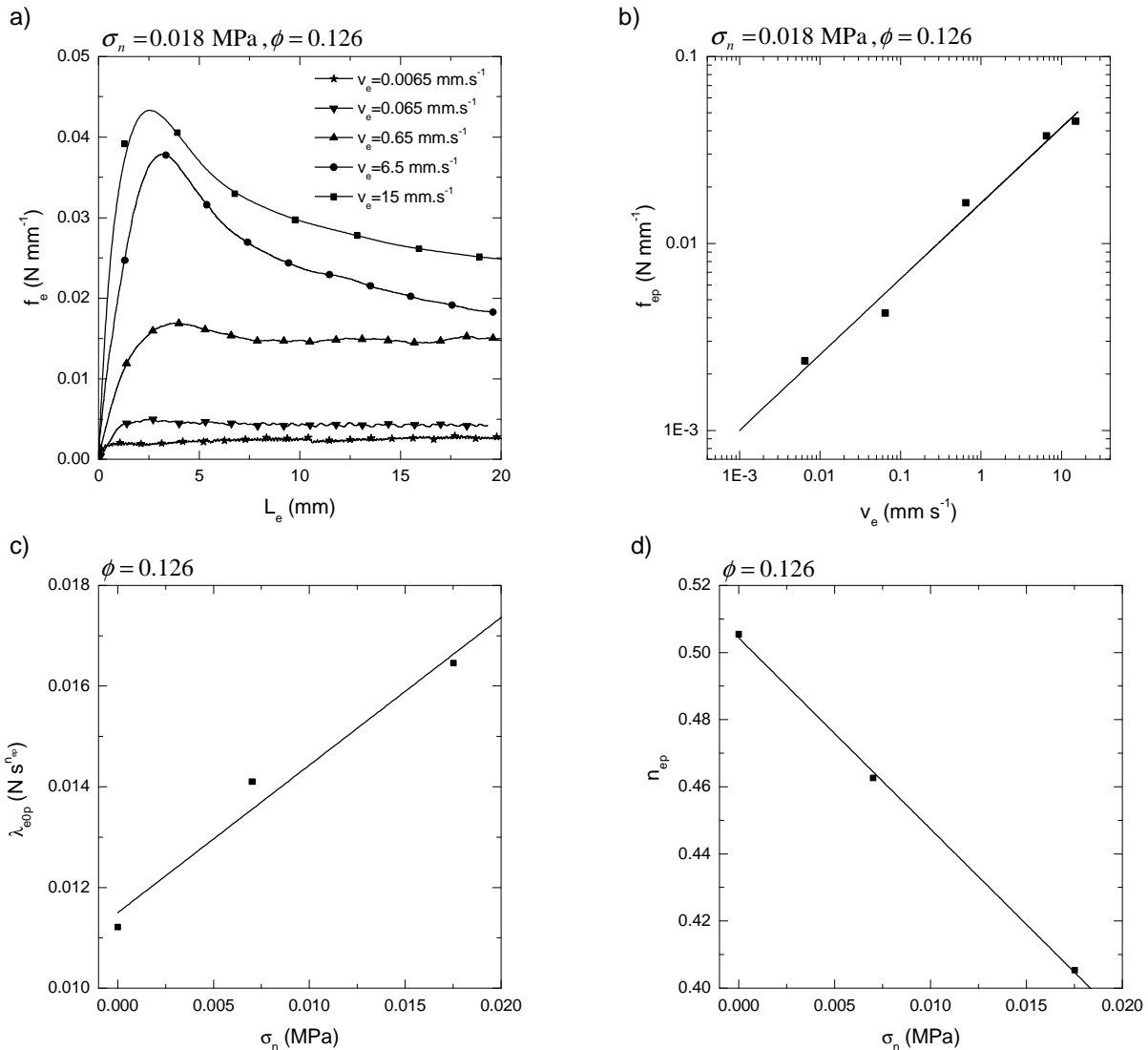


Fig.7. Influence de la vitesse d'extraction v_e lorsque $\sigma_n = 0.018$ MPa et $\phi = 0.126$: courbes f_e - L_e (a), évolutions de f_{ep} avec v_e (b). Evolution des paramètres f_{e0PL} et n_{PL} de la loi puissance avec σ_n , respectivement (c) et (d).

L'influence de la vitesse d'extraction v_e sur la réponse des composites est mise en évidence sur la figure 7 dans le cas où $\phi = 0.126$:

- Les courbes f_e - L_e de la figure 7(a) montrent clairement que l'augmentation des efforts d'extraction avec v_e , quelle que soit la longueur d'extraction L_e considérée.
- Dans la gamme de vitesses testées, aucune indépendance de la force d'extraction avec la vitesse d'extraction n'est observée : contrairement à ce qui a été noté sur les GMT et les CMT [2,3,6], il n'existe pas de manière claire un seuil plastique d'extraction, indépendant de l'amplitude de la vitesse d'extraction. Des essais à vitesses d'extraction plus faibles sont nécessaires pour conclure sur ce point.
- Toujours dans la gamme de vitesses testées, la figure 7(b) montre que l'effort d'extraction au pic f_{ep} est une fonction puissance de la vitesse d'extraction v_e de la forme :

$$f_{ep} = \lambda_{e0p} v_e^{n_{ep}}$$

où $\lambda_{e0p} = 0.016 \text{ N S}^{n_{ep}}$ et $n_{ep} = 0.41$ pour $\sigma_n = 0.018 \text{ MPa}$. Des résultats similaires sont obtenus pour $f_{e2.5mm}$ et f_{e20mm} . Les figures 7(c) et (d) montrent respectivement les évolutions des paramètres λ_{e0p} et n_{ep} lorsque la contrainte de confinement σ_n augmente. Malgré le peu de contraintes testées, il apparaît sur les courbes que les paramètres de la loi puissance énoncée ci-avant semblent être des fonctions affines de la contrainte de confinement :

$$\lambda_{e0ep} = 0.29 \sigma_n + 0.012$$

$$n_{ep} = -5.7 \sigma_n + 0.50$$

Des évolutions similaires sont obtenues pour $f_{e2.5mm}$ et f_{e20mm} .

- Combinées aux observations établies dans les paragraphes précédents, ces tendances permettent de formuler une expression possible de la force d'extraction f_e :

$$f_e \approx \lambda_m v_e^{n_m} + \lambda_{of} \left(1 + \frac{\sigma_n}{\sigma_c} \right) \frac{n_{b/c}}{l_f} v_e^{n_f}$$

où la sensibilité à la vitesse n_f dépend de la contrainte de confinement, et où λ_{of} est le coefficient de frottement hydrodynamique mèche-mèche en l'absence de confinement.

5. Conclusion

Cette étude s'est attachée à caractériser les mécanismes d'interaction mèche-mèche dans des composites modèles mous élaborés de façon à mimer les microstructures des composites de type SMC, GMT ou CMT au cours de leur mise en forme. L'analyse préliminaire des microstructures ainsi élaborées par microtomographie à rayons X a montré que :

- Les mèches imprégnées dans le matériau sont peu tortueuses
- L'orientation des échantillons est plane et isotrope
- Le nombre de contacts mèche-mèche par mèche dans un échantillon est en bon accord avec les prévisions données par le modèle statistique de tube, apparaissant de fait comme un bon candidat descripteur de l'architecture fibreuse de ces matériaux.

Des essais de pull-out ont aussi été menés et ont permis de caractériser les influences de la fraction volumique de mèches, de la contrainte de confinement et de la vitesse d'extraction des mèches continues. Les résultats principaux obtenus permettent de dire que :

- Les efforts d'extraction sont des fonctions affines croissantes de la fraction volumique de mèches. Pour les fractions volumiques de mèches inférieures à environ 0.04, les efforts mesurés sont essentiellement causés par les interactions de la mèche extraite avec la matrice, le nombre de contacts mèche-mèche étant limité dans ces régimes de concentration et pour les élancements de mèches choisis.
- Lorsque la contrainte de confinement augmente, l'effort d'extraction augmente de façon affine. De plus, le fait d'augmenter la contrainte de confinement limite les réarrangements des mèches lors de l'extraction.
- Enfin, l'effort d'extraction est une fonction puissance de la vitesse d'extraction dans la gamme de vitesses testées.

Suite à ces résultats expérimentaux, les bases d'un modèle micromécanique d'interactions mèche-mèche et mèche-matrice ont été posées. Ce modèle dépend des propriétés rhéologiques de la matrice, des contraintes de confinement régnant autour du réseau fibreux, de la vitesse relative des mèches. Par le biais du modèle géométrique et statistique de tube sur lequel il s'appuie, il contient également les descripteurs microstructuraux pertinents et nécessaires pour décrire de manière compacte les architectures fibreuses considérées. De nouveaux essais à des fractions volumiques et des élancements de mèches plus élevés, à des orientations de mèches plus anisotropes, ainsi qu'à des vitesses d'extraction plus faibles doivent être réalisés pour confirmer et affiner la structure et les propriétés de ce modèle.

Remerciements – Les auteurs tiennent à remercier la Région Rhône-Alpes et le Pôle de Compétitivité Plastipolis pour leur soutien financier.

Références

- [1] S. Toll, J.-A. E. Månson., "Dynamics of a planar concentrated suspension with non-hydrodynamic interaction", *J. Rheol.*, 1994, vol. 38, n^o4, pp. 985–997.
- [2] C. Servais, A. Luciani, J.-A. E. Månson, "Fiber-fiber interaction in concentrated suspensions: Dispersed fibers", *J. Rheol.*, 1999, vol. 43, n^o4, pp.991-1004.
- [3] C. Servais, A. Luciani, J.-A. E. Månson, "Fiber-fiber interaction in concentrated suspensions: Dispersed fiber bundles", *J. Rheol.*, 1999, vol. 43, n^o4, pp.1005-1018.
- [4] S. Le Corre, D. Caillerie, L. Orgéas, D. Favier, "Behavior of a net of fibers linked by viscous interactions: Theory and mechanical properties", *J. Mech. Phys. Solids*, 2004, vol. 52, pp. 395–421.
- [5] S. Le Corre, P. Dumont, L. Orgéas, D. Favier, "Rheology of highly concentrated fiber suspensions", *J. Rheol.*, 2005, vol. 49, n^o5, pp. 1029–1058.
- [6] A.C. Caba, A.C. Loos, R.C. Batra, "Fiber-fiber interactions in carbon mat thermoplastics" *Composites Part A*, 2007, vol. 38, pp. 469-483.
- [7] P. Dumont, J.-P. Vassal, L. Orgéas, V. Michaud, D. Favier, J.-A. Manson "Processing, characterisation and rheology of transparent concentrated fibre bundle suspensions" *Rheol. Acta*. 46 (2007), 639-51
- [8] J.-P. Vassal, « Contribution à la modélisation des propriétés physiques et rhéologiques des milieux fibreux. Application à la mise en forme et aux propriétés thermiques des matériaux composites à fibres courtes ». *Thèse de l'Institut polytechnique de Grenoble (Grenoble INP)*, 2007, Grenoble, France.
- [9] T.H. Le, P.J.J. Dumont, L. Orgéas, D. Favier, L. Salvo, E. Boller, "X-ray phase contrast microtomography for the analysis of the fibrous microstructure of SMC composites" *Compos. Part A* 39 (2008) 91-103.
- [10] Advani SG, Tucker CL. "The use of tensors to describe and predict fiber orientation in short fiber composites" *J Rheol* 3 (1987) 751–84.
- [11] Doi, M., and S. F. Edwards, "Dynamics of rod-like macromolecules in concentrated solution," *J. Chem. Soc. Faraday Trans. 2*, 74 (1978) 560–570.
- [12] Ranganathan, S., and S. G. Advani, "Fiber-fiber interactions in homogeneous flows of non-dilute suspensions" *J. Rheol.* 35 (1991) 1499–1522
- [13] Toll, S., "Note: On the tube model for fiber suspensions" *J. Rheol.* 37 (1993) 123–125.
- [14] L. Orgéas, C. Geindreau, J.-L. Auriault, J.-F. Bloch, "Upscaling the flow of generalised Newtonian fluids through anisotropic porous media" *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 145 (2007) 15-29