

35

ATLAS DE FRACTOGRAPHIE DES COMPOSITES

P. JEANNETAUD¹, P. KRAWCZAK¹, R. BEQUIGNAT¹,
J. PABIOT¹, A. LEMASCON², C. BORD², M. VANCON³,
M. BARD³

Résumé - La fractographie consiste en l'étude microscopique des surfaces de rupture d'une pièce, en vue de préciser l'amorçage et la propagation de l'endommagement, et ainsi définir "l'histoire" de la rupture de la structure étudiée (solicitations, conditions d'environnement...). Actuellement, s'il est possible d'identifier les causes d'une rupture pour des structures métalliques sur la base de clichés types, rien n'existe pour les pièces en matériaux composites. Cependant, le nombre croissant d'articles consacrés à la fractographie ainsi que la mise en place de groupes de réflexion au niveau européen confirment l'intérêt que portent les scientifiques à ce mode d'analyse de rupture qui permet de mieux saisir les relations existant entre la structure microscopique du matériau composite et son comportement mécanique macroscopique. Dans ce contexte, il paraissait donc intéressant de réaliser un recueil synthétisant le maximum de données fractographiques.

Mots clés : fractographie, analyse d'avaries, défaillance, rupture, endommagement.

HISTORIQUE

Dès 1970, la littérature laissait apparaître des publications contenant des informations d'ordre fractographique sur les matériaux composites(1,2). Ces documents concernaient essentiellement les matériaux avancés utilisés dans l'aérospatiale et traitaient plus de l'étude du comportement mécanique pour améliorer la connaissance de leur mode de dégradation que de l'analyse de pièces cassées en vue de l'expertise.

Entre 1980 et 1985, M. Purslow a commencé, à la Royal Aircraft Establishment en Grande-Bretagne, à expliquer l'apparition d'événements caractéristiques au niveau des faciès de rupture de matériaux composites et à les décrire méthodiquement (3, 4) Il reste à ce jour le pionnier qui a défriché la voie.

¹ENS Mines de DOUAI - Laboratoire Technologie Polymères et Composites.

²CETIM - Département Polymères et Composites - Nantes.

³AEROSPATIALE - Centre Commun de Recherches - Dépt Matériaux - Suresnes.

A peu près à la même époque en France, l'Etablissement Technique Central de l'Armement s'est lancé dans la réalisation d'un atlas de fractographie à partir de leurs propres programmes de recherche mais, après publication d'un recueil de données (5), il n'a pas poursuivi l'expérience. Par ailleurs aux Etats-Unis, l'American Society for Metals a introduit des données fractographiques sur les matériaux composites dans son "Metals Handbook" (6) mais la portée des informations reste limitée.

A la fin des années 80, les trois partenaires français coauteurs de la présente publication, soutenus par un financement de l'Etat français, ont combiné leurs efforts pour essayer de poser des bases communes d'un atlas de fractographie en collectant des clichés de rupture de différents matériaux soumis à diverses sollicitations (mécanique, vieillissement...) puis en essayant de les décrire selon une procédure et des termes bien identifiés. Cette action, qui sera reprise dans les paragraphes suivants, s'appuyait sur des travaux déjà réalisés au sein de chacun des laboratoires (7).

Aujourd'hui, la littérature comprend quelques documents traitant de la fractographie comme d'un outil d'aide à l'analyse d'avarie de structures en matériaux composites (8, 9). Des livres spécialisés ont fait leur apparition (10-12) La fractographie des matériaux composites commence à sortir du laboratoire et l'intérêt industriel se fait sentir.

Cependant, devant la complexité de cette *science* récente, en ce qui concerne les polymères renforcés, le besoin de partager l'expérience est fort. L'existence, depuis 1991, d'un groupe européen AG14 émanant du GARTEUR (Group for Aeronautical Research and Technology in EUROpe), regroupant les compagnies aérospatiales européennes auxquelles se joignent divers centres techniques ou universitaires impliqués dans le domaine de la fractographie, en est le reflet. Ce groupe favorise l'échange d'expériences industrielles dans le domaine de la fractographie ainsi que la réflexion sur la normalisation des termes et procédures utilisés en analyse de défaillance. Par ailleurs, au-delà des secteurs aéronautiques, des demandes et un intérêt en matière d'analyse de rupture de pièces composites sont exprimés dans d'autres domaines industriels : automobile, industries nautiques, off shore.

Cette présentation historique montre quelle est la place prise au fil des ans par la fractographie. Même si de nombreuses difficultés d'interprétation des faciès de rupture des matériaux renforcés demeurent, l'intérêt industriel qui se fait jour nous assure d'une évolution rapide de cette technique pour aboutir à un outil d'investigation équivalent à celui existant pour les matériaux métalliques.

BASES d'un ATLAS de FRACTOGRAPHIE

DEFINITION d'une TERMINOLOGIE APPROPRIÉE

Afin de décrire un faciès quelconque de rupture, il faut, si l'on souhaite être compris des autres techniciens, pouvoir s'appuyer sur un langage commun de description, c'est à dire sur des termes susceptibles d'être compris et utilisés par toutes

les personnes impliquées dans la fractographie des polymères et composites.

La première étape concrète de notre travail a consisté à rassembler au sein d'un même dictionnaire une soixantaine de mots descriptifs, essentiellement issus de la littérature, qui se révèlent être les plus usités. Ces termes dont la traduction bilingue anglais-français a été assurée se regroupent en deux catégories :

- termes généraux, traitant par exemple des modes de sollicitation ;
- vocabulaire spécifique de la fractographie qui sert à décrire les événements micro ou macrostructuraux présents sur les faciès de rupture.

Chaque mot est présenté sur une page avec sa définition, des illustrations et/ou des photographies explicites. Le dictionnaire existant, dont la constitution demeure ouverte et évolutive en fonction de la progression de la connaissance des processus de ruine des matériaux composites, est la base de l'harmonisation de la description des surfaces de rupture.

PHILOSOPHIE de DESCRIPTION d'IMAGES

La possession de termes descriptifs est la clé de l'investigation fractographique, à condition d'avoir une démarche permettant de cerner au mieux l'information présente sur un faciès de rupture. Les "spécialistes" en analyse d'avarie ont généralement une démarche intuitive fondée sur leur expérience en analyse de défaillance qui leur permet, avec plus ou moins de rapidité selon la complexité du problème, d'extraire le ou les événements caractéristiques de la dégradation du matériau ou de la structure. Dans un premier temps, cette expérience (englobant plusieurs domaines d'investigation) n'est pas facile à transférer vers un non-spécialiste. Notre idée de départ a donc été d'essayer de définir une procédure itérative qui serve de repère et de cadre au néophyte et lui permette, en suivant un questionnaire précis, de décrire facilement les événements d'un faciès sans avoir la connaissance d'un spécialiste.

Ce cadre est défini à partir de la description des trois états constitutifs d'un matériau composite : la fibre, la matrice et l'interface (figure 1). Trois questionnaires spécifiques ont été rédigés pour ces différents états en partant de l'aspect macrographique (examen à l'œil ou à faibles grossissements) jusqu'à l'aspect microscopique (examens à fort grossissements, en particulier au microscope électronique à balayage MEB). Par exemple, concernant les fibres, le questionnaire renseigne sur leur aspect général, leur distribution semi-quantitative, leur mode de rupture. Pour la matrice, toutes les informations concernant les différents marquages, empreintes, fissures, défauts de fabrication, leur répartition et leurs dimensions sont répertoriées, ainsi que les modes de rupture. Au niveau de l'interface, sont prises en compte les données semi-quantitatives relatives au décollement ou au déchaussement.

A partir de cette base, tout terme du dictionnaire peut être précisé en affinant la description des événements observés sur un faciès. Par exemple, au terme *languette* (terme générique), il sera possible de préciser la forme, la répartition des languettes. Les informations obtenues pourront permettre d'utiliser de nouvelles règles en particulier en lien avec un ou des modes de sollicitation précis.

Chaque rupture est associée à son histoire, tant sur le plan de la fabrication que sur celui du processus ayant conduit à la rupture catastrophique. Il est vite apparu qu'au stade actuel de la normalisation des produits de base servant à fabriquer les matériaux

composites (en particulier pour les résines polymériques utilisées dans le domaine du composite dit de grande diffusion, des demi-produits comme le SMC ou le BMC...), il était nécessaire de coupler toutes les informations provenant de la description de la rupture d'un matériau composite à celle issues de la fabrication incluant les conditions de cuisson et de postcuisson pour un mode de transformation donné. En effet, l'utilisation de mêmes types de charge, de renfort et matrice peut conduire, suite au mélange et à la cuisson, à une multitude de matériaux composites aux propriétés différentes et donc susceptibles de présenter des faciès de rupture différents pour un même historique de sollicitation.

COLLECTION de l'INFORMATION

Le nombre de clichés disponibles actuellement est de près de 500 concernant environ 70 matériaux composites à base de résine polymère. La somme de données et d'information à gérer étant assez importante, nous avons choisi, en parallèle au support papier traditionnel, d'utiliser un logiciel de gestion de base de données 4ème Dimension® fonctionnant sur Macintosh et pouvant gérer du texte, des dessins ou des images (figure 2). Les images peuvent être récupérées en digitalisant par scanner les photographies provenant des microscopes électroniques à balayage employés par chaque partenaire ou par caméra CCD montée sur microscope optique ou loupe binoculaire.

La gestion des données d'ordre fractographique avec 4ème Dimension® s'est inscrite dans le cadre plus large défini par la banque de données matériaux composites CETIM TELEMAT développé par le CETIM.

Partant de la constatation que plusieurs clichés pouvaient correspondre à un même matériau (cas d'un matériau soumis à différentes sollicitations par exemple), nous avons séparé les données caractérisant le matériau lui-même (constituants, mode de transformation par exemple) de celles liées à la rupture (historique, mode d'examen, description par exemple). Deux fichiers interconnectés ont donc été créés. Les figures 3 et 4 sont des exemples de fiches résultant de ces fichiers. A noter que les matériaux sont référencés en appliquant les normes AFNOR (NFT 53000, NFT 57000...). Les fiches d'analyse des faciès de rupture s'appuient sur différents modes possibles d'investigation (analyse fractographique, macro ou micrographique, non destructive).

Le catalogue des clichés de rupture est classé par matériau avec la possibilité à tout moment de trier selon un ou plusieurs critères (par exemple voir tous les clichés concernant un matériau, une ou plusieurs sollicitations et un événement caractéristique donnés).

DEFINITION de REGLES

A ce stade, il est possible de décrire un faciès donné de rupture avec des mots appropriés à l'aide d'une démarche itérative. La comparaison de ce faciès avec ceux compilés dans l'atlas est dès lors accessible à des personnes non familières avec la fractographie des matériaux composites.

Ceci doit être considéré comme une première approche du problème. Au-delà de la collection de données telle qu'elle a pu être réalisée dans la banque décrite

précédemment, il faut pouvoir créer les liens entre ces données et extraire l'information essentielle de l'amas de données brutes. En particulier, il est souhaitable de pouvoir écrire les règles qui régissent l'apparition des événements décrits à partir de l'étude des faciès de rupture, ceci en liaison avec la transformation, la mécanique et le calcul des matériaux composites.

A partir de nos expériences conjointes et des résultats de la littérature, un certain nombre de ces règles ont été établies pour chaque mot du dictionnaire de l'atlas. La table 5 donne un exemple de règles concernant la rupture par compression de matériaux composites.

BESOINS - FUTURS DEVELOPPEMENTS

Le travail présenté a été réalisé sur la base des programmes de recherche en cours des trois partenaires impliqués dans le projet. Les clichés des surfaces de rupture des différents matériaux sollicités, bien que reliés à l'histoire de la fabrication et des contraintes qui ont engendré la rupture, ne sont pas toujours décrits de manière suffisamment fine pour être vraiment caractéristiques d'un mode de ruine particulier. A ce stade, la complexité de l'endommagement et la diversité des matériaux composites (diversité prenant en compte la dispersion inhérente à la fabrication pas toujours optimisée de ces matériaux dans le secteur *grande diffusion*) interviennent fortement et ceci d'autant plus que l'on s'intéresse à des événements microscopiques.

La collection de données présentées, qui pose les bases d'un atlas de fractographie demeurera cependant un objet de laboratoire tant qu'un certain nombre de points ne seront pas développés :

- une meilleure connaissance des phénomènes de rupture en vue de préciser les liens entre les événements présents sur les surfaces de rupture et la répartition des champs de contrainte et de déformation au niveau microscopique dans les structures ;
- affinage des descriptions des faciès et de la définition des règles ;
- renforcement des liens entre les investigations macrographique et micrographique ;
- répétabilité des résultats (étude interlaboratoire) en vue de valider les données et informations.
- mise en place d'une procédure de description d'image de type intuitif plutôt qu'itératif.

Plusieurs partenaires européens recouvrant différents secteurs industriels (automobile, aérospatial, off shore, mécanique) viennent de se regrouper dans le cadre du programme BRITE EURAM II pour poursuivre le travail dans le but d'aboutir, à moyen terme, à un outil industriel convivial et interactif d'aide à l'analyse d'avaries de structures en matériaux composites. Cet outil pourra être utilisé à différents niveaux, à l'atelier par le technicien chargé du contrôle qualité de pièces, au laboratoire par le spécialiste chargé d'expertise d'endommagement mais aussi par le formateur dans le cadre de session de formation sur les matériaux composites.

REMERCIEMENTS

Sur un plan financier, le travail présenté a été soutenu par le MIAT et le MRT.

1. J.V. LARSEN, *The SEM and its application in fracture studies of composite materials*, NOL TR 69-189 AD699140, Déc 1969.
2. A. TOY, R.D. ENQUIST, *SEM Fractography of carbon fiber reinforced P13N Polyimide composites*, Proc. 3rd Annual SEM Symposium IIT, Chicago 1970, p. 361.
3. D. PURSLOW, *Some fundamental aspects of composites fractography* RAE TR 81127 Oct 1981.
4. D. PURSLOW, *Matrix fractography of fibre epoxy composites*, RAE TR 86046, July 1986.
5. ETCA, *Atlas microfractographique des polymères et des matériaux composites*, 1987.
6. ASM, *Metals Handbook*, Vol. 12, March 1987.
7. S. CHITARRA, O. FARGES (1986, 1987), P. JEANNETAUD, G. GOULLEY (1988), M. DERWIN, P. KELLER (1989), R. BEQUIGNAT (1989), *Projets d'atlas de fractographie*, Documents Ecole des Mines de Douai.
A. LEMASCON, A. GROSPIERRE. *Etude de la fractographie des matériaux composites*, Rapport CETIM 102980 - 1986.
A. LEMASCON, *Etude de la rupture d'un ventilateur* Rapport CETIM 104360, 1987.
8. D. PURSLOW, *Matrix fractography of fibre reinforced thermoplastics, Part 1 to 3*, Composites, Vol. 18, n°5, 1987 - Vol. 19, n°2, 1988 - Vol. 19, n°5, 1988.
9. D. PURSLOW, *The application of composite fractography to the investigation of a wind tunnel model*, RAE TR 83020 - 1983.
10. L. ENGEL, H. KLINGELE, *An atlas of Polymer Damage*, Publié par Wolfe Pub. Ltd, 1981.
11. A.C. ROULIN-MOLONEY, *Fractography and failure mechanisms of polymers and composites*, publié par Elsevier Applied Science, 1989.
12. L.C. SAWYER, D.T. GRUBB, *Polymer microscopy*, édité par Chapman and Hall, 1987.
13. E.S. GREENHALGH, *On defect growth and failure in carbon fibre composite structures*, RAE TR 89045, Sept 1989.
14. E.S. GREENHALGH, P.C. COX, *A method to determine propagation direction of compressive fracture in carbon fibre composites*, RAE TR 91043, June 1991.

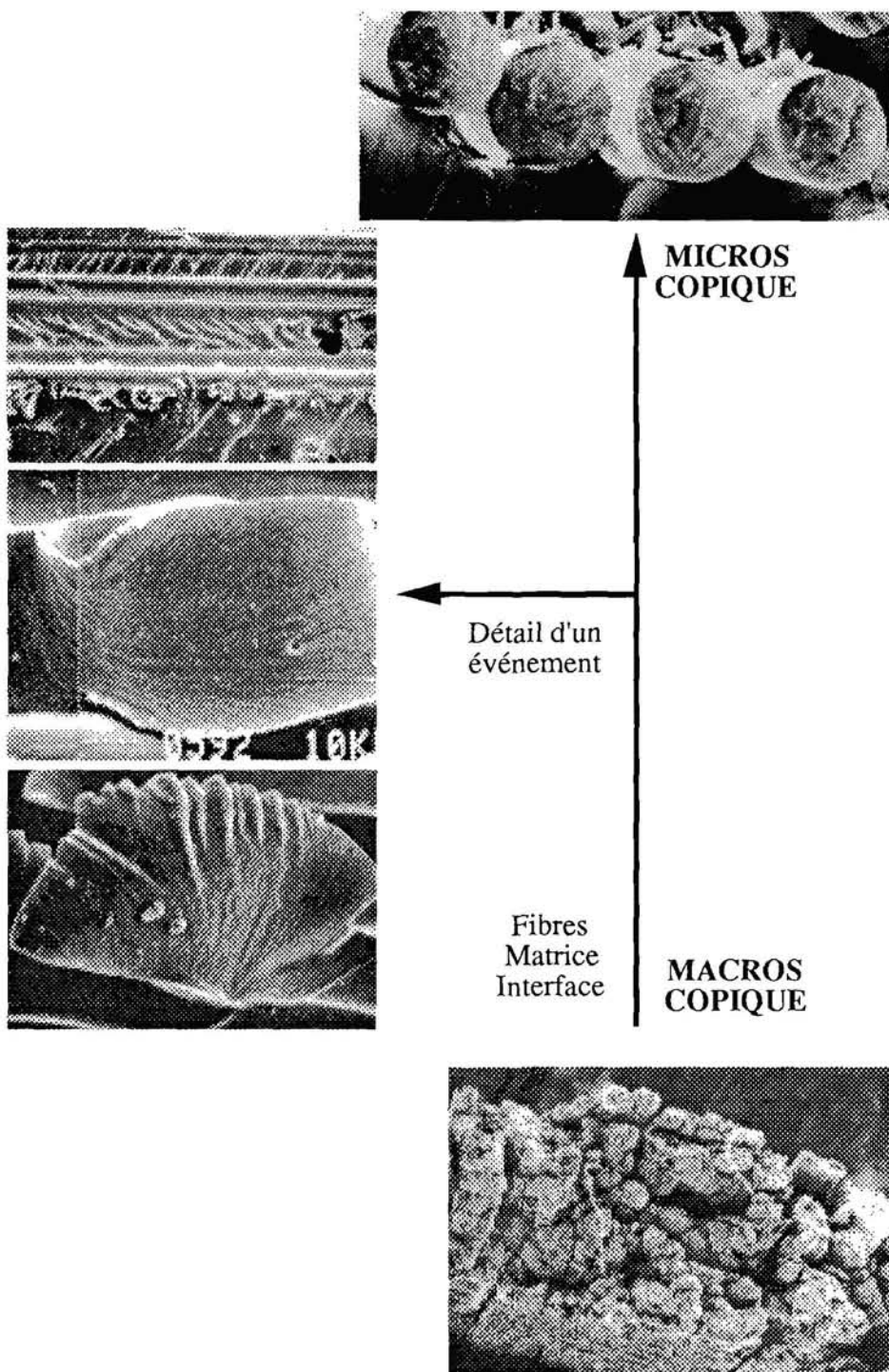


Figure 1: Procédure de description d'image (*Image Description policy*).

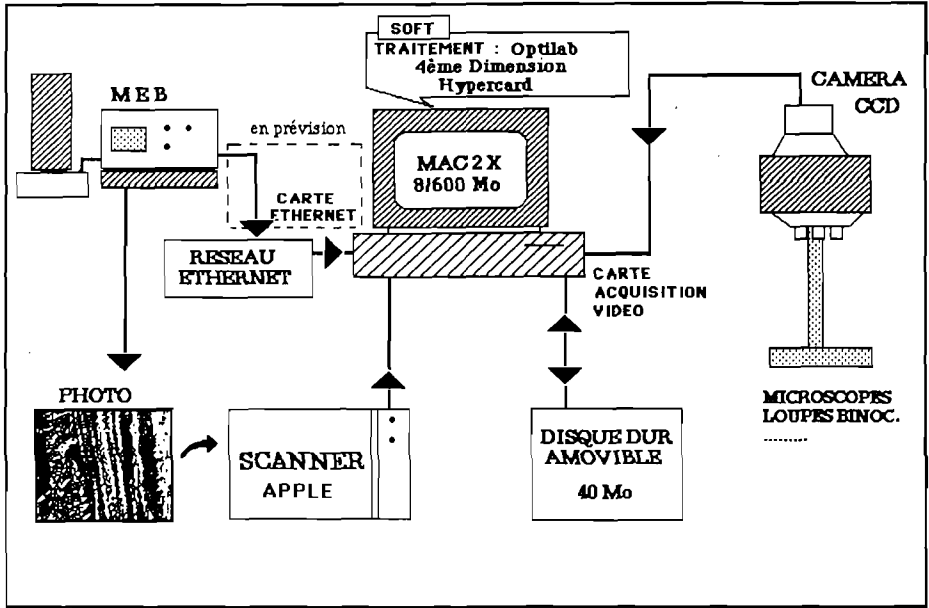


Figure 2 - Equipements utilisés (Equipment).

FRACTO	
Provenance	A
Référence	A
Nature Renfort	A
Traitement Surf	A
taux de Fibres	A
Const Renfort	T
Nature Polymère	A
Const Matrice	T
Nature Charges	A
Taux de Charges	A
Transformation	A
Température	A
Pression	A
Cycle	I
Post Cuisson	B
PC Température	A
PC Pression	A
PC Durée	A
PC Cycle	I
PC Humidité	A
Application	T
Humidité	A
TMV	A
CODE	A
en masse	B

CODE C6			
PROVENANCE	CETIM	REFERENCE	G 25-VE,B-EH
RENFORT		MATRICE	
Nature	Verre E	Nature	Vinylster
Taux Fibres	27 % <input checked="" type="radio"/> Oui <input type="radio"/> Non	Const	DOW DERAKANE 510 A 40
(en masse)	Voile surface - 6 couches		+ 1% accél. CA 12 (octate
Const	équilibrés 520 g/m2 et mat		de Co + Diméthylaniline) +
Traitement		APPLICATION	
CHARGES			
Nature			
Taux Charges	% <input checked="" type="radio"/> Oui <input type="radio"/> Non		
TRANSFORMATION		POST CUISSON	
Type	Projection résine	<input checked="" type="radio"/> Oui <input type="radio"/> Non	
Température	19 °C	Température	60 °C
Pression	Bars	Humidité	%
Humidité	30 %	Pression	Bars
		Durée	4 Heures
Exposition fibres à l'ambiance: 111 heures			
Exposition de la résine: 39 heures			
Exposition des plaques: 5 heures			

Figure 3 - Description du matériau (Material Description).


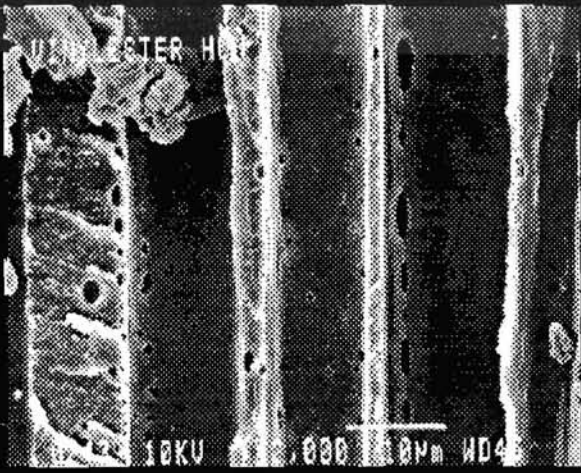
CODE : C5		326	
RENFORT	Verre E	SOLLICITATION MECANIQUE	
MATRICE	Vinylester	Etat Contrainte	Traction
CHARGES		Type essai	Traction
ENVIRONNEMENT		Norme	
Type		Paramètre Contr	Vitesse traverse
Conditions		Contr Rupture	MPa
		Module Initial	12,3 GPa
		Vitesse	1,3 mm/min
Situation du cliché		Niv Contr Appl	%
		Nbre Cycle Rupt	
		Rapport R	
		Fréquence	Hz
		Niv Contr Appl	%
		Durée Maintien	min
		Energie Rupture	J
Moyen M E B		RADIOGRAPHIE	
Prépa Echant. Brut métallisé		Tension	kV
MICROSCOPE		Intensité	mA
Grandissement x 2000		Foyer-Film	mm
Tilt - Rotation		Exposition	sec
Observations			
Surface délaminée			
Microporosité dans le lit des fibres			
Languettes très aplaties par rapport au faciès qui se rapprochent fortement de l'aspect de talus.			
		Cliché C21H	

Figure 4 - Description de la rupture (Failure Description).

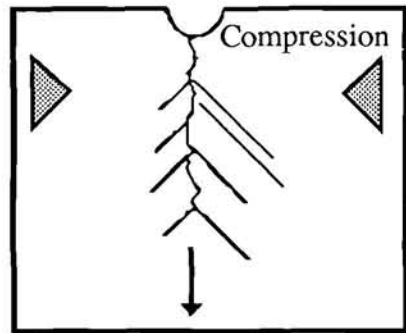
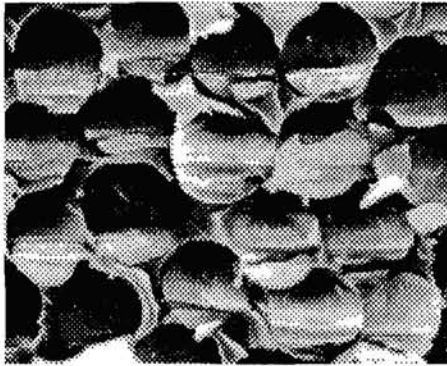
Table 5 - Compression^{13 14}.

La rupture d'un matériau unidirectionnel en compression montre toutes les fibres microflambées dont la surface de rupture se décompose en une partie rompue en traction et l'autre en compression (Cliché 1). En général sur toutes les fibres, la ligne de séparation entre les deux zones prend la même direction perpendiculaire à la direction de propagation. Si globalement l'ensemble des lignes suit une courbe circulaire, l'origine de la rupture peut être définie par le centre du cercle formé par ces courbes.

La rupture macroscopique d'un panneau par compression peut avoir une forme incurvée dont la base définit la zone d'amorçage (Cliché 3).

La direction de propagation de la rupture en compression peut être estimée à partir de l'examen des fissures translaminaires dans le pli de surface lorsque celui-ci est 45° (voir séparation translaminaire *Splitting* - Figure 2). Observée lors d'une rupture par compression, leur orientation permet d'avoir une idée du sens de la rupture. Les séparations translaminaires forment des flèches avec la fissure de compression translaminaire horizontale en avant du défaut qui pointent vers l'origine de la rupture. Lorsque les deux premiers plis de surface sont $\pm 45^\circ$, cette règle s'applique à 90%. Par contre lorsque les deux premiers plis sont 45° et 0° , la règle s'applique à 40%.

Par ailleurs la présence de ce type de fissuration implique que la rupture s'est amorcée à l'intérieur de l'éprouvette plutôt que sur les bords.



Cliché 1-Rupture de fibres- cf ENSTIMD Figure 2-Séparation translaminaire- cf RAE



Cliché 3 - Aspect de la rupture d'un panneau en compression - cf RAE.