

# Comportement en flexion d'un stratifié carbone PEEK après exposition à une flamme kérosène

## *Flexural behavior of carbon fibers reinforced PEEK laminates after kerosene flame exposure*

Julie Vacandare<sup>1</sup>, Benoît Vieille<sup>1</sup>, Tanguy Davin<sup>1</sup> et Fabrice Barbe<sup>1</sup>

1 : INSA Rouen Normandie,  
Univ Rouen Normandie, CNRS, GPM UMR 6634,  
F-76000 Rouen, France  
e-mail : julie.vacandare@insa-rouen.fr  
benoit.vieille@insa-rouen.fr  
tanguy.davin@insa-rouen.fr  
et fabrice.barbe@insa-rouen.fr

### Résumé

Les composites à matrice thermoplastique sont de plus en plus utilisés dans le secteur aéronautique, comprendre leur comportement mécanique dans des conditions extrêmes de feu moteur est donc essentiel. Le but de cette étude est d'étudier le comportement en flexion d'un stratifié C/PEEK pour différentes séquences d'empilement après une exposition à une flamme kérosène (température de flamme de 1100°C et densité de flux de chaleur de 116kW/m<sup>2</sup>). Des essais de flexions trois points ont été menés sur trois séquences d'empilement : quasi-isotrope et orthotrope à [(0/90)]<sub>8</sub> ou à [(±45)]<sub>8</sub>. Ensuite, des plaques de stratifiés C/PEEK QI ont été exposées à une flamme kérosène pour différentes durées (1, 2 et 5 minutes). Les propriétés en flexion résiduelle ont été caractérisées en fonction de la durée d'exposition et de la position des éprouvettes par rapport au centre de la flamme. Dans la configuration QI, comparativement aux éprouvettes vierges, la contrainte à la rupture et la module de flexion diminuent respectivement de 83% et 66% après 5 minutes d'exposition.

### Abstract

As thermoplastic based composites are increasingly used in aeronautical applications, it is a major concern to understand their mechanical behavior in the critical conditions of an engine fire. The aim of this work is to investigate the flexural properties of C/PEEK laminates for different lay-ups after an exposure to a kerosene flame (flame temperature of 1100°C and heat flux of 116kW/m<sup>2</sup>). 3 points bending tests were performed on 3 lay-ups: quasi-isotropic and orthotropic [(0/90)]<sub>8</sub> or [(±45)]<sub>8</sub>. Then, plates of C/PEEK QI laminates were exposed to a kerosene flame for different durations (1, 2 and 5 minutes). The residual flexural properties were characterized depending on the duration of exposure and the position relative to the center of the flame. For the QI stacking sequence, compared to the virgin specimens, the ultimate strength and the flexural modulus decrease by 83% and 66%, respectively, after a 5 minutes' exposure.

**Mots Clés :** Flamme kérosène, Flexion 3 point, Stratifié thermoplastique, Tissu carbone

**Keywords:** Kerosene flame, 3-points bending test, Thermoplastic laminates, Weave carbon fiber fabric

## 1. Introduction

Dans le contexte actuel de crise écologique (émissions de CO<sub>2</sub> et augmentation du coût de l'énergie), l'un des enjeux du secteur aéronautique est l'allègement des structures [1]. Par conséquent, l'utilisation de matériaux composites à matrice polymère pour les parties structurelles se généralise [2]. Cependant, en raison de leur nature plastique, leur comportement est fortement dépendant des conditions d'utilisation, en particulier les conditions de température. En effet, les polymères se décomposent à haute température (400-600°C), ce qui entraîne la formation de pores remplis de gaz de pyrolyse au sein du matériau. La matrice étant progressivement décomposée sous l'effet de la chaleur, la quantité de matrice disponible pour assurer le transfert de charge entre les plis diminue, ce qui entraîne un changement des propriétés mécaniques des composites [3]. Pour cette raison, le risque incendie est l'un des principaux risques en aéronautique [4]. Comprendre le comportement

thermomécanique des matériaux composites sous flamme est donc essentiel dans la perspective de la certification.

Dans des études précédentes [5-6], le comportement en traction résiduelle post agression thermique (flamme kérosène à 1100°C avec une densité de flux de chaleur de 116kW/m<sup>2</sup> [4]) a été investigué pour le C/PEKK [5] et le C/PEEK [6]. Logiquement, des durées d'expositions sous flamme plus longues entraînent un niveau d'endommagement plus important du stratifié (délamination et taux de porosités plus importants) et donc une baisse plus importante de la résistance et de la rigidité axiale. L'impact de la dégradation thermique sur les propriétés mécaniques résiduelles seraient d'autant plus significatif pour un chargement différent comme un chargement en flexion. En effet, lors d'un essai de flexion, les interfaces entre les plis jouent un rôle plus important que pour un essai de traction. Dans sa thèse [7], J. Aucher étudie le comportement en flexion de trois composites stratifiés : le C/Epoxy [(0/90)]<sub>8</sub>, le C/PEEK [(0/90)]<sub>7</sub> et le C/PPS [(0/90)]<sub>7</sub> à 20°C et à 120°C. L'étude montre que l'augmentation de la température de 20°C à 120°C entraîne une baisse de la résistance en flexion (-2% pour le C/Epoxy, -11% pour le C/PEEK et -31% pour le C/PPS) ainsi que du module de flexion (-6% pour le C/Epoxy, -7% pour le C/PEEK et -15% pour le C/PPS).

Dans le cas présent, on s'intéresse au comportement en flexion du C/PEEK après une exposition à une flamme kérosène. On cherche notamment à corréliser la dégradation thermique du matériau en fonction de la durée d'exposition sous flamme aux propriétés résiduelles en flexion. Différentes séquences d'empilement (orthotrope [(0/90)]<sub>8</sub> ou [(±45)]<sub>8</sub> et quasi-isotrope) sont étudiées pour moduler le rôle des fibres et de la matrice sur la réponse mécanique.

## 2. Matériau et protocole expérimental

### 2.1 Matériau

Le stratifié étudié est constitué d'une matrice thermoplastique de polyétheréthercétone (PEEK) renforcée par un tissu satin 5 de fibre de carbone (Tenax® -E HTA40 3K). La fraction volumique de fibres est de 50%. Trois séquences d'empilement sont considérées : quasi-isotrope (QI) [(0/90),(±45),(0/90),(±45),(0/90)], [(0/90)]<sub>8</sub> et [(±45)]<sub>8</sub>. Les températures caractéristiques du C/PEEK sont données dans le Tab. 1.

Température de transition vitreuse (T <sub>g</sub> )	Température de fusion (T <sub>m</sub> )	Température de début de décomposition (T <sub>onset</sub> )
145°C [8]	342°C [8]	600°C

Tab. 1. Températures caractéristiques du C/PEEK

### 2.2 Exposition à une flamme kérosène

Le brûleur est fourni par la société Cuenod. Le débit de kérosène de 0,3 g/s est contrôlé par un débitmètre massique (MINI CORI-FLOW™ – Bronkhorst). Un second débitmètre massique (EL-FLOW® Prestige – Bronkhorst) régule le débit d'air. Une richesse de 0,85 (mélange combustible/air à 85% du rapport stœchiométrique) a été choisie afin de respecter les conditions d'agression thermique imposée par la norme de certification aéronautique [4] : une température de flamme de 1100°C et une densité de flux de chaleur de 116kW/m<sup>2</sup>. Un cache de protection est placé entre le tube en acier de 50 mm de diamètre et l'échantillon. Son rôle est de restreindre la zone affectée par le feu à un carré de 60 x 60 mm<sup>2</sup> (Fig. 1) afin de limiter les effets de bords. Différentes durées d'exposition ont été imposées : 1, 2 et 5 min. Dans des plaques rectangulaires de dimensions 100 x 150 mm<sup>2</sup> après l'exposition à la flamme, dix éprouvettes de flexion de dimension 100 x 15 mm<sup>2</sup> [9] ont été découpées par jet d'eau.

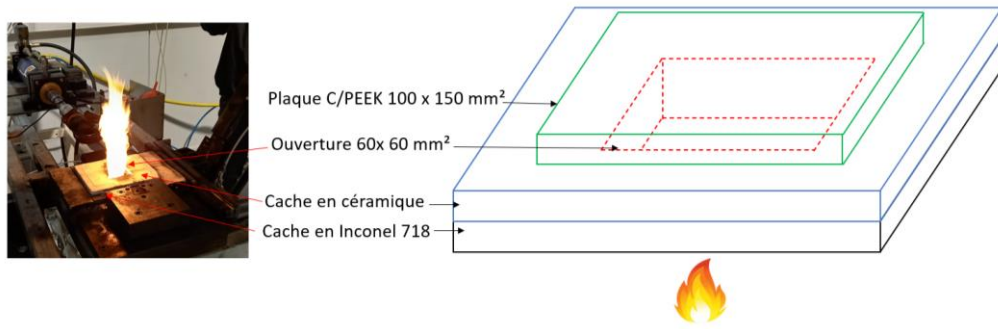


Fig. 1. Montage expérimental de l'exposition à la flamme

### 2.3 Essai de flexion 3 points

Après exposition à la flamme, des essais de flexion 3 points ont été réalisés à température ambiante, à l'aide d'une machine de traction MTS servo-hydraulique utilisée en mode déplacement (2mm/min), couplée à une cellule de force de 100kN. Le montage, représenté sur la Fig. 2, respecte les conditions d'essai recommandées par la norme EN 2562 [9]. La contrainte en flexion à rupture  $\sigma_{flexion}^r$  est ensuite déterminée selon l'Eq. 1 :

$$\sigma_{flexion}^r = \frac{3 F^r L}{2 b h^2} \quad (\text{Eq. 1})$$

Où  $F^r$  est la force à rupture,  $b$  la largeur de l'éprouvette,  $L$  la distance entre les deux appuis et  $h$  l'épaisseur de l'éprouvette. Le module de flexion  $E_{flexion}$  est obtenu par l'Eq. 2 :

$$E_{flexion} = \frac{F^r L^3}{10 b h^2 (f_1 - f_2)} \quad (\text{Eq. 2})$$

Où  $f_1$  et  $f_2$  sont respectivement les flèches à une force de  $F^r/2$  et  $F^r/10$ .

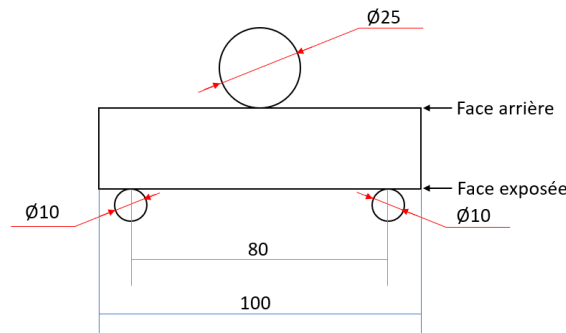


Fig. 2. Montage d'un essai de flexion 3 points

## 3. Résultats et discussion

### 3.1 Comportement en flexion des éprouvettes vierges

Dans un premier temps, le comportement en flexion du C/PEEK vierge avec les trois séquences d'empilement (QI, [(0/90)]<sub>8</sub> et [(±45)]<sub>8</sub>) est étudié. La Fig. 3 montre que le comportement en flexion est globalement de type élastique-fragile pour le C/PEEK QI et le C/PEEK Orthotrope [(0/90)]<sub>8</sub>. Pour le C/PEEK QI, on constate des sauts de pente correspondant à la rupture successive des plis. La rupture des fibres a lieu en traction avec un cisaillement inter laminaire. Pour le C/PEEK Orthotrope [(±45)]<sub>8</sub>, le comportement en flexion est de type élastoplastique. On constate un cisaillement inter

laminaire mais pas de rupture des fibres. Le Tab. 2 montre que la contrainte à rupture ainsi que le module de flexion sont plus élevés dans le cas [(0/90)]<sub>8</sub> ; les plis orientés à (0/90) sont donc ceux qui contribuent principalement à supporter le chargement mécanique.

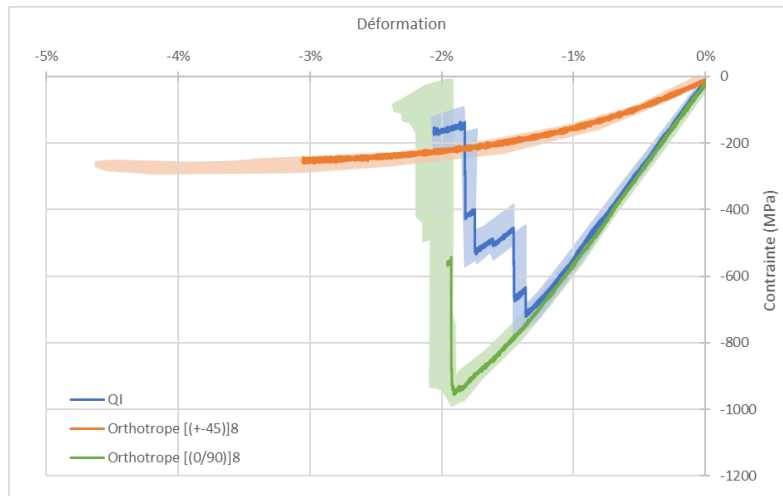


Fig. 3. Influence de la séquence d'empilement sur la réponse contrainte - déformation en flexion à température ambiante pour le C/PEEK non exposé thermiquement

	Contrainte à rupture	Module de flexion
<b>C/PEEK QI</b> [(0/90),(±45),(0/90),(±45),(0/90),(±45),(0/90)]	-747 ± 45MPa	52,5 ± 0,8GPa
<b>C/PEEK Orthotrope [(0/90)]<sub>8</sub></b>	-970 ± 26MPa	54,4 ± 0,5GPa
<b>C/PEEK Orthotrope [(±45)]<sub>8</sub></b>	-282 ± 10MPa	15,5 ± 0,6GPa

Tab. 2. Influence de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques en flexion à température ambiante pour le C/PEEK non exposé thermiquement

### 3.2 Dégradation thermique

Les plaques C/PEEK QI de dimension 100 x 150 mm ont été exposées à la flamme kérosène pendant 1, 2 et 5 min. La zone exposée à la flamme est un carré de 60mm de côté au centre de la plaque. Logiquement, la perte de masse augmente avec le temps d'exposition (Fig. 4 (a)) de 0,3% au bout de 1min à plus de 2% au bout de 5min. Les plaques sont ensuite découpées en 10 éprouvettes de flexion de dimension 100 x 15 mm<sup>2</sup>. En considérant le centre de la zone exposée comme étant à la position 0, on obtient ainsi une symétrie de chaque côté de la plaque. Le taux de porosités peut être calculé pour chaque éprouvette à partir de la perte de masse (Eq. 3) :

$$\eta_{\text{porosités}} = \frac{\left(1 - \frac{m_{\text{dégradée}}}{m_{\text{initiale}}}\right) (\rho_{\text{matrice}} + \rho_{\text{fibre}})}{2\rho_{\text{matrice}}} \quad (\text{Eq. 3})[10]$$

Où  $\rho_{\text{matrice}} = 1,30 \text{ g/cm}^3$  et  $\rho_{\text{fibre}} = 1,76 \text{ g/cm}^3$ . On constate que pour les éprouvettes les plus proches du centre de la flamme, le taux de porosités atteint 2% après 1min, 8% après 2min et plus de 10% après 5min (Fig. 4 (b)).

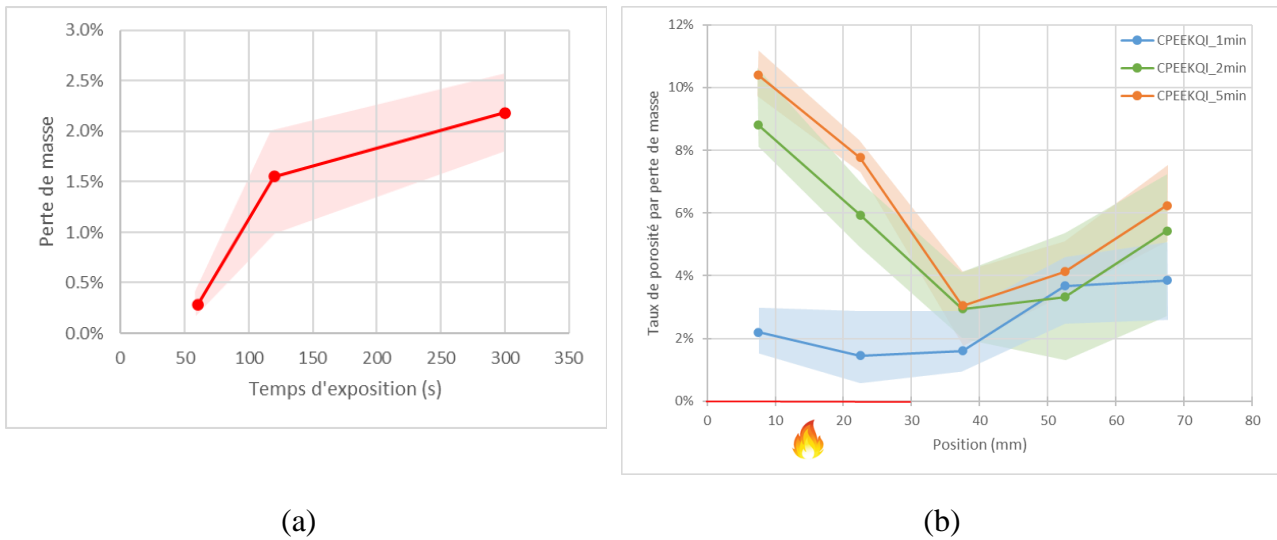


Fig. 4. (a) Perte de masse des plaques C/PEEK QI après exposition à la flamme kérosène (b) ; Profils du taux de porosités déterminés à partir de la perte de masse des éprouvettes

### 3.3 Comportement résiduel en flexion

Des essais de flexion 3 points ont ensuite été réalisés sur les éprouvettes C/PEEK QI ayant subi une agression par la flamme. On constate que pour les éprouvettes qui n'étaient pas dans la zone affectée par la flamme, la contrainte à la rupture ainsi que le module de flexion sont proches de ceux calculés pour le C/PEEK QI vierge (Fig. 5). En revanche, la chute de propriétés en flexion est d'autant plus importante que l'on se rapproche du centre de la zone dégradée et que le temps d'exposition augmente : au centre de la zone dégradée, au bout d'une minute la contrainte à rupture et le module de flexion chutent respectivement de 66% et de 36% puis au bout de 5min, la chute atteint 83% et 66%, respectivement pour la contrainte à la rupture et pour le module de flexion. En effet, ces éprouvettes sont alors plus endommagées thermiquement, le nombre de plis dégradés est plus important, ce qui entraîne un délaminage plus important. La dégradation de l'interface entre les plis étant très dégradée en raison de la pyrolyse de la matrice PEEK, les propriétés en flexion se trouvent fortement dégradées.

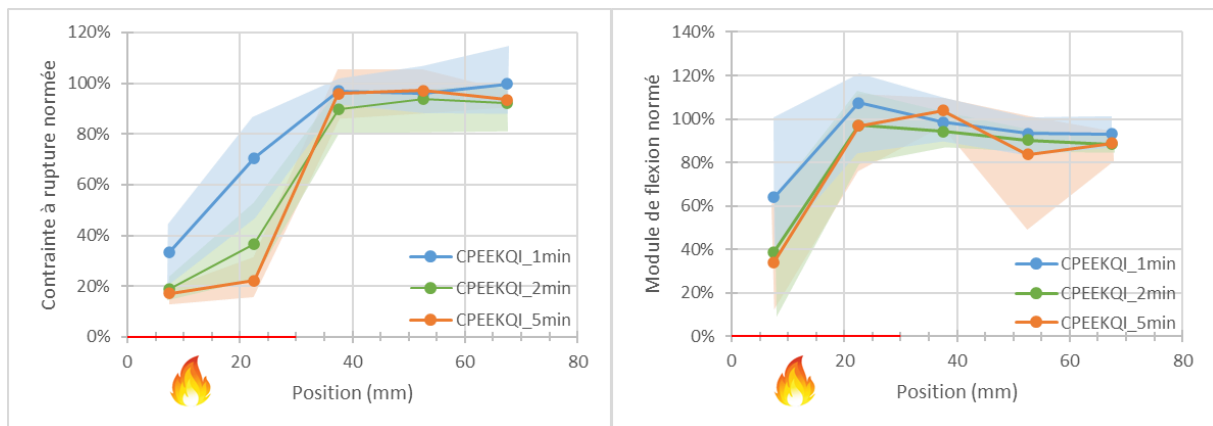


Fig. 5. Profils des propriétés mécaniques en flexion du C/PEEK QI après exposition à la flamme kérosène

## 4. Conclusion

L'objectif principal de cette étude était d'étudier le comportement résiduel en flexion après exposition sous flamme d'un composite carbone / PEEK présentant différentes séquences d'empilement. Dans un premier temps, des essais de flexion 3 points ont été conduits sur des éprouvettes C/PEEK vierges.

Par la suite, des plaques C/PEEK QI ont été exposées à une flamme kérosène (température de flamme de 1100°C et densité de flux de chaleur de 116kW/m<sup>2</sup>) pendant différentes durées (1, 2 et 5 minutes). Des éprouvettes de flexion ont été découpées à partir de ces plaques afin de caractériser les propriétés en flexion en fonction du temps d'exposition et de la position par rapport à la flamme. Cette approche permet d'évaluer la criticité de la flamme sur les capacités structurelles du composite dans des conditions critiques en service.

A partir des résultats obtenus, les conclusions suivantes peuvent être tirées : (i) plus la séquence d'empilement du matériau vierge contient des plis orientés à (0/90), plus la contrainte à la rupture et le module de flexion sont élevés ; (ii) plus le temps d'exposition à la flamme est long et plus l'éprouvette est prélevée à proximité de la flamme, plus le taux de porosités est élevé ; (iii) en raison de la distribution des porosités et du fort délaminage, les propriétés résiduelles en flexion chutent ; (iv) les éprouvettes situées en dehors de la zone affectée par la flamme conservent leur propriétés en flexion ; ce qui semble indiquer que les effets de conduction thermique dans le plan sont négligeables devant ceux dans l'épaisseur.

Des essais supplémentaires doivent encore être réalisés afin de confirmer ces résultats et comprendre les mécanismes de rupture mis en jeu en fonction de l'orientation des différents plis des stratifiés.

## Références

- [1] L. Zhu, N. Li, and P. R. N. Childs, "Light-weighting in aerospace component and system design," *Propulsion and Power Research*, vol. 7, no. 2, Art. no. 2, Jun. 2018, doi: 10.1016/j.jprr.2018.04.001.
- [2] T. Dursun and C. Soutis, "Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys," *Materials & Design*, vol. 56, pp. 862–871, Apr. 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2013.12.002.
- [3] A. P. Mouritz and A. G. Gibson, *Fire Properties of Polymer Composite Materials*. in Solid Mechanics and Its Applications, no. 143. Springer Dordrecht, 2006.
- [4] "ISO 2685\_1998 Environmental test procedure for airborne equipment — Resistance to fire in designated fire zones," 1998. [Online]. Available: <https://www.iso.org/standard/23569.html>
- [5] B. Vieille *et al.*, "Kerosene flame behaviour of C/PEKK composite laminates: Influence of exposure time and laminates lay-up on residual mechanical properties," *Composites Part B*, vol. 222, p. 109046, Oct. 2021, doi: 10.1016/j.compositesb.2021.109046.
- [6] J. Vacandare, B. Vieille, F. Barbe, and T. Davin, "Mechanical behavior of carbon fibers reinforced PEEK laminates under fire conditions," in *Proceedings*, Nantes (France), Jul. 2024, pp. 176–183. doi: 10.60691/yj56-np80.
- [7] J. Aucher, "Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable," INSA Rouen Normandie, Rouen, 2009.
- [8] B. Vieille, J. Aucher, and L. Taleb, "Comparative study on the behavior of woven-ply reinforced thermoplastic or thermosetting laminates under severe environmental conditions," *Materials & Design*, vol. 35, pp. 707–719, Mar. 2012, doi: 10.1016/j.matdes.2011.10.037.
- [9] "Test standard EN 2562. Aerospace series - Carbon fibre reinforced plastics - Unidirectional laminates - Flexural test parallel to the fibre direction," Mar. 1997, *European association of aerospace industries (AECMA)*.
- [10] D. Philippe, "About the thermomechanical behavior of thermoplastic composites under critical temperature conditions: a multiscale numerical analysis and experimental characterization," INSA Rouen Normandie, 2023.