Analyse microstructurale et micromécanique des composites

La caractérisation microstructurale et micromécanique des composites fournit des informations utiles sur la dispersion ainsi que l'adhérence des particules de lubrifiant solide dans la matrice thermoplastique.

3.1 Analyse de la microstructure

3.1.1 Microscopie Electronique à Balayage

L'utilisation du microscope électronique à balayage est indispensable pour la réalisation des observations extrêmement précises. En effet, il permet d'obtenir des agrandissements importants en comparaison du microscope optique. Elles peuvent atteindre un ordre de 200 000 fois avec une résolution de l'ordre de 3,5 nm. Cette technique repose sur la focalisation d'un faisceau d'électrons pour obtenir une taille de sonde très petite qui peut effectuer le balayage de la surface de l'échantillon. En effet, une irradiation de l'échantillon engendre l'émission de plusieurs types d'électrons permettant ainsi sa caractérisation. Ce sont les interactions entre les électrons et la matière qui sont responsables des différents contrastes observés (Hemel, 2010).

Le microscope électronique à balayage utilisé au cours de nos observations est de marque JEOL JSM 6400 F. Avant les observations, les éprouvettes polymères ou composites sont métallisées à l'or dans un évaporateur sous vide de manière à assurer la conduction électronique (Plummer, 1989) suite au bombardement du faisceau d'électrons. L'échantillon, introduit dans la chambre du microscope, est placé sur un porte échantillon permettant son

orientation et son déplacement, tout en assurant son insensibilité aux vibrations. Il est ensuite irradié par un faisceau d'électrons focalisé de tension 10 kV pendant 30s. Pour l'observation télévisuelle au cours des microscopies, la caméra de télévision reprend l'image fournie par le microscope dans un modèle analogue à celui de la photographie. En effet, un objectif de prise de vue, réglé sur l'infini, est placé derrière l'oculaire, il forme une image sur l'écran photosensible d'un tube analyseur. On obtient sur sa surface une image agrandie qui peut bénéficier d'un appréciable gain de luminance et qui permet une observation collective et de longue durée, (Roblin, 1999).

3.1.2 Tomographie à rayons X

Née dans les années soixante dix pour le domaine médical, cette technique de caractérisation prometteuse a offert, aujourd'hui, ses paramètres au domaine industriel. Plusieurs secteurs peuvent bénéficier de ses avantages, tels l'aéronautique, la fonderie, l'industrie minière ou pétrolière, le secteur automobile ainsi que le secteur agro-alimentaire. La tomographie à rayons X peut être utilisée aussi bien dans la phase de prototypage en production, ou bien lors de l'élaboration des procédés de fabrication. De nos jours, l'avancement apporté à cette technique concerne la très haute résolution et la reconstruction tridimensionnelle.

En effet, cette technique, non destructive, permet la reconstruction d'images « en coupe » d'un objet à trois dimensions. Son principe repose sur l'analyse multidirectionnelle des interactions produites entre un faisceau de rayons X avec la matière. Suite à la traversée de la matière à caractériser, les détecteurs du rayonnement transmis assurent l'enregistrement. Les données acquises sont collectées suivant des orientations multiples dont le pas et le nombre sont fonction du type d'appareillage et de la finesse de résolution. Ces données collectées permettent le calcul mathématique d'une image numérique en niveaux de gris ou bien en couleurs suite à l'analyse locale point par point du coefficient d'atténuation du faisceau incident. Après calibration et étalonnage, ce dernier peut être traduit en échelle de densité (Gerstenmayer et *al*., 2013).

La tomographie à rayons X permet donc d'accéder au cœur de la matière pour déterminer les différences de composition et les variations d'absorptions radiologiques. Elle permet entre autre de localiser toute singularité, hétérogénéité, inclusion ou vide présents dans un objet, ainsi que de vérifier le positionnement et l'assemblage des ensembles mécaniques complexes (Vlassenbroeck et *al*., 2007).

Le tomographe utilisé pour la caractérisation de nos échantillons composites existe au laboratoire MATériaux Ingénierie et Science 'MATEIS' de l'INSA de Lyon. Il est de type

vtomex-S fabriqué par GE Phoenix-Xray (Figure 2.10). Le faisceau de rayons X est polychromatique et divergent. Il est obtenu par un tube à rayons X de tension réglable de 10 à 180 kV avec focus et centrage automatiques. Ces propriétés permettent l'observation des objets de différentes natures (polymères, composites, céramiques, métaux) et dimensions (de 0,5 mm à une dizaine de cm). La taille du foyer varie de plusieurs µm à moins de 1 µm selon la résolution recherchée. Le réglage de la taille du voxel est effectué en approchant ou en éloignant l'échantillon de la source. Le détecteur est en silicium amorphe et de dimensions 1920 × 1536 pixels. Le temps de scan et la qualité des prises de vues dépendent des autres réglages de l'équipement, tel que le mode d'ouverture du faisceau, l'intensité du tube, le nombre de projections et le temps de pause.

Figure 2.10 *Tomographe de type vtomex-S (GE Phoenix)*

3.2 Caractérisation de l'interface charge/matrice

3.2.1 Fractographie

Cette analyse a été effectuée au thème 'Tribologie, Fonctionnalisation et Caractérisation des Surfaces' du département Méc'Appli (Institut FEMTO-ST de Besançon) sous la direction de Madame Christine Millot. L'objet de la fractographie est d'identifier les caractéristiques des surfaces de rupture afin de préciser les mécanismes qui ont conduit à leur formation. Les observations sont faites dans un microscope électronique à balayage (MEB) de référence (JEOL JSM 6400 F). Selon l'échelle de l'observation, les informations tirées n'auront pas le même effet dans l'analyse. Les observations optiques enregistrent l'aspect macrographique de la rupture. Cet aspect précise le ou les sites d'amorçage. De plus, la présence de zones à morphologies variées permet la localisation du front de fissure à différentes étapes de la

propagation, ainsi que de définir les modes de rupture distincts et la présence éventuelle de diverses lignes d'arrêt. À l'échelle microscopique, les structures de surface montrent les mécanismes de rupture. Plusieurs paramètres tels que la vitesse de chargement, la température, la poussière et le degré de cristallisation dans le cas des polymères thermoplastiques, peuvent avoir un effet significatif sur la morphologie de la fracture (Brown, 1991; Morris, 1979). De plus, cette morphologie dépend fortement de la résistance mécanique à l'interface des matrices renforcées dans le cas des matériaux composites. L'étude de la fractographie a engendré un très bon progrès dans le domaine de l'ingénierie des composites puisque cette technique récente est devenue indispensable pour le développement des structures de composites (Purslow, 1981).

3.2.2 Test de rayage (scratch test)

Ce test a été réalisé à l'Institut Jean Lamour de l'Université de Lorraine, plus particulièrement au département Nanomatériaux Electronique Et Vivant (N2EV), thématique micro et nano-mécanique pour le vivant sous la direction de Mr Richard KOUITAT.

Le dispositif utilisé (Figure 2.11-a) permet de rayer des surfaces planes avec une grande variété en modes de rayage (charge imposée : constante ou variable, pénétration imposée), géométries d'indenteurs, profondeurs des pénétrations et vitesses de rayages. L'appareillage comporte deux parties distinctes ; l'une est informatique et la seconde est mécanique. La partie informatique permet de définir les paramètres du test et de commander le fonctionnement des différents instruments. La partie mécanique est formée d'un ensemble de capteurs de forces, de tables de déplacement et des systèmes de montage et de positionnement des échantillons et des indenteurs. La commande des tables de positionnement et l'acquisition des données sont effectuées par l'ordinateur. Deux tables de déplacement micro-contrôle assurent le positionnement précis de la surface sous l'indenteur. Ces tables sont actionnées par des moteurs à courant continu.

Nos tests ont été réalisés selon un protocole de rayure linéaire à charge croissante avec les mêmes paramètres de rayure suivants :

Effort normal initial : 1N,

Effort normal final : 30 N,

Vitesse de charge : 14,5 N/min,

Longueur de piste : 5 mm,

Vitesse de glissement : 2,5 mm/min.

L'indenteur utilisé est de type diamant à pointe conique avec un rayon de 138 µm.

Le déroulement des tests de rayure est composé de deux étapes : une première étape d'indentation avec un effort normal initial et une seconde étape de rayure où l'indenteur est déplacé avec un effort normal croissant selon une direction parallèle à la surface de l'échantillon (Figure 2.11-b). Les tests de rayure ont permis de collecter plusieurs paramètres à savoir : la force tangentielle, la profondeur de pénétration, la profondeur résiduelle et l'émission acoustique.

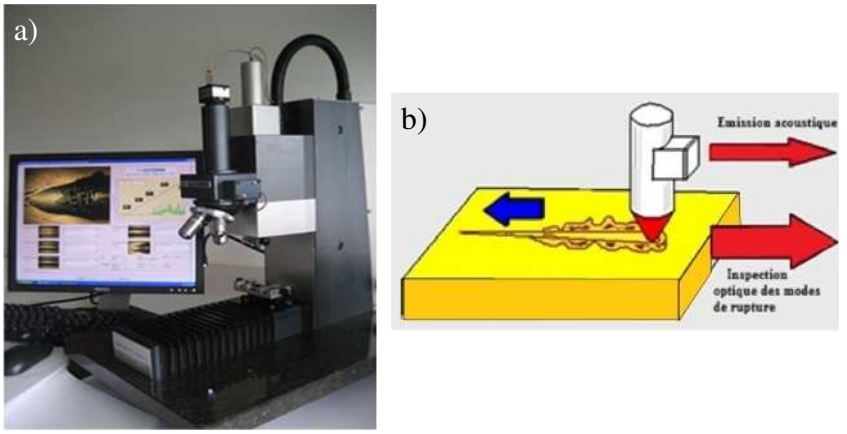

Figure 2.11 *Principe et appareillage du test de rayage*

4. Caractérisation en traction des polymères et composites

L'essai de traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé pour déterminer la capacité d'un matériau à résister aux chargements extérieurs, et à partir de quelle charge il y a risque de rupture. Ce test consiste à soumettre un échantillon de section constante à un allongement unidirectionnel de vitesse constante et à mesurer la contrainte en fonction de la déformation. Un tel essai permet d'obtenir des grandeurs caractéristiques de la résistance mécanique du matériau (propriétés élastiques, plastiques et de ductilité) ; mais il permet aussi d'accéder à sa loi de comportement contrainte-déformation, utilisable dans un calcul de structure.

4.1 Dispositif expérimental

Les essais de traction sur les échantillons ont été réalisés sur une machine de traction bi-colonne de marque LLYOD/LR 5 K Plus existant au laboratoire de mécanique à l'institut préparatoire aux études d'ingénieurs de Sfax (Tunisie). Le dispositif est équipé d'une cellule de force d'une capacité de 0,1 N à 5KN. Il dispose aussi d'une entrée 0-10 V pour

extensomètre et d'une sortie RS232 pour une utilisation en conjonction avec le logiciel NEXYGEN. Ce logiciel est compatible avec Windows 95/98/NT/2000 et XP et permet d'afficher les résultats des essais sur des courbes d'axes choisis par l'utilisateur. La machine de traction est constituée d'un bâti fixe, auquel est fixée l'une des deux extrémités de l'éprouvette, et d'une traverse mobile à laquelle est fixée l'autre extrémité. Pour effectuer une mesure précise des allongements de la partie utile de l'éprouvette, différents types de capteurs sont utilisés : les allongements peuvent être mesurés par des jauges de déformation, des extensomètres à lames et jauges de déformation ou des extensomètres à capteur LVDT, (Degallaix et *al*., 2007). Dans notre cas, nous avons utilisé un extensomètre à lames et jauges de déformation. Cet outil est monté directement sur la partie utile de l'éprouvette : les extrémités acérées des lames sont maintenues en contact avec l'éprouvette, sur sa partie utile, à l'aide des systèmes à ressort.

4.2 Géométrie des éprouvettes et conditions d'essai

Les éprouvettes en polymères et/où en composites sont préparées soit par injection directe (Type A), soit par le procédé de prétraitement des poudre suivi d'un mélangeage et d'une micro-injection (Type B). Ces deux types d'éprouvettes ont été adaptés en fonction du procédé de mise en œuvre des composites. Les éprouvettes sont de forme H et conformes à la norme française AFNOR NFT 51-034. Elles sont destinées principalement à la détermination des caractéristiques en traction des polymères. La géométrie des éprouvettes est définie afin d'obtenir un comportement uniforme, avec une zone de déformation, ou bien une rupture finale située dans sa zone utile : les congés de raccordement entre la partie utile et les têtes sont nécessaires pour éviter les trop fortes concentrations de contraintes susceptibles de provoquer la rupture dans ces zones. La figure 2.12 définit la forme des éprouvettes utilisées, leurs dimensions sont illustrées au tableau 2.5.

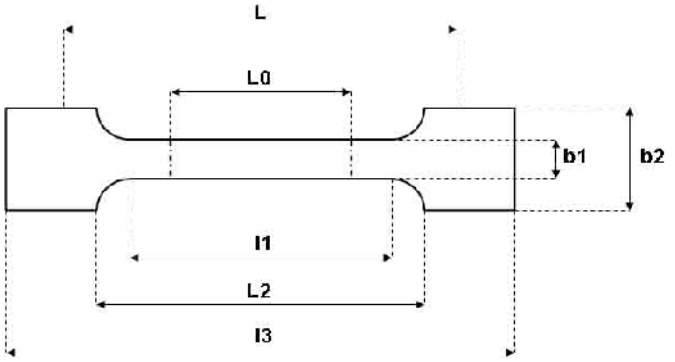

Figure 2.12 *Schéma des éprouvettes de traction*

Tableau 2.5 *Dimensions des éprouvettes de traction (mm)*

Rapport d'homothétie	Type	l_3	l_1	b_2	b_1	L_2	L_0	L	R
	A	150	60 ±0,5	20±0,5	10±0,5	110±0,2	50±0,5	115± 0,3	60
1/5	B	30	12 ±0,5	5±0,2	2±0,2	22±0,2	10±0,5	23±0,3	12

La machine de traction est munie de mors auto-serrants, permettant une bonne tenue des éprouvettes même à charge élevée. Les essais sont réalisés dans les conditions normales de température et d'humidité. La machine est pilotée à vitesse de traverse constante fixée à 5 mm/min pour tous les types d'échantillons. Un minimum de cinq tests est réalisé pour chacun des matériaux composites de l'étude.

La section de l'éprouvette est supposée constante S_0 durant l'essai et la longueur initiale de la zone utile avant étirement est l_0. Les extrémités de l'éprouvette ont une section supérieure à S_0, ce qui permet de les fixer à la machine. Un allongement est imposée à l'éprouvette et la contrainte correspondante est enregistrée, toutes deux sont calculées à partir des équations suivantes :

La contrainte : $$\sigma(MPa) = \frac{F(N)}{S_0(mm^2)} \quad (1)$$

La déformation : $$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (2)$$

Le Module d'Young : $$E(MPa) = \frac{\Delta\sigma(MPa)}{\Delta\varepsilon} \quad \text{(domaine linéaire)} \quad (3)$$

E : pente de la partie linéaire de la courbe contrainte/élongation en Méga Pascal,

F : charge appliquée en Newton,

S_0 : section de l'éprouvette en mm^2,

Δl : allongement de l'éprouvette en millimètre,

l_0 : longueur de l'éprouvette en millimètre.

On a estimé évident de saisir les définitions des différentes caractéristiques mécaniques principalement exploitées dans le quatrième chapitre.

- *Module d'élasticité appelé module d'Young, E :* Constante élastique qui, pour un matériau homogène isotrope, lie la contrainte à la déformation dans le premier domaine de déformation linéaire. Dans le Système International on l'exprime en MPa. En effet, ce module caractérise la raideur de la matière. À contrainte égale, un matériau ayant un module d'élasticité élevé subira une déformation plus faible qu'un matériau ayant un module d'élasticité plus petit.
- *La résistance à la traction,* R_m : Elle est définie par la contrainte maximale supportée par le matériau.
- *La déformation à la rupture,* ε_r*, et la contrainte à la rupture,* σ_r *:* Ces deux caractéristiques existent avant une baisse rapide de la valeur de la résistance. La déformation à la rupture correspond à la déformation maximale subie par le matériau avant sa rupture. La contrainte à la rupture peut être mesurée sur la courbe par la valeur en ordonnée du point d'intersection d'une droite parallèle à l'axe des abscisses et passant par le point de rupture.

5. Caractérisation tribologique des polymères et composites

Le thème Tribologie, Fonctionnalisation et Caractérisation des Surfaces a développé récemment un microtribomètre dans une configuration pion/plan alternatif. Les caractéristiques générales de ce tribomètre, utilisé pour nos tests de frottement, sont les suivantes :

- La force normale, appliquée à l'aide d'une charge morte, varie de quelques dizaines de millinewton à quelques newtons.
- Le mouvement alternatif se fait à vitesse constante et la fréquence de débattement peut être fixée entre 0,1 et 4 Hz.
- L'amplitude de débattement varie entre 10 µm et 1 mm.
- L'ensemble du système est placé dans une enceinte étanche pouvant permettre de réaliser des essais sous atmosphère contrôlée.

5.1 Description du dispositif expérimental

L'intégralité du système est constituée par :

- un ensemble mécanique assurant principalement l'application d'une charge normale, le mouvement relatif ainsi que la mesure de l'effort tangentiel et du déplacement,
- un système de pilotage permettant le contrôle des paramètres d'acquisition,
- et enfin un logiciel d'analyse des données.

5.1.1 L'ensemble mécanique

L'ensemble des éléments mécaniques est fixé sur une structure en marbre, afin d'éviter toute vibration ou déformation du système durant la mesure. Celui-ci est découplé du sol grâce à des plots anti-vibrations. La figure 2.13 représente le microtribomètre.

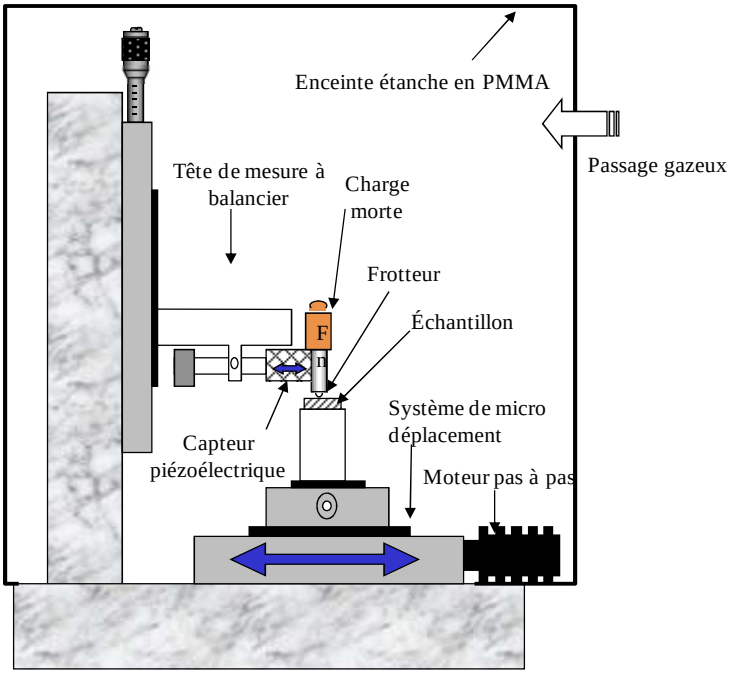

Figure 2.13 *Schéma du microtribomètre*

Le système de déplacement :

Un système de micro-déplacement motorisé, d'une résolution de 0,1 µm, assure le mouvement de l'échantillon. Ce système est constitué d'une table de translation équipée d'un système vis-écrou à billes et pilotée par un moteur pas à pas. La précision totale de la rectitude de déplacement est d'un micromètre sur la course totale de la table. La précision de positionnement de ce système est de l'ordre du micron avec une hystérésis lors du déplacement alternatif d'environ 3 microns. Le déplacement de l'échantillon est mesuré par un capteur de déplacement inductif ayant une course maximale de 1 mm.

La tête de mesure :

La tête de mesure permet d'assurer le contact échantillon/indenteur grâce à une charge morte et de mesurer la force tangentielle F_t exercée par l'échantillon sur l'indenteur. L'ensemble est constitué d'un système à balancier équilibré permettant l'application de charges mortes très faibles.

La force tangentielle est mesurée grâce à un capteur piézo-électrique, associé à un amplificateur de charge programmable. L'intérêt d'utiliser un tel capteur réside dans le fait qu'il présente une grande sensibilité ainsi qu'une forte rigidité.

5.1.2 L'acquisition et le pilotage

L'instrumentation du système est réalisée par un micro-ordinateur équipé d'une carte de numérisation multivoies et d'une carte de pilotage moteur permettant un contrôle précis des paramètres du déplacement, tels que : la fréquence, l'amplitude et le nombre de cycles à effectuer.

Les fréquences et amplitudes minimales et maximales sont fixées par les caractéristiques du moteur pas à pas et la course du système de déplacement. Le nombre maximal de cycles pouvant être effectué est de plusieurs millions. L'acquisition de 2 000 cycles au maximum est effectuée durant un essai. Durant un cycle, on effectue l'acquisition de la force tangentielle F_t et du déplacement h de l'échantillon avec un maximum de 512 points.

5.1.3 Le traitement des données

Un logiciel de traitement des données permet la visualisation des résultats sous plusieurs aspects, en effet, la figure 2.14 représente :

(a) L'évolution du déplacement relatif pion/échantillon en fonction du temps.
(b) L'évolution de l'effort tangentiel F_t en fonction du temps.
(c) Le cycle de frottement représentant l'évolution de l'effort tangentiel instantané en fonction du déplacement durant un cycle.
(d) L'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction du nombre de cycles.
(e) L'évolution de la forme du cycle de frottement dans le temps sous forme d'une « bûche de frottement ».