



**HAL**  
open science

## Caractérisation expérimentale du comportement de deux renforts 3D de mèches comélées

Jean-Emile Rocher, Samir Allaoui, Gilles Hivet, Eric Blond

► **To cite this version:**

Jean-Emile Rocher, Samir Allaoui, Gilles Hivet, Eric Blond. Caractérisation expérimentale du comportement de deux renforts 3D de mèches comélées. JNC 18, Jun 2013, Nantes, France. papier 134. hal-00835903

**HAL Id: hal-00835903**

**<https://hal.science/hal-00835903>**

Submitted on 20 Jun 2013

**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.

## Caractérisation expérimentale du comportement de deux renforts 3D de mèches comélées

### *Experimental testing of two three-dimensional (3D) fabrics of commingled yarns*

J-E. Rocher<sup>1</sup>, S. Allaoui<sup>1</sup>, G. Hivet<sup>1</sup> et E. Blond<sup>1</sup>

1 : Laboratoire PRISME-MMH EA 4229  
Université d'Orléans  
8, rue Léonard de Vinci, 45072 Orléans Cedex 2  
e-mail : jean-emile.rocher@univ-orleans.fr

### Résumé

La caractérisation expérimentale des propriétés mécaniques des renforts tissés de composites est importante pour la bonne compréhension de leur comportement lors des procédés de mise en forme. Dans cet article, des résultats de bias test, compaction, flexion, frottement et mise en forme réalisés sur deux renforts 3D de mèches comélées sont présentés et discutés.

### Abstract

Experimental characterization of the mechanical properties of a woven composite reinforcement is an important issue to the better understanding of its behavior during the forming processes. In this paper, results of bias, compaction, bending, friction and forming tests performed in order to characterize the formability of two three dimensional (3D) fabrics of commingled yarns are presented and discussed.

**Mots Clés :** renfort sec, bias test, flexion, compaction, frottement, mise en forme

**Keywords:** dry fabric, bias test, bending, compaction, friction, forming

## 1. Introduction

Lors de la conception d'une pièce en matériau composite, le comportement du renfort pendant le processus de mise en forme est important puisque l'apparition de défauts (plis par exemple) peut significativement altérer les propriétés mécaniques de la pièce composite finale. La caractérisation expérimentale du comportement des renforts est donc importante pour prévoir et éviter l'apparition de ces défauts. Différents essais ont été développés en ce sens : les essais de cisaillement (bias test et picture frame), les essais de traction (uniaxiale et biaxiale), de flexion, de frottement et de mise en forme elle-même [1].

Il existe de nombreux types de renforts, parmi lesquels les renforts 3D qui connaissent un intérêt grandissant. En effet les pièces composites obtenues avec ces renforts possèdent de meilleures propriétés mécaniques en termes de délaminage, résistance à l'impact et fatigue comparé à des composites classiques. Carvelli et al. [2] ont présenté des résultats expérimentaux sur un renfort 3D composé de mèches de verres, le comportement en traction biaxiale du renfort a été identifié, ainsi que le comportement en cisaillement (bias test et picture frame). Zhang et al. [3] ont montré l'influence de la masse surfacique du tissu sur son comportement en cisaillement et ont caractérisé le cisaillement inter-p pli. Néanmoins très peu d'études expérimentales sur le comportement des renforts 3D peuvent être trouvées dans la littérature.

Dans cette étude, les tissus sont composés de mèches comélées. Les mèches comélées sont constituées de fibres thermoplastiques (polypropylène, polyéthylène) mélangées avec les fibres de renfort (verre, carbone) par un processus de comélagage. La pièce composite finale est obtenue par un

processus de thermoformage rapide et efficace qui permet de réaliser à bas coûts des pièces composites à géométries complexes [4]. L'utilisation des mèches coméleées garantit une bonne répartition de la matrice thermoplastique qui présente une viscosité plus importante comparé aux résines thermodurcissables.

Le but de ces travaux est d'étudier expérimentalement le comportement de deux renforts 3D de mèches coméleées avec des architectures de tissage différentes. Le comportement en cisaillement (bias test), flexion, compaction a été étudié. Le frottement tissu/métal qui intervient durant le processus de mise en forme a aussi été caractérisé. Enfin, des essais de mise en forme sur l'un des tissus avec un poinçon tétraédrique ont été réalisés.

## 2. Description des matériaux et moyens expérimentaux

### 2.1 Description des tissus

Les architectures de tissage des deux tissus 3D considérés dans cette étude sont représentées (Fig. 1). Les deux tissus ont 5 couches de mèches dans le sens trame et 4 dans le sens chaîne. Dans le tissu A, la position des mèches de trame dans les différentes couches est la même, les mèches de renfort dans l'épaisseur (mèches Z) lient entre elles 3 couches de trames et sont orientés verticalement. Dans le tissu B, la position des mèches de trame est décalée entre les différentes couches, les mèches Z ont une trajectoire diagonale et traversent toute l'épaisseur du tissu pour lier les 5 couches de trames. Les densités de tissage des deux tissus sont précisées dans (Tab. 1). L'épaisseur des tissus est de l'ordre de 4 mm (les pièces finales obtenues après thermoformage auront une épaisseur d'environ 1.6 mm). La densité surfacique est d'environ 2800g/m<sup>2</sup> pour le tissu A et 2900g/m<sup>2</sup> pour le tissu B. Les mèches sont des mèches coméleées de verre et polypropylène de 410 tex (fraction volumique de verre de 52%, des résultats d'essais de traction réalisés sur ces mèches peuvent être trouvés dans [5]). Des mèches Z de polypropylène pur sont aussi présentes dans les tissus, mais de part leur faible nombre et leur faible tex (32 tex), leur influence sur le comportement des renforts sera négligée.

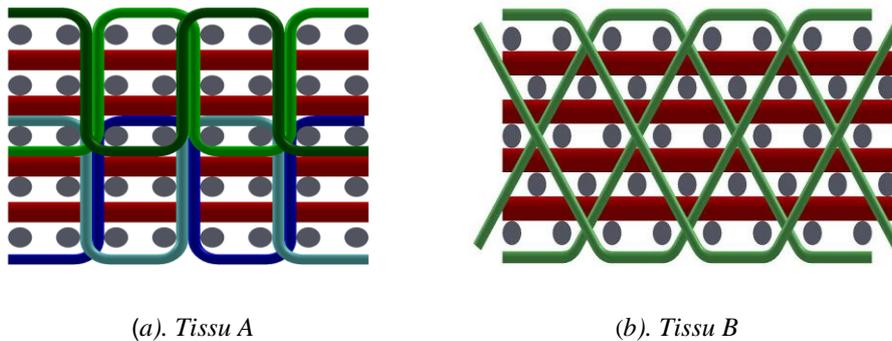


Fig. 1. Architecture de tissage des 2 tissus.

| Tissu A                            | Tissu B                          |
|------------------------------------|----------------------------------|
| -trame : -240 mèches/10 cm         | -trame : -268 mèches/10 cm       |
| -chaîne : -200 mèches/10 cm        | -chaîne : -200 mèches/10 cm      |
| -200 mèches Z/10 cm (orthogonales) | -200 mèches Z/10 cm (diagonales) |

Tab. 1. Densités de tissage des 2 tissus.

## **2.2 Machines et protocoles d'essais**

Les tests réalisés classiquement sur des renforts le sont le plus souvent sur des renforts 2D. De par leur épaisseur importante, un soin particulier a été apporté pour adapter et valider les protocoles pour les essais sur les tissus 3D et en particulier pour assurer un bon maintien des tissus dans les systèmes de fixation lors des essais. En ce sens, 2 méthodes ont montré des résultats satisfaisants : imprégner avec de la résine thermodurcissable les tissus ou faire fondre le polypropylène contenu dans les mèches comelés pour garantir un bon maintien au niveau des fixations. Ces méthodes ont été utilisées pour les essais de traction uniaxiale sur les tissus [5] ainsi que pour les bias tests présentés dans le paragraphe suivant.

### **-Bias tests**

Les bias tests ont été réalisés sur une machine de traction INSTRON 4507, avec une cellule d'effort de 10 kN. Deux configurations d'essais ont été utilisées : échantillon de 80 par 160 mm, vitesse d'essai 10mm/min et échantillon de 120 par 240 mm, vitesse d'essai 20 mm/min. Ces configurations sont proches de celles classiquement utilisées pour des tissus 2D. Les angles de cisaillement ont été mesurés par une méthode de suivi de marqueur (logiciel Deftac) [6] ainsi que par corrélation d'images (logiciel 7D) [7].

### **-Essais de flexion**

Les essais de flexion ont été réalisés grâce à un essai cantilever généralisé avec identification de profil par mesure optique. La description du dispositif d'essai et de la méthode utilisée pour extraire les profils de flexion est détaillée dans [8]. Pour obtenir des courbures suffisantes si la rigidité des tissus est trop importante, des masses additionnelles peuvent être ajoutées sur l'extrémité libre du tissu. Les échantillons de tissu ont une largeur de 100 mm, les profils de flexion sont enregistrés pour différentes longueurs de flexion et sont utilisés pour reconstruire la courbe moment-courbure des 2 tissus dans les sens trame et chaîne.

### **-Essais de compaction**

Pour les essais de compaction, 2 plateaux de compaction de 150 mm de diamètre montés sur la machine INSTRON 4507 ont été utilisés. Les échantillons de tissus ont été compactés à la vitesse de 1 mm/min jusqu'à une pression maximale de 1 MPa. Une cellule de capacité 200 kN a été utilisée. Les déplacements ont été mesurés grâce à un capteur LVDT. Les résultats obtenus présentent l'évolution de la pression de compaction  $P$  en fonction de la fraction volumique de fibre  $V_f$ . Des essais de compaction cycliques (5 cycles de charge/décharge jusqu'à la pression de 1MPa) ont aussi été réalisés sur les 2 tissus.

### **-Essais de frottement**

Les essais de frottement tissu/métal ont été effectués avec le dispositif décrit dans [9]. Une vitesse de 1mm/s a été utilisée. L'influence de l'orientation du tissu (sens trame, chaîne et 45°) ainsi que de la pression entre le tissu et le métal ont été étudiés. Au moins 5 mesures ont été effectuées dans chaque configuration d'essai.

### **-Essai de mise en forme**

Des essais de mise en forme avec un poinçon tétraédrique ont été réalisés en utilisant le tissu B. Les paramètres d'essais ont été déterminés et optimisés en se basant sur les résultats des essais de caractérisation du renfort. La vitesse du poinçon était de 30 mm/min. 6 serre-flancs, 3 de forme carrée et 3 de forme rectangulaire ont été utilisés. La pression imposée sur les serre-flancs carrés était de 0.0825 bar et de 0.0252 bar pour les serre-flancs rectangulaires. La position des serre-flancs, l'orientation du tissu, la convention de numérotation des faces du poinçon sont détaillés (Fig. 2). Plus de détails concernant le dispositif de mise en forme peuvent être trouvés dans [11].

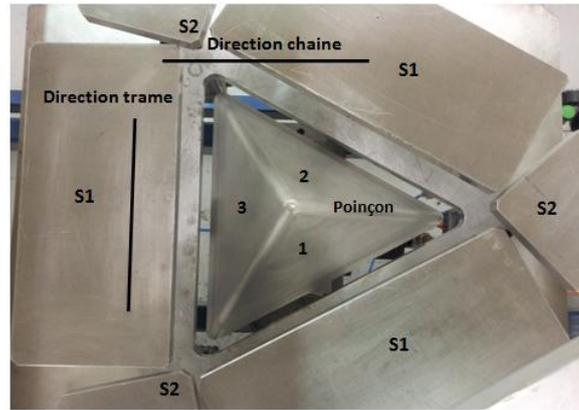


Fig. 2. Dispositif de mise en forme. S1 : serre-flancs rectangulaires. S2 : serre-flancs carrés. 1, 2 et 3 : numérotation des faces du poinçon.

### 3. Résultats et discussions

#### 3.1 Bias tests

Les résultats de bias tests obtenus pour le tissu A sont présentés (Fig. 3.a.). Deux essais ont été réalisés dans chaque configuration de test (total de 4 essais), les résultats obtenus sont similaires pour les 2 configurations : la taille des éprouvettes et la vitesse d'essai ne semblent donc pas influencer notablement sur le comportement du tissu dans la gamme testée. Les résultats montrent un comportement non linéaire et une augmentation rapide des efforts de cisaillement lorsque l'angle de cisaillement augmente. Les efforts maximum atteints sont très importants par rapport à des tissus 2D. L'évolution de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement imposé à l'éprouvette peut être comparée à la valeur théorique (Eq.1) calculée par un modèle cinématique [2] qui suppose aucune déformation dans les zones 1 et un angle de cisaillement dans la zone 3 égal au double de l'angle de cisaillement dans les zones 2 (voir (Fig. 4.a.) pour la localisation des zones). La mesure des angles de cisaillement par corrélation d'image sur l'éprouvette (Fig. 4.c.) montre que cette hypothèse de répartition des angles de cisaillement est globalement respectée pour de faibles valeurs d'angle. De même, pour de faibles valeurs, les angles de cisaillement calculés par la formule théorique et les angles mesurés sont proches. Cependant les valeurs divergent pour les angles plus importants. On peut constater que les zones 1 supposées indéformables dans le modèle cinématique se déforment dans la réalité (voir dans les cercles (Fig. 4.c.)) à cause du glissement de mèches entre les différentes zones. A noter qu'aucun pli n'est apparu lors des essais même pour les angles de cisaillement maximum atteints. Cela tend à confirmer que l'apparition des plis n'est pas seulement conditionnée par la valeur de l'angle de cisaillement mais aussi par la tension dans les mèches et par le comportement en flexion du renfort [12-13]. Des angles de cisaillement maximum de l'ordre de 48 ° ont été atteints pour les 2 tissus, les efforts de cisaillement maximum atteints étant aussi du même ordre de grandeur pour les 2 tissus.

$$\gamma = \frac{\pi}{2} - 2 \arccos \left( \frac{D+d}{\sqrt{2}D} \right)$$

(Eq. 1). Valeur théorique de l'angle de cisaillement, avec  $d$  le déplacement machine et  $D$  la longueur de la diagonale de la zone 3 (voir (Fig. 4.a.))

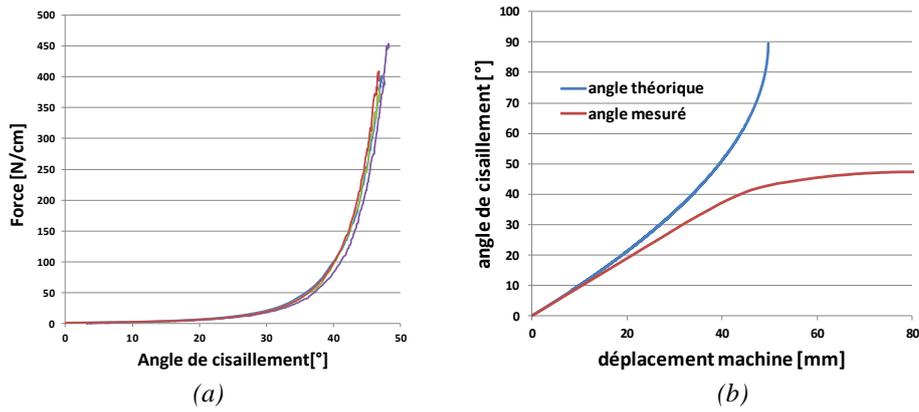


Fig. 3. (a). Résultats des bias tests (force divisée par la largeur de l'éprouvette en fonction de l'angle de cisaillement). (b). Comparaison des angles de cisaillement théoriques et mesurés en fonction du déplacement machine (configuration 120 par 240 mm).

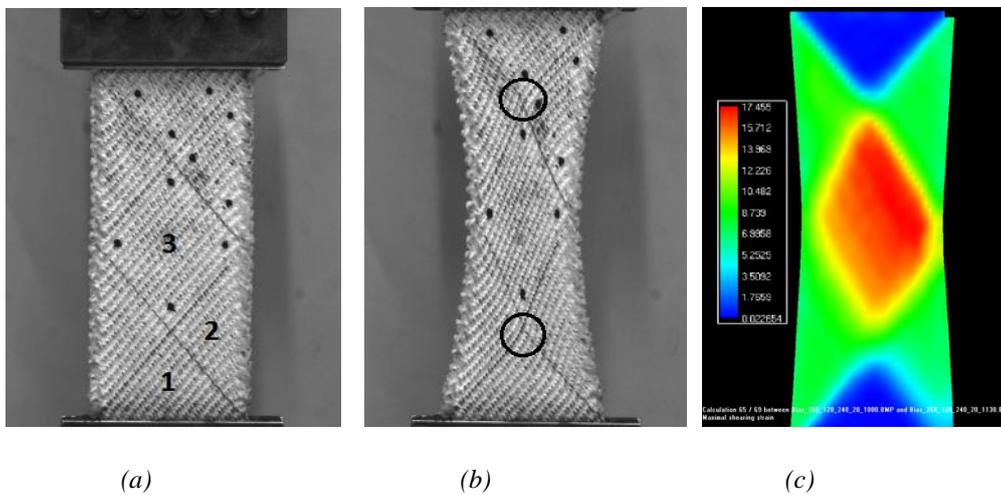


Fig. 4. (a). Position des différentes zones dans un échantillon avant le début de l'essai. (b). Déformation des zones 1 en cours d'essai. (c). Répartition des angles de cisaillement obtenue par corrélation d'images.

### 3.2 Essais de flexion

Comme précisé dans la partie 2.2, les essais de flexion ont été réalisés grâce à un essai cantilever généralisé au cours duquel des images des profils de flexion sont prises par une caméra. Un exemple de profil de flexion est montré (Fig. 5.a). Les profils ont été extraits pour plusieurs longueurs de flexions (voir Fig. 5.b). Ces profils permettent de tracer l'évolution du moment de courbure en fonction de la courbure le long des profils, les résultats obtenus pour les 2 tissus dans le sens trame sont montrés (Fig. 5.c). Si le comportement en flexion des tissus est élastique, les courbes représentées (Fig. 5.c.) représentent la loi de comportement moment-courbure des tissus et une seule longueur de flexion est suffisante pour caractériser ce comportement. Si le comportement est non élastique, les essais doivent être réalisés pour plusieurs longueurs de flexion et le comportement du tissu sera obtenu en traçant l'évolution des moments en fonction des courbures au point d'encastrement [8], les résultats obtenus avec cette méthode pour le tissu B sont présentés (Fig. 5.b). Par rapport à des tissus 2D, des courbures plus faibles pour des valeurs de moments plus importantes sont mesurées, particulièrement dans le sens trame et pour le tissu A. Cette importante rigidité en flexion peut en partie expliquer la non-apparition de plis pendant les essais de bias test.

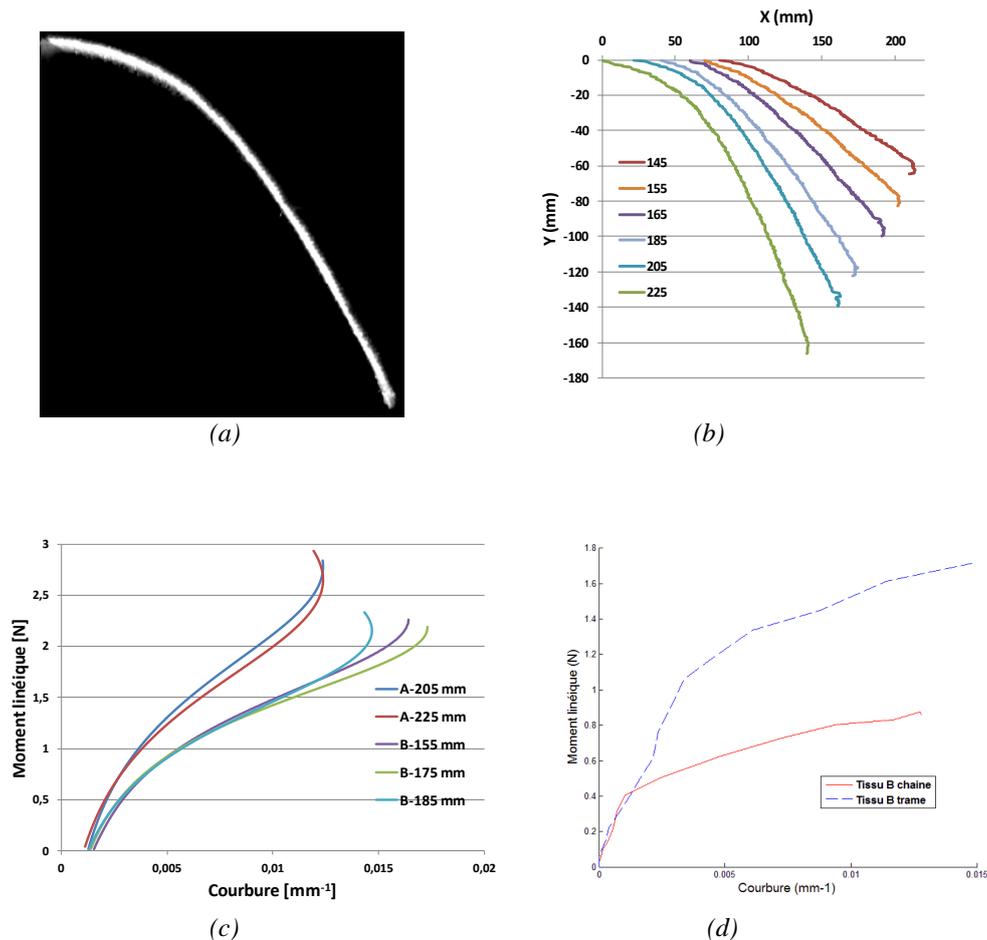


Fig. 5. (a). Image d'un profil (Tissu A, sens trame, longueur de flexion 215mm, masse additionnelle 152g). (b). Profils de flexion extraits pour différentes longueurs (Tissu A, sens trame, masse additionnelle 152g). (c). Courbes moment-courbure reconstruites pour les 2 tissus dans le sens trame. (d). Moment en fonction de la courbure au point d'encastrement dans les sens trame et chaîne pour le tissu B.

### 3.3 Essais de compaction

Les résultats obtenus en compaction sur le tissu B sont montrés (Fig. 6.a). Un comportement non linéaire classique avec une rapide augmentation de la pression de compaction en fonction de la fraction volumique de fibre est observé. La fraction volumique initiale de fibres est de l'ordre de 35% et augmente jusqu'à environ 57% lorsque la pression maximale de 1MPa est appliquée. Une bonne répétabilité des résultats est obtenue avec quelques variations de comportement en début de chargement.

Les résultats de compaction cycliques (Fig. 6.b) montrent une importante déformation plastique, notamment à la fin du premier cycle. Cette déformation plastique peut être attribuée à la réorganisation du réseau de fibres dans le tissu. Après quelques cycles, un comportement répétable est obtenu.

Sur (Fig. 6.c) les courbes moyennes de compaction sont comparées pour les 2 tissus. Le tissu A possède une structure plus compacte que le tissu B. Il est aussi plus rigide. Cela peut s'expliquer par la différence de configuration de tissages entre les 2 tissus notamment le fait que les mèches de trames occupent la même position dans les différentes couches dans le tissu A alors qu'elles sont décalées dans le tissu B. Le fait que les mèches Z soient verticales dans le tissu A alors qu'elles sont diagonales dans le tissu B peut aussi influencer sur le comportement en compaction.

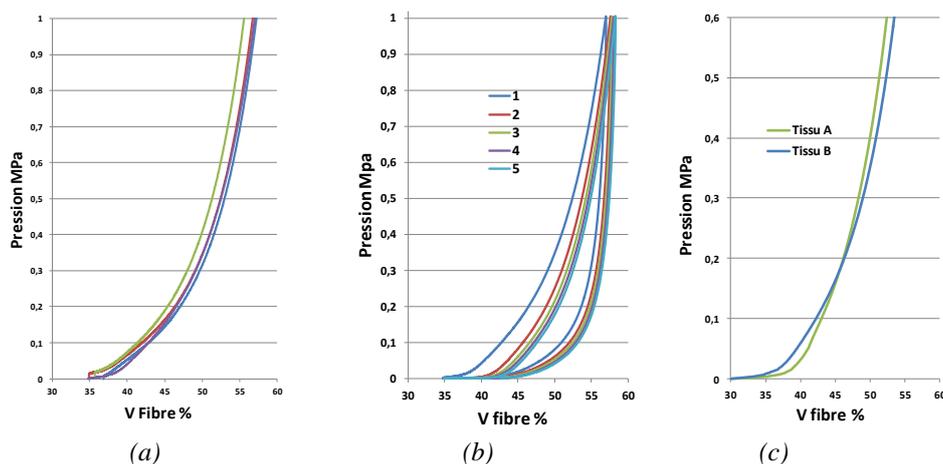


Fig. 6. (a). Résultats et répétabilité des essais de compaction sur le tissu B. (b). Résultat de l'essai de compaction cyclique sur le tissu B. (c). Comparaison du comportement des 2 tissus (courbes moyennes)

### 3.4 Essais de frottement

Les coefficients de frottement de Coulomb obtenus lors des essais de frottement tissus/métal sont présentés (Tab. 2). Les pressions avec lesquelles ont été réalisés les essais correspondent à celles qui sont typiquement utilisées dans l'industrie lors des procédés de mise en forme. Les résultats montrent une variation assez importante des valeurs du coefficient de frottement en fonction de l'orientation du tissu et de la pression. On constate que le coefficient de frottement diminue lorsque la pression appliquée augmente, ce résultat est en accord avec ce qui avait été constaté dans [14] avec du Twintex. Pour le tissu A, la valeur minimale de frottement (0.15) est obtenue dans la direction trame et pour la pression de 20kPa, la valeur maximale (0.26) est obtenue dans la direction chaîne avec la pression de 5kPa. Pour le tissu B les valeurs minimale et maximale sont obtenues dans les mêmes configurations que pour le tissu A, mais l'amplitude de variation est légèrement moins importante (minimum 0.17 et maximum 0.24).

|         |                           | 5 kPa |       |        | 10 kPa |       |        | 20 kPa |       |        |
|---------|---------------------------|-------|-------|--------|--------|-------|--------|--------|-------|--------|
|         |                           | Trame | 45°   | Chaîne | Trame  | 45°   | Chaîne | Trame  | 45°   | Chaîne |
| Tissu A | Coefficient de frottement | 0,209 | 0,220 | 0,261  | 0,168  | 0,181 | 0,228  | 0,150  | 0,152 | 0,191  |
|         | Écart type                | 0,011 | 0,010 | 0,011  | 0,003  | 0,001 | 0,002  | 0,002  | 0,002 | 0,003  |
| Tissu B | Coefficient de frottement | 0,202 | 0,200 | 0,246  | 0,180  | 0,184 | 0,210  | 0,173  | 0,175 | 0,210  |
|         | Écart type                | 0,005 | 0,007 | 0,005  | 0,002  | 0,006 | 0,007  | 0,006  | 0,007 | 0,004  |

Tab. 2. Résultats des essais de frottement pour les 2 tissus.

### 3.5 Essai de mise en forme

Dans le but de caractériser le potentiel des tissus 3D pour la réalisation de pièces composites, des essais de mise en forme sur une géométrie complexe fortement non développable ont été réalisés avec le tissu B. La configuration d'essai utilisée a été décrite dans la section précédente. La pression appliquée sur les serre-flancs a été choisie en se basant sur les résultats des essais de frottement et de traction ainsi que sur les essais de mise en forme qui avaient été conduits sur d'autres tissus au sein du laboratoire. Sur (Fig. 7) les résultats au niveau macroscopique d'une mise en forme sur les faces 1 et 3 sont présentés. Les angles de cisaillement mesurés sont similaires à ceux qui ont été

observés sur d'autres tissus avec ce dispositif de mise en forme [12]. Le comportement du tissu est satisfaisant puisqu'aucun pli n'est apparu sur la partie utile de la préforme. Sur la zone non utile, des petits plis sont visibles au niveau la partie inférieure de la forme, particulièrement sur la face 3, une optimisation plus fine de la pression sur les serre-flancs pourrait peut être permettre d'éviter leur formation.

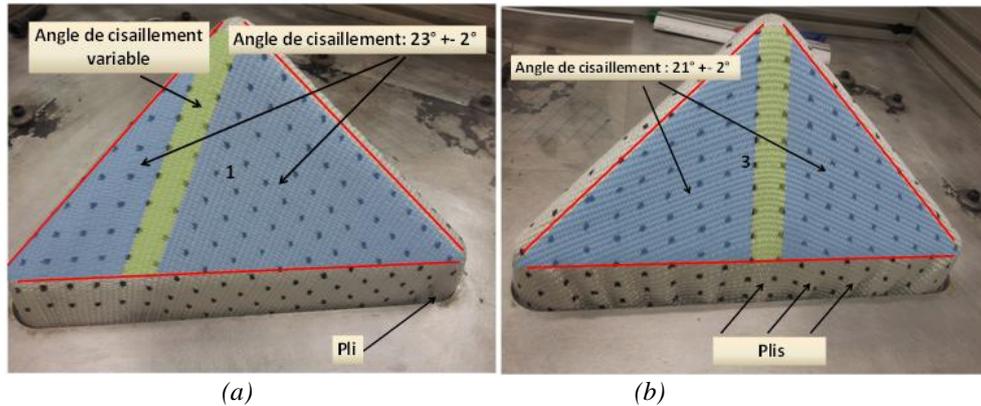


Fig. 7. Résultats de la mise en forme. (a). Face 1. (b). Face 3

## Conclusion

Les résultats d'essais effectués sur deux tissus 3D présentant différentes architectures de tissage ont été présentés. Les protocoles d'essais classiques ont été adaptés avec succès pour tester les tissus 3D.

Le comportement des tissus en biais test a été étudié. Aucune apparition de pli n'a été observée, même à des angles de cisaillement importants, la rigidité de flexion élevée des tissus mise en évidence dans cette étude ainsi que les importants efforts mesurés lors des essais peuvent être une explication. Les résultats ont montré que les angles de cisaillement mesurés sont en accord avec le modèle cinématique seulement pour les petits angles de cisaillement (moins de 20 °). Des angles de cisaillement maximaux de l'ordre de 48° ont été mesurés pour les 2 tissus.

En compaction, un comportement non-linéaire et l'importance de la déformation plastique ont été observés.

Des variations importantes du coefficient de frottement métal/tissus en fonction de la direction et de la pression ont été mises en évidence.

Ces résultats peuvent être utilisés comme données d'entrée pour des simulations de mise en forme. Ils ont également été utilisés pour déterminer les paramètres d'essais de mises en forme qui ont été effectuées sur l'un des deux tissus.

La faisabilité d'une forme à géométrie complexe et fortement non développable a été démontré par l'obtention d'une préforme finale sans défauts sur la partie utile.

## Remerciements

Cette étude a été réalisée et financée dans le cadre du projet européen 3D-Light Trans (FP7/2007-2013) projet n° 263223.

## Références

- [1] Gereke, G.; Döbrich, O.; Hübner, M.; Cherif, C.: “Experimental and computational composite textile reinforcement forming: A review.” *Composites: Part A* 46 (2013) 1-10.
- [2] Carvelli, V.; Pazmino J.; Lomov, S.V.; Verpoest, I.: “Deformability of a non-crimp 3D orthogonal weave E-glass composite reinforcement”. *Composites Science and Technology* 73 (2012) 9-18.
- [3] Zhang, Y.; Sun, F.; Wang, Y.; Chen, L.; Pan, N.: “Study on intra/inter-ply shear deformation of three dimensional woven performs for composite materials”. *Materials and Design* 49 (2013) 151-159.
- [4] Bernet, N.; Michaud, V.; Bourban, P.-E.; Manson, J.-A.E.: “Commingled yarn composites for rapid processing of complex shapes”. *Composites: Part A* 32 (2001) 1613-1626.
- [5] Rocher, J.-E.; Allaoui, S.; Hivet, G. ; Blond, E. : “Experimental characterization of the tensile behavior of a polypropylene/glass 3D-fabric: from the yarn to the fabric”. 4<sup>th</sup> World conference on 3D Fabrics and their applications, Aachen: Germany (2012).
- [6] Bretagne, N.; Valle, V.; Dupré J.-C. : “Development of the marks tracking technique for strain field and volume variation measurements”, *NDT&E International*. 2005; 38(4): 290-298.
- [7] Vacher, P.; Dumoulin, S.; Morestin, F.; Mguil-Touchal, S.: “Bidimensional strain measurement using digital images”. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers* 213, 1999, 811-817.
- [8] De Bilbao, E.; Soulat, D.; Hivet, G.; Gasser, A.: “Experimental study of bending behavior of reinforcements”. *Experimental Mechanics* (2010) 50:333-351.
- [9] Hivet, G.; Allaoui, S.; Cam, B.T.; Ouagne, P.; Soulat, D.: “Design and potentiality of an apparatus for measuring yarn/yarn and fabric/fabric friction”, *Experimental Mechanics*, Volume 52 (8), pp1123-1136, 2012.
- [10] Allaoui, S.; Launay, J.; Soulat, D.; Chatel, S.; «Experimental Tool of woven Reinforcement Forming», *International Journal of Material Forming*, Vol 1 (1), pp815-818, 2008.
- [11] Allaoui, S.; Hivet, G.; Soulat, D.; Wendling, A.; Ouagne, P.; Chatel, S.; “Analyze Experimental preforming of highly double curved shapes with a case corner using an interlock reinforcement ”, *International Journal of Material Forming*, 2012, DOI: 10.1007/s12289-012-1116-5.
- [12] Allaoui, S.; Boisse, P.; Chatel, S.; Hamila, N. ; Hivet, G. ; Soulat, D. ; Vidal-Salle, E.: “Experimental and numerical analyses of textile reinforcement forming of a tetrahedral shape”. *Composites: Part A* 42 (2011) 612-622.
- [13] Launay, J.; Hivet, G.; Duong, A.-V.; Boisse, P.: “Experimental analysis of the influence of tensions on in plane shear behaviour of woven composite reinforcements”. *Composites Science and Technology* 68 (2008) 506-515.
- [14] Sachs, U.; Fetfatsidis, K.; Schumacher, J.; Ziegmann, G.; Allaoui, S.; Hivet, G.; Vidal-Sallé, E.; and Akkerman, R.: “ A Friction-Test Benchmark with Twintex PP”, *Key Engineering materials*, Vol 504-506, pp 307-312, 2012.