



HAL
open science

Caractérisation ultrasonore de la porosité dans les composites Carbone/Epoxy stratifiés

Benoit Mascaro, Nicolas Dominguez, Philippe Marguerès, Vincent Gibiat

► To cite this version:

Benoit Mascaro, Nicolas Dominguez, Philippe Marguerès, Vincent Gibiat. Caractérisation ultrasonore de la porosité dans les composites Carbone/Epoxy stratifiés : Evaluation globale et détection de zones de porosité localisées dans l'épaisseur.. *Revue des composites et des matériaux avancés = Journal of Composite and Advanced Materials*, 2007, 17 (2), pp.157-167. 10.3166/rcma.17.157-167. hal-04492632

HAL Id: hal-04492632

<https://hal.science/hal-04492632>

Submitted on 6 Mar 2024

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

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

Caractérisation ultrasonore de la porosité dans les composites Carbone/Epoxy stratifiés -

Evaluation globale et détection de zones de porosité localisées dans l'épaisseur.

Benoit Mascaro^{*,} — Nicolas Dominguez^{*,**} — Philippe Marguerès^{***} — Vincent Gibiat^{**}**

** AIRBUS FRANCE – 316 Rte de Bayonne
F-31060 Toulouse CEDEX 03*

benoit.mascaro@airbus.com; nicolas.dominguez@airbus.com

*** Laboratoire PHASE – Bât. 3R1B2 – Université Paul Sabatier – 118 Rte de Narbonne*

F-31062 Toulouse CEDEX 09

benoit.mascaro@cict.fr; dominguez@cict.fr; gibiat@cict.fr

**** Equipe PRO²COM - Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse*

I.U.T. Paul Sabatier – Dépt. GMP – 133 C avenue de Rangueil – B.P. 67701

F-31077 Toulouse CEDEX 04

philippe.margueres@iut-tlse3.fr

RÉSUMÉ. L'objectif de ce travail répond à la question de la caractérisation de la porosité dans les composites Carbone/Epoxy par des méthodes ultrasonores. Cette caractérisation comprend une estimation globale du taux de porosité par des mesures d'atténuation en fonction de la fréquence; ainsi que des méthodes d'analyse Temps-Fréquence et Temps-Energie, pour la détection de zones de porosité concentrées, localisées dans l'épaisseur de la pièce.

ABSTRACT. The aim of this work is to present Non Destructive Ultrasonic Methods to characterize porosity in Carbon/Epoxy laminates. A method of global characterization by Attenuation versus frequency is presented, and also Time-Frequency and Time-Energy analysis are investigated for the detection of concentrated porosity localized into the thickness.

MOTS-CLÉS : Carbone/Epoxy, Porosité, Atténuation, Localisée, Temps-Fréquence, Energie Rétrodiffusée

KEYWORDS: Carbon/Epoxy, Porosity, Attenuation, Localized, Time-Frequency, Time-Energy Backscattered Energy

1. Introduction

L'un des éléments principaux qui peut affecter la qualité des composites Carbone/Epoxy, et en particulier dégrader ses propriétés mécaniques, est la présence de porosité qui peut rester piégée dans la matrice Epoxy pendant la cuisson. Le contrôle de la porosité dans ces matériaux est alors d'une grande importance pour valider le bon comportement mécanique des pièces produites.

Nous proposons dans cet article des méthodes de caractérisation et de détection de la porosité dans les composites stratifiés par inspection ultrasonore. Nous nous intéressons à la fois à l'estimation globale de la porosité, mais également à sa répartition dans l'épaisseur de la pièce.

L'estimation globale de la porosité peut être effectuée grâce à une mesure de la pente de l'atténuation ultrasonore. Le lien entre le taux de porosité et les caractéristiques mécaniques permet alors d'estimer ces dernières par une mesure ultrasonore de l'atténuation.

En ce qui concerne la répartition des porosités dans l'épaisseur de la pièce, l'étude de la rétrodiffusion de l'onde se propageant dans un milieu sain et dans un milieu poreux apporte des informations intéressantes pour la localisation de zones de porosité concentrée.

2. Evaluation globale du taux de porosité

La quantité physique mesurable portée par l'onde ultrasonore qui est la plus sensiblement affectée par les porosités est l'atténuation. L'énergie incidente se disperse progressivement au cours de la propagation, à cause de l'atténuation intrinsèque du matériau, et à cause des diffusions sur les inclusions que constituent les porosités.

2.1. Estimation du taux volumique par la pente de l'atténuation en fonction de la fréquence

Une mesure de l'énergie perdue en transmission sous forme d'atténuation [1] en fonction de la fréquence (dans le spectre de bande du transducteur émetteur) permet d'estimer le taux volumique de porosité. L'atténuation ultrasonore a été mesurée sur deux matériaux carbone/époxy différents: HexPly™ UD M21/35%/268/T700GC et T2H-EH25-34%, avec pour chacun de ces matériaux plusieurs taux de porosité différents, créés artificiellement en diminuant la pression de cuisson en autoclave.

$$\alpha(f) = \frac{1}{e} 10 \times \log \frac{(T \times |S_0(f)|)^2}{|S_M(f)|^2} \quad [1]$$

Avec: $S_0(f) = FFT(s_0(t))$; $S_M(f) = FFT(s_M(t))$; $s_0(t), s_M(t)$, signaux transmis dans l'eau et à travers le matériau (en dB); e , épaisseur du stratifié (en mm); T , coefficient de transmission aux interfaces (fonction des impédances acoustiques Z)

Les échantillons sont unidirectionnels et ont une épaisseur d'environ 2 mm, constituée de 8 plis de 262 μm pour le T700/M21, et de 16 plis de 125 μm pour le T2H/EH25. Les différences structurales entre ces deux matériaux sont principalement l'épaisseur du pli élémentaire et une résine différente, la résine M21 étant une résine "mixte" thermodurcissable avec ajout de nodules thermoplastiques.

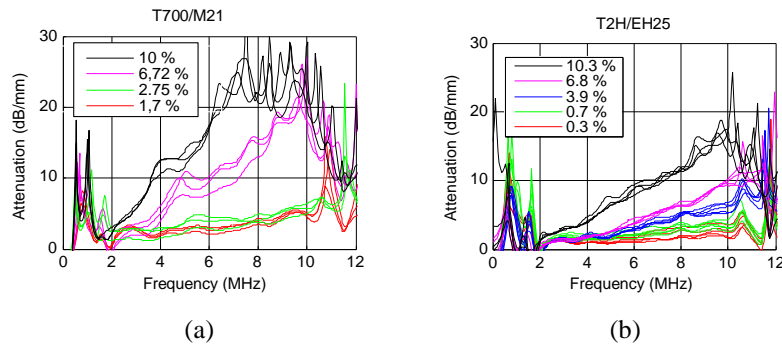


Figure 1. Evolution de l'atténuation en fonction du taux de porosité sur des échantillons unidirectionnels de 2 mm d'épaisseur. (a) matériau T700/M21, (b) matériau T2H/EH25.

Bien que la mesure d'atténuation soit assez peu précise sur des échantillons de 2 mm d'épaisseur, nous observons sur la figure 1 que l'augmentation du taux de porosité engendre une augmentation de la pente S_α (en $\text{dB}\cdot\text{mm}^{-1}\cdot\text{MHz}^{-1}$) de la courbe d'atténuation en fonction de la fréquence. Le rapport entre l'augmentation de la pente de l'atténuation et le taux de porosité est caractéristique de chaque matériau. Cela est lié en particulier à la distribution des tailles et des formes de porosité lors de l'augmentation du taux global. Cette évolution des distributions dépend de façon plus générale des conditions de formation et de circulation des porosités, qui sont notamment influencées par le drapage des fibres et le type de résine. Pour un matériau donné il existe un lien entre le taux global de porosité et la pente de l'atténuation. Ce lien existant entre porosité et atténuation peut alors constituer une étape intermédiaire pour obtenir une évaluation des caractéristiques mécaniques, en fonction de mesures ultrasonores.

2.2. Caractérisation mécanique en fonction de la porosité

Des essais de traction longitudinale et transverse ainsi que des essais de cisaillement interlaminaire (ILSS) ont été réalisés sur des échantillons $[0^\circ_8]$ à taux de porosité connus. Le tableau suivant donne les valeurs de modules (E_l , E_t), de la résistance ultime en traction ($\sigma_{l,u}$; $\sigma_{t,u}$) et de la contrainte de cisaillement (ILSS) obtenues pour les deux composites considérés. Les valeurs de la pente d'atténuation et de la porosité y sont également indiquées afin de servir à l'étude présentée ici.

V_v (%)	S_α (dB/mm/MHz)	$\sigma_{l,u}$ (MPa)	E_l (MPa)	$\sigma_{t,u}$ (MPa)	E_t (MPa)	ILSS (MPa)
T2H-EH25-34%						
0	----	2007	143165	66	9205	98*
0.3	0.2665	1761	132650	61	8728	90
0.7	0.369	1654	127544	55	8423	89
3.9	0.8159	1603	128084	53	8314	79
6.8	1.2874	1589	131428	49	8160	78
10.3	2.0295	1543	126668	41	7934	69
M21/35%/268/T700GC						
0	----	2282	142000	65	8400	105*
1.66	0.4673	2039	135923	76	10183	99
1.71	0.4545	1970	134925	67	7520	93
1.86	0.4851	1864	128216	57	7557	92
5	2.1525	1885	124988	46	6340	71
5.09	2.4228	1754	124522	48	6481	70

Tableau 1. Influence du taux de porosité sur les caractéristiques mécaniques des composites considérés pour cette étude; *: valeur de référence sur matériau sans porosité.

2.3. Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la porosité et de la pente d'atténuation

Les figures 2.a et 2.b présentent la variation de la contrainte de cisaillement interlaminaire (ILSS) en fonction de la pente d'atténuation S_α et du taux de porosité V_v (%). Une régression puissance (i.e.: $y = a.x^n$) est utilisée pour donner une loi d'évolution des points expérimentaux. Il est important ici de préciser que les valeurs d'ILSS, obtenues sur des éprouvettes sans porosité sont considérées comme valeurs de référence (\diamond dans le tableau 1) et ne sont pas utilisées pour la régression. Les lois de puissance obtenues permettent de définir des seuils et valeurs critiques en termes

de pente d'atténuation S_α^C et du taux de porosité V_v^C (%) au-delà desquels la valeur d'ILSS chute rapidement.

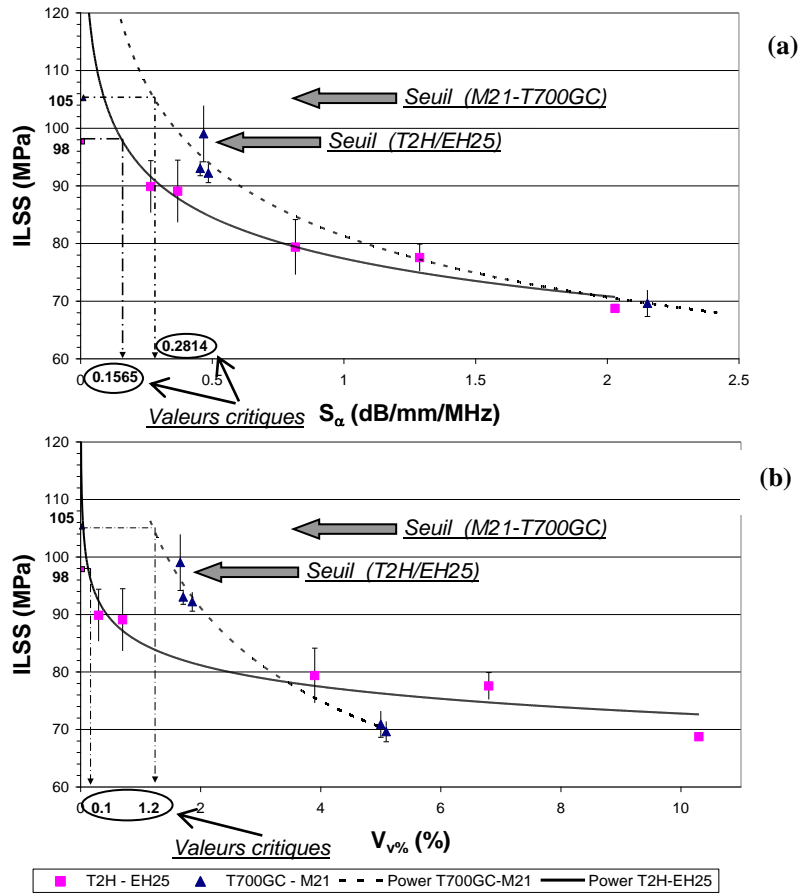


Figure 2. ILSS de stratifiés $[0^\circ_8]$ poreux en fonction (a) de la pente d'atténuation S_α (b): du taux de porosité V_v (%).

Le tableau 2 présente les valeurs critiques de la pente d'atténuation et de porosité obtenus pour l'ensemble des essais mécaniques réalisés en utilisant la démarche présentée pour les valeurs d'ILSS basée sur la perte du seuil. Ces valeurs sont comparées aux taux critiques de porosité estimés en utilisant une loi fonction de la pente d'atténuation.

Les taux de porosité ont été mesurés sur les échantillons d'essais mécaniques par méthode de comptage après polissage et études micrographiques. Les valeurs de la pente d'atténuation sont donc associées à ces mesures afin de déterminer une loi d'évolution du taux de porosité en fonction de la pente d'atténuation. Contrairement à certains auteurs (Jeong H; Costa, M.L; Mouritz, A.P.; Liu, L.; Kim, N.H.) nous n'utilisons pas dans cette étude une régression linéaire mais puissance pour établir cette loi. En effet, il existe une relation linéaire entre $\text{Log}_{10}[V_v\%]$ et $\text{Log}_{10}[S_\alpha]$ pour les matériaux utilisés ici. Les lois obtenues sont les suivantes:

- $V_v\% = 3.91 \times (S_\alpha)^{1.77}$ pour le T2H-EH25-34%
- $V_v\% = 2.90 \times (S_\alpha)^{0.67}$ pour le M21/35%/268/T700GC

<i>Caract. méca.</i>	T2H/EH25/34%			M21/35%/268/T700GC		
	S_α^C (dB/mm /MHz)	V_v^C (%)	V_v^C (%) <i>Loi puissance</i>	S_α^C (dB/mm /MHz)	V_v^C (%)	V_v^C (%) <i>Loi puissance</i>
E_l	0.0000	0.00	0.00	0.0945	0.62	0.59
E_t	0.0589	0.02	0.03	0.4455	1.71	1.68
$\sigma_{l,u}$	0.0175	0.00	0.00	0.0196	0.21	0.21
$\sigma_{v,u}$	0.1611	0.12	0.15	0.5062	1.85	1.83
<i>ILSS</i>	0.1565	0.13	0.15	0.2814	1.21	1.24

Tableau 2. V_v (%) et S_α pour les valeurs seuil obtenus par essais mécaniques comparés aux valeurs estimées par une loi puissance fonction de la pente d'atténuation.

3. Détection de porosité localisée dans l'épaisseur

L'estimation globale du taux de porosité évoquée précédemment, n'apporte pas d'information concernant la répartition spatiale des porosités dans l'épaisseur de la pièce. Pourtant, à taux de porosité équivalent, les conséquences du point de vue mécanique peuvent être très différentes si les porosités sont réparties de façon homogène ou si elles sont localisées dans une certaine partie de l'épaisseur. Il est donc nécessaire d'obtenir des informations supplémentaires sur la localisation des porosités.

3.1. Fabrication des échantillons

Afin de disposer d'échantillons dont les paramètres de taux de porosité et de localisation des porosités soient connus nous avons réalisé des pièces prototypes comportant des plis sains et des plis contenant de la porosité. La fabrication de ces échantillons s'effectue en deux étapes. La première consiste à fabriquer les plis

poreux, contenant un taux de porosité connu, en contrôlant les paramètres de cuisson. La deuxième étape consiste en un redrapage des échantillons poreux, suivi d'une cuisson aux conditions standard. La résine employée étant thermodurcissable, la partie poreuse conserve sa structure lors de la deuxième cuisson. Cette méthode a ainsi permis de réaliser des échantillons dont la répartition de porosité est connue.

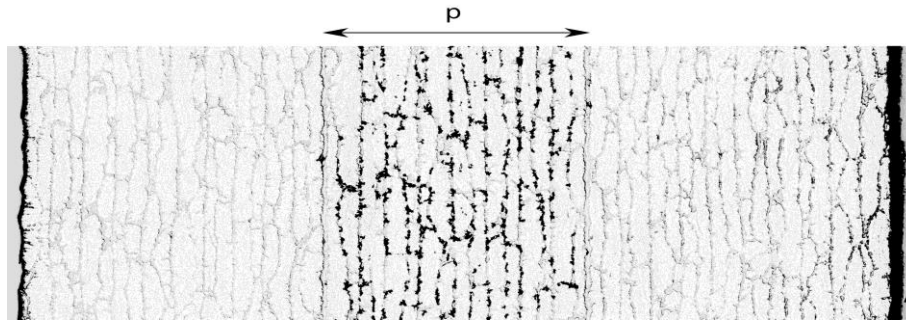


Figure 3. Echantillon de T700/M21 contenant une zone de porosité localisée (9.8 % dans la couche poreuse).

3.2. Inspection ultrasonore en rétrodiffusion

Les informations sur la localisation de porosité dans l'épaisseur peuvent être obtenues à partir de la rétrodiffusion du champ ultrasonore émis. Nous présentons ici les caractéristiques du champ ultrasonore rétrodiffusé qui sont affectées, lorsque celui-ci rencontre une zone de porosité localisée dans l'épaisseur. L'analyse du bruit de structure en terme de fréquence et d'énergie rétrodiffusée permet de déterminer des zones de localisation de porosité.

3.2.1. Propagation dans un composite sain - Résonance du milieu multicouches

Une des caractéristiques importantes des composites stratifiés pour la propagation ultrasonore est leur nature multicouche. La propagation des ondes dans un tel milieu engendre des fréquences de résonances dues à la régularité du milieu. La présence des porosités venant briser la régularité dans le multicouche et diffracter l'onde se propageant, ce mode de résonance des couches est alors porteur d'information sur des zones contenant de la porosité localisée.

3.2.2. Analyse Fréquentielle et Energétique de l'onde Rétrodiffusée

La rétrodiffusion de l'onde se propageant dans une zone saine est caractérisée par une fréquence rétrodiffusée qui correspond à la fréquence de résonance des plis. Pour des plis d'épaisseur $e = 262 \mu\text{m}$, la fréquence de « résonance » est égale à $fr = c_L / 2e$ soit $fr \approx 5.7 \text{ MHz}$, pour une vitesse longitudinale de 2950 m/s. En suivant au cours du temps cette fréquence caractéristique il est possible d'obtenir de

l'information sur la régularité du milieu ou détecter une zone de porosité si la fréquence rétrodiffusée est différente de celle de la résonance des plis. La figure n°4 montre que la fréquence rétrodiffusée par un composite sain, correspond bien à la fréquence de résonance théorique des plis, cette fréquence caractérise alors une partie saine de l'épaisseur. Lorsqu'une partie de l'épaisseur comporte une zone de porosité localisée la fréquence de résonance des plis est fortement perturbée, comme on peut le voir sur deux exemples de la figure 4. Cette modification de la fréquence a lieu lorsque la couche de porosité a un taux très fort (9.8 %), mais également pour des taux plus faibles, de l'ordre de 3 % dans la couche poreuse, ce qui correspond à un taux global de 1.5 % dans l'échantillon.

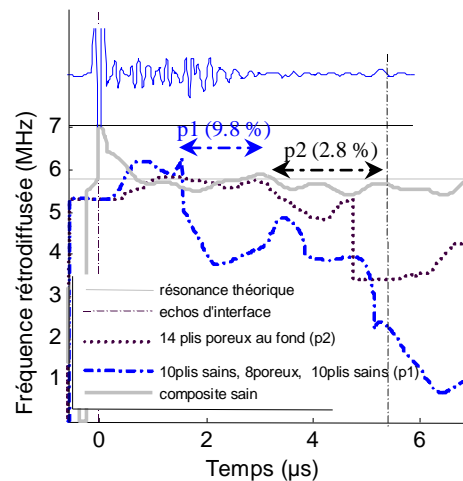


Figure 4. Analyse Temps-Fréquence de l'onde rétrodiffusée, sur un composite sain, et sur deux composites contenant de la porosité localisée (schématisée par des doubles flèches sur l'échelle temporelle).

Pour des taux de porosité localisée relativement importants, l'information fréquentielle peut être suffisante pour estimer à partir de la fréquence de résonance des plis des zones de propagation saines et détecter la limite de zones de porosité.

Cette information fréquentielle doit toutefois être complétée par un suivi énergétique de l'onde rétrodiffusée, de manière statistique sur plusieurs A-Scans. L'analyse statistique de l'énergie rétrodiffusée, peut indiquer une échogénéité forte des porosités, qui se manifeste par une augmentation de l'énergie rétrodiffusée moyenne et par une dispersion forte des énergies entre plusieurs A-Scans à un instant donné. Cette dispersion statistique est notamment engendrée par le caractère aléatoire de la position des porosités, et donne lieu à un écart type plus important entre les mesures. La figure 5 expose le cas d'une forte zone de porosité, lorsqu'elle

est présente dès l'entrée du matériau, et lorsqu'elle est localisée dans l'épaisseur. Des porosités présentes dès l'entrée du matériau vont se manifester par une énergie rétrodiffusée plus importante dans les premiers plis et qui décroît plus rapidement, en comparaison avec une zone saine dans les premiers plis, ou l'énergie rétrodiffusée est moins importante mais décroît moins vite. L'écart type est également plus important lorsqu'il y a des porosités que lorsque les plis sont sains. Lorsque la porosité est localisée dans l'épaisseur, elle fait apparaître une « bosse » puis une décroissance de l'énergie plus rapide. La bosse provient d'une échogénéité importante due à une forte concentration de diffuseurs, et la perte d'énergie qui suit est due aux diffractions, dont l'énergie ne parvient pas jusqu'au transducteur lors du trajet retour. Pour des couches de porosité de concentration plus faible que celle-ci, seule la décroissance d'énergie devrait avoir lieu et permettre de détecter le début de la zone poreuse (sachant que la rupture de la fréquence sera peu marquée si la concentration de porosité est faible).

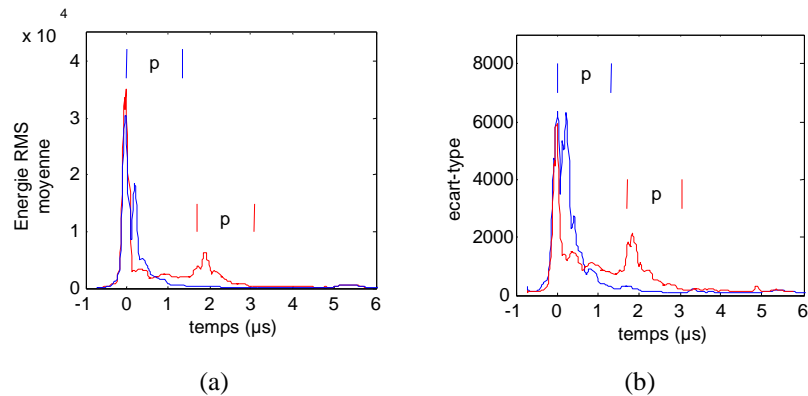


Figure 5. Analyse statistique de l'énergie rms rétrodiffusée, sur un échantillon dont la couche de porosité est située en entrée, et sur un autre dont la couche de porosité est localisée en profondeur. Le taux dans la couche poreuse est d'environ 10%. (a) Moyenne de l'énergie sur plusieurs A-Scans, (b) Ecart type de l'énergie rétrodiffusée.

Selon le taux et la concentration de porosité localisée, l'analyse complémentaire des quantités de fréquence et d'énergie rétrodiffusée apporte alors de l'information qui permet de localiser le début de la zone de porosité dans l'épaisseur du stratifié. Cela permet notamment de déterminer si la porosité se trouve dès les premières couches ou si elle est localisée plus en profondeur, en caractérisant par ces deux quantités la rétrodiffusion du milieu sain, comparée à celle du milieu contenant des porosités.

4. Conclusion

Cette étude montre la faisabilité de caractériser la porosité dans les composites Carbone/Epoxy par des méthodes ultrasonores en utilisant une estimation globale en fonction de la fréquence mais également des méthodes d'analyse Temps-Fréquence et Temps-Energie, pour la détection de zones de porosité concentrées, localisées dans l'épaisseur de la pièce.

La caractérisation ultrasonore du taux de porosité intrinsèque a été mise en évidence par corrélation entre mesure de pentes d'atténuation et mesures par comptages micrographiques. Cette première approche a permis d'établir des lois puissance reliant porosités, pente d'atténuation et propriétés mécaniques seuil en terme de caractéristiques matériau en traction uniaxiale (longitudinale et transverse) et en cisaillement interlaminaire. Une seconde approche a mis en évidence l'intérêt d'utiliser conjointement l'analyse fréquentielle et énergétique de l'onde rétrodiffusée pour caractériser plus finement la localisation ou concentration de la porosité dans l'épaisseur des stratifiés carbone/époxy étudiés.

Cette étude ouvre des champs d'investigation intéressants en terme de caractérisation simplifiée des matériaux composites carbone/époxy reliant mesures non destructives (ultrasonores ici) et propriétés mécaniques dont la variation provient notamment de l'évolution de la porosité à coeur de ces matériaux issue en grande partie des conditions de fabrication.

5. Références

- Jeong H., Hsu D.K., « Experimental analysis of porosity induced ultrasonic attenuation and velocity change in carbon composites », *Ultrasonics*, Vol. 33, n° 3, 1995, p. 195-203.
- Hsu D.K., Jeong H., « Ultrasonic velocity change and dispersion due to porosity in composite laminates », *Review of Progress in Non Destructive Evaluation*, Eds Thomson, D.O. and Chimenti D.E.), Plenum Press, New York, USA, Vol. 8B, 1989, p. 1567-1573.
- Nair S.M., Hsu D.K., Rose J.H., « Porosity estimation using the frequency dependence of the ultrasonic attenuation » , *Journal of Non Destructive Evaluation*, Vol. 8, 1989, p. 12-26.
- Costa, M.L., De Almeida, S.F.M., et Al., « The influence of porosity on the interlaminar shear strength of carbon/epoxy and carbon/bismaleimide fabric laminates », *Composites Science & Tech.*, Vol. 61, n° 14, 2001, p. 2101-2108.
- Mouritz, A.P., « Ultrasonic and interlaminar properties of highly porous composites », *J. of Comp. Mat.*, Vol. 34, n° 3, 2000, p. 218-239.
- Liu, L., Zhang, B.M., et Al., « Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates », *Comp. Struct.*, Vol. 73, 2006, p. 303-309.
- Kim, N.H., Kim, H.S., « Micro-void toughening and its mechanism », *J. of Applied Polymer Science*, Vol. 98, 2005, p. 1290-1295.