



**HAL**  
open science

## Méthodes de détermination de la résistance en cisaillement à l'interface. Application au PA66 10%FC

Florentin Berthet, Maxime Boulanghien, Gérard Bernhart, Yannick Soudais

### ► To cite this version:

Florentin Berthet, Maxime Boulanghien, Gérard Bernhart, Yannick Soudais. Méthodes de détermination de la résistance en cisaillement à l'interface. Application au PA66 10%FC. Revue des composites et des matériaux avancés = Journal of Composite and Advanced Materials, 2015, 25 (3\_4), p.295-309. 10.3166/rcma.25.295-309 . hal-01686378

**HAL Id: hal-01686378**

**<https://imt-mines-albi.hal.science/hal-01686378>**

Submitted on 27 Jun 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Méthodes de détermination de la résistance en cisaillement à l'interface

## Application au PA66 10%FC

**Florentin Berthet<sup>1</sup>, Maxime Boulanghien<sup>1</sup>, Gérard Bernhart<sup>1</sup>, Yannick Soudais<sup>2</sup>**

1. Université de Toulouse ; Mines Albi, ICA (Institut Clément Ader)  
Campus Jarlard, F-81013 Albi cedex 09, France  
florentin.berthet@enstimac.fr

2. Université de Toulouse ; Mines Albi ; CNRS, RAPSODEE  
Campus Jarlard, F-81013 Albi cedex 09, France

*RESUME.* Cet article utilise et compare deux méthodes pour accéder à la résistance en cisaillement à l'interface des composites fibres courtes injectés. Les méthodes sont appliquées à un composite PA66 (polyamide) fibre de carbone. Les résultats obtenus sont proches. Les méthodes présentent la particularité d'utiliser les données obtenues par un essai de traction sur une éprouvette haltère injectée. Cela rend ces méthodes très pratiques. À l'inverse, ces méthodes présentent une sensibilité à de nombreux paramètres (module de la fibre, rayon de la fibre, taux de fibre, module de la matrice et module du composite). Notamment, une attention particulière doit être portée au module d'Young du composite considéré.

*ABSTRACT.* This article uses and compares two methods to access the interfacial shear strength of short fibers injected composites. The methods are applied to a PA66/carbon fiber composites. Results obtained are close to each other. The methods have use data obtained from a tensile test on an injected specimen. On one hand this makes these methods handy. On the other hand these methods exhibit sensitivity to a lot of parameters (fiber module, the radius of the fiber, fiber volume content, composite modulus and matrix modulus). Especially particular attention should be paid to the Young composite modulus.

*MOTS-CLES :* plastique renforcé fibre courte, PA66, fibre de carbone, résistance en cisaillement à l'interface, injection.

*KEYWORDS:* SFRP, PA66, carbon fibre, IFSS, injection molding.

## Extended abstract

This article uses and compares two methods to access the interfacial shear strength of short fibers injected composite. First method has been developed by Isitman and Aykol. This method considers that short fiber are weibull distributed, and an equation of stress-strain is derived. Second method is based on an equation developed by Curtis-Bader-Bailey. The methods have the feature to use the data obtained from a tensile test on injected molded specimens. The methods are applied to a PA66/AS4C carbon fiber composite. Specimens were molded on a 65T injection moulding machine from DK-hemidy Company. Then samples were tested on a tensile machine. Curves gotten are worked and basically compared with two different equations. Use of these equations with an iterative method lead to IFSS (interfacial shear strength) that gives the best fit. After an iterative process the interfacial shear strength of short fiber reinforced plastic is determined. The results obtained with these two methods are compared and found close to each other. Sensitivity of methods is checked through calculation of effects related with each parameter. Composite modulus and matrix modulus are found parameters that have the biggest effects on IFSS determination. All This makes these methods handy and very practically useful. The production of sample and its testing is made easy by use of extrusion molding and injection molding. Testing is easy through tensile test.

## 1. Introduction

Les composites fibres courtes et discontinues ont fait l'objet de nombreux travaux (Kelly et Tyson, 1965 ; Lee, 1968 ; Halpin et Kardos, 1978 ; Fu et Lauke, 1996). Les composites thermoplastiques renforcés par des fibres courtes permettent de produire facilement des pièces de géométrie complexes grâce au procédé d'injection thermoplastique. L'interface entre la fibre et la matrice est connue pour jouer un rôle primordial dans les propriétés des composites. Par contre la caractérisation de la résistance en cisaillement interfaciale repose parfois sur des tests peu pratiques. En réponse à ce problème, Thomason (2001, 2002) a réactualisé la méthode mise au point par Bowyer et Bader (1972) pour accéder à la résistance de cisaillement interfaciale.

Compte tenu des moyens informatiques actuels, il semble qu'une méthode reposant sur la minimisation de l'écart entre une solution analytique et une mesure pourrait facilement mener au coefficient recherché. L'objet de cet article est d'évaluer la méthodologie proposée par Isitman et Aykol sur des composites PA66 – 5.7%FC (en volume). Cette méthodologie permet d'accéder de façon itérative à la résistance en cisaillement interfaciale par calcul en se basant sur un essai de traction sur une éprouvette standard ISO 527-2 injectée. Une seconde solution repose sur les travaux de Curtis-Bader-Bailey (Curtis *et al.*, 1978 ; Thomason, 2002).

## 2. Théorie

### 2.1. Méthode Aykol-Isitman

Pour la contrainte la loi des mélanges modifiée s'écrit comme fonction de la déformation.

$$\sigma_c(\varepsilon) = \eta_{FOD} \eta_{FLD}(\varepsilon) E_f \varepsilon V_f + \sigma_m(\varepsilon) (1 - V_f) \quad (1)$$

Cette loi fait intervenir deux facteurs d'efficacité : le facteur d'efficacité de distribution d'orientation  $\eta_{FOD}$  et le facteur d'efficacité de distribution de longueur  $\eta_{FLD}$ .

$$\sigma_c(\varepsilon) = \eta_{FOD} \left[ \sum_i^{l_i < l_c} \frac{\tau}{d} l_i V_i + \sum_i^{l_i > l_c} E_f \varepsilon \left( 1 - \frac{l_c}{2l_i} \right) V_i \right] + \sigma_m(\varepsilon) (1 - V_f) \quad (2)$$

Le facteur d'efficacité de distribution de longueur  $\eta_{FLD}$  est explicité dans l'équation précédente par le terme entre crochets. La distribution de longueur de fibre courte suit une loi de Weibull. La densité de probabilité de longueur de fibre s'écrit :

$$P_l = K n l^{n-1} e^{-Kl^n} dl \quad (3)$$

Les paramètres K et n de la loi de Weibull sont obtenus classiquement par régression linéaire en traçant  $\ln(\ln(1/(1-F)))$  en fonction de  $\ln(\text{longueur des filaments en } \mu\text{m})$ . Sous cette forme, n est le paramètre de forme et K est lié au paramètre d'échelle  $\lambda$ .

$$K = \left( \frac{1}{\lambda} \right)^n \quad (4)$$

Le facteur d'efficacité de distribution de longueur s'écrit (Isitman, Aykol 2010) :

$$\eta_{FLD}(\varepsilon) = \frac{1}{2} \left[ e^{-Kl_c^n} - \frac{\Gamma\left(\frac{1}{n}; Kl_c^n\right) - \Gamma\left(\frac{1}{n}\right)}{l_c n K^{1/n}} - l_c n K^{1/n} \Gamma\left(1 - \frac{1}{n}; Kl_c^n\right) \right] \quad (5)$$

avec

$$l_c = \frac{\varepsilon E_f d}{2\tau} \quad (6)$$

Le facteur d'efficacité de distribution d'orientation s'écrit

$$\eta_{FOD} = \frac{(E_c - E_m(1 - V_f))}{\eta_{FLD} E_f V_f} \quad (7)$$

Pour les faibles déformations  $\eta_{FLD} = 1$  et donc

$$\eta_{FOD} = \frac{(E_c - E_m(1 - V_f))}{E_f V_f} \quad (8)$$

Ici, il est important de considérer le module du composite  $E_c$  pour des faibles déformations.

Par comparaison entre la courbe de traction expérimentale et celle obtenue par l'équation (2) il est possible, de manière itérative d'accéder à la valeur de résistance en cisaillement interfaciale (appelée IFSS en anglais – *interfacial shear strength*). La valeur recherchée de résistance en cisaillement interfaciale est celle qui permet de réduire au maximum l'écart entre les deux courbes, donc de faire approcher la courbe théorique au plus près de la courbe expérimentale.

## 2.2. Méthode Curtis-bader-bailey

Cette méthode repose sur la relation (9) contrainte-déformation établie par Curtis-Bader-Bailey (Curtis *et al.*, 1978) dans leurs travaux sur le polyamide renforcé de fibre de verre ou de carbone.

$$\sigma_c(\varepsilon) = \varepsilon_c [CE_f V_f + E_m(1 - V_f)] - \varepsilon_c^2 \left[ \frac{CE_f^2 r_f V_f}{2\bar{L}\tau} \right] \quad (9)$$

Ils y décrivent le comportement en traction des polyamides renforcés en 3 étapes.

- étape 1 : comportement linéaire ;
- étape 2 : comportement parabolique ;
- étape 3 : endommagement final et rupture ;

Cette équation (9) permet de décrire un comportement parabolique qui est rencontré jusqu'à l'étape 2 sur les matériaux polyamides renforcés de fibres courtes.

Pour les faibles valeurs de  $\varepsilon_c$ , comme pour la première méthode.

$$C = \frac{(E_c - E_m(1 - V_f))}{E_f V_f} = \eta_{FOD} * \eta_{FLD} \quad (10)$$

L'équation 9 permet de reproduire la courbe de traction et donc de déterminer à partir de la courbe de traction la résistance en cisaillement interfaciale  $\tau$ . L'équation 10 permet d'accéder au coefficient d'orientation C (ou  $\eta_{FOD}$ ).

La longueur des fibres est prise en compte au travers du paramètre  $\bar{L}$  qu'il convient de multiplier par un coefficient (0.8371 dans notre cas, valeur moyenne du facteur d'efficacité de longueur, cf. figure 4) permettant d'intégrer l'efficacité de longueur de fibre, ce qui nous conduit à une longueur de 268 microns pour une longueur moyenne mesurée sur les éprouvettes de 321 microns.

Une méthode itérative permet ici aussi d'accéder à  $\tau$  la résistance en cisaillement interfaciale. Il est possible de déterminer la résistance en cisaillement interfaciale qui permet d'approcher au plus près au sens des moindres carrés de la courbe de traction expérimentale.

### 3. Résultats et discussion

#### 3.1. Matériaux

Le matériau utilisé est un polyamide 66 (Latamid 66 naturel de Lati) chargé à 10 % environ en masse de fibre de carbone (AS4C) en laboratoire par extrusion. Le matériau est moulé sur une presse DK 160 de DK-hemidy pour fabriquer des éprouvettes de traction haltère de forme ISO 527-2 de 4 mm d'épaisseur. Les éprouvettes sont rompues sur une machine de traction « sèche de moulage », c'est-à-dire sans reprise d'humidité intermédiaire. Cette information est importante dans le cas des polyamides 66 qui sont des matériaux dont les propriétés varient sensiblement avec l'humidité. Les PA66 sont en effet transformés secs pour ne pas dégrader le matériau. Les éprouvettes obtenues sont donc sèches et susceptibles de reprendre de l'humidité par échange avec l'air ambiant.

#### 3.2. Détermination de la loi de Weibull de la longueur des fibres

La régression linéaire (figure 1) conduit à la détermination des paramètres figurant dans les tableaux 1 et 2.

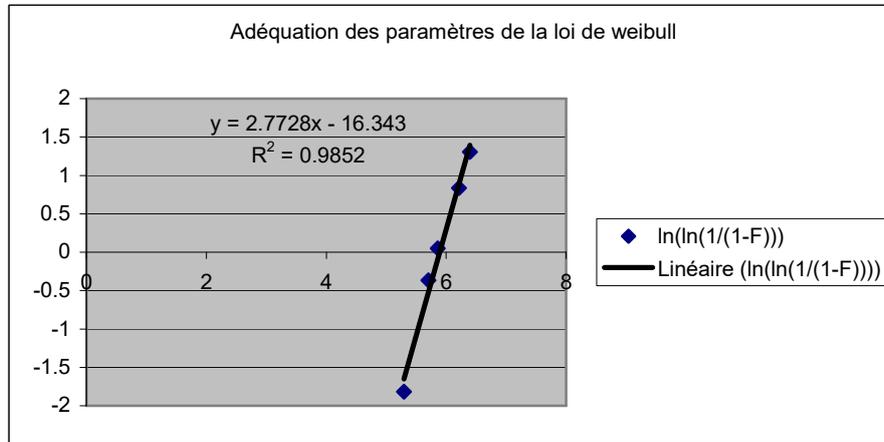


Figure 1. Régression pour calcul des paramètres de Weibull

Tableau 1. Paramètres de Weibull calculés pour la distribution de longueur des fibres pour un PA 10%FC(en masse)

| Paramètres de la loi de Weibull |                        |
|---------------------------------|------------------------|
| K                               | $6.4973 \cdot 10^{-8}$ |
| n                               | 2,8202                 |

Tableau 2. Paramètres de la fibre, de la matrice et du composite

| Paramètres de la fibre, matrice, composite |        |       |                     |
|--|--------|-------|---------------------|
|  | E(Gpa) | Vf    | d ( $\mu\text{m}$ ) |
| Fibre                                      | 230    | 0.058 | 7.1                 |
| Matrice                                    | 3      |       |                     |
| Composite                                  | 7.3    |       |                     |

### 3.3. Méthode Aykol-Isitman

La méthode a été étalonnée sur les articles d'origine (Aykol et Isitman, 2008 & 2010).

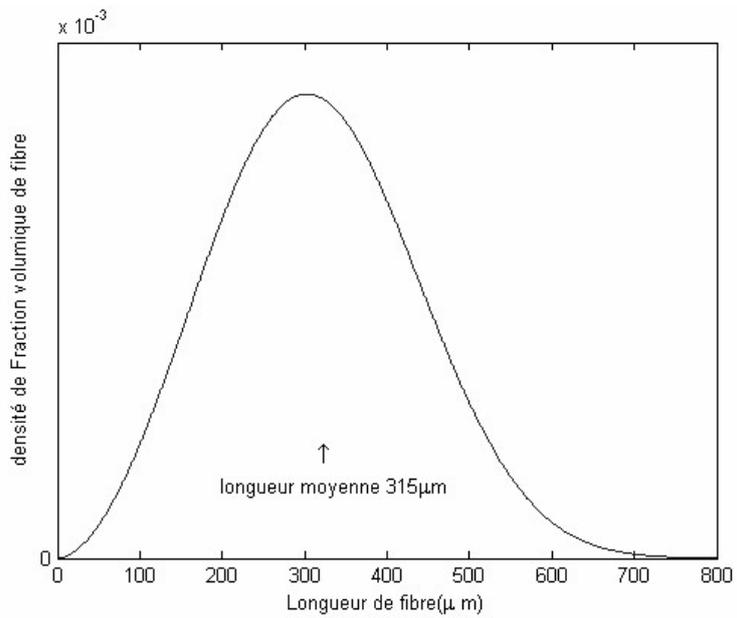


Figure 2. Densité de probabilité de longueur de fibre

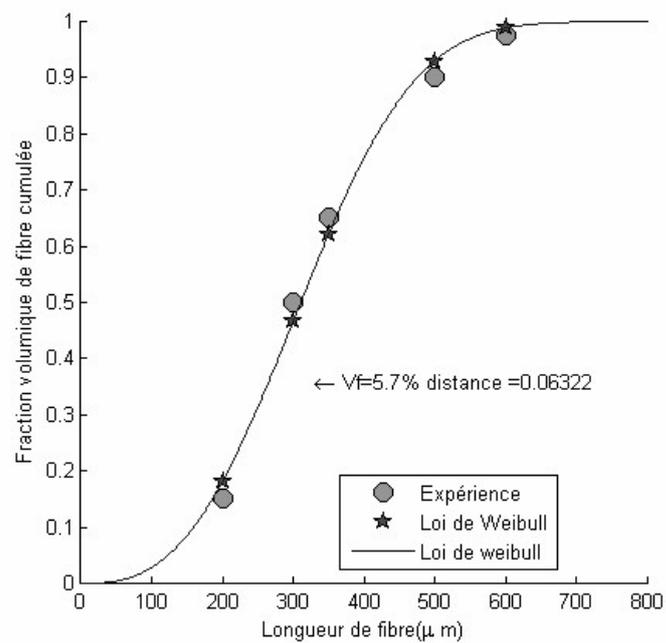


Figure 3. Fonction de répartition de la longueur de fibre

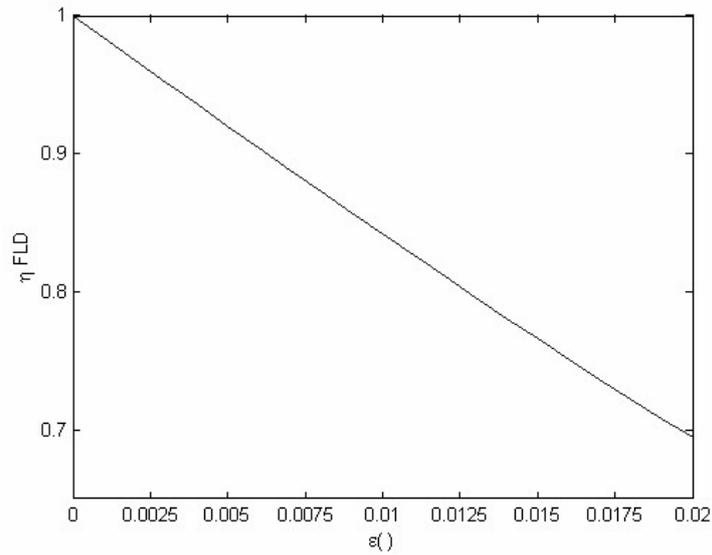


Figure 4. Facteur d'efficacité de la distribution de longueur

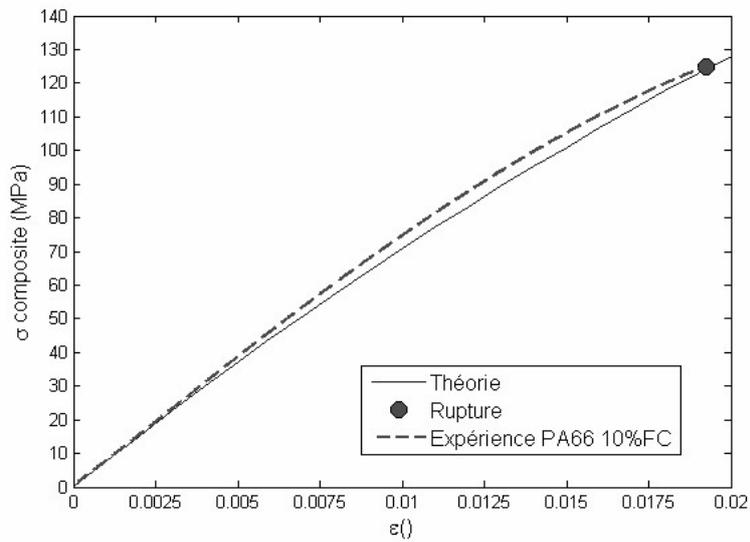


Figure 5. Courbe contrainte déformation du PA 5.7%FC

La densité de probabilité de la longueur des fibres courtes est représentée sur la figure 2. La longueur moyenne obtenue est proche de la valeur expérimentale (321 microns).

La fonction de répartition de longueur de fibre est représentée sur la figure 3. La figure 4 montre l'évolution du facteur d'efficacité de longueur en fonction de la déformation. La figure 5 montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Une recherche systématique de la valeur de  $\tau$  qui minimise l'écart entre la courbe théorique et la courbe expérimentale conduit au tracé de la figure 6.

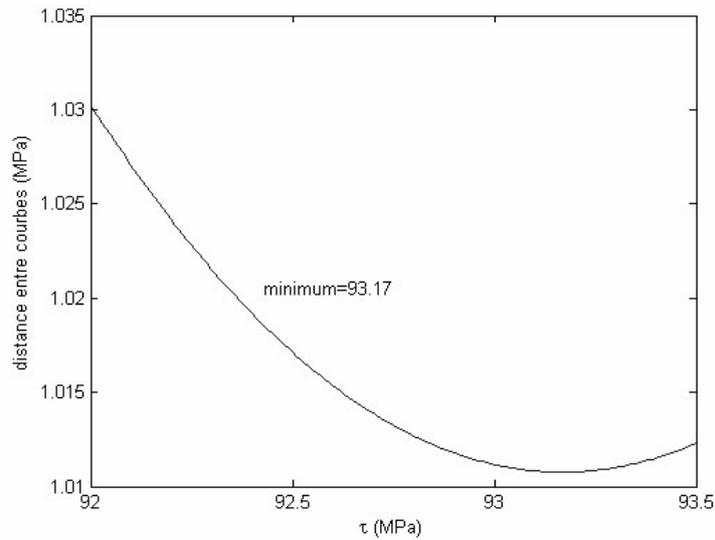


Figure 6. Courbe de recherche de la résistance en cisaillement interfaciale d'un PA66 5.7%FC

### 3.4. Méthode Curtis-bader-bailey

Les valeurs obtenues par la méthode Curtis-Bader-Bailey sont données dans le tableau 3. Les valeurs obtenues sont de l'ordre de 90 MPa.

Tableau 3. Comparaison des résistances en cisaillement à l'interface

| éprouvette | $\tau$ (MPa) |
|------------|--------------|
| FN-1       | 90.99        |
| FN-2       | 91.4         |
| FN-3       | 93.05        |
| FN-4       | 85.17        |
| FN-5       | 91.99        |
| Moyenne    | 90.15        |
| Écart type | 3.09         |

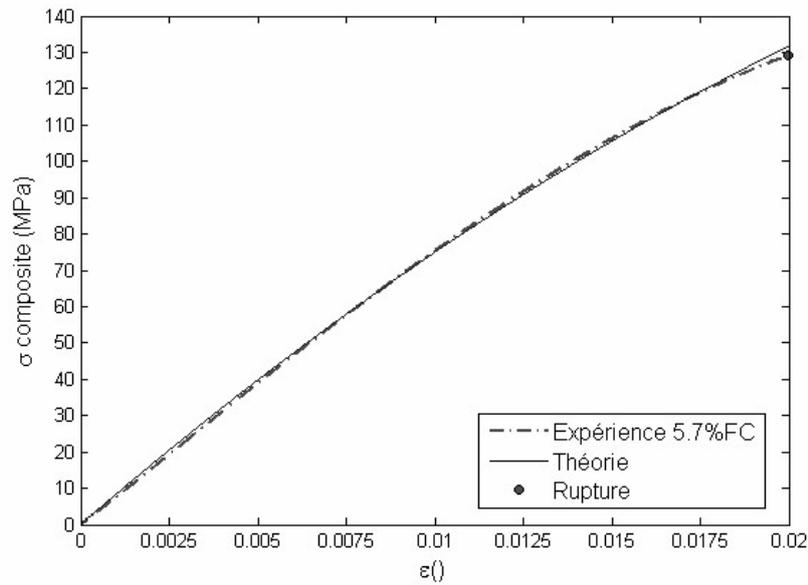


Figure 7. Courbe contrainte déformation du PA 5.7% FC

### 3.5. Comparaison des résultats des méthodes

Tableau 4. Comparaison des résistances en cisaillement à l'interface

|                             | Résistance en cisaillement à l'interface (MPa) | $\eta_{FOD}$ |
|-----------------------------|--|--------------|
| Méthode Aykol-Isitman       | 93.17  | 0.4181       |
| Méthode Curtis-Bader-Bailey | 93.05  | 0.4181       |

Le tableau 4 montre que les deux méthodes, même si elles utilisent deux équations 2 et 7 qui sont assez différentes, conduisent à des résultats qui sont proches pour peu que l'on prenne la précaution d'utiliser une longueur moyenne correcte.

La différence entre les deux méthodes provient sans doute des calculs réalisés sur deux logiciels différents (Matlab® et excel®).

Le facteur d'orientation est en phase avec le terme  $a_{11}$  du tenseur d'orientation mesurée de façon optique par coupe, polissage, observation des ellipses et analyse d'image. La valeur expérimentale était  $a_{11} = 0.69$ .

$$(0.69)^2 = 0.4761 \quad (11)$$

Cette valeur est à comparer avec les valeurs de  $\eta_{FOD}$  obtenues (tableau 4). Force est de constater, sans être parfaite, la relative proximité des valeurs.

*Tableau 5. Variation des paramètres pour évaluation des effets*

|  | Valeur moyenne    | $\tau$ (Mpa) | Valeur pour évaluation de l'effet | $\tau$ (MPa) |
|--|-------------------|--------------|-----------------------------------|--------------|
| Module composite (Mpa)                   | 8400              | 93.17        | 7809                              | 140.62       |
| Module matrice (Mpa)                     | 3000              | 93.17        | 2000                              | 110.13       |
| Module fibre (Mpa)                       | 230000            | 93.17        | 231000                            | 93.57        |
| Taux de fibre (Vf%)                      | 5.8               | 93.17        | 5.7                               | 93.11        |
| Diamètre filament ( $\mu\text{m}$ )      | 7.1               | 93.17        | 7                                 | 91.86        |
| n Weibull                                | 2.8202            | 93.17        | 2.811                             | 91.5         |
| Longueur moyenne fibre ( $\mu\text{m}$ ) | 315 $\mu\text{m}$ |              | 321 $\mu\text{m}$                 |              |
| Module matrice (Mpa)                     | 3000              | 93.17        | 3200                              | 89.75        |

Les valeurs d'évaluation de l'effet des paramètres sont rassemblées dans le tableau 5. Les paramètres de départ sont établis dans la colonne valeur moyenne. Tous les autres paramètres étant fixés à la valeur moyenne on fait varier un paramètre à la fois à la valeur d'évaluation de l'effet. Les valeurs d'évaluation de l'effet sont choisis arbitrairement pour voir la sensibilité de la détermination de  $\tau$  à la variation du paramètre. Le tableau 5 reprend les différentes valeurs de  $\tau$  obtenues.

Les effets peuvent être alors calculés comme la différence entre le  $\tau$  à la valeur d'évaluation du paramètre et le  $\tau$  à la valeur moyenne. Pour le module du composite, les deux valeurs correspondent aux coefficients de x dans les équations de degré 2 et 3 (figure 9).

Sur la figure 8, nous pouvons voir que le module du composite et le module de la matrice utilisés dans les formules ont une grande incidence sur la résistance interfaciale calculée. Par exemple, pour le module du composite, la valeur de tau passe de 93.17 à 140.62 MPa soit un effet de 47.45 MPa comme indiqué sur la figure 7.

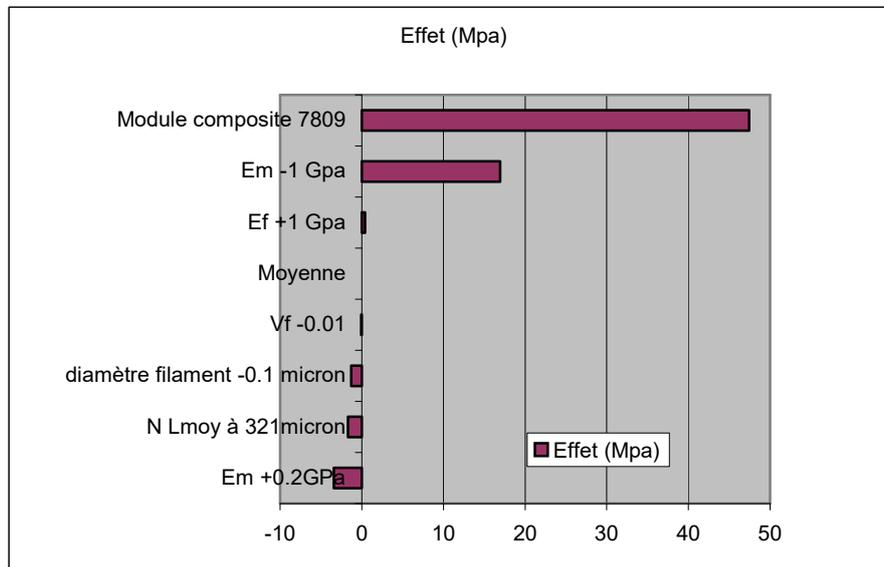


Figure 8. Comparaison des effets des facteurs PA 5.7%FC

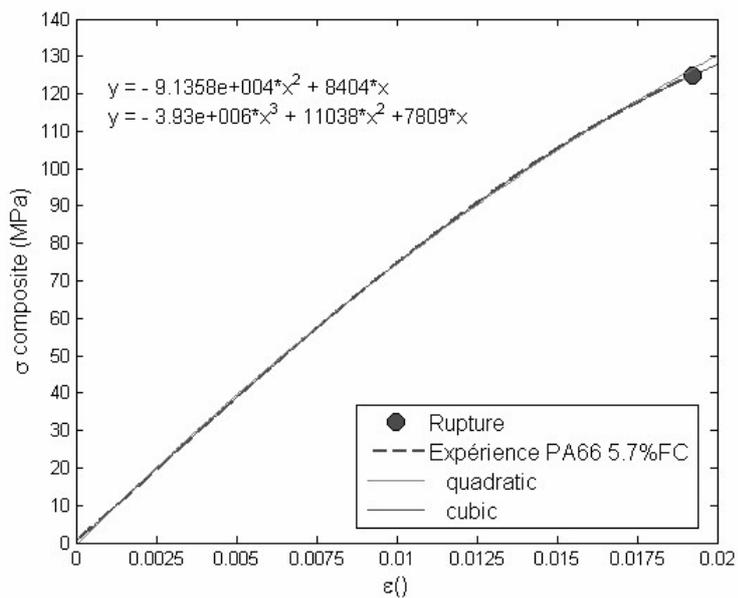


Figure 9. Courbe contrainte déformation du PA 5.7%FC avec équations du second et troisième degré

Le module du composite intervient dans la détermination du coefficient d'orientation. Les modules de composites à envisager sont importants par rapport à ce qu'on a coutume de considérer. En effet, c'est le module pour de très petites déformations qu'il faut appréhender. Ce module est de l'ordre de 8400 Mpa alors qu'une mesure ordinaire indiquerait une valeur de 7800 Mpa environ (*cf.* figure 8).

La figure 9 montre les équations du second et troisième degré qui sont obtenues par régression aux moindres carrés de la courbe de traction expérimentale. On remarque en particulier la différence du coefficient du premier terme (en  $x$ ). Pour une équation du troisième degré le terme est proche du module d'Young du composite (7809 MPa), par contre pour une équation du second degré le coefficient est nettement plus élevé (8404 MPa).

### **3.6. Discussion**

Bowyer et Bader (1972) rapportaient des valeurs de résistance en cisaillement à l'interface de 50 Mpa pour des polyamides renforcés de fibre de verre. Pitkethly *et al.* (1993) ont montré que les méthodes employées pour déterminer la résistance interfaciale en cisaillement peuvent conduire à des résultats allant de 20 à 100 Mpa dans leur étude (sur les matériaux carbone/epoxy). Les valeurs concernant les polyamides fibre de carbone sont peu nombreuses dans la littérature. On peut trouver des valeurs de l'ordre de 32 MPa (Clark, 1996, 77 ; Hassan *et al.*, 2012) sur des tests de déchaussement de filament de carbone dans du polyamide 66. Nous sommes également arrivés à ces valeurs (de l'ordre de 30 MPa) sur des échantillons de fragmentation monofilamentaires avec une matrice polyamide 6 sous forme de films. Les valeurs obtenues avec les deux méthodes utilisées ici semblent de prime abord élevées, mais sont d'un ordre de grandeur correct compte tenu des dispersions rencontrées par ailleurs. Par ailleurs, les éprouvettes étant obtenues par injection, la pression au cours de la fabrication est nettement plus élevée (pouvant atteindre plusieurs centaines de bars) que pour une fabrication d'éprouvette de fragmentation monofilamentaire qui se fait sous faible pression. Ceci peut expliquer des valeurs élevées obtenues, les fibres étant soumises à une compression associée au retrait de la matrice lors de son refroidissement. Les éprouvettes injectées sont représentatives de pièces qui seraient injectées avec des niveaux de pression voisins.

### **4. Conclusion**

Deux méthodes permettant d'accéder à la résistance interfaciale en cisaillement de composites fibres de carbone à matrice thermoplastique ont été présentées. Ces méthodes conduisent à des résultats similaires sous réserve d'un certain nombre de précautions. Une attention particulière doit être portée au module du composite utilisé pour calculer le facteur d'orientation. De même, dans la deuxième méthode il faudra utiliser une longueur de fibre moyenne efficace (et non pas la longueur moyenne).

Les méthodes présentées semblent d'un grand intérêt pratique puisqu'elles permettent d'accéder à des propriétés d'interface à partir d'une « simple » éprouvette de traction injectée et à partir d'un « simple » essai de traction.

L'inconvénient de ces méthodes et de faire entrer en jeu beaucoup d'autres paramètres (longueur des fibres, orientation des fibres, module de la fibre, taux de fibre.) Ces paramètres intervenant comme produits cela peut amener à des compensations de l'un par l'autre. Il convient donc d'utiliser ces méthodes avec la prudence nécessaire.

#### Remerciements

*Nous tenons à remercier Monsieur Frédéric Leonardi de L'IPREM de Pau, pour sa contribution dans la fabrication des lots laboratoire de PA66-FC.*

*Nous tenons également à remercier la société Alpha recyclage composites pour son support.*

#### Biographie

- Aykol M., Isitman N. A., Firlar E., & Kaynak C. (2008). Strength of Short Fiber Reinforced Polymers : Effect of Fiber Length Distribution. *Polymer Composites*, 29, 644–648. doi:10.1002/pc
- Bowyer W. H. et Bader M. G. (1972). On the re-reinforcement of thermoplastics by imperfectly aligned discontinuous fibres. *Journal of Materials Science*, vol. 7, n° 11, p. 1315-1321.
- Clark Richard L., Jr. (1996). *Influence of the Interphase on the Mechanical Properties of Nylon 66 Composites*. Ph.D. Materials Engineering Science, University of Blacksburg, Virginia (fig 4.8, p.77)
- Curtis P. T., Bader M. G., & Bailey J. E. (1978). The stiffness and strength of a polyamide thermoplastic reinforced with glass and carbon fibres. *Journal of Materials Science*, 13(2), 377–390. doi:10.1007/BF00647783
- Fu S., & Lauke B. (1996). Effects of fiber length and fiber orientation. *Composites Science and Technology*, 56(2), 1179–1190.
- Halpin J., & Kardos J. (1978). Strength of discontinuous reinforced composites: I. Fiber reinforced composites. *Polymer Engineering & Science*, (6). Retrieved from <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/pen.760180612/full>
- Hassan A., Yahya R., Rafiq M. I. M., Hussin A., Sheikh M. R. K., & Hornsby P. R. (2011). Interfacial shear strength and tensile properties of injection-molded, short- and long-glass fiber-reinforced polyamide 6,6 composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30(14), 1233–1242. doi:10.1177/0731684411417917
- Isitman N. A., & Aykol M. (2010). Continuum Micro-mechanics of Estimating Interfacial Shear Strength in Short Fiber Composites. *Composite Interfaces*, 17(1), 49–58. doi:10.1163/092764409X12580201111584

- Kelly A., & Tyson W. R. (1965). Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper/tungsten and copper/molybdenum. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(6), 329–350. doi:10.1016/0022-5096(65)90035-9
- Lees J. (1968). A study of the tensile strength of short fiber reinforced plastics. *Polymer Engineering & Science*, 8(3), 195–201.
- Pitkethly M. J., Favre J. P., Gaur U., *et al.* (1993). A round-robin programme on interfacial test methods. *Composites Science and Technology*, vol. 48, n° 1, p. 205-214.
- Thomason J. L. (2001). Micromechanical parameters from macromechanical measurements on glass reinforced polyamide 6, 6. *Composites science and technology*, vol. 61, n° 14, p. 2007-2016.
- Thomason J.L. (2002). Interfacial strength in thermoplastic composites - at last an industry friendly measurement method? *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol 33, n°10, p.1283–1288.