



**HAL**  
open science

## **Etude de la propagation sous critique dans les fibres de verre par relaxation de la charge**

Mohamed R'Mili, Nathalie Godin, J. Lamon

► **To cite this version:**

Mohamed R'Mili, Nathalie Godin, J. Lamon. Etude de la propagation sous critique dans les fibres de verre par relaxation de la charge. 17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC17), Jun 2011, Poitiers-Futuroscope, France. pp.134. <hal-00597004>

**HAL Id: hal-00597004**

**<https://hal.science/hal-00597004v1>**

Submitted on 30 May 2011

**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.



HAL Authorization

# Etude de la propagation sous critique dans les fibres de verre par relaxation de la charge

## *Investigation of subcritical crack growth using load relaxation test on glass fiber bundles*

M. R'Mili, N. Godin, J. Lamon

Université de Lyon, CNRS, INSA-Lyon, Laboratoire MATEIS, 7 Avenue Jean Capelle, 69621 Villeurbanne, France

[mohamed.rmili@insa-lyon.fr](mailto:mohamed.rmili@insa-lyon.fr), [Nathalie.godin@insa-lyon.fr](mailto:Nathalie.godin@insa-lyon.fr), [jacques.lamon@insa-lyon.fr](mailto:jacques.lamon@insa-lyon.fr),

### Résumé

Plusieurs fibres inorganiques de type verre ou céramique (à base de carbure de silicium) sont très sensibles à la propagation sous critique de fissures, activée chimiquement ou thermiquement. Dans ce cas la rupture survient d'une façon prématurée à un niveau de contrainte relativement bas comparé à la contrainte de rupture. Cet article propose une approche statistique de la rupture en fatigue statique fondée sur l'analyse de la rupture des fibres dans une mèche sollicitée en traction à déformation constante (essais de relaxation de la charge). Il est important de préciser qu'il s'agit d'un essai relativement difficile à mettre en œuvre de point de vue expérimental. Au cours d'un essai les monofilaments présents dans la mèche sont soumis à une contrainte uniforme et constante. Les essais de fatigue ont été réalisés sur des fils contenant de l'ordre de 2000 fibres de verre dans une ambiance saturée en eau. Les constantes de la loi de fissuration sous critique ont été déterminées à partir des données expérimentales « effort-temps à rupture ». Finalement un modèle de prévision de la durée de vie a été établi et validé.

### Abstract

Many inorganic fibers are sensitive to subcritical crack growth activated by environment. Failure occurs although the applied stress is much smaller than the fracture stress. This mechanism has been extensively investigated on ceramics, monolithic glasses and glass fibers, at room temperature essentially. It has been recently evidenced on SiC-based fibers at high temperatures. The present paper proposes a very powerful approach to static fatigue. It is based on tests performed on multifilament tows under deformation-controlled condition (load relaxation technique). This technique, which has not been used before, because of practical difficulties for deformation control during long-term tests, permits the application of identical constant stresses on all the fibers during a single test. Thus it provides a statistically significant rupture time database containing quite as many data as there are fibers in the tows. Bundles about 2000 E-glass filaments were used in the present paper. The samples were immersed in water during the static fatigue tests. Crack velocity - stress intensity factor diagrams for single filaments were derived from experimental stress - rupture time data. A closed form expression for statistical distributions of fibre lifetimes was established. It was found to compare fairly well with the experimental results, which assessed the approach, and validated new findings.

**Mots Clés:** Fibres de verre ; Essai sur mèches ; Propagation sous-critique ; Effet de l'humidité ; Rupture statistique

**Keywords:** E-glass fibres; Bundle test; Slow crack growth; Humidity effect; Statistical fracture

## 1. Introduction

La durabilité des composites renforcés par des fibres continues est fortement dépendante de la résistance du renfort. Des caractéristiques telles que la résistance mécanique et la tenue en fatigue dans un environnement sévère sont des données importantes en vue de leur emploi. Certaines fibres, sont très sensibles à la propagation sous critique activée chimiquement ou thermiquement. Beaucoup de travaux ont été publiés à ce sujet [1-18]. Le mécanisme responsable de la croissance lente des fissures dans les verres et les céramiques est bien connu. Dans les verres il s'agit d'une réaction chimique en fond de fissure entre les liaisons Si-O-Si et les molécules d'eau [2,3,7]. Dans les céramiques polycristallines, il s'agit de glissements aux joints de grains à haute température; dans les fibres à base de carbure de silicium, de la consommation par oxydation des phases de carbone [12, 14, 15].

Dans le présent article, une approche statistique de la rupture par propagation lente des fissures en fatigue statique sous un chargement à déformation constante est proposée. L'avantage de ce mode de chargement est que toutes les fibres présentes dans la mèche sont soumises à une contrainte à la fois uniforme et constante, donc connue, par opposition aux essais sous force constante où la contrainte augmente au fur et à mesure que les fibres rompent. La fibre de verre, qui a été largement étudiée, a été choisie comme support pour développer l'approche proposée et établir un modèle de prévision de la durée de vie en fatigue des fibres. Il est important de souligner, qu'à partir d'un seul essai (~2000 fibres) il est possible de constituer une base de données statistiquement significative de plusieurs centaines de données.

## 2. Matériau et procédure expérimentale

Les mèches de fibres de verre de type E contenaient 2000 filaments, de 14  $\mu\text{m}$  de diamètre et un module d'Young de 72 GPa. Le nombre précis de filaments intacts est déterminé à partir de la pente à l'origine de la courbe "charge-déformation". La longueur de jauge des éprouvettes est de l'ordre de 60 mm. Les essais ont été réalisés à l'aide d'une machine pneumatique conçue et mise au point au laboratoire. Elle est équipée d'une cellule de force d'une capacité de 500 N. Un extensomètre fixé sur la mèche permet la mesure directe de la déformation pendant l'essai. Les détails du dispositif expérimental, de la procédure de préparation des éprouvettes, et de la mesure directe de la déformation, ont été largement développés par ailleurs [19, 20].

Les essais de traction sur mèches ont été effectués à température ambiante:

- Pour un chargement monotone, les essais ont été réalisés à la vitesse de déplacement de la traverse de la machine de traction de 2 $\mu\text{m/s}$ , dans un milieu inerte pour obtenir une base de données de contraintes à rupture de référence. Un lubrifiant à base de pétrole a été utilisé pour éviter toute rupture prématurée des fibres par frottement ou toute autre interaction. Sur la Fig. 1 qui montre une courbe typique "charge-déformation" obtenue dans un milieu inerte, on peut noter que la rupture est de type contrôlée.
- Pendant les essais de fatigue statique, conduits à déformation imposée, l'essai est piloté directement par l'extensomètre. L'éprouvette est tout d'abord imprégnée d'eau, elle est ensuite chargée à 5 $\mu\text{m/s}$  jusqu'à atteindre le niveau de la déformation préprogrammée de fatigue. Un système de goutte à goutte permet d'entretenir l'humidité de l'éprouvette testée. On peut noter sur la figure 2 la décroissance graduelle de la charge, et la déformation parfaitement constante durant tout l'essai.

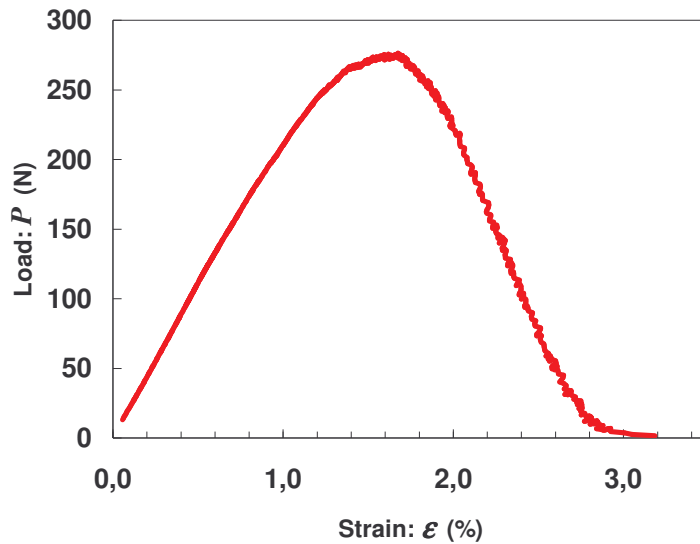


Fig. 1: Courbe "charge-déformation" obtenue sur un fil de fibres de verre dans un milieu inerte.

Les caractéristiques de la fibre étudiée ainsi que les paramètres statistiques de rupture des monofilaments déterminés dans un environnement inerte sont rassemblés dans le tableau 1.

Module de Weibull $m$	Facteur d'échelle $\sigma_o (MPa)$	Volume de référence $v_o (m^3)$	Module d'Young (GPa)	Ténacité ( $MPa\sqrt{m}$ )	Diamètre ( $\mu m$ )
4.0	2,7	1	72	0.75	14

Tab. 1: Caractéristiques de référence de la fibre de verre.

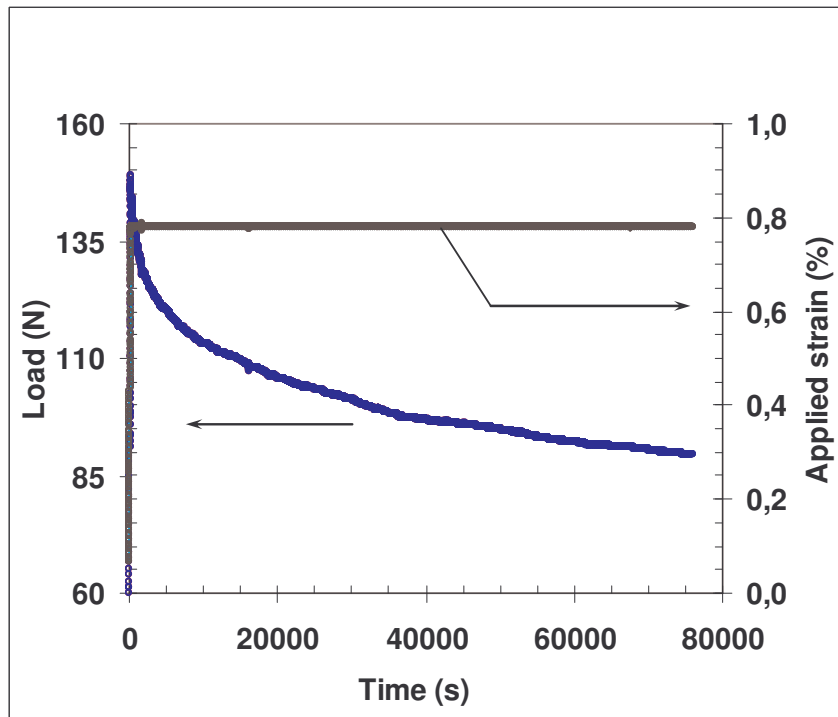


Fig. 2: Courbe typique de relaxation de la charge obtenue lors d'un essai à déformation constante en fatigue statique.

### 3. Modèle de propagation sous critique dans un monofilament

Les modèles de propagation sous critique ont d'abord été développés dans le cas des céramiques monolithiques [2,4,5] puis, récemment dans le cas de fils et de monofilaments céramiques [12,14,17,22]. Ces modèles n'intègrent pas le comportement particulier en fatigue statique à déformation constante.

Le modèle décrivant la corrosion sous contrainte ou propagation lente d'une fissure est fondé sur une loi empirique de type puissance, qui relie la vitesse de propagation de la fissure au facteur d'intensité de contrainte [1-16].

$$V = \frac{da}{dt} = V^* \left( \frac{K_I}{K_{IC}} \right)^n \quad (\text{Eq. 1})$$

$V$  étant la vitesse de propagation de la fissure,  $a$  la longueur,  $t$  le temps,  $K_I$  le facteur d'intensité de contrainte,  $K_{IC}$  le facteur d'intensité de contrainte critique,  $V^*$  et  $n$  sont des constantes qui dépendent de l'environnement et du matériau étudié respectivement.

Après quelques manipulations et intégrations de l'équation (1) en relation avec les équations fondamentales de la mécanique de la rupture reliant contrainte, longueur de fissure et facteur d'intensité de contraintes, on obtient le temps à rupture en fonction des constantes  $V^*$ ,  $n$  et  $K_{IC}$ , de la contrainte supportée par le fil  $\sigma$  et de la contrainte de rupture de la fibre dans un environnement inerte  $\sigma_f$  [22].

$$t = \frac{2K_{IC}^2}{V^* Y^2 \sigma^2 (n-2)} \left[ \left( \frac{\sigma_f}{\sigma} \right)^{n-2} - 1 \right] \quad (\text{Eq. 2})$$

$Y$  est un facteur de forme qui dépend de la géométrie de la fissure et des sollicitations.

Dans un fil de fibres parallèles et indépendantes, chargées à déformation constante et uniforme, chaque filament est soumis à une contrainte constante. Quand une fibre rompt, il n'y a pas de transfert de la charge qu'elle supportait sur les fibres survivantes :

$$\sigma_j = \sigma_{j-1} = \dots = \sigma_1 = \sigma = E_f \varepsilon_a \quad (\text{Eq. 3})$$

Les indices  $1, 2, 3, \dots, j-1, j$  correspondent au rang de la fibre dans le fil, les résistances à la rupture étant classées par ordre croissant.  $E_f$  et  $\varepsilon_a$  sont respectivement le module d'Young de la fibre et la déformation appliquée.

Dans un milieu inerte la distribution des résistances à la rupture fragile suit une loi de Weibull:

$$P = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{v}{v_o} \right) \left( \frac{\sigma}{\sigma_o} \right)^m \right] \quad (\text{Eq. 4})$$

avec  $P$  la probabilité de rupture,  $m$  et  $\sigma_o$  les paramètres de la distribution,  $v$  est le volume d'un filament,  $v_o$  est le volume de référence.

La résistance de la fibre de rang  $j$  est déduite de l'équation (4):

$$\sigma_{fj} = \sigma_o \left( - \frac{v_o}{v} \text{Ln} \left( 1 - \frac{j}{N} \right) \right)^{1/m} \quad (\text{Eq. 5})$$

$N$  étant le nombre de fibres initialement intactes dans le fil.

A déformation constante, la charge " $F_j$ " supportée par le fil dépend du nombre de fibres survivantes. Quand la fibre de rang  $j$  est rompue (et donc celles de rang inférieur) elle est donnée par la relation:

$$F_j = \sigma(N - j)S_f = \sigma N \left(1 - \frac{j}{N}\right) S_f \quad (\text{Eq. 6})$$

$S_f$  est la section moyenne des filaments.

Le rang  $j$  de la fibre rompue peut être déterminé à partir de l'équation (6)

$$j = N - \frac{F_j}{\sigma S_f} \quad (\text{Eq. 7})$$

Dans ce cas la durée de vie de la fibre de rang  $j$  est reliée à sa résistance de référence  $\sigma_{fj}$  par la relation suivante déduite de l'équation (2):

$$t_j = \frac{2K_{IC}^2}{V * Y^2 \sigma^2 (n-2)} \left[ \left( \frac{\sigma_{fj}}{\sigma} \right)^{n-2} - 1 \right] \quad (\text{Eq. 8})$$

En remplaçant l'expression de la contrainte  $\sigma$  (Eq. 9) dans l'équation (8) il vient:

$$\sigma = \frac{F_j}{(N - j)S_f} \quad (\text{Eq. 9})$$

$$t_j = \frac{2K_{IC}^2 (N - j)^n S_f^n}{V * Y^2 F_j^n (n-2)} \left[ \sigma_{fj}^{n-2} - \sigma^{n-2} \right] \quad (\text{Eq. 10})$$

L'équation (10), montre que les temps à rupture suivent une loi puissance et qu'il est possible de déterminer l'exposant  $n$  de la loi de propagation sous critique à partir de la courbe de relaxation de la charge:

$$t = \lambda . F^{-n} \quad (\text{Eq. 11})$$

$\lambda$  est une constante.

### 3.1) Distribution des durées de vie

L'introduction de la résistance de référence  $\sigma_{fj}$  de la fibre  $j$  (Eq. 5) dans l'équation (8) du temps de rupture, conduit à l'expression de la distribution des durées de vie :

$$P(t, \sigma, v) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{v}{v_o} \right) \left( \frac{\sigma}{\sigma_o} \right)^m \left( 1 + \frac{t}{t^*} \frac{n-2}{2} \right)^{\frac{m}{n-2}} \right] \quad (\text{Eq. 12})$$

$P(t, \sigma, v)$  est la probabilité de rupture au temps  $t$  sous la contrainte appliquée  $\sigma$  et pour un volume  $v$ . Le paramètre  $t^*$  apparaît comme un facteur d'échelle:  $t^* = a_c / V^*$ ,  $a_c$  est la taille du défaut critique. La valeur  $n = 2$  est une valeur limite conduisant à une fonction de distribution indépendante du temps et qui correspond à la distribution de Weibull. Dans ce cas c'est la rupture fragile qui prédomine.

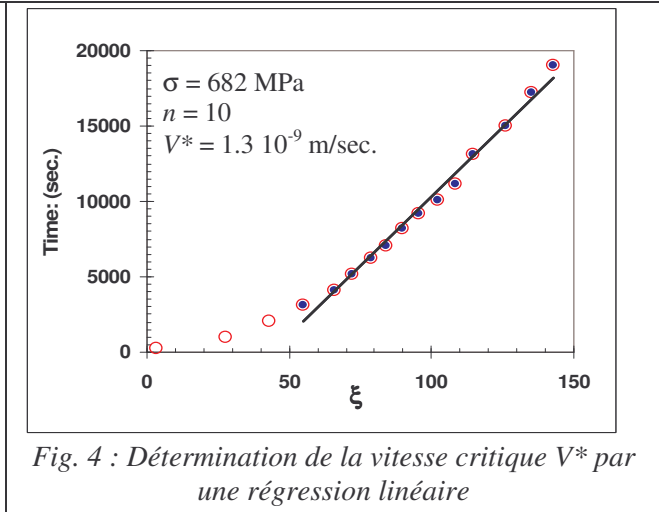
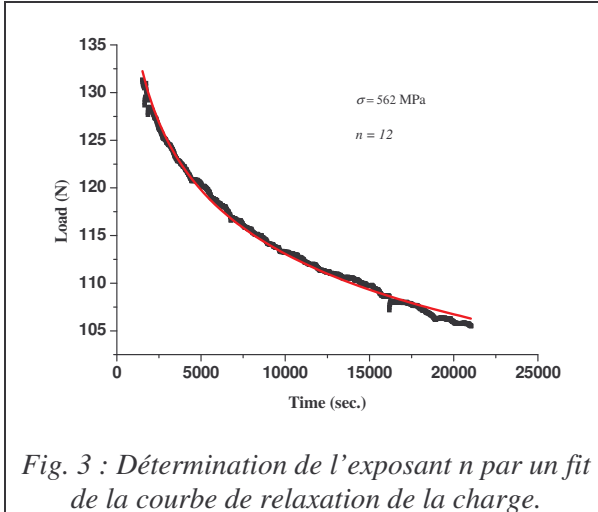
Les simulations montrent que pour des valeurs suffisamment grandes du rapport  $\sigma_{fj}/\sigma$  (par exemple  $> 1,5$  pour  $n = 10$ , ou  $> 1,15$  pour  $n = 32$ ) la durée de vie et la distribution (Eqs. (8) et (12)) s'expriment sous la forme simplifiée :

$$t_j = \frac{2K_{IC}^2}{V * Y^2 \sigma^2 (n-2)} \left[ \left( \frac{\sigma_{fj}}{\sigma} \right)^{n-2} \right] \quad (\text{Eq. 13})$$

$$P = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{v}{v_o} \right) \left( \frac{\sigma}{\sigma_o} \right)^m \left( \frac{t}{t^*} \frac{n-2}{2} \right)^{\frac{m}{n-2}} \right] \quad (\text{Eq. 14})$$

Les constantes de la loi de propagation sous critique  $n$  et  $V^*$  peuvent être déterminés séparément :  
(i) l'exposant  $n$  par ajustement de l'équation (11) à la courbe de relaxation de la charge (Fig. 3) ou

par une régression linéaire dans un diagramme  $Ln-Ln$ ; (ii) la vitesse critique  $V^*$  par ajustement de l'équation (13) à la courbe  $t_j - \xi = \left(\frac{\sigma_{fj}}{\sigma}\right)^{n-2}$ . Pour  $\sigma_{fj}/\sigma > 1,5$ , la courbe  $t_j - \xi$  est une droite dont la pente est proportionnelle à  $1/V^*$  (Fig. 4).



#### 4. Résultats

La courbe du comportement de référence de la figure 1 reflète la rupture instantanée des fibres au fur et à mesure que la contrainte devient supérieure à leur résistance à la rupture. Les ruptures se produisent selon l'ordre croissant des résistances à la rupture. Les paramètres de la distribution statistique des contraintes de rupture ont été obtenus par la méthode conventionnelle qui consiste à ajuster la loi de Weibull à la distribution expérimentale [20], déduite de la courbe de comportement qui fournit la contrainte de rupture de chaque fibre classée par ordre croissant. La valeur de la probabilité correspondante est égale à  $P = j/N_d$ ;  $j$  étant le rang de la contrainte de rupture et  $N_d$  le nombre total de données. Les paramètres statistiques obtenus sont donnés dans le tableau 1.

Les valeurs suivantes ont été estimées pour la constante  $n$  de la loi de fissuration sous critique (tableau 2) :  $n \approx 10 - 12$ . Les figures 3 et 4 illustrent la qualité de l'ajustement des équations aux résultats expérimentaux.

	Test # 2	Test # 3	Test # 4	Test # 5
$\ell$ (mm)	65	65	63	62
$N$	1870	2069	1824	1616
$\varepsilon_a$ (%)   $\sigma$ (MPa)	0.78   562	0.80   575	0.93   670	0.95   682
$a_c$ ( $\mu\text{m}$ )	1.419	1.355	0.998	0.964
$n$	12.5 (12.0)	10,1 (9.9)	11.2 (11.9)	10.2 (9.6)
$v^*$ (m / s)	$2.4 \times 10^{-8}$	$2.8 \times 10^{-8}$	$2.1 \times 10^{-9}$	$1.3 \times 10^{-9}$
$t^*$ (s)	58	48	475	740

Les résultats mentionnés entre parenthèses ont été obtenus par régression linéaire dans un diagramme  $Ln-Ln$ .

Tab. 2 : Résultats obtenus pour la fibre de verre E dans un milieu saturé en eau à différents niveaux de contraintes. Les constantes de la propagation sous critique sont déterminées à partir des Eqs. (11) et (13).

La distribution des durées de vie a été calculée à l'aide de l'équation (12) pour les constantes de fissuration sous critique ci-dessus. Pour la construction de la distribution expérimentale, le rang de chaque durée de vie  $t_j$  est déduit de la valeur correspondante de la force  $F_j$  à l'aide de l'équation (7). La probabilité correspondante est  $P = j/N_t$ , où  $N_t$  est le nombre total de données de durées de vie considérées. La figure 5, montre que la distribution calculée est en excellent accord avec la distribution expérimentale, ce qui valide l'analyse et le modèle. Il est intéressant de souligner que, à part l'équation de la distribution de la durée de vie des fibres établie dans cet article, on ne trouve que des formules empiriques inspirées par la loi de Weibull. Celles-ci n'ont pas été validées. Cette équation permettra de construire les diagrammes d'endurance probabilistes, appelés diagrammes SPT (Strength-Probability-Time) par les anglo-saxons, et de prévoir l'effet des contraintes et des dimensions, ce qui était impossible avec les équations empiriques qui dépendent seulement du temps.

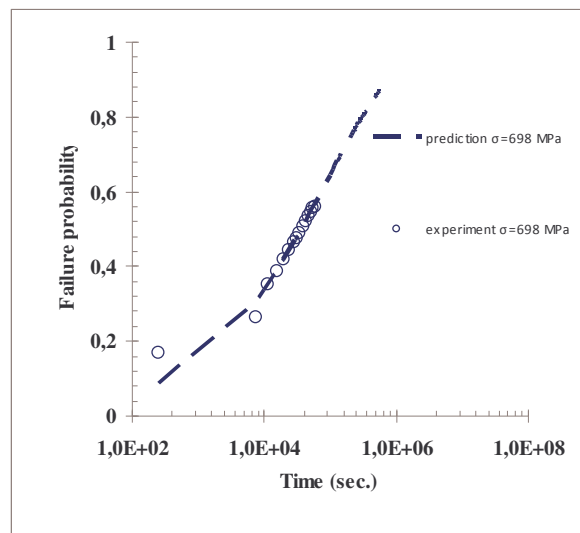


Fig. 5: Distributions statistiques de la durée de vie en fatigue statique des fibres de verre pour une contrainte de 698 MPa: distribution expérimentale et distribution calculée à l'aide de l'équation (12).

## Conclusion

Les essais de fatigue statique à déformation constante sur fil constituent un outil très puissant pour l'étude de la propagation lente des fissures dans les fibres. Pour une analyse fiable des résultats, il est très important de pouvoir contrôler la déformation pendant toute la durée de l'essai. Ceci a été réalisé grâce à une machine d'essai de traction pneumatique, qui a été conçue et mise au point dans le laboratoire. A chaque essai 2000 filaments ont été testés, ce qui a permis de constituer des bases de données significatives pour l'analyse statistique des résultats. Durant tout l'essai chaque fibre est soumise à la même contrainte. Il a été montré que la relaxation de la charge suit une loi puissance dont l'exposant de la charge est la constante de fissuration sous critique  $n$ . Une méthodologie a été mise au point, qui permet une détermination fiable et rapide des constantes  $n$  et  $V^*$  de la loi de propagation sous critique des fissures dans un environnement corrosif. Le modèle de fissuration sous critique qui a été construit dans ces conditions de sollicitation a permis d'établir la loi de distribution des durées de vie, en fonction de la contrainte appliquée et des dimensions. Cette loi sera très utile pour des analyses ultérieures de la durée de vie des fibres, puis des composites.

## Références

- [1] Charles RJ, Hillig WS. Symposium on Mechanical Strength of Glass and Ways of Improving It. Florence: Union Scientifique Continentale du Verre; 1962.
- [2] Wiederhorn SM. Fracture Mechanics of Ceramics. New York: Plenum Press; 1974.
- [3] Michalske TA, Freiman SW. Nature 1982;295:511.
- [4] Davidge, McLaren JR, Tappin G. J. Mater. Sci 1999;8:1705.
- [5] Evans AG. International Journal of fracture 1974;10:251.
- [6] Minnear WP, Bradt RC. J. Am. Ceram. Soc 1975;58:345.
- [7] Kurkjian CR, Krause JT, Matthewson MJ. Journal of Lightwave Technology 1989;7:1360.
- [8] Kalish D, Tariyal B. J. Am. Ceram. Soc 1978;61:518.
- [9] Lara-Curzio E. J. Am. Ceram. Soc 1997;80:3268.
- [10] Lara-Cuzio E. Journal of Engineering materials and Technology 1998;120:105.
- [11] Yun HM, Di Carlo JA. Ceram. Eng. Sci. Proc 1996;4:61.
- [12] Forio Ph, Lavaire F, Lamon J. J. Am. Ceram. Soc 2004;87:888.
- [13] Bertrand S, Pailler R, Lamon J. J. Am. Ceram. Soc 2001;84:787.
- [14] Gauthier W, Lamon J. J. Am. Ceram. Soc 2009; 92:702.
- [15] Gauthier W, Pailler F, Lamon J, Pailler R. J. Am. Ceram. Soc 2009; 92:2067.
- [16] Pailler R, Lamon J, Guette A, Sauder C, Martin-Litas I. Ann. Chim. Sci. Mat 2005;30:565.
- [17] Ladeveze P, Genet M. Comp Sci and Tech 2010;70:1575.
- [18] Lamon J. Comp. Sci. Tech.2001; 61:2259.
- [19] R'Mili M, Murat M. CR. Acad Sci Paris, 1997;324(Iib):355.
- [20] R'Mili M, Moevus M, Godin N. Comp Sci and Tech 2008;68:1800.
- [21] A Kelly FRS, McCartney LN. Proc. R. Soc. Lond. 1981;A374:476.
- [22] R'Mili M, Lamon J. Acta Mat. 2011;59:2850.