



**HAL**  
open science

# Étude de l'influence d'une agression thermique sur les propriétés mécaniques résiduelles de matériaux composites

Matthieu Ropital, Thomas Rogaume, Damien Halm

## ► To cite this version:

Matthieu Ropital, Thomas Rogaume, Damien Halm. Étude de l'influence d'une agression thermique sur les propriétés mécaniques résiduelles de matériaux composites. CFM 2013 - 21ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2013, Bordeaux, France. hal-03440533

**HAL Id: hal-03440533**

**<https://hal.science/hal-03440533v1>**

Submitted on 22 Nov 2021

**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.

# Etude de l'influence d'une agression thermique sur les propriétés mécaniques résiduelles de matériaux composites

M. Ropital, T. Rogaume, D. Halm

Institut Pprime, UPR 3346 CNRS, ISAE-ENSMA, Université de Poitiers, BP 40109, 86961 Futuroscope Chasseneuil Cedex, France

## Résumé :

*La présente étude a pour objet de déterminer de manière décorrélée l'influence d'une exposition au feu de composite époxyde/carbone sur les propriétés mécaniques résiduelles.*

*Les agressions thermiques sont menées à l'aide d'un cône calorimètre (norme ISO 5660 [2]) sur des plaques de composites résine époxy/fibres de carbone. Les essais sont conduits pour différents flux de chaleur et sont arrêtés à différents temps caractéristiques avant la ruine des éprouvettes (décomposition totale). Les autres paramètres thermiques considérés sont la densité d'énergie, la présence ou pas et la durée de l'inflammation. Les éprouvettes alors obtenues sont découpées, puis des essais mécaniques sont effectués en flexion 3 points. Sont caractérisées les évolutions du module de flexion et de la contrainte à la rupture, en fonction des conditions de dégradation thermique.*

*L'évolution du module de flexion montre que la densité d'énergie est le facteur principal de l'altération des propriétés mécaniques des éprouvettes. En effet, au-delà d'un certain seuil, nous observons une dégradation linéaire du module de flexion en fonction de celle-ci. De plus, les résultats montrent la forte influence de la présence ou pas d'une inflammation sur la dégradation des propriétés mécaniques.*

## Abstract :

*The present study aims at determining in an uncorrelated way the influence of an exposure to a fire of composite epoxide / carbon samples on the residual mechanical properties. The thermal attacks are led by means of a cone calorimeter (standard ISO 5660 [2]) on patches of composites resin epoxy/fibers of carbon. The tests are performed for various heat flows and are stopped at different characteristic times before the ruin of the samples. Other considered thermal parameters are the density of energy, the presence or not and the duration of the inflammation.*

*The samples obtained are cut and then mechanical 3-point bending tests are performed. The evolutions of the bending modulus and the maximum stress, according to the conditions of thermal degradation are characterized. The evolution of the bending modulus shows that the density of energy is the main factor of the change of the mechanical properties. Indeed, beyond a certain threshold, we observe a linear degradation of the bending modulus according to this one. Furthermore, the results show the strong influence of the presence or not of the inflammation on the degradation of the mechanical properties.*

**Mots clefs : décomposition thermique, agression mécanique, résine époxy/carbone, module flexion, contrainte à rupture**

## 1 Dégradation thermique des échantillons

Afin de caractériser les paramètres d'inflammabilité, de combustibilité et la décomposition thermique d'un matériau il est courant d'étudier les évolutions de la perte de masse, la vitesse de perte de masse (MLR : Mass Loss Rate), le flux d'énergie dégagée (HRR : Heat Release Rate), le temps d'inflammation, la température d'inflammation, le flux critique d'inflammation (CHF : Critical Heat Flux), la concentration des gaz et de suies dégagées... Une analyse de ces paramètres a été effectuée et les résultats comparés à ceux d'une précédente étude menée dans le cadre du projet H2E [1], afin de conclure sur la validité des expériences d'agression thermique menées au sein de la première étude. Ces résultats ne seront toutefois pas présentés au sein de la présente contribution.

Les composites carbone/époxy unidimensionnels étudiés comprennent 60% en volume de fibres de

carbone, ce qui a pour conséquence un pourcentage de 30 à 35 % en masse de résine. Les conditions expérimentales retenues au cours de cette étude sont inférieures à la valeur de flux nécessaire à dégrader les fibres de carbone, nous n'observerons au cours des diverses expériences que la seule dégradation de la résine. Afin d'éviter que la résine coule le long du porte échantillon un porte échantillon formé d'un bloc en aluminium est utilisé. Il permet de plus de forcer la conduction sur les côtés et la face arrière (non exposée) de l'échantillon et donc les échanges thermiques pour garantir une décomposition la plus homogène possible. Le tableau 1 présente les conditions expérimentales retenues pour la présente étude. On remarque que parmi les expériences choisies, des densités d'énergie apparaissent à plusieurs reprises. Ceci nous permettra de déterminer si c'est le temps d'exposition ou la puissance du flux incident qui est le paramètre prédominant. Si aucune influence de ces paramètres n'est observée et que la dégradation est constante quel que soit le couple flux/temps d'exposition, alors c'est l'énergie qui est le paramètre clé. Le tableau 2 permet de faire la synthèse des résultats obtenus.

Flux (kW/m <sup>2</sup> )	Temps (s)	Energie surfacique (MJ/m <sup>2</sup> )	Flux (kW/m <sup>2</sup> )	Temps (s)	Energie surfacique (MJ/m <sup>2</sup> )
15	1065	15,975	40	400	16
15	1065	15,975	40	150	6
20	400	8	40	150	6
20	600	12	40	200	8
20	800	16	40	200	8
20	800	16	40	250	10
30	400	12	40	250	10
30	400	12	40	550	22
35	400	14	40	550	22
35	400	14	50	240	12
40	500	20	50	240	12
40	500	20	50	400	20
40	450	18	50	400	20
40	450	18	60	200	12
40	400	16	60	200	12

Tableau 1 : Présentation des conditions expérimentales retenues au cours de la présente étude

Energie surfacique (MJ/m <sup>2</sup> )	Flux (kW/m <sup>2</sup> )	Temps (s)	Délai d'inflammation (s)	Perte de masse maximale (%)	MLR maximale (mg/s)
6	40	150	120	-2,60%	33,1
8	20	400	pas d'inflammation	0,00%	0
8	40	200	163	-2,50%	45,4
10	40	250	125	-5%	63,7
12	20	600	pas d'inflammation	0,00%	0
12	30	400	250	-5,90%	49,6
12	40	300	130	-1,20%	62,4
12	50	240	83	-6,80%	58,3
12	60	200	55	-5,60%	61,8
14	35	400	170	-8,90%	56,1
16	15	1065	pas d'inflammation	0,00%	0
16	20	800	633	-2,70%	38,4
16	40	400	128	-9,90%	60,3

18	40	450	125	-10,10%	64,5
20	40	500	128	-11,90%	65,1
20	50	400	78	-9,50%	59,3
22	40	550	120	-12,20%	59,3

Tableau 2 : Synthèse des résultats obtenus en fonction de la densité d'énergie

## 2 Propriétés mécaniques des éprouvettes agressées thermiquement

### 2.1 Essai de flexion 3 points

Cette deuxième campagne d'essais a pour but de caractériser l'influence d'une agression thermique sur les propriétés mécaniques résiduelles des composites et vient en complément de travaux récents sur le comportement thermomécanique de ce type de composite sans inflammation [3]. Il s'agit également de déterminer quels paramètres thermiques (flux incident, temps d'exposition, densité d'énergie) ou phénomène (inflammation de l'échantillon) pilotent la dégradation des propriétés mécaniques des matériaux. Pour cela, un montage de flexion trois points est utilisé. Les paramètres étudiés ici seront le module de flexion  $E_f$  ainsi que la contrainte maximale à rupture du matériau  $\sigma_M$ , définie comme la contrainte maximale que peut supporter l'éprouvette. Les échantillons découpés dans les plaques préalablement agressées thermiquement (Section 1), sont des parallélépipèdes à base rectangulaire de longueur 100mm, de largeur  $b=20$ mm et d'épaisseur  $d=10$ mm. Les essais sont réalisés sur des unidirectionnels (fibres dans la longueur de l'éprouvette). Les échantillons sont posés sur deux appuis simples distants de  $L=83,2$ mm. L'effort de flexion est imposé au milieu de l'éprouvette (Figure 1).

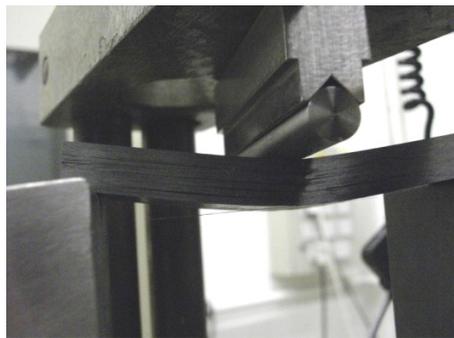


FIG.1 – Essai de flexion 3 points

Les expressions du module de flexion  $E_f$  et de la contrainte à rupture  $\sigma_M$  sont définies par  $E_f = \frac{L^3 m}{4bd^3}$  et

$\sigma_M = \frac{3F_M L}{2bd^2}$  où  $F_M$  est la force maximale relevée et  $m$  la pente à l'origine de la courbe force – déplacement

[4]. Au cours de l'essai de flexion, les éprouvettes de carbone / époxyde se dégradent. On peut en particulier observer de la fissuration matricielle et du délaminage. Il n'y a par contre pas de rupture de fibre des éprouvettes étudiées.

### 2.2 Analyse des courbes force - déplacement

A titre d'exemple, la Figure 2 représente l'enregistrement de différentes courbes force/déplacement pour un flux de 40 kW/m<sup>2</sup> que nous comparons toujours à celle d'un élément neutre (*i.e.*, non agressé thermiquement). Pour chaque courbe, nous obtenons un premier palier à une valeur de 120 à 130N correspondant au réglage des jeux existants (goupille, mors...). Au-delà de ce déplacement, on peut extraire deux groupes de courbes :

- Premier groupe : Neutre – 40kW/m<sup>2</sup> -150 et 200s. Ce groupe correspond à de faibles densités d'énergie d'exposition. On note que la pente initiale décroît avec l'augmentation du temps d'agression. Après avoir atteint la charge maximale, une forte chute de la charge caractéristique d'un délaminage du composite et visible à l'œil nu est obtenue. Puis la charge augmente à nouveau jusqu'à une valeur inférieure à  $F_M$ , à

laquelle un second délaminage se produit. Cette seconde montée correspond à un résidu de résistance en flexion de la partie inférieure au délaminage. Puis d'autres délaminages arrivent successivement jusqu'à l'apparition d'un palier de charge.

- Second groupe : 40 kW/m<sup>2</sup> - 400, 450 et 550s. Ce groupe correspond à de fortes densités d'énergie d'exposition. Pour ces conditions, un palier de charge beaucoup plus long que précédemment est observé. Cette phase correspond à un tassement des fibres de carbone ayant subi l'agression thermique. Puis la montée en charge se fait beaucoup plus lentement, ce qui a pour conséquence d'avoir un coefficient directeur de la courbe force déplacement bien plus faible que précédemment. Puis contrairement à ce qui a pu être observé pour le premier groupe, nous remarquons que pour les 2 courbes à 450 et 550s de temps d'exposition, des oscillations apparaissent, pouvant correspondre à de la fissuration matricielle (chute de force moins importante dans le cas de délaminage), avant d'observer le premier délaminage. Puis, comme précédemment, divers délaminages se produisent par la suite, avec toutefois des montées en charge moins importantes que pour les éprouvettes ayant subi une faible inflammation.

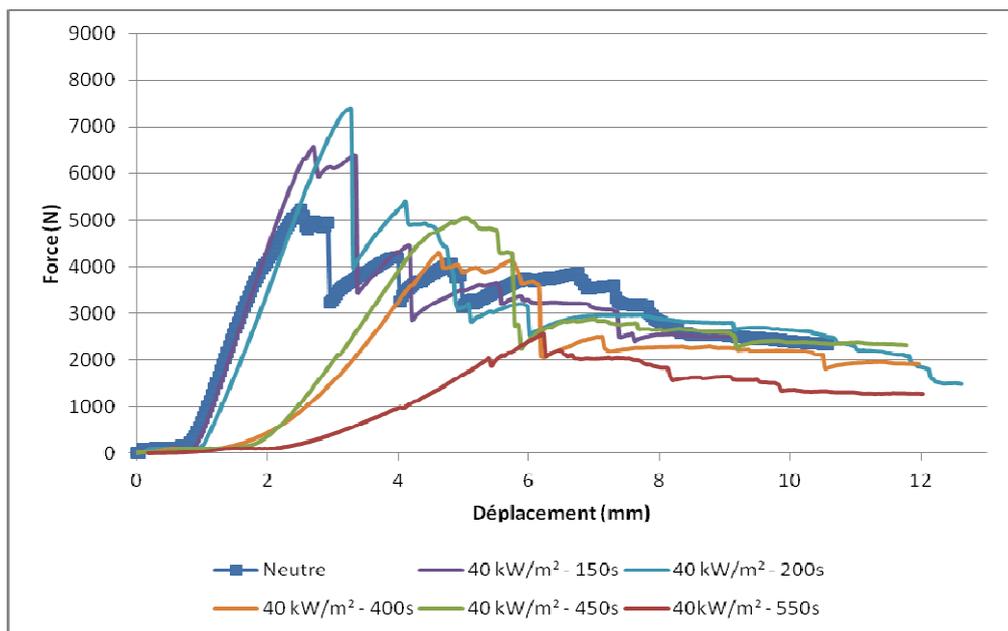


FIG. 2 - Enregistrement des courbes force déplacement pour un flux constant de 40 kW/m<sup>2</sup>

### 2.3 Evolution du module de flexion et de la contrainte à rupture

Le module de flexion est évalué à partir de la pente initiale des courbes force – déplacement. Le Tableau 3 présente l'évolution du module de flexion adimensionné par la valeur nominale  $E_{f0}$  (c'est-à-dire la valeur du module d'une éprouvette non agressée) en fonction des conditions d'essai. Nous associerons par la suite la dégradation mécanique au module de flexion adimensionné. La Figure 3 indique l'évolution du module de flexion adimensionné en fonction de la densité d'énergie incidente.

On peut observer que les éprouvettes qui ne se sont pas enflammées (15kW/m<sup>2</sup> 1065s) ou que pendant très peu de temps (40kW/m<sup>2</sup> - 150s et 20kW/m<sup>2</sup> - 800s) ne présentent qu'une faible dégradation et ainsi de meilleures propriétés mécaniques. En ce qui concerne les autres points d'expérimentation, nous obtenons une allure qui semble être linéaire. D'une manière similaire, la Figure 4 présente l'évolution de la contrainte à rupture en fonction de la densité d'énergie. On note une décroissance rapide en fonction de l'énergie à partir de 10 MJ/m<sup>2</sup>.

Il est à noter que des expériences similaires ont été réalisées sur des échantillons dont l'orientation des fibres est perpendiculaire à la plus grande dimension. Ces essais présentent une dispersion beaucoup plus grande que celle constatées sur la Figure 2.

Les Figures 3 et 4 constituent clairement un lien entre l'agression thermique et le comportement mécanique, qui permettra, à terme, d'établir une relation entre la densité d'énergie et un endommagement mécanique

dans un modèle de comportement.

Flux (kW/m <sup>2</sup> )	Temps d'exposition (s)	Energie (MJ/m <sup>2</sup> )	Module de flexion (GPa)	Module de flexion adimensionné (%)
0	0	0	25,59787	100
15	1065	15,975	26,95006	105,28
20	800	16	22,5626	88,142
35	400	14	11,50456	44,943
40	150	6	27,89434	108,97
40	200	8	21,37153	83,489
40	400	16	7,472651	29,192
40	450	18	8,726913	34,092
40	550	22	4,642371	18,136
40	550	22	2,149811	8,3984
50	240	12	14,8067	57,843
50	400	20	6,728786	26,287
60	200	12	16,84213	65,795

TAB.3 - Module de flexion mesuré

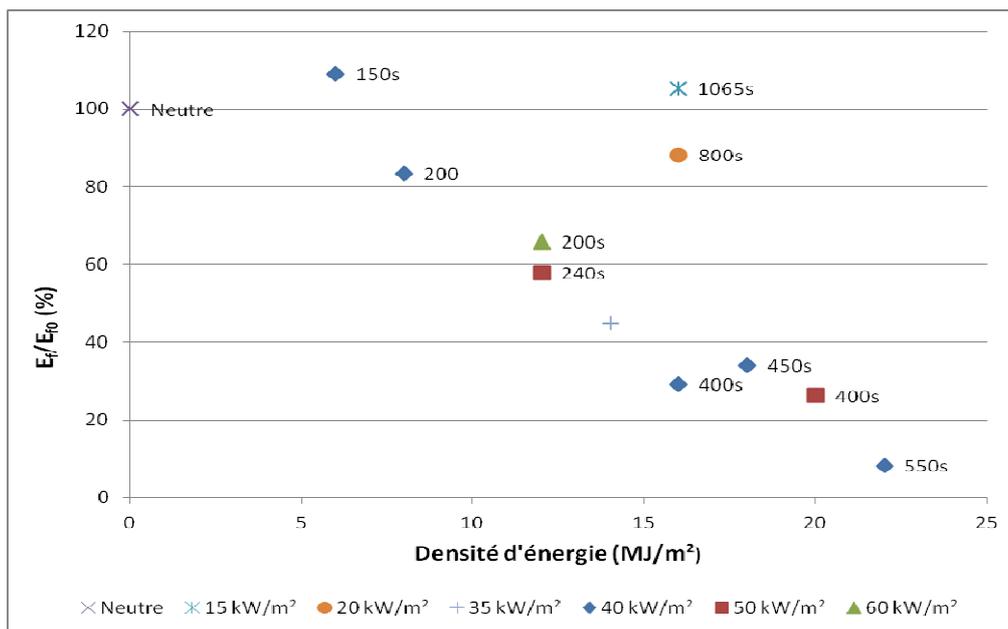


FIG. 3 - Evolution du module de flexion adimensionné en fonction de la densité d'énergie

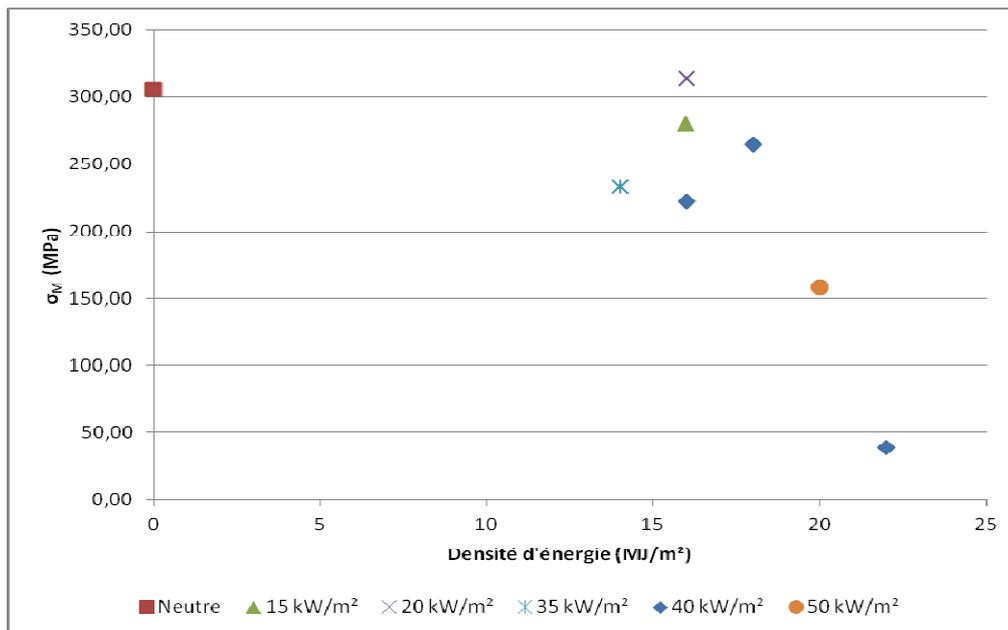


FIG. 4 - Evolution de la contrainte à rupture en fonction de la densité d'énergie

Il ressort des résultats de cette étude qu'une inflammation est nécessaire à la dégradation des propriétés mécaniques des composites étudiés. Ainsi, de faibles inflammations auront une faible influence sur le module de flexion ainsi que sur l'évolution de la force en fonction du déplacement imposé. L'évolution du module de flexion a également été tracée en fonction d'autres paramètres thermiques (par exemple, le flux incident) mais cette représentation ne permet pas de dégager une relation claire entre les deux quantités. On en déduit donc que la densité d'énergie est le facteur principal de la dégradation mécanique des éprouvettes. Nous observons une dégradation linéaire du module de flexion en fonction de celle-ci. Cette tendance reste cependant à confirmer en effectuant d'autres tests à fort flux et plus faibles temps d'exposition. Les résultats pourraient alors montrer s'il existe un seuil d'énergie en dessous duquel il n'y a pas de dégradation même s'il y a inflammation, et/ou s'il y a un seuil d'énergie supérieur au-delà duquel le composite n'a plus aucune rigidité. Concernant la contrainte à rupture, nous pouvons observer une chute brutale de la contrainte à rupture à partir d'une certaine densité d'énergie limite. Ainsi, l'on retrouve que l'énergie pilote la dégradation mécanique, aussi bien concernant le module de flexion que la contrainte à rupture. Dans la présente étude, les agressions thermiques et les essais mécaniques étaient totalement décorréliés. Or nous pouvons légitimement supposer que l'augmentation de la température de surface du composite a une influence sur les propriétés mécaniques des composites. Cette remarque justifie la poursuite actuelle de l'étude par la conception d'un banc original permettant d'allier simultanément l'exposition au feu et les essais mécaniques.

Ce travail s'inscrit dans le cadre du programme « Investissements d'avenir » portant la référence ANR-11-LABX-0017-01 pour le laboratoire d'excellence INTERACTIFS

## References

- [1] Dao D.Q., Luche J., Rogaume T., Etude de la décomposition thermique du composite époxy/carbone au cône calorimètre. Rapport projet H2E, 2010.
- [2] ISO 5660 Reaction to fire tests, heat release, smoke production and mass loss rate. International standard, second edition, AFNOR, 2002
- [3] Gentilleau B., Modélisation et validation expérimentale du comportement thermomécanique de multicouches polymère/composites bobinés : Application au stockage d'hydrogène hyperbare, thèse ENSMA, 2012
- [4] ASTM, Designation D790, Standard Test for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials.