

# Comportement mécanique en compression de fibres enchevêtrées et de fibres enchevêtrées réticulées. Expériences et modélisations

D. POQUILLON<sup>a</sup>, L. MEZEIX<sup>ab</sup>, C. BOUVET<sup>b</sup>

a. Université de Toulouse, CIRIMAT, INPT-ENSIACET, 118 route de Narbonne, 31077 Toulouse, France

b. Université de Toulouse, UPS, LGMT, Bat 3PN 118 route de Narbonne, 31062 Toulouse cedex 4, France

## Résumé :

*Des matériaux à architecture poreuse et aléatoire sont élaborés à partir de fibres de verre, d'acier ou de carbone enchevêtrées en vue d'une application potentielle comme âme de panneaux sandwich ventilée. Le comportement en compression des fibres simplement enchevêtrées est étudié et comparé aux modèles existants. Dans une seconde partie, les essais sont réalisés sur le matériau dans lequel les contacts sont bloqués par collage à la résine époxy. Les résultats sont ensuite analysés.*

## Abstract:

*Architected porous materials have been elaborated from different fibers: glass fibers, stainless steel fibers and carbon fibers. These materials can be used as ventilated core material in sandwich panel. Mechanical behavior during compression test is studied for entangled fibers and data are compared with available models. In a second part, tests are carried out on the same materials in which fibers are cross-linked thanks to epoxy resin. Results obtained are discussed.*

**Mots clefs :** matériaux poreux, fibres, âme sandwich

## 1 Introduction

Différents matériaux d'âme sont couramment utilisés pour les panneaux sandwich. Si les cœurs des premiers panneaux étaient en balsa, de nombreux matériaux cellulaires artificiels lui sont maintenant préférés, que cela soit des mousses organiques ou métalliques, des nids d'abeille (NA) ou plus récemment des structures 3D architecturées, comme des treillis[1-5]. Ces dernières présentent l'intérêt d'être ventilées, évitant ainsi la condensation de la vapeur d'eau dans les cellules du cœur. Ce phénomène pénalise les mousses et les NA en augmentant, d'une part, leur masse et en accélérant, d'autre part, leur détérioration chimique ou physique (gel). Si les cœurs poreux ventilés et architecturés présentent des propriétés mécaniques remarquables, que les brins soient collés ou bien brasés entre eux, leur coût reste élevé.

Dans la présente étude, nous nous intéressons aux matériaux aléatoires réalisés à partir de fibres enchevêtrées. Trois types de fibres sont utilisés : des fibres de carbone, des fibres de verre et des fibres en acier inoxydable austénitique. Les contacts seront ou non bloqués par collage.

Dans une première partie le procédé d'élaboration des matériaux sera détaillé, puis les matériaux obtenus seront testés en compression. Leur comportement mécanique sera comparé aux modèles existant dans la littérature.

## 2 Matériaux et méthodes

### 2.1 Matériaux utilisés

Les fibres de carbone (12K) ont été fournies par Toho Tenax. Le diamètre de fibres est de 7  $\mu\text{m}$ , leur module d'Young de 240 GPa. Les fibres sont livrées ensimée d'une couche d'époxy représentant 1% en masse. Si l'on suppose cette couche uniforme, alors son épaisseur est d'environ 30 nm. Les fibres d'acier inoxydable 316 ont été fournies par UGITECH. Le diamètre des fibres est 12  $\mu\text{m}$ , leur module d'Young est

de 180 GPa. Les fibres de verre sont obtenues à partir de fils de chez PPG. Le diamètre unitaire des fibres est de 12  $\mu\text{m}$ , le module d'Young de 73 GPa. Comme beaucoup de peaux de panneaux de sandwich sont faites en utilisant des prepeg carbone/résine époxy, nous avons choisi d'utiliser une résine époxy certifiée aéronautique pour coller les contacts dans les matériaux enchevêtrés réticulés. Cette résine époxy est fournie par la compagnie SICOMIN, elle a une faible viscosité (285 mPa.s). La polymérisation est obtenue par un traitement thermique en étuve pendant 2 heures à 80°C [6].

## 2.2 Moyens de caractérisation.

Les matériaux élaborés sont observés avec un microscope électronique à balayage (LEO435VP) après métallisation à l'argent. Les essais mécaniques de compression ont été réalisés avec une machine de électromécanique de traction/compression MTS équipée d'une cellule de force de +/-5 kN. Pour les fibres enchevêtrées non réticulées, les essais de traction sont réalisés en milieu confiné dans un dispositif adapté de diamètre interne 60 mm. Pour les échantillons élaborés à partir de fibres réticulées, un essai de compression à bords libres est effectué entre deux plateaux. La taille des échantillons est fixée (cf. § 2.3) et vaut 30x30x30 mm. Notons que dans les deux les deux cas, la hauteur de l'échantillon est de 30 mm et la vitesse de compression  $v_0 = 1,8$  mm/min ce qui correspond à une vitesse de déformation imposée  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.

Le contact entre le piston supérieur et l'échantillon est supposé avéré pour une force de 2 N, soit le double de la sensibilité de la machine. L'analyse des courbes force-déplacement se fait en utilisant les formules classiques. Si  $h$  est la hauteur courante de l'échantillon comprimé,  $h_0$  sa hauteur initiale,  $S_0$  sa section initiale et  $F$  la force appliquée, la déformation est donnée par  $\dot{\epsilon} = \ln(h/h_0)$  et la contrainte par  $\sigma = F/S_0$ . Le module d'Young est mesuré par décharge.

## 2.3 Méthode d'élaboration.

Nous avons choisi de fixer la masse volumique des matériaux enchevêtrés élaborés dans cette étude (100 kg/m<sup>3</sup>, 150 kg/m<sup>3</sup> et 200 kg/m<sup>3</sup>). Pour les architectures réticulées, une seule masse volumique a été testée : 150 kg/m<sup>3</sup>. Comme la densité des fibres de carbone diffère de celle des fibres de verre et de celle des fibres d'acier, la fraction volumique de fibres différera pour une même masse volumique. Ce choix résulte des contraintes liées aux domaines d'application de ces panneaux : l'aéronautique et le spatial pour lesquels la masse volumique est le critère à minimiser. Pour toute l'étude, les fibres sont coupées pour avoir une longueur de 40 mm. Pour chaque échantillon, la masse de fibres utilisées est mesurée en utilisant une balance SARTORIUS ( $\pm 10$   $\mu\text{g}$ ). Deux familles d'architectures sont testées : fibres enchevêtrées ou fibres enchevêtrées puis réticulées. Dans ce dernier cas, les échantillons sont préparés dans des moules de 30x30x30 mm. La séparation des fibres est réalisée dans une enceinte spécifique à l'aide d'un flux d'air comprimé. Cette technique permet d'une part, de séparer les torons recoupés à une longueur de 40 mm et de les enchevêtrer pour former un matériau aléatoire 3D composé de fibres unitaires enchevêtrées. Ensuite, soit le matériau est utilisé directement, soit la géométrie est fixée par pulvérisation de résine époxy. La résine est chauffée jusqu'à 35 °C pour diminuer la viscosité et permettre ainsi une meilleure mise en œuvre. Un pistolet à peinture (de marque Fiac) est utilisé pour la pulvériser pendant les dernières minutes de l'enchevêtrement. La maîtrise de cette dernière phase est importante.

	Masse volumique [kg/m <sup>3</sup> ]	Fraction volumique de fibres (avant réticulation)
<b>Fibres en acier</b> $\text{Ø} = 12 \mu\text{m}$ <b>E = 180 GPa</b>	100	0.013
	150	0.019
	200	0.025
<b>Fibres de carbone</b> $\text{Ø} = 7 \mu\text{m}$ <b>E = 240 GPa</b>	100	0.057
	150	0.085
	200	0.114
<b>Fibres de verre</b> $\text{Ø} = 12 \mu\text{m}$ <b>E = 80 GPa</b>	100	0.040
	150	0.059
	200	0.079

TABLEAU 1 : Fraction volumique de fibres dans les différents matériaux enchevêtrés non réticulés élaborés.

La résine sert à fixer les contacts sans augmenter outre mesure la masse volumique du matériau final. La masse volumique de l'enchevêtré est donc la variable fixée. Pour calculer, sur les matériaux non réticulés, la

fraction volumique de fibres, on utilise les données suivantes pour les densités des matériaux massifs constitutifs : fibre de carbone :  $1760 \text{ kg/m}^3$ , fibres de verre :  $2530 \text{ kg/m}^3$ , fibres inox :  $7860 \text{ kg/m}^3$ . Le tableau 1 donne les fractions volumiques de fibres des matériaux élaborés. Les matériaux réticulés sont tous réalisés à partir de fibres enchevêtrées avec une masse volumique initiale de  $150 \text{ kg/m}^3$ . L'étape de réticulation par ajout d'époxy fait passer la masse volumique à environ  $200 \text{ kg/m}^3$ . Les morphologies obtenues sont celles de matériaux à structure aléatoire (Figures 1 et 2). Les observations MEB ne mettent pas en évidence de direction privilégiée mais seules des analyses par tomographie pourraient le confirmer.

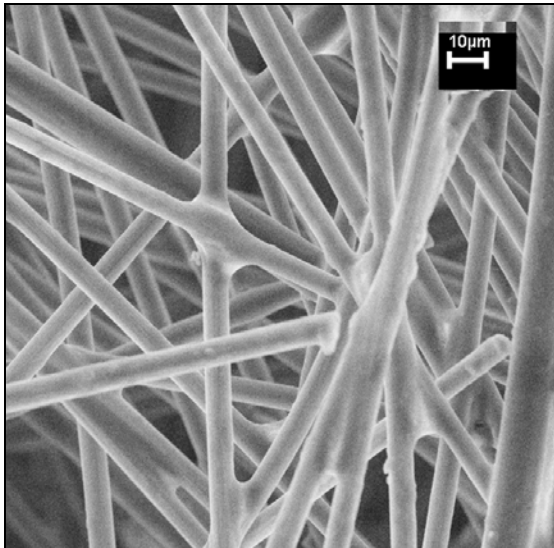


FIG. 1 : Matériau réalisé à partir de fibres de carbone enchevêtrées ( $150 \text{ kg/m}^3$ ) réticulées par collage à la résine époxy.

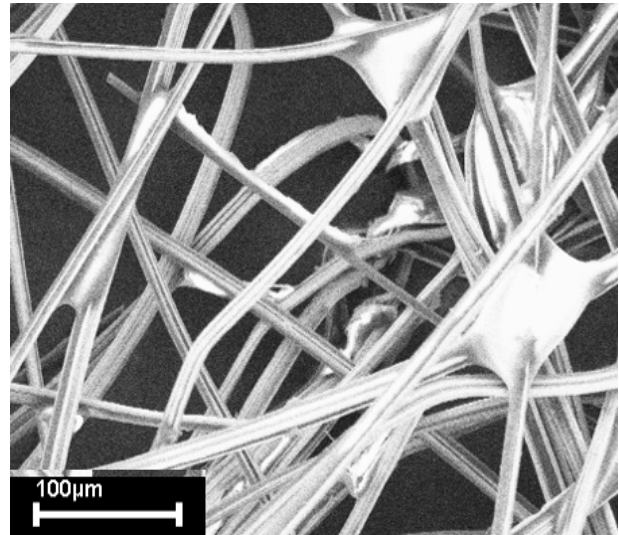


FIG. 2 : Matériau réalisé à partir de fibres d'acier enchevêtrées ( $150 \text{ kg/m}^3$ ) réticulées par collage à la résine époxy.

La forme et la qualité des jonctions époxy diffèrent entre les trois matériaux. Pour les fibres de carbone, une très large majorité des contacts sont pontés. Le mouillage de la résine sur la fibre est bon et il est probablement favorisé par la couche initiale d'époxy déjà présente sur les fibres. Pour les fibres de verre, la morphologie des ponts époxy est comparable. Pour les fibres d'acier inoxydable, à cause des déformations plastiques des fibres, l'enchevêtrement semble de moindre qualité et les contacts pontés sont peu nombreux. De plus, les liaisons époxy sont très grosses (Figure 2)

### 3 Résultats des essais de compression.

#### 3.1 Pour les matériaux élaborés à partir de fibres enchevêtrées non réticulées.

La figure 3 fait la synthèse des essais réalisés sur les matériaux fibreux enchevêtrés. La reproductibilité du comportement a été vérifiée : pour une contrainte donnée, l'écart relatif sur la déformation mesurée reste inférieur à 10%. Les courbes obtenues seront comparées, dans le § 4, aux modèles existants. Plus la densité initiale est importante, plus la courbe contrainte-déformation se décale vers la gauche. En effet, la fraction volumique  $f$  de fibre augmentant la distance entre contacts diminue et le matériau est plus rigide. Parkouse et Kelly [7] ont montré pour des fibres rectilignes de longueur  $L$  (ici 40 mm) et de diamètre  $D$  (ici 7 ou 12  $\mu\text{m}$ ) la percolation mécanique était atteinte pour  $f = 2[\ln(L/D)] / (L/D)$  soit ici 0,48% et 0,3%. Tous les matériaux testés dans cette étude ont, initialement, des valeurs de  $f$  plus importantes, ce qui s'explique par la souplesse et la tortuosité des fibres utilisées qui ne peuvent être assimilées à des 'baguettes rigides'. La figure 3 montre que les matériaux obtenus à partir de fibres de carbone sont plus rigides. Pour une même masse volumique, la fraction volumique de fibre de carbone est supérieure et la distance entre contacts diminue d'autant plus que le diamètre des fibres est plus fin. De plus, comme le module d'Young des fibres de carbone est plus élevé, la rigidité du matériau élaboré en est encore plus augmentée.

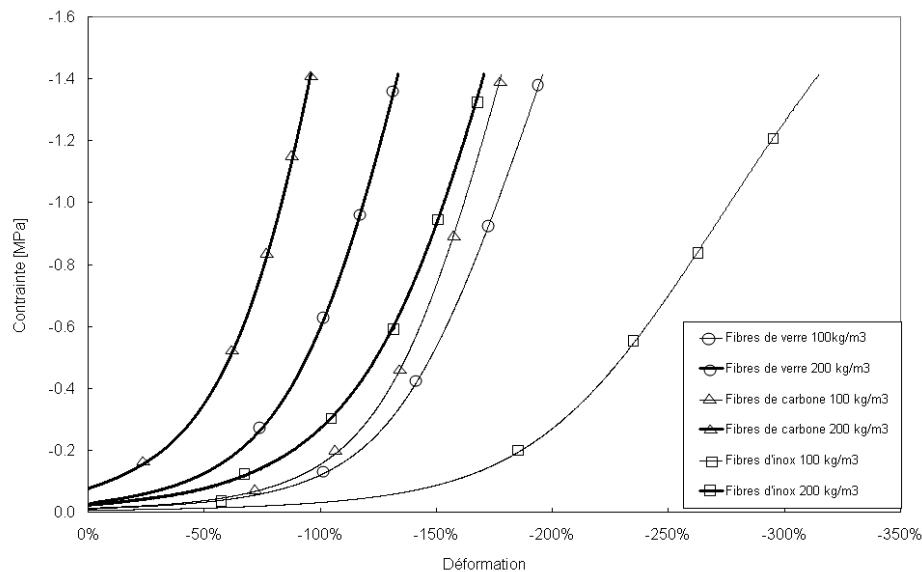


FIG. 3 : Essais de compression sur les matériaux réalisés à partir de fibres enchevêtrées non réticulées

### 3.2 Pour les matériaux élaborés à partir de fibres enchevêtrées réticulées.

Les contacts sont majoritairement bloqués sauf dans le cas des fibres d'acier. La figure 4 montre d'ailleurs que dans ce dernier cas, la courbe diffère peu de celle de la figure 3 (sans collage des contacts). En revanche, pour les matériaux élaborés à partir de fibres de carbone ou de fibres de verre, la courbe de comportement présente 3 stades, une raideur initiale améliorée par rapport aux matériaux du § 3.1 qui est suivie par un plateau caractéristique des matériaux cellulaires avant une courbe de densification comparable à celles obtenues au § 3.1. Les observations MEB sur des essais interrompus montre que le plateau correspond à la rupture progressive des contacts.

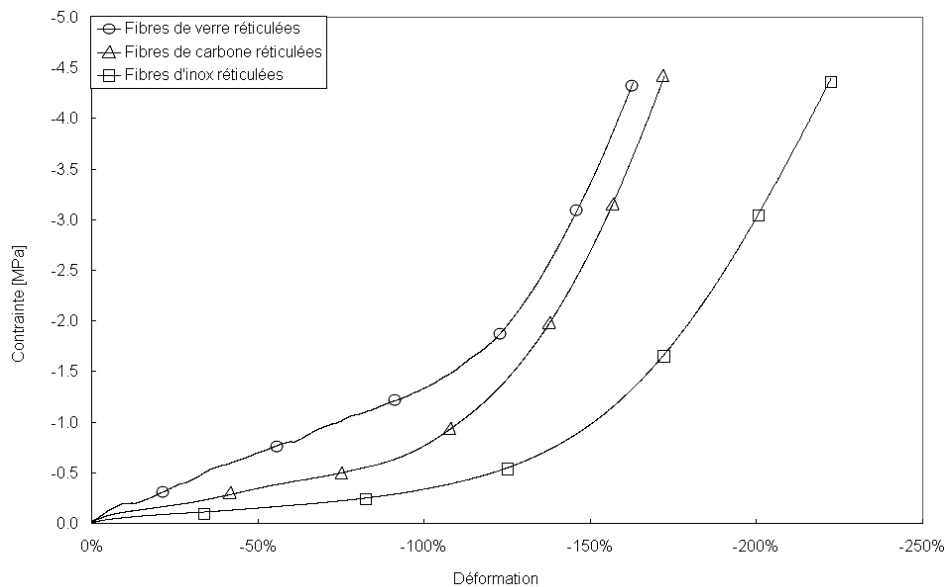


FIG. 4 : Essais de compression sur les matériaux réalisés à partir de fibres enchevêtrées réticulées

## 4 Discussion, modélisation, conclusion

Pour les 11 essais réalisés sur matériaux enchevêtrés non réticulés, les courbes de comportement obtenues ont été comparées au modèle de van-Wyck [8] dont l'équation est rappelée ci-dessous.

$$\sigma = a \exp(b\varepsilon) \quad (1)$$

Le tableau 2 donne le résultat de ces ajustements illustrés par la figure 5. Dans le cas des fibres de verre et des fibres de carbone, l'accord est très bon. Ce n'est pas le cas pour les fibres d'acier. Pour ces dernières, la

forte tortuosité initiale mais aussi la plastification (rotule plastique) au niveau des contacts n'est pas prise en compte par le modèle.

Matériau	Masse volumique de l'enchevêtré [kg/m <sup>3</sup> ]	Modèle de van-Wyck-Toll		
		a	b	R <sup>2</sup>
Fibres de carbone	100	-0.0103	-2.81	0.997
	150	-0.028 ± 0.005	-3.17 ± 0.16	0.999
	200	-0.0761	-3.07	0.999
Fibres d'acier	100	-0.0109	-1.60	0.983
	150	-0.013 ± 0.0007	-2.01 ± 0.04	0.995
	200	-0.025	-2.39	0.999
Fibres de verre	100	-0.011	-2.50	0.995
	150	-0.019 ± 0.003	-2.74 ± 0.08	0.997
	200	-0.032	-2.87	0.998

TABLEAU 2 : Ajustement de l'équation (1) sur les courbes de compression expérimentales. Valeurs des coefficients a et b obtenus et coefficient de corrélation.

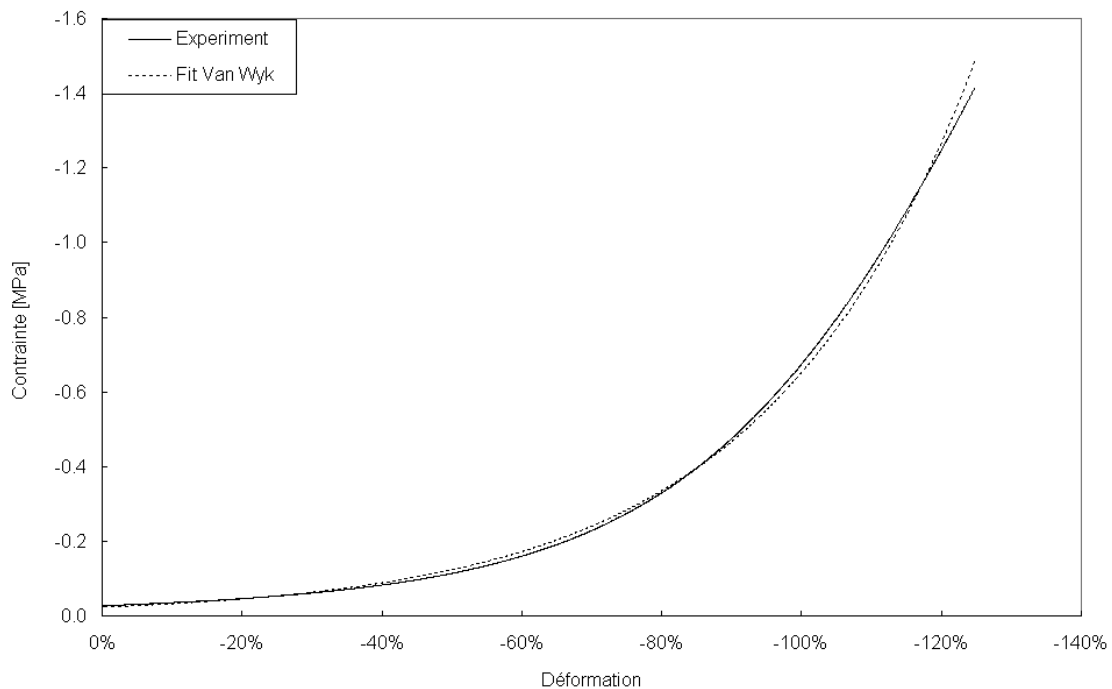


FIG. 5 : Exemple de comparaison entre la courbe de compression d'un matériau de masse volumique 150 kg/m<sup>3</sup> élaboré à partir de fibres de carbone enchevêtrées et le fit réalisé avec le modèle de Van Wyk.

Nous nous limitons dans la suite aux résultats obtenus pour les matériaux élaborés à partir des fibres de verre et des fibres de carbone pour lesquelles le procédé employé permet de bloquer une large proportion de contacts. Afin de mieux comprendre le comportement macroscopique, nous avons mesuré la distance  $d$  entre contacts sur des images MEB. Elle est d'environ 150 micromètres pour les fibres de verre et d'environ 200 micromètres pour les fibres de carbone. La technique utilisée nous permet d'obtenir seulement un ordre de grandeur qui serait à affiner par tomographie. Des auteurs [9-11] ont calculé, dans le cas de réseaux fibreux 3D, le nombre moyen de contacts par fibre  $\langle c \rangle = 2fL/D$ , avec  $L$ , longueur des fibres,  $f$ , fraction volumique de fibres et  $D$  diamètre des fibres. Dans ce cas, la distance moyenne entre contacts est  $\langle d \rangle = L/\langle c \rangle = D/2f$  ce qui, appliqué à nos matériaux, donne 100 micromètres pour les fibres de verre et 40 micromètres pour les fibres de carbone. Pour les fibres de verre, la valeur obtenue est comparable à celle observée. Pour les fibres de carbone, nous notons un écart d'un facteur 5. Seule une étude plus fine en cours sur la morphologie de nos matériaux nous permettra de conclure.

Plusieurs modélisations sont disponibles pour relier l'architecture du matériau à son module d'Young macroscopique. Markaki [12,13] propose la relation suivante :

$$E_a = \frac{9E_f f}{32 \left( \frac{d_{av}}{D} \right)^2} \quad (2)$$

Gibson et Ashby [14], avec des conditions aux limites différentes, arrivent à :

$$E_a = \frac{3\pi E_f}{4 \left( \frac{d_{av}}{D} \right)^4} \quad (3)$$

Matériau	E <sub>exp</sub> [MPa]	E équation (2) [MPa]	E équation (3) [MPa]
Fibres de carbone réticulées	1,1	7,3	0,8
Fibres de verre réticulées	8,4	7,8	7

TABLEAU 3 : Module d'Young mesurés et calculés en utilisation les équations (2) et (3).

Les valeurs expérimentales semblent plus proches de celles calculées avec l'équation (3). Ceci indique que les gouttes d'époxy qui bloquent les contacts rigidifient la flexion des poutres unitaires utilisées dans ces deux modèles et bloquent partiellement les rotations aux points de contacts.

En conclusion, un procédé simple a été mis au point pour fabriquer des matériaux fibreux enchevêtrés réticulés offrant un rapport légèreté rigidité intéressant. Les caractérisations doivent être poursuivies pour mieux déterminer les grandeurs caractéristiques de la morphologie de l'assemblage et en particulier la distance entre contacts. Une optimisation de la densité relative en fonction des propriétés souhaitées en compression mais aussi en cisaillement sera à réaliser. Celle-ci est nécessaire en vue d'une utilisation comme cœur poreux de panneaux sandwich.

## Remerciements

Cette étude a été rendue possible grâce au soutien financier d'BQR (Bonus qualité recherche) de l'université de Toulouse et de l'ANR (Projet Mansart).

## Références

- [1] AE Markaki, TW Clyne, Mechanics of thin ultra-light stainless steel sandwich sheet material Part I. Stiffness, Acta Materialia, 51(1):1341, 2003
- [2] AE Markaki, TW Clyne, Mechanics of thin ultra-light stainless steel sandwich sheet material Part II. Resistance to delamination, Acta Materialia, 51(1):1351, 2003
- [3] AE Markaki, V Gergely, A Cockburn, TW Clyne, Mechanical and magnetic properties of metal fibre networks, with and without a polymeric matrix, Composites Science and Technology, 63 (16):2345, 2003
- [4] M Delincé, F Delannay, Elastic anisotropy of a transversely isotropic random network of interconnected fibres: non-triangulated network model, Acta Materialia, 52(4):1013, 2004
- [5] D Zhou, WJ Stronge, Mechanical properties of fibrous core sandwich panels, International Journal of Mechanical Sciences, 47(4-5), 775, 2005
- [6] L Mezeix, C Bouvet, J Huez and D Poquillon, Experimental data and modelling of entangled fibers and entangled cross-linked fibers during compression, in press Journal of Materials Science
- [7] JG Parkhouse, A Kelly, The Random Packing of Fibres in Three Dimensions, Proceedings of the Royal Society: Mathematical and Physical. A 451:737, 1995
- [8] CM van Wyk, Note on the compressibility of wool. J. Textile Institute, 37:285, 1946
- [9] S TOLL, Packing mechanics of fiber reinforcements. Polymer engineering and science, 38:1337, 1998.
- [10] CTJ Dodson, Fiber crowding, fiber contacts, and fiber flocculation, Tappi Journal 79(9):211, 1996
- [11] AP Phillipse, The Random Contact Equation and Its Implications for (Colloidal) Rods in Packings, Suspensions, and Anisotropic Powder, Langmuir 12(5):1127, 1996
- [12] TW Clyne, AE Markaki, JC Tan, Mechanical and magnetic properties of metal fibre networks, with and without a polymeric matrix, Composites Science and Technology, 65(15-16):2492, 2005
- [13] AE Markaki, TW Clyne, Magneto-mechanical actuation of bonded ferromagnetic fibre arrays, Acta Materialia, 53(3):877, 2005
- [14] LJ Gibson, MF Ashby, Cellular solids: structure and properties. Cambridge University Press, 1997