

# Vers une meilleure compréhension de l'essai de déchaussement de microgouttes sur fibre élémentaire

## *Toward a better understanding of the microbond test*

Leveziel Adam<sup>1</sup>, Boutenel Florian<sup>1</sup>, Gabrion Xavier<sup>1</sup> et Thibaud Sébastien<sup>1</sup>

1 : Département Mécanique Appliquée, Institut FEMTO-ST  
SUPMICROTECH-ENSMM, Université de Franche-Comté, CNRS  
24 rue de l'Épitaphe, F-25000 Besançon  
e-mail : adam.leveziel@femto-st.fr, florian.boutenel@femto-st.fr, xavier.gabrion@femto-st.fr et  
sebastien.thibaud@femto-st.fr

### Résumé

Les composites à matrice organique sont largement utilisés dans différents secteurs industriels du fait de leur bonne performance mécanique. En outre, leur recyclage en fin de vie reste actuellement limité en raison de plusieurs verrous scientifiques et technologiques. Dans ce contexte, le projet RECYCOMP (PEPR « Recyclabilité, recyclage et ré-utilisation des matières ») vise à développer des stratégies (solvolyse, fonctionnalisation des fibres) permettant de faciliter la séparation du renfort fibreux (carbone, verre ou lin) de la matrice. Afin d'évaluer l'impact des différentes approches sur la performance de nouveaux matériaux composites intégrant ces renforts recyclés, il est nécessaire de s'intéresser au comportement à l'interface fibre/matrice. En particulier, l'essai de déchaussement de microgouttes sur fibre élémentaire permet de déterminer la résistance mécanique à l'interface. Cette étude présente les premiers résultats obtenus sur des fibres de verre avec une matrice époxy. Ceux-ci sont comparables aux valeurs rapportées dans la littérature. En outre, l'observation au tomographe à rayons X d'un échantillon après déchaussement souligne la nécessité de développer un dispositif expérimental pour réaliser cet essai in situ afin d'acquérir une meilleure compréhension des mécanismes de déchaussement et, ainsi, de mieux appréhender le comportement à l'interface dans le composite.

### Abstract

Organic matrix composites are widely used across various industrial sectors, due to their good mechanical performance. However, their recycling at the end of their life cycle remains limited due to several scientific and technological challenges. In this context, the RECYCOMP project (PEPR « Recyclability, Recycling and Re-use of Materials ») aims to develop strategies (solvolysis, fiber functionalization) to facilitate the separation of the fibrous reinforcement (carbon, glass or flax) from the matrix. To assess the impact of different approaches on the performances of new composite materials incorporating these recycled reinforcements, it is necessary to examine the behavior at the fiber/matrix interface. In particular, microbond test on elementary fibers can be used to determine the interfacial shear strength. This study presents the first results obtained on glass fibers with an epoxy matrix. These are comparable to the values reported in the literature. In addition, X-ray tomographic observation of a sample after debonding highlights the need to develop an experimental setup to perform this test in situ, in order to reach a better understanding of debonding mechanisms and thus study more precisely interface behavior in the composite.

**Mots Clés :** Déchaussement, Interface fibre/matrice, Recyclage, Tomographie à rayons X

**Keywords :** Debonding, Fiber/matrix interface, Recycling, X-ray tomography

## 1. Introduction

Grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques spécifiques, les composites à matrice organique (CMO) sont utilisés en grande quantité dans différents secteurs d'activité (éolien, nautique, automobile, aéronautique, etc.). Cette considération a pour conséquence de générer une arrivée grandissante de CMO en fin de vie, difficiles à recycler. En effet, la séparation des fibres de la matrice constitue actuellement un verrou scientifique. Autrement dit, la majorité des CMO n'est aujourd'hui pas recyclée. Afin de répondre à ce défi, le projet ciblé RECYCOMP (Programme et Équipement Prioritaire de Recherche - « Recyclabilité, recyclage et ré-utilisation des matières ») vise à développer une nouvelle génération de CMO recyclables à partir de matières premières de recyclage afin d'amener cette

famille de matériaux vers une économie circulaire [1]. Plusieurs stratégies sont considérées dans ce projet. D'une part, la séparation des renforts sera envisagée à travers une solvolysse s'appuyant sur les propriétés de fluides supercritiques. D'autre part, une fonctionnalisation de surface des fibres, avec un matériau fusible, permettrait de faciliter la séparation et/ou d'améliorer les propriétés mécaniques des CMO incorporant ces fibres recyclées.

De sorte à pouvoir quantifier les effets des différentes stratégies sur la performance mécanique du matériau, des études centrées sur l'interface entre la fibre et la matrice peuvent être menées. En effet, cette interface constitue une zone critique dans le composite puisqu'elle représente le siège des transferts de contraintes entre les deux constituants. Le comportement à l'interface, aux petites échelles, est lié à différents mécanismes physico-chimiques, ce qui influencera le comportement macroscopique du CMO [2].

Pour caractériser mécaniquement cette interface, des essais à l'échelle micrométrique peuvent être réalisés dont, en particulier, l'essai de déchaussement de microgouttes sur fibre élémentaire. La présente étude consiste à appliquer cet essai dans le cas de gouttes de matrice époxy sur des fibres de verre afin d'évaluer la résistance mécanique à l'interface fibre/matrice. En outre, des observations au tomographe à rayons X, après déchaussement, ont été réalisées.

## 2. Matériel et méthodes

L'essai de déchaussement de microgouttes consiste à déposer une goutte de résine sur une fibre élémentaire. Ensuite, à l'aide de deux lames disposées de part et d'autre de la fibre, un déplacement vertical est appliqué à la fibre jusqu'au déchaussement (Fig. 1).

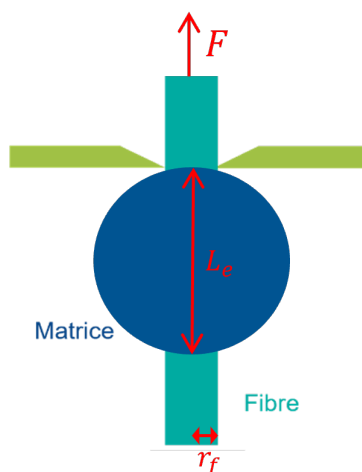


FIG. 1. – Schéma de l'essai de déchaussement d'une microgoutte sur une fibre élémentaire ( $r_f$  : rayon de la fibre /  $L_c$  : longueur de contact entre la goutte et la fibre /  $F$  : force)

Dans cette étude, des fibres de verre provenant d'un mat ont été considérées. Des fibres unitaires extraites de ce mat ont été positionnées dans des cadres papier afin de faciliter leur manipulation. À une extrémité de la fibre, un point de colle a été déposé afin de lier la fibre au cadre. La résine utilisée est une matrice époxy partiellement biosourcée (résine SR GreenPoxy 56 et durcisseur amine SD 7561 - ratio 100:37, Sicomin, France). Les gouttes ont ensuite été déposées manuellement à l'aide d'une aiguille fine sur les fibres. La polymérisation est réalisée à température ambiante pendant une durée de 48 h minimum afin de laisser le temps à la matrice de réticuler. Après réticulation, le diamètre de chaque fibre (moyenne sur 10 points de mesure) ainsi que la longueur de contact ont été mesurés à l'aide d'un microscope numérique (VHX-5000, Keyence, Japon). Enfin, l'essai de déchaussement a été réalisé avec une machine de traction (Electroforce 3230, Bose, USA) équipée d'un capteur de force de 2 N à une vitesse de déplacement de 0.05 mm/s. La (Fig. 2) illustre l'évolution de la force appliquée à la fibre au cours de l'essai.

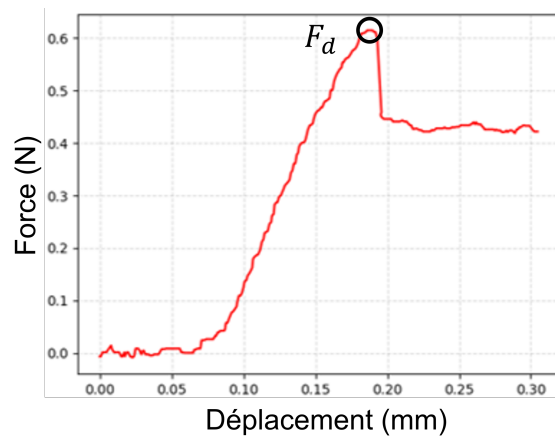


FIG. 2. – Exemple de courbe d'effort en fonction du déplacement obtenue lors du déchaussement d'une goutte

La résistance mécanique à l'interface (IFSS - *Interfacial Shear Strength*) est alors calculée en supposant que les contraintes sont uniformes sur le long de la fibre avec  $F_d$  la force d'initiation du déchaussement cf.(Fig. 2), le rayon de la fibre  $r_f$  et la longueur encastrée  $L_e$  (Eq. 1) :

$$IFSS = \frac{F_d}{2\pi \cdot r_f \cdot L_e} \quad (\text{Eq. 1})$$

Une observation de l'interface, après déchaussement, a été réalisée sur un échantillon à l'aide d'un micro-tomographe à rayons X (EasyTom, RX Solution, France). Pour cela le plus petit mode de focalisation a été utilisé avec une tension de la source de rayonnement de 60 keV pour une intensité de 150  $\mu$ A ainsi qu'une caméra CCD afin d'obtenir un pixel de résolution de 0.35  $\mu$ m. Concernant les paramètres d'image, le temps d'exposition était de 1.4 s pour un moyennage de 2 images et la reconstruction a été faite à partir de 608 images en utilisant un algorithme de rétroprojection filtrée.

### 3. Résultats et discussions

Les 6 gouttes déchaussées montrent un comportement équivalent à cette courbe (Fig. 2), avec un effort linéaire dans une première phase jusqu'à un effort maximal ( $F_d$ ) qui correspond à une fissuration brutale responsable du déchaussement de la goutte. Après celui-ci, un palier de force demeure en raison du frottement entre la fibre en cours d'extraction et la goutte.

La Fig. 3 représente les valeurs d'IFSS obtenues pour six gouttes déchaussées sur une même fibre.

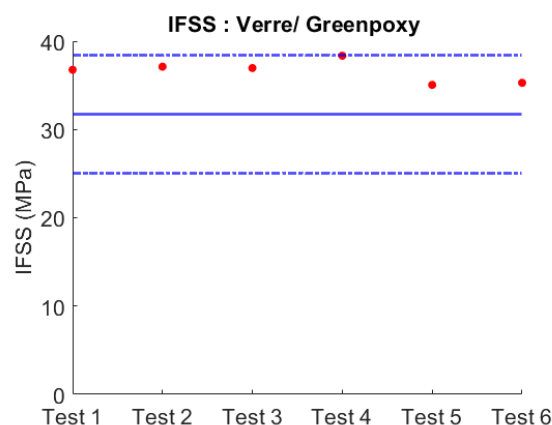


FIG. 3. – Mesures de l'IFSS pour le couple fibre de verre/époxy (point rouge) comparées aux valeurs de la littérature [3] (courbe bleue - moyenne en trait plein et écart-type en pointillés)

L'IFSS pour le couple verre/époxy de cette étude est de  $36.6 \pm 1.2$  MPa. Cette valeur est comparable à celle rapportées par Laurikainen *et al.* [3] dans la littérature sur un système équivalent (IFSS =  $31.7 \pm 6.7$  MPa).

De plus, l'analyse des mécanismes liés au déchaussement reste lacunaire étant donné qu'il n'est actuellement pas possible d'observer les phénomènes se produisant au niveau de l'interface au cours de l'essai. En outre, la (Fig. 4) compare une goutte avant (a), (b) et après déchaussement (c).

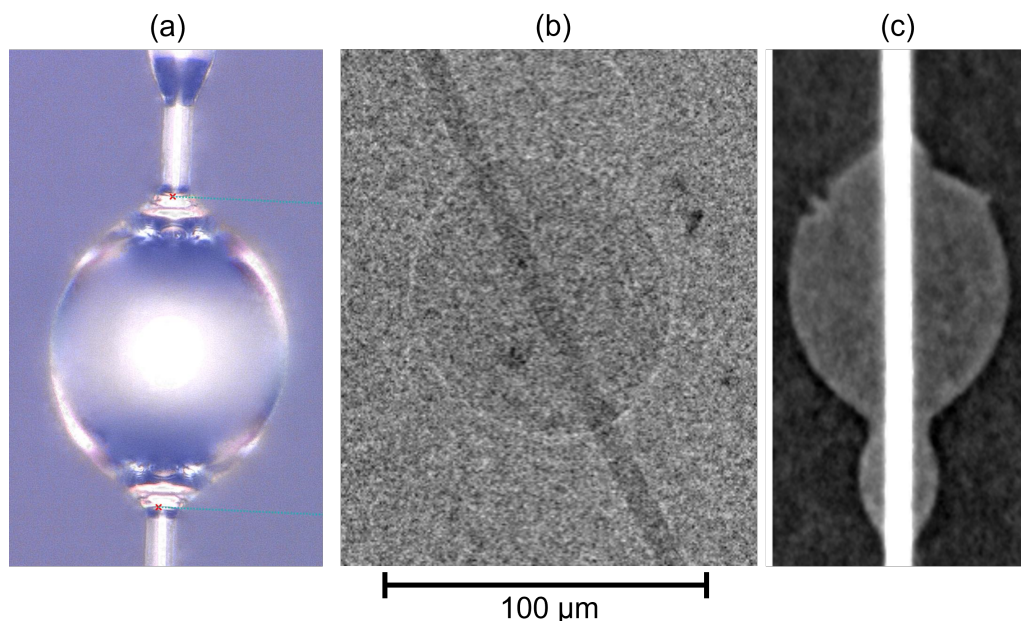


FIG. 4. – Observation optique d'une goutte avant déchaussement (a), image radio d'une goutte quelconque (b) et coupe tomographique à rayons X après déchaussement (c)

L'observation post-mortem a donné lieu à la (Fig. 4c) qui représente une coupe de la reconstruction tomographique. On peut visualiser : des déformations plastiques aux points de contact entre la goutte et les lames, l'interface entre la fibre et la matrice, ainsi que le glissement de la goutte déchaussée qui est venue au contact d'une goutte satellite positionnée plus loin sur la fibre. On peut aussi remarquer que le fait de réaliser une radio est suffisant pour pouvoir visualiser l'interface fibre/matrice ainsi que le contour de la goutte, comme le montre la (Fig. 4b). Réaliser des essais de déchaussement en mode radio permettrait ainsi de visualiser en continu l'interface et les déformations de la goutte. En outre, Chatziathanasiou *et al.* [4] ont récemment réalisé un essai de fragmentation in situ afin de suivre la propagation de fissures au niveau de l'interface pendant le chargement. Par conséquent, le développement d'un dispositif expérimental pour effectuer l'essai de déchaussement in situ dans un tomographe à rayons X permettrait d'observer finement les mécanismes au niveau de l'interface.

#### 4. Conclusion

Dans le contexte du développement de nouvelles stratégies facilitant le recyclage des renforts fibreux des composites à matrice organique, il est nécessaire de s'intéresser au comportement de l'interface fibre/matrice. À ce titre, des essais de déchaussement de microgouttes sur fibre élémentaire ont été réalisés dans le cas de gouttes d'époxy déposées sur une fibre de verre. La valeur moyenne de la résistance mécanique à l'interface déterminée dans cette étude est comparable à celle rapportée dans la littérature. En outre, des observations au tomographe à rayons X ont montré que la visualisation en mode radio permet de visualiser la goutte et l'interface ce qui permettrait de réaliser l'essai in situ afin de mesurer les déformations de la goutte en fonction du déplacement de la fibre ainsi que d'investiguer plus finement les mécanismes responsables du déchaussement à l'interface.

## Remerciements

Ce travail a bénéficié d'une aide de l'État gérée par l'Agence Nationale de la Recherche dans le cadre du programme "France 2030", sous la référence ANR-22-PERE-0005. Ce travail a également été soutenu par la Graduate School EIPHI (ANR-17-EURE-0002) et la Région Bourgogne-Franche-Comté. Les auteurs remercient les plateformes AMETISTE et MIFHySTO pour les moyens matériel et humain mis en place.

## Références

- [1] C. Aymonier, J. Beaugrand, P. Evon, P. Jenny, A. Bourmaud, G. Sonnemann, B. Laratte, S. Livi, V. Placet, A. Chiron, S. Guessasma, I. Capron, G. Vaca Medina, M. F. Pucci, N. Le Moigne, S. Corn, A. Taguet, R. Léger, P. Didier, Y. Grohens, Y. M. Coré, S. Thibaud, X. Gabrion, F. Boutenel « Nouvelle génération de CMO recyclables à partir de matières premières de recyclage : vers une économie circulaire (RECYCOMP) », in : Journées Scientifiques et Techniques : Fin de Vie et Recyclage des Composites 2024, Albi, France, 2024.
- [2] D. Pantaloni, A. L. Rudolph, D. U. Shah, C. Baley, A. Bourmaud « Interfacial and mechanical characterisation of biodegradable polymer-flax fibre composites », *Composites Science and Technology* Vol. 201, pp. 108529, 2021, ISSN 02663538.
- [3] P. Laurikainen, M. Kakkonen, M. Von Essen, O. Tanhuanpää, P. Kallio, E. Sarlin « Identification and compensation of error sources in the microbond test utilising a reliable high-throughput device », *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* Vol. 137, pp. 105988, 2020, ISSN 1359835X.
- [4] T. Chatziathanasiou, Y. Lee, J. Villanova, O. Stamati, S. AhmadvashAghbash, B. Fazlali, C. Breite, I. Sinclair, M. N. Mavrogordato, S. M. Spearing, M. Mehdikhani, Y. Swolfs « Questioning the Representativeness of Damage Mechanisms in Single-Fiber Composites via In Situ Synchrotron X-Ray Holo-Tomography », *Small* , pp. 2406168, 2024ISSN 1613-6810, 1613-6829.