



Influence du désensimage par traitement thermique sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte

Florian Boutenel, Gilles Dusserre, Thierry Cutard

► To cite this version:

Florian Boutenel, Gilles Dusserre, Thierry Cutard. Influence du désensimage par traitement thermique sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte. JNC 21 : Journées Nationales sur les Composites 2019, Jul 2019, Bordeaux, France. <hal-02316066>

HAL Id: hal-02316066

<https://imt-mines-albi.hal.science/hal-02316066v1>

Submitted on 15 Oct 2019

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.



HAL Authorization



INSTITUT CLÉMENT ADER

INFLUENCE DU DÉSENSIMAGE PAR TRAITEMENT THERMIQUE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DE FIBRES DE BASALTE

Effects of Desizing by Heat Treatment on the Mechanical Properties of Basalt Fibers
Florian Boutenel¹, Gilles Dusserre¹, Thierry Cutard¹

1 : Institut Clément Ader (ICA)

Université de Toulouse, CNRS, IMT Mines Albi, INSA, ISAE-SUPAERO, UPS

Campus Jarlard, F-81013 Albi, France

e-mail : florian.boutenel@mines-albi.fr, gilles.dusserre@mines-albi.fr, thierry.cutard@mines-albi.fr

Introduction

• Contexte :

- Intérêt croissant concernant l'utilisation des fibres de basalte en tant que renfort pour des matériaux composites [1]
- Rôle prédominant de l'ensimage dans la tenue mécanique du composite
- Désensimage (chimique ou thermique) nécessaire si incompatibilité de l'ensimage avec la matrice [2]
- Perte de résistance mécanique généralement observée après traitement thermique [3]

• Objectif scientifique :

- Étudier l'influence du désensimage par traitement thermique sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte

• Matériaux et Traitement thermique :

- Fibre de basalte FILAVA™ avec ensimage IS65 à base PVA
- Matrice époxy (Epolam 5015, Axson Technologies)
- Traitement thermique de désensimage à **350 °C** pendant **10 h** validé par analyse thermogravimétrique

Caractéristiques de la fibre FILAVA™ (Isomatex S.A.)

Diamètre nominal des fibres	11 μm	Masse volumique	2,60 g.cm ⁻³
Température de transition vitreuse	730 °C	Masse linéique	100 Tex

Résultats

Effets du désensimage sur les propriétés mécaniques de fibres de basalte

Comportement mécanique

- Essais de traction sur monofilaments [norme ISO 11566] – 40 éprouvettes testées pour chaque état
- Comportement linéaire élastique sans déformation plastique avant rupture

Propriétés mécaniques en traction des fibres de basalte ensimées et désensimées

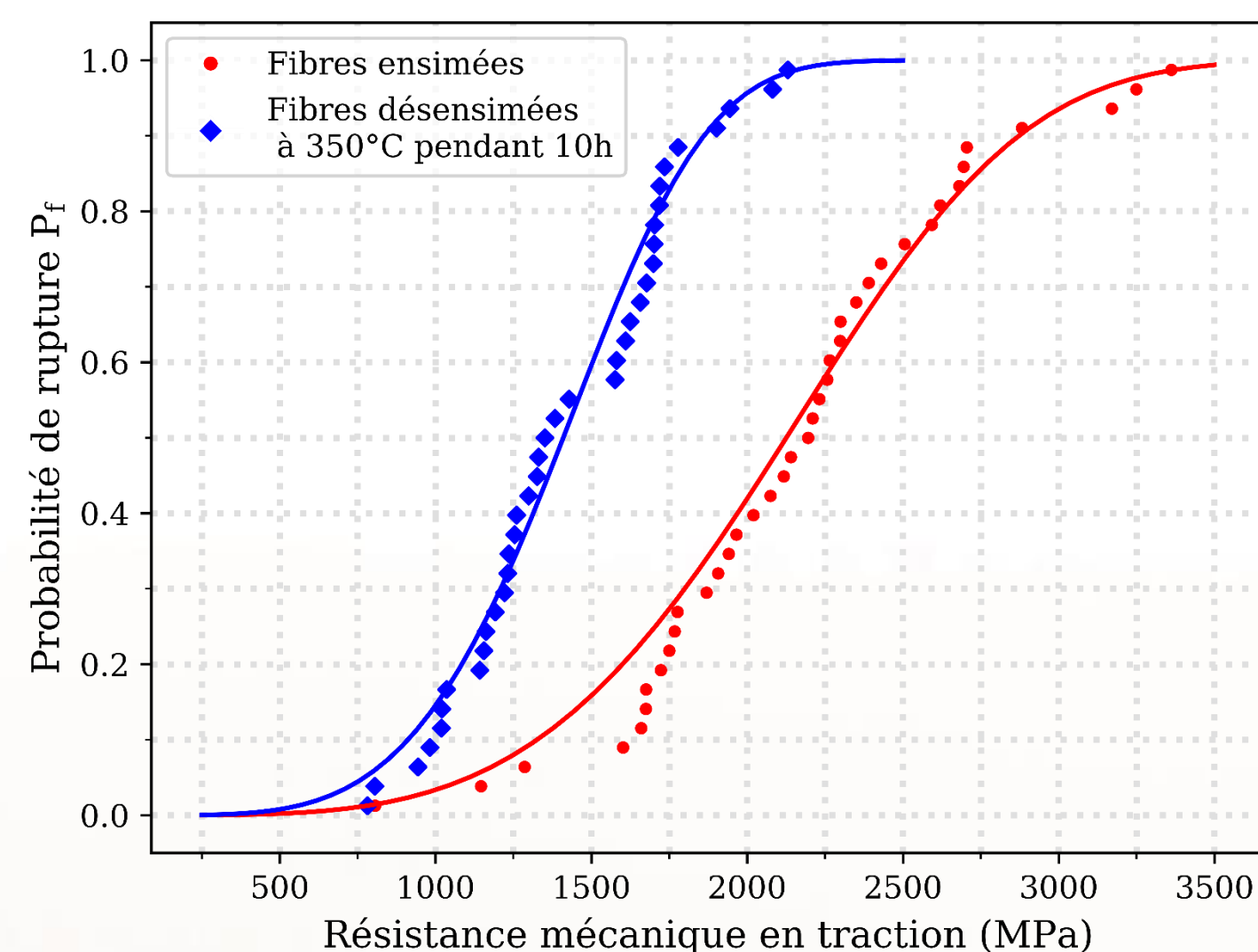
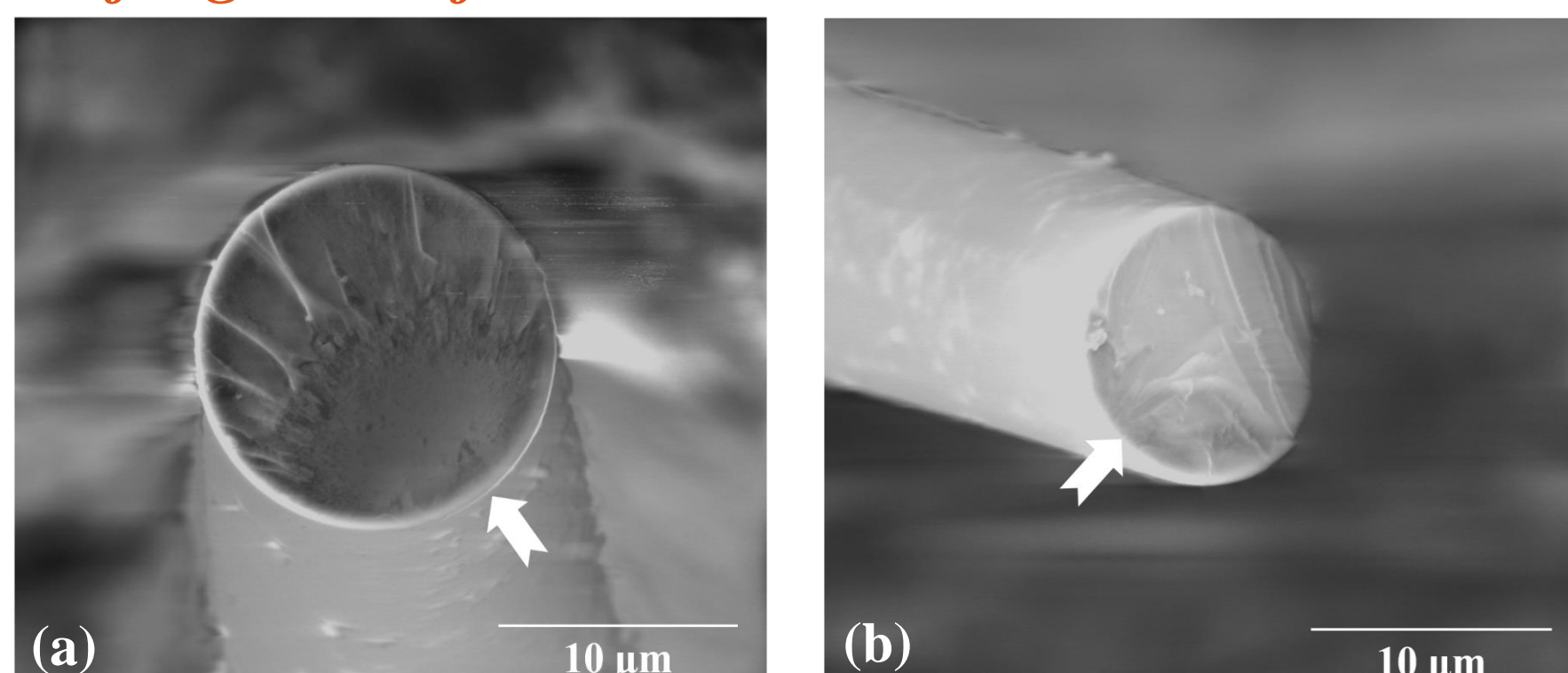
Vitesse de déplacement de la traverse = 1mm.min ⁻¹	Fibres ensimées	Fibres désensimées (350 °C, 10 h)
Résistance mécanique en traction (MPa)	2125,87 ± 181,18	1403,60 ± 110,05
Module d'Young (GPa)	92,68 ± 6,14	93,75 ± 2,96
Allongement à rupture (%)	2,35 ± 0,23	1,50 ± 0,12

- Diminution de 34% de la résistance mécanique mais conservation du module d'Young

Rupture fragile des fibres

- L'origine de la rupture est unique et est localisée à la surface des fibres.

Observations MEB des faciès de rupture des fibres de basalte (a) ensimées et (b) désensimées – Les flèches indiquent l'origine de la rupture



- Distribution de Weibull :

$$P_f = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m}$$

- P_f : probabilité de rupture
- σ : résistance mécanique en traction
- m : module de Weibull
- σ_0 : facteur d'échelle

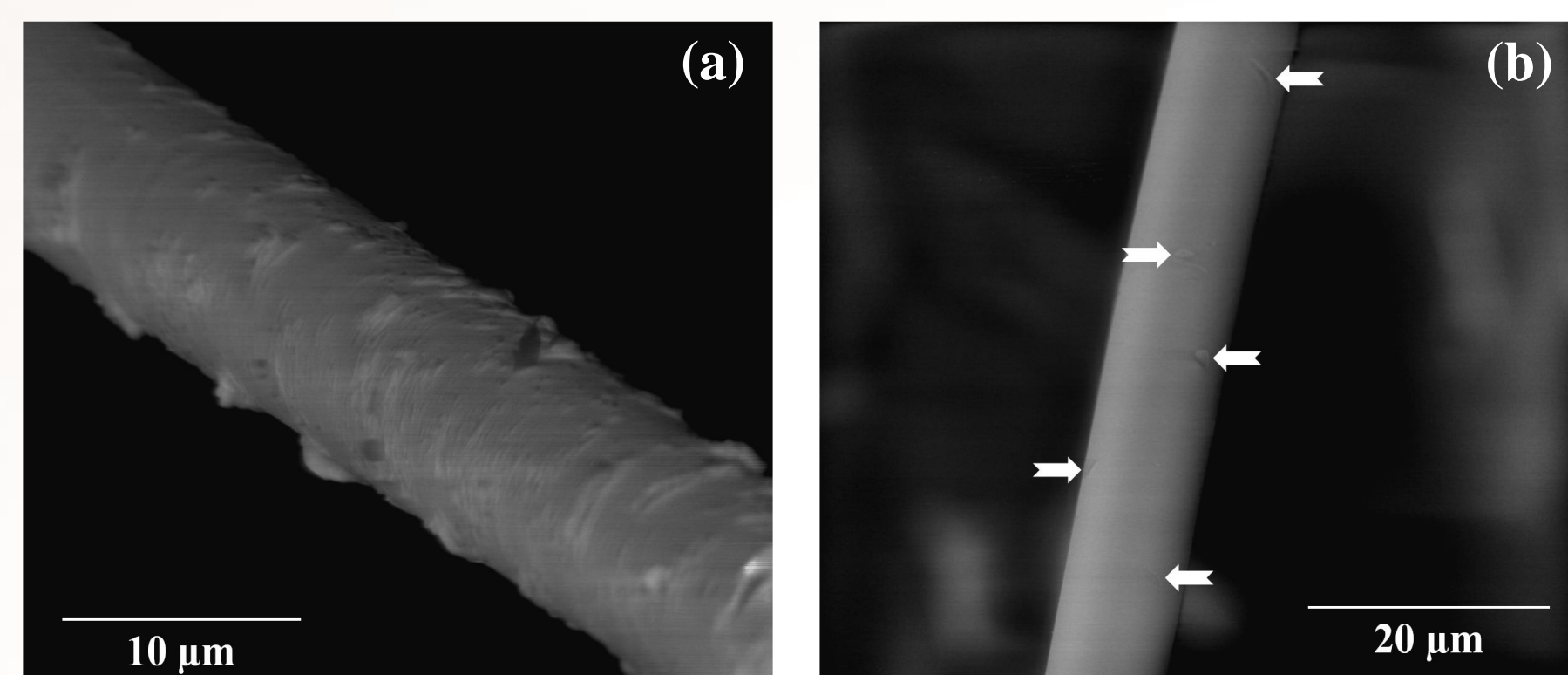
Identification des paramètres de Weibull par la fonction du maximum de vraisemblance

	Fibres ensimées	Fibres désensimées (350 °C, 10 h)
m	3,99	4,32
σ_0 (MPa)	2330,52	1574,75

- Un module de Weibull équivalent implique que le traitement thermique permet de conserver la même population et la même dispersion de défauts de fibres.

Effets du désensimage

- Le traitement thermique de désensimage ne modifie pas la structure du basalte : structure amorphe sans pic de cristallisation (DRX) et même température fictive (ATD) pour les deux états.



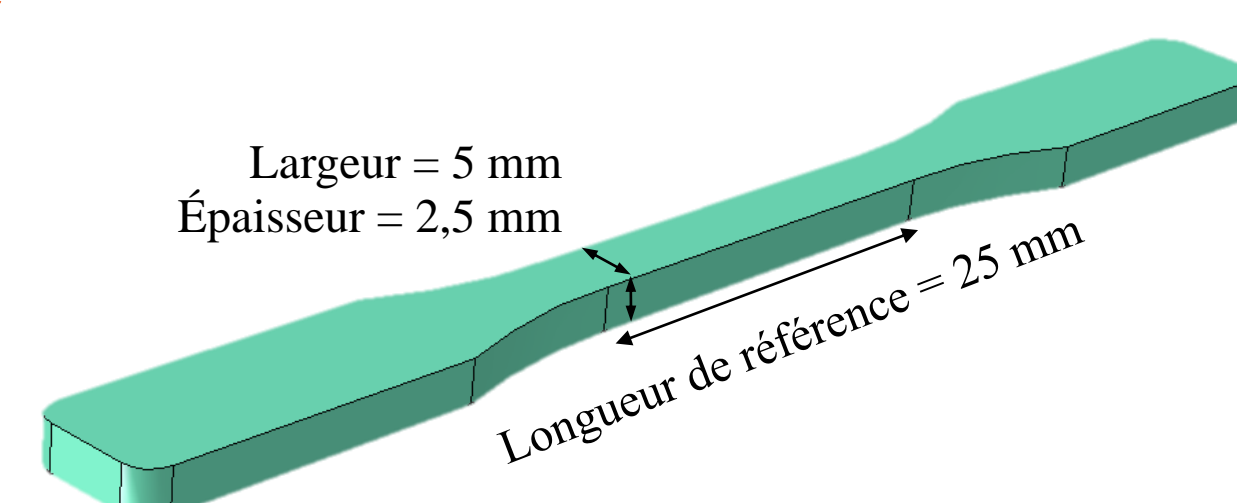
Observations MEB des surfaces des fibres de basalte (a) ensimées et (b) désensimées – Les flèches indiquent des défauts à la surface des fibres

- L'ensimage joue un rôle de couche de protection au niveau des défauts de surface. En effet, il permet de les combler en augmentant le rayon de courbure en pointe de défaut, retardant ainsi la propagation de fissure conduisant à la rupture de la fibre.
- Sans cette couche de protection, les défauts surfaciques sont plus critiques, ce qui fragilise la fibre.

Propriétés mécaniques de matériaux composites unidirectionnels en fibres de basalte

Mise en oeuvre

- Mise en œuvre par moulage au contact dans un moule en téflon
- Cycle thermique de durcissement de la résine époxy :
 - 1^{ère} phase - (80 °C, 2 h) - démoulage
 - 2^{ème} phase - (80 °C, 14 h) - consolidation



Propriétés mécaniques

- Essais de traction sur éprouvettes en matériaux composites unidirectionnels – 5 éprouvettes testées pour chaque état de fibres

Taux volumiques de fibres et propriétés mécaniques de matériaux composites en fibres de basalte ensimées et désensimées

Vitesse de déformation = 1%.min ⁻¹	Fibres ensimées	Fibres désensimées (350 °C, 10 h)
Taux volumique de fibres (% vol.)	32,6 ± 2,7	35,8 ± 1,1
Résistance mécanique en traction (MPa)	744,41 ± 33,25	604,14 ± 30,64
Module d'Young (GPa)	29,00 ± 2,27	31,17 ± 1,50

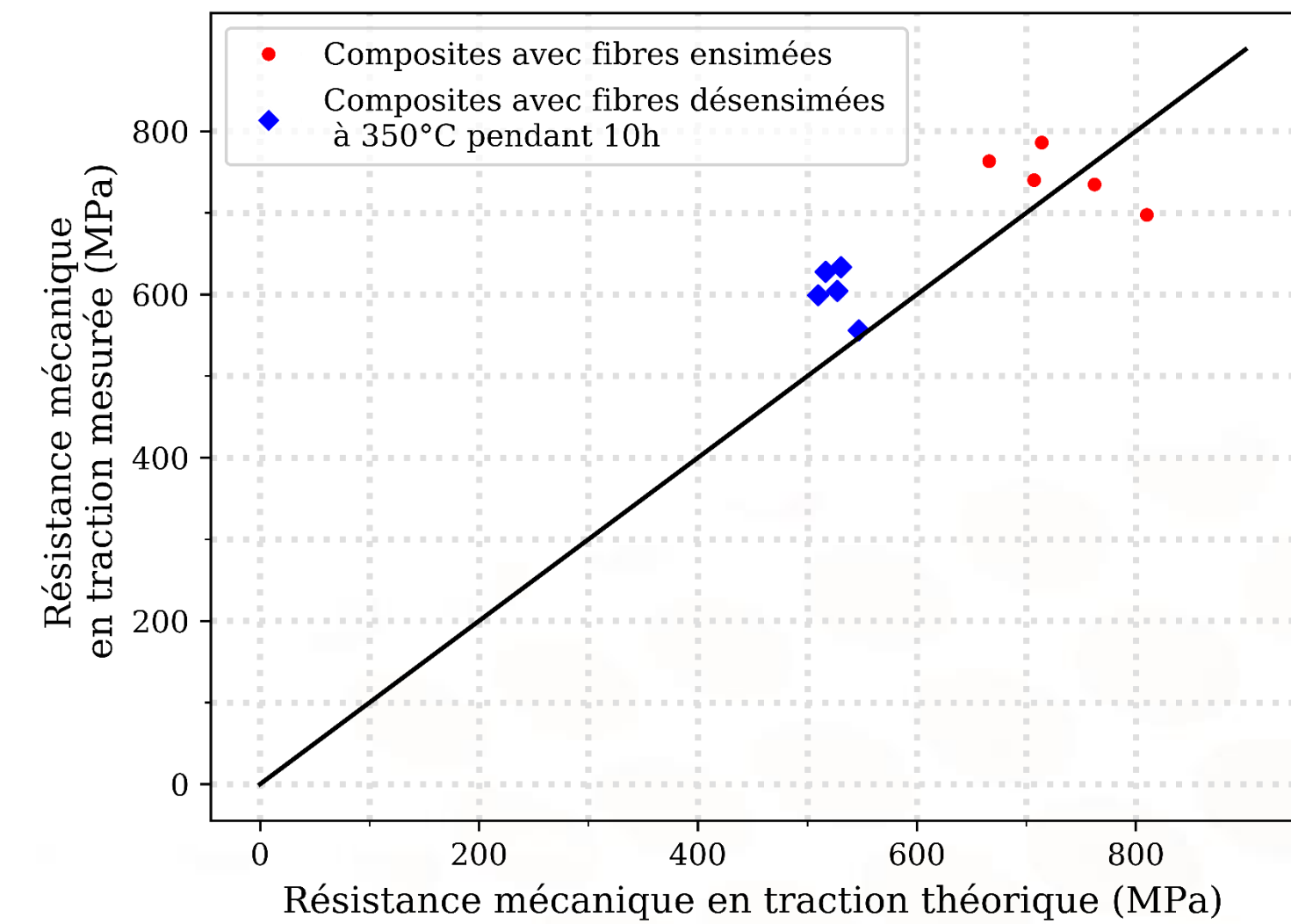
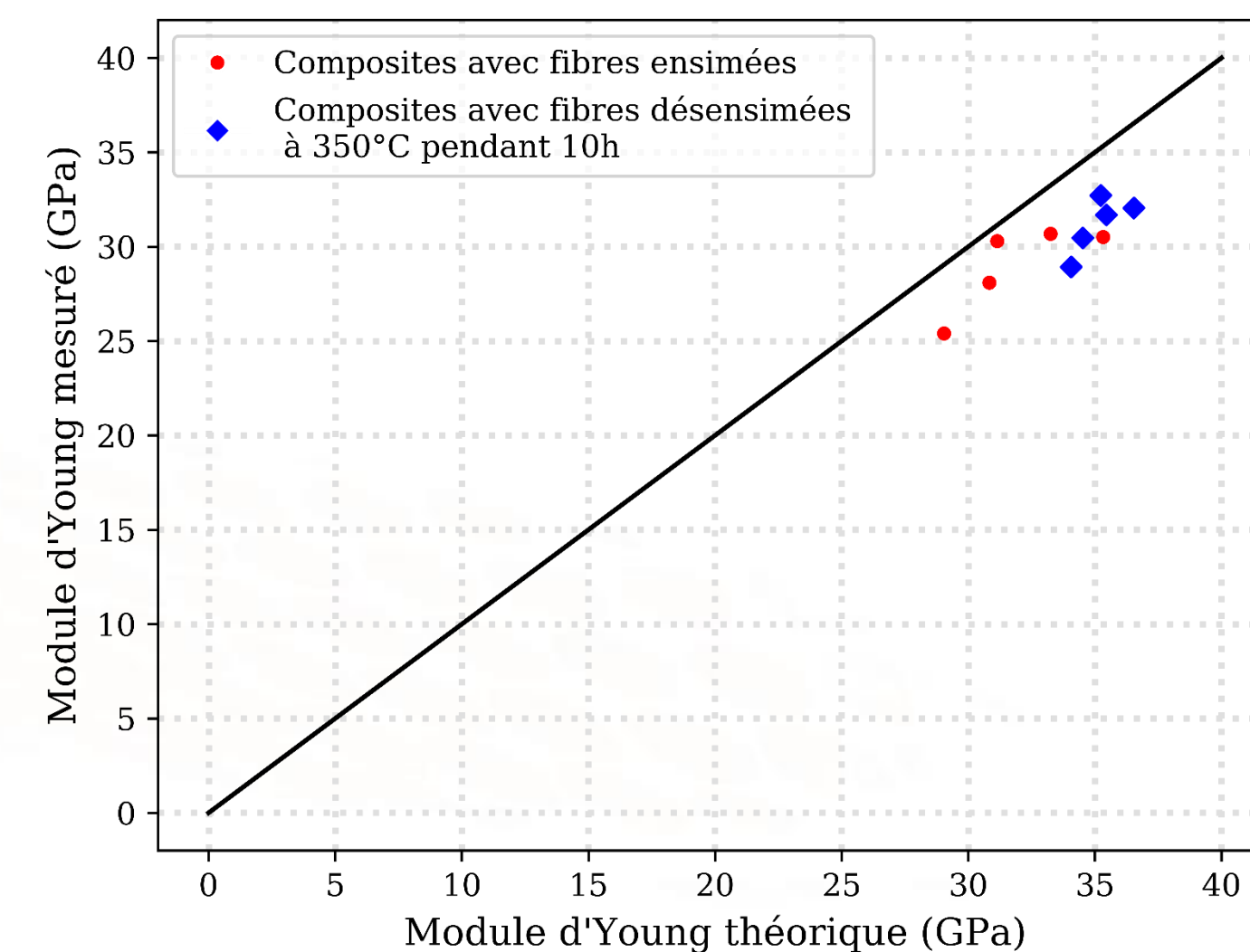
- Estimation des propriétés mécaniques théoriques (pour chaque éprouvette) :

$$E^c = E^f \cdot V_f + E^m \cdot (1 - V_f)$$

$$R_m^c = [E^f \cdot V_f + E^m \cdot (1 - V_f)] \cdot \frac{R_m^f}{E^f}$$

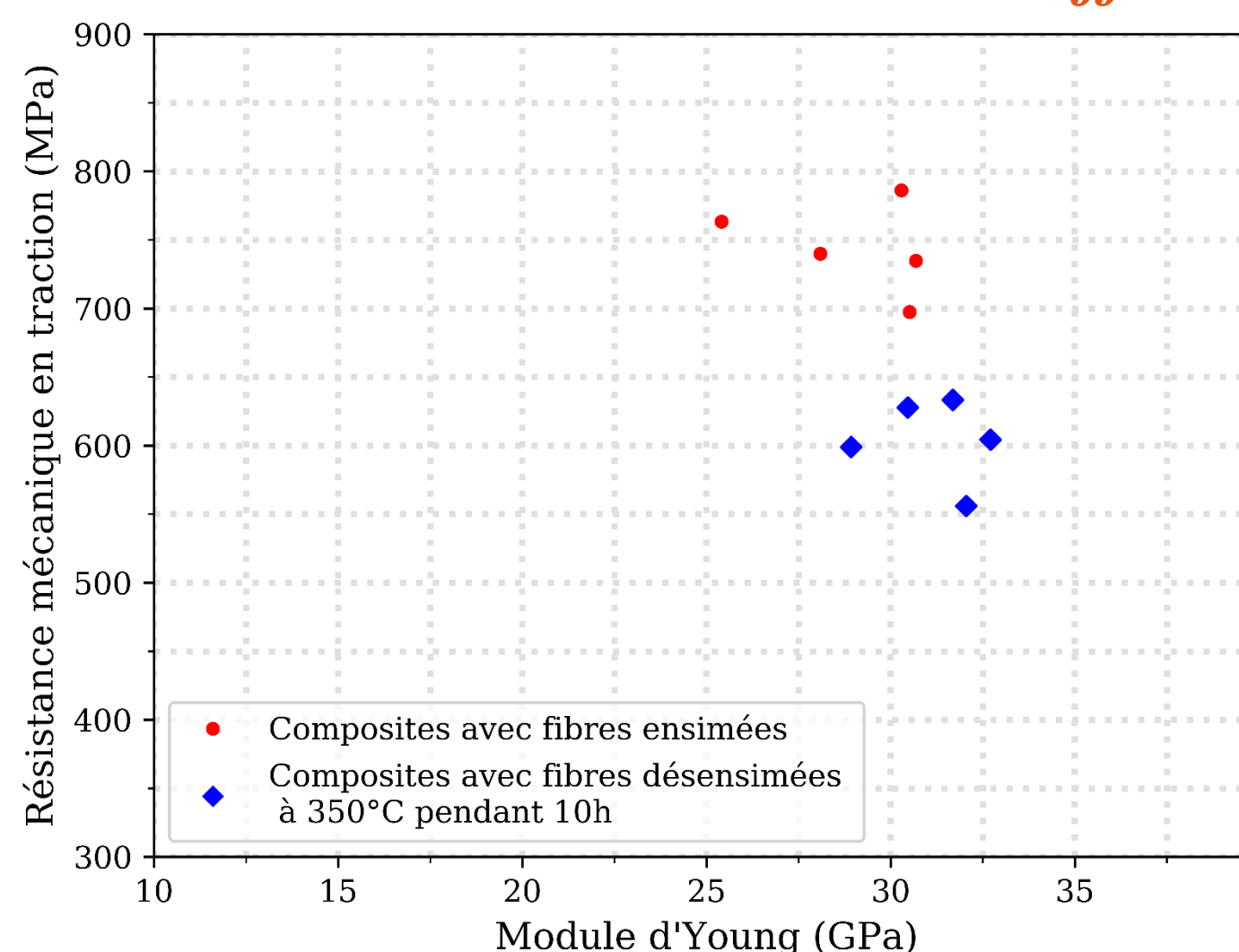
- V_f : taux volumique de fibres
- E^c, E^f, E^m : modules d'Young du composite, des fibres et de la matrice
- R_m^c, R_m^f : résistances mécaniques en traction du composite et des fibres

- Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques :



- Écart au niveau du module d'Young provenant du désalignement de certaines fibres par rapport à la direction longitudinale lors de la fabrication des éprouvettes

Effets du désensimage



- Module d'Young équivalent

- Diminution de 19% de la résistance mécanique en traction

- La diminution de résistance mécanique observée au niveau des monofilaments, suite au désensimage, se retrouve au niveau du composite.
- Le rôle protecteur, qu'avait l'ensimage au niveau des défauts surfaciques des fibres, n'a pas été totalement repris par la matrice organique lors de la mise en œuvre du composite.

Conclusion

- Le traitement thermique à 350 °C pendant 10 h élimine l'ensimage sans modifier la structure du basalte. Dépourvus de cette couche de protection, les défauts de surface, étant à l'origine de la rupture fragile des fibres, deviennent plus critiques. Ainsi, suite au désensimage, une diminution de 34% de la résistance mécanique en traction des monofilaments est constatée tandis que le module d'Young est conservé.
- Ces mêmes variations de propriétés mécaniques sont observées au niveau du composite (diminution de 19% de la résistance mécanique en traction). Par conséquent, la matrice n'a pas remplacé en totalité le rôle « protecteur » de l'ensimage au niveau des défauts surfaciques des fibres lors de la mise en œuvre du composite.

Références

- [1] V. Fiore, T. Scalici, G.D. Bella, A. Valenze « A review on basalt fibre and its composites », *Composites Part B : Engineering* Vol. 74, pp. 74-94, 2015.
- [2] C. Mayer, M. Neitzel « Influence of the sizing interphase on the static and dynamic behavior of advanced thermoplastic composites », in : Proceedings of ICCM-11, Gold Coast, Australia, pp.681-690, 1997.
- [3] T. Bhat, D. Fortomaris, E. Kandare, A.P. Mouritz « Properties of thermally recycled basalt fibres and basalt fibre composites », *Journal of Materials Science* Vol. 53 n°3, pp. 1933-1944, 2018.

Remerciements

Ces travaux ont été financés par la région Occitanie et par l'Institut Carnot M.I.N.E.S (ANR). Les auteurs tiennent également à remercier la société Isomatex S.A. pour avoir gracieusement fourni les fibres de basalte considérées dans cette étude.