

# Identification d'un modèle cohésif pour une interface fil-matrice époxy : Essais de décohésion transverse uniaxial et équi-biaxial

A. FRADET<sup>1,2,3</sup>, R. ESTEVEZ<sup>1</sup>, T. REY<sup>2</sup>, J. TCHOUFAG<sup>2</sup>

<sup>1</sup> SIMaP, Université de Grenoble Alpes, CNRS, F-38000 Grenoble

<sup>2</sup> Manufacture française des pneumatiques, Michelin, 63040 Clermont-Ferrand

<sup>3</sup> DGA, Paris

**Résumé** — Une méthodologie pour identifier les propriétés cohésives d'une interface fil-matrice est proposée, à partir d'essais de traction uniaxiale et équi-biaxiale. Le système étudié est une matrice époxy dans laquelle est immergée un fil d'acier. Les observations expérimentales du décollement de l'interface sont comparées aux prédictions numériques issues d'une analyse par éléments finis associée à une modélisation de zone cohésive. Les résultats obtenus pour les deux configurations sont confrontés et permettent d'améliorer l'identification du modèle cohésif.

**Mots clés** — Décohésion interfaciale, imagerie optique, zone cohésive, identification inverse, essais mécaniques

## 1 Introduction

De nombreux essais d'adhérence ont été développés au cours des dernières décennies pour caractériser la décohésion fibre-matrice au sein de matériaux composites. Les essais les plus courants sont ceux d'arrachement [1], de micro-indentation [2] et de fragmentation [3], mais ils se concentrent uniquement sur la résistance de l'interface au cisaillement. En outre, dans le cas d'une matrice non transparente comme un mélange à base d'élastomères chargés, ces essais ne permettent pas de suivre et caractériser la fissuration avec le chargement. Il est ainsi délicat d'obtenir des informations locales sur la décohésion, nécessaires pour sa description. En revanche, l'essai de décohésion transverse [5], dans lequel la fibre est immergée perpendiculairement à la direction de chargement, n'est pas limité aux matrices transparentes. Celui-ci permet en effet d'observer en surface le décollement sous un chargement en mode mixte et fournit les informations nécessaires à une caractérisation de l'intégrité mécanique de l'interface.

L'objectif de ce travail est de proposer une méthodologie d'identification des paramètres d'un modèle cohésif représentant l'interface fil-matrice, à partir d'essais de traction uniaxiaux et équi-biaxiaux. La section 2 décrit la procédure expérimentale et la démarche d'identification à partir d'un essai de traction uniaxiale. La section 3 présente les mesures expérimentales issues d'un essai de décohésion équi-biaxial et confronte les paramètres cohésifs identifiés pour les deux configurations.

## 2 Caractérisation de la décohésion fil métallique - matrice époxy sous chargement transverse uniaxial

### 2.1 Matériaux

Le métal utilisé est un fil d'acier laitonné de diamètre 1.26 mm. La matrice est un polymère époxy bi-composant, constitué de la résine Araldite LY 1564 et du durcisseur Aradur 3474. Les propriétés élastiques du fil d'acier ont été fournies par le fabricant, tandis que le comportement de l'époxy a été caractérisé en traction uniaxiale avec une limite d'élasticité de 30 MPa et une résistance maximum de traction de 75 MPa. La Table 1 rassemble les propriétés mécaniques utilisées dans ce travail.

Matériaux	Module d'Young (GPa)	Poisson's ratio	Limite d'élasticité (MPa)	Contrainte maximale (MPa)
Epoxy <sup>a</sup>	3.01 ± 0.1	0.41 ± 0.01	28.6 ± 2.5	74.9 ± 1.0
Fil d'acier <sup>b</sup>	210	0.3	-	-

<sup>a</sup> Basé sur 3 essais indépendants.

<sup>b</sup> Données fournies par le fabricant.

TABLE 1 – Propriétés mécaniques du système époxy / acier.

## 2.2 Observations optiques de la décohésion métal-matrice

Des éprouvettes intégrant un fil d'acier ont été réalisées selon les dimensions de la norme ASTM D638 (Type I). La Fig. 1 montre la géométrie et les dimensions des échantillons avec fil.

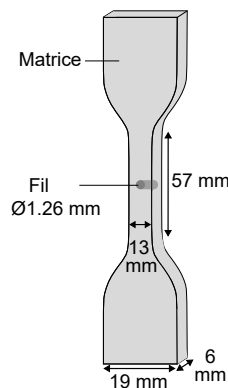


FIGURE 1 – Géométrie et dimensions de l'éprouvette à matrice époxy.

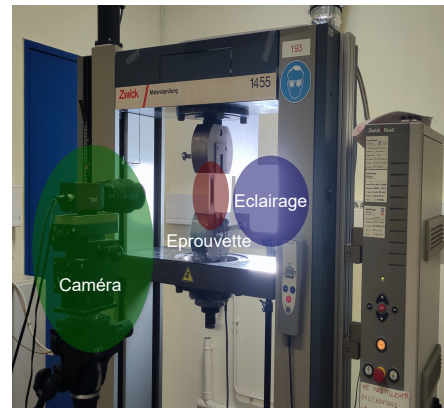


FIGURE 2 – Dispositif expérimental d'observation optique de la décohésion fil-matrice.

Pour la confection des éprouvettes, la résine et le durcisseur ont préalablement été mélangés et dégazés. La réticulation a ensuite été réalisée dans une étuve, durant 1 heure à 80°C puis de 2 heures à 110°C. Enfin, la surface des échantillons a été légèrement polie afin de faciliter les observations optiques.

Le dispositif expérimental utilisé pour la caractérisation de l'interface fil-matrice est présenté sur la Fig. 2. L'éprouvette, peinte en noir, est placée dans une machine de traction devant laquelle se trouve un dispositif d'acquisition d'images (caméra Prosilica GT 6600). Un éclairage placé derrière l'échantillon permet d'observer l'évolution de la fissure interfaciale par l'apparition de lumière traversante. Les essais de traction sont réalisés à une vitesse de déplacement de 1 mm/min ( $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-4}$  /s).

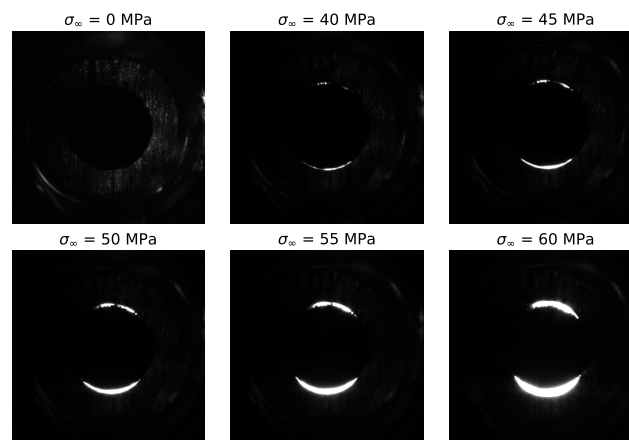


FIGURE 3 – Observation optique de la décohésion fil-matrice lors de l'essai de traction.

La Fig. 3 montre l'évolution du décollement entre le fil d'acier et la matrice en fonction de la contrainte globale  $\sigma_{\infty}$ . L'interface est initialement intacte et la fissuration s'amorce au niveau des pôles

lorsque la contrainte globale atteint une valeur critique. La phase d'amorçage est abrupte le long d'une portion de l'interface, suivie par une propagation contrôlée et progressive avec l'augmentation du chargement. Finalement, la rupture de l'échantillon se produit transversalement dans la matrice époxy, le long du plan passant par l'équateur du fil.

La longueur de la fissure est décrite par l'angle de décohésion, qui correspond à l'angle formé par les deux extrémités de la fissure à chaque pôle. Il est mesuré à l'aide du logiciel de traitement d'image ImageJ. Il convient de noter qu'il n'est pas possible d'observer directement l'extrémité de la fissure avec ce dispositif expérimental et à cette échelle. L'ouverture correspondant au passage de la lumière à travers l'échantillon est observée, et *a priori*, cela se produit sur des surfaces libres.

La Fig. 4 montre l'angle de décohésion en fonction de la contrainte globale pour les pôles Nord et Sud. L'amorçage de la fissuration semble se produire simultanément aux deux pôles. Toutefois, l'étendue du décollement est plus grande au pôle Sud qu'au pôle Nord, à la fois lors de l'amorçage abrupt et pendant la phase de propagation.

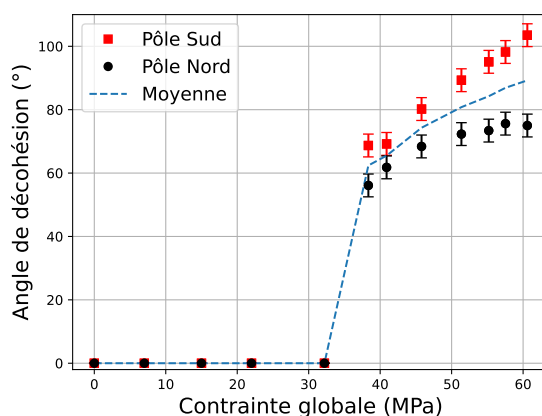


FIGURE 4 – Evolution de l'angle de décohésion avec le chargement. Les données se rapportent à un seul essai, avec l'incertitude associée aux mesures du front de fissure.

### 2.3 Identification inverse des propriétés d'un modèle cohésif

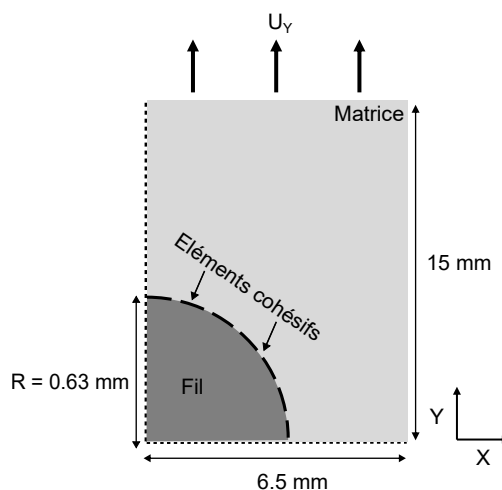


FIGURE 5 – Représentation schématique de la géométrie modélisée.

Un modèle par éléments finis a été développé en 2D, dans le cadre des déformations planes. Grâce aux symétries, seul un quart de la géométrie totale a été modélisé (Fig. 5) à l'aide du logiciel ABAQUS. Des éléments linéaires à 4 noeuds ont été utilisés, avec des éléments cohésifs d'épaisseur nulle à l'interface (COH2D4). Une loi de traction-séparation bilinéaire a été retenue pour cette étude.

L'interface étant soumise à des contraintes normales aux pôles et à un chargement en mode mixte le long de l'interface, un critère quadratique (QUADS) a été choisi. Sous l'effet de tractions normales  $T_n$  et

de cisaillement  $T_t$ , le début de l'endommagement intervient dès lors que :

$$\left(\frac{T_n}{T_{\max}}\right)^2 + \left(\frac{T_t}{\tau_{\max}}\right)^2 = 1, \quad (1)$$

avec les paramètres  $T_{\max}$  et  $\tau_{\max}$  correspondant respectivement aux résistances interfaciales normale et de cisaillement. L'hypothèse  $\tau_{\max} = T_{\max}$  est faite, motivée par le fait que les tractions normales sont dominantes à proximité des pôles du fil, où l'amorçage se produit. L'influence de la mixité modale  $\Psi$  sur le taux critique de restitution d'énergie  $G_c$  a aussi été prise en compte selon les travaux d'Hutchinson et Suo [6], avec :

$$\Psi(\theta) = \begin{cases} \arctan\left(\frac{T_t(\theta)}{T_n(\theta)}\right) & \text{si } T_n(\theta) > 0, \\ \frac{\pi}{2} & \text{autrement.} \end{cases} \quad (2)$$

$$G_c(\Psi(\theta)) = G_{Ic} (1 + \tan^2[(1 - \lambda)\Psi(\theta)]), \quad (3)$$

où  $\theta$  correspond à la position angulaire de l'élément à l'interface,  $G_{Ic}$  le taux critique de restitution d'énergie en mode I et  $\lambda \in [0, 1]$  un paramètre caractéristique de la sensibilité de  $G_c$  au mode II qui dépend de la nature de l'interface. Pour  $\lambda = 1$ , il n'y a pas d'influence de la mixité modale sur  $G_c$  car  $G_c(\Psi) = G_{Ic}$ , tandis que pour  $\lambda = 0$ ,  $G_c(\Psi) \xrightarrow[\Psi \rightarrow 90^\circ]{} +\infty$ .

Une démarche d'identification en deux étapes est mise en oeuvre. Tout d'abord, un jeu restreint de paramètres est obtenu à partir de la phase d'amorçage. Deux observations expérimentales sont considérées, la contrainte globale  $\sigma_\infty^{\text{ini}}$  et l'angle de décohésion  $\theta^{\text{ini}}$  à l'amorçage. A partir de ce jeu de paramètres, les paramètres cohésifs sont déterminés lors d'une deuxième étape basée sur la phase de propagation. L'erreur relative moyenne lors de cette dernière phase, notée  $\mathcal{E}_{\text{rel}}$ , est définie en % selon l'expression suivante :

$$\mathcal{E}_{\text{rel}} = 100 \times \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \frac{|\theta_{\text{exp}}(\sigma_\infty) - \theta_{\text{simu}}(\sigma_\infty)|}{\theta_{\text{exp}}(\sigma_\infty)}, \quad (4)$$

où  $N$  est le nombre de points expérimentaux,  $\theta_{\text{exp}}$  et  $\theta_{\text{simu}}$  sont respectivement les valeurs expérimentales et numériques de l'angle de décohésion selon la contrainte globale  $\sigma_\infty$ . Il s'agit donc de trouver les paramètres qui minimisent l'erreur  $\mathcal{E}_{\text{rel}}$ .

La démarche est illustrée sur les mesures du pôle Sud. La Fig. 6 montre l'erreur moyenne relative  $\mathcal{E}_{\text{rel}}$ , pour différentes valeurs des paramètres cohésifs. La région valide, qui se base sur la phase d'amorçage, est reportée (zone noire hachurée). Les valeurs de  $T_{\max}$  et  $G_{Ic}$  varient sur la Fig. 6a., tandis que  $\lambda$  est maintenu constant à 0.15. Le graphe montre l'existence d'une vallée où l'erreur  $\mathcal{E}_{\text{rel}}$  est inférieure à 10%, avec deux minima locaux (centre des zones violettes). Néanmoins, un seul de ces minima est compatible avec la restriction sur la phase d'amorçage. Sur la Fig. 6b,  $T_{\max}$  est fixé à 45 MPa, tandis que  $G_{Ic}$  et  $\lambda$  varient. Lorsque les trois paramètres varient librement, un unique minimum est identifié, pour  $G_{Ic} = 0.2$  N/mm et  $\lambda = 0.15$ .

La table 2 présente les paramètres cohésifs identifiés pour le pôle Sud et le pôle Nord. La valeur de  $T_{\max}$  est d'environ 45 – 50 MPa, tandis qu'une valeur constante de  $G_{Ic}$  est obtenue à 0.2 N/mm. Les valeurs de  $\lambda$  identifiées (et donc de  $G_{IIc}$ ) sont différentes selon le pôle, entre 0.02 et 0.15. Si  $\mathcal{E}_{\text{rel}}$  est faible pour le pôle Sud et la moyenne entre les deux pôles, l'erreur minimale pour le pôle Nord est conséquente avec une valeur de 9.42 %. Le modèle par éléments finis capture donc moins bien les observations expérimentales de l'angle Nord. Expérimentalement, la propagation est très faible pour les valeurs de cnotrainte  $\sigma_\infty$  les plus grandes, comme si elle était bloquée. Cela peut être dû à des imperfections expérimentales et le modèle ne peut pas rendre compte de cette non-propagation.

	$T_{\max}$ (MPa)	$G_{Ic}$ (N/mm)	$\lambda$ (-)	Erreur relative moyenne (%)
Pôle Sud	45	0.2	0.15	2.00
Pôle Nord	45	0.2	0.02	9.42

TABLE 2 – Paramètres cohésives identifiés.

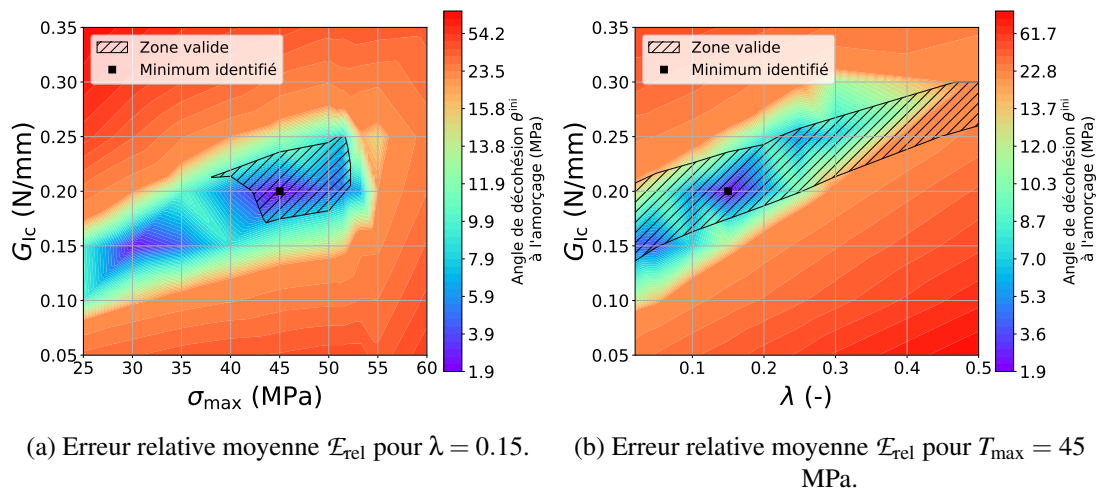


FIGURE 6 – Erreur relative moyenne  $\mathcal{E}_{rel}$  lors de la phase de propagation (pour le pôle Sud), selon les paramètres cohésifs.

### 3 Vers une identification plus robuste du modèle cohésif : exploitation d'un essai équi-biaxial

Un essai de décohésion sous chargement équi-biaxial sollicite l'interface de façon normale uniquement, ce qui permet de s'affranchir des effets de mixité modale. L'objectif est de valider les paramètres cohésifs identifiés précédemment à partir de l'essai uniaxial, en confrontant directement les résultats obtenus pour ces deux configurations, notamment pour l'identification de  $T_{max}$ .

#### 3.1 Caractérisation expérimental de la décohésion métal-époxy sous chargement transverse équi-biaxial

Des éprouvettes en forme de croix ont été réalisées (Fig. 7), avec une réticulation en étuve de 1 heure à  $80^\circ\text{C}$  puis de 2 heures à  $110^\circ\text{C}$ . Une étude préliminaire par éléments finis a permis de déterminer le rayon de raccordement entre les bras optimal pour favoriser une rupture interfaciale.

Le dispositif expérimental de traction équi-biaxial est présenté sur la Fig. 8. Les images de l'essai ont été enregistrées à l'aide d'une caméra Imetrum (IM-CAM-036, 5 megapixels), avec une focale de 25 mm (Distagon T\* 2,8/25). Cela permet d'atteindre une résolution spatiale d'environ  $10\ \mu\text{m}$  par pixel. Un mouchetis a été déposé à la surface de l'échantillon, à l'aide de bombes de peinture (marque Molotow). L'essai a été réalisé en imposant une vitesse de déplacement identique à chaque bras, à savoir  $\dot{u} = 0.6$  mm/min.

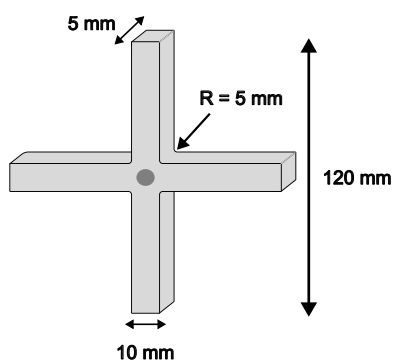


FIGURE 7 – Géométrie et dimensions de l'éprouvette en croix fil métallique - matrice époxy.

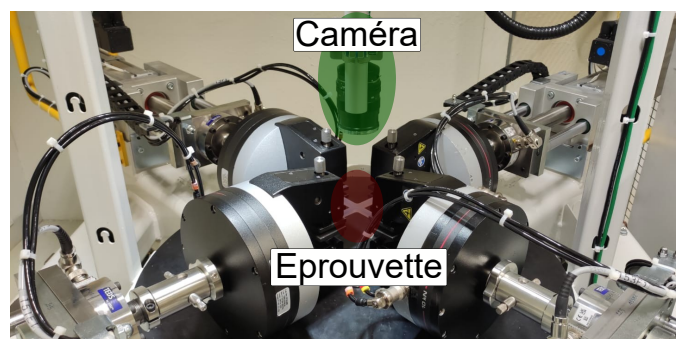


FIGURE 8 – Dispositif expérimental de traction équi-biaxiale.

L'analyse des images de l'essai a été menée avec le logiciel UFreckles [4]. Les déplacements  $U_x$  et  $U_y$  sont mesurés, après avoir préalablement retiré le mouvement de corps rigide. La Fig. 9 montre la

variation spatiale de  $|U|$  autour du fil pour  $U_\infty = 0.61$  mm, c'est-à-dire avant amorçage de la décohésion. La zone d'intérêt mesure 6.7 mm x 4.3 mm et un maillage FEM a été utilisé avec des éléments Q4 de taille 30 px (*i.e.* 0.3 mm). Les résultats confirment que le champ  $|U|$  est relativement homogène autour du fil. Son amplitude est par ailleurs faible avec des valeurs de l'ordre de la dizaine de micromètres.

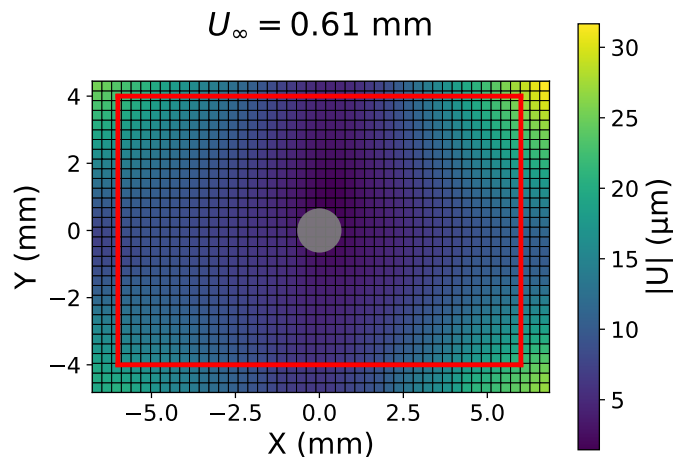


FIGURE 9 – Champ de l'amplitude du déplacement pour  $U_\infty = 0.61$  mm. Les conditions aux limites extraites pour la simulation sont représentées en rouge.

La Fig. 10 présente les observations optiques de la zone d'intérêt pour plusieurs niveaux de déplacement imposé  $U_\infty$ . L'amorçage de la décohésion semble se produire pour  $U_\infty = 0.67$  mm, du moins en surface, marqué par l'apparition d'une fissure localisée au niveau du Pôle Sud de l'interface. Pour  $U_\infty = 0.79$  mm, la fissure est visible sur une très grande partie de l'interface, suggérant une rupture quasi-complète de celui-ci. Les flèches rouges indiquent la fissure interfaciale. Pour  $U_\infty = 1.02$  mm, l'ouverture de la fissure est plus prononcée, rendant la décohésion clairement visible. Finalement la rupture totale de l'échantillon intervient pour un chargement de  $U_\infty = 1.1$  mm.

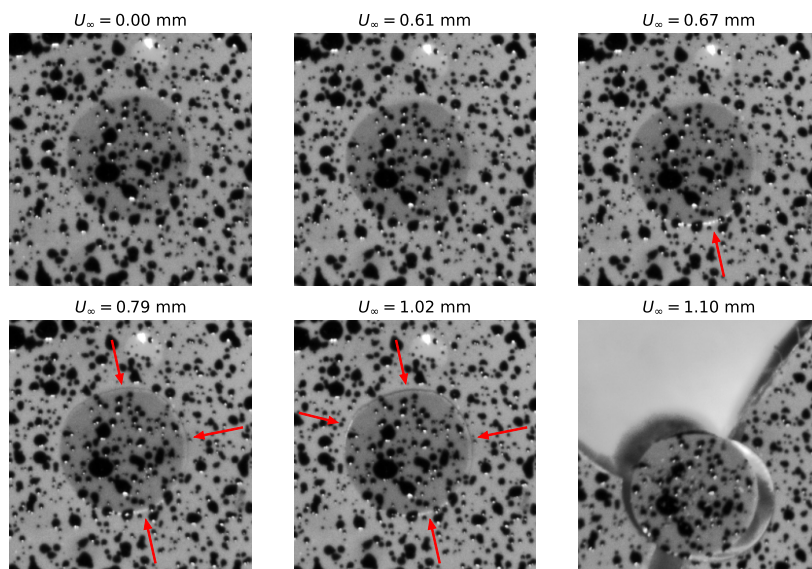


FIGURE 10 – Observations optiques en surface de la décohésion métal-époxy lors d'un essai de traction équi-biaxial. Les flèches rouges indiquent la fissure interfaciale.

L'analyse du champ de déplacements à proximité de l'interface met en évidence une chute sur la valeur de  $|U|$  pour  $U_\infty = 0.79$  mm. Cela correspond au chargement pour lequel la fissure est visible sur une très grande partie de l'interface et sera interprété pour la suite de cette étude comme le chargement de rupture d'une grande partie de l'interface.

### 3.2 Identification inverse des propriétés cohésives d'une interface époxy / métal

Pour être au plus proche de la sollicitation réelle que subit l'interface fil-matrice, les déplacements  $U_x$  et  $U_y$  mesurés expérimentalement sont appliqués comme conditions aux limites dans la simulation. Pour cela, la démarche suivante est appliquée :

- Définition de la taille de la zone d'intérêt autour du fil, à partir des mesures expérimentales. Les champs de déplacement ont été mesurés dans une zone de dimensions 13.3 mm x 9 mm. Pour éviter les effets de bords, un rectangle de taille 12 mm x 8 mm est considéré pour la mesure des conditions aux limites. Cela définit également les dimensions du modèle par éléments finis.
- Le modèle par éléments finis est conçu et maillé avec le fil en position centrale, présenté sur la Fig. 11. Au total, 80 éléments cohésifs sont considérés sur l'intégralité de l'interface. Les coordonnées des nœuds sur les arêtes externes sont extraites.

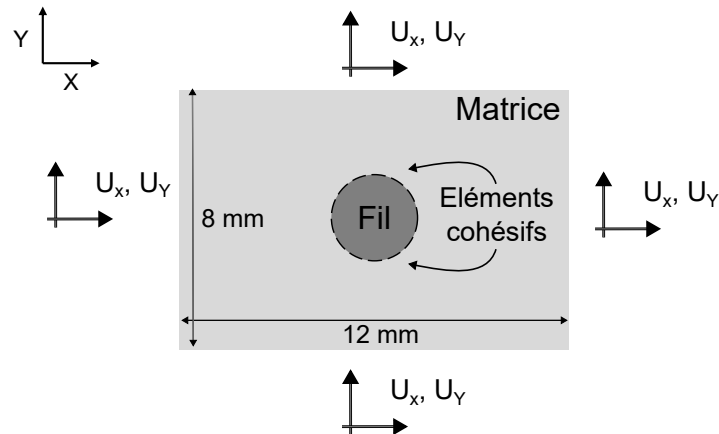


FIGURE 11 – Géométrie et dimensions du modèle par éléments finis.

- Les champs de déplacement  $U_x$  et  $U_y$ , mesurés expérimentalement, sont interpolés aux différentes coordonnées des nœuds du maillage. Cela permet d'obtenir les conditions aux limites pour la simulation.
- Les conditions aux limites sont implémentées dans le modèle par éléments finis. Les déplacements  $U_x$  et  $U_y$  sont imposés à chaque nœud appartenant à une arête externe du maillage.
- Les étapes précédentes peuvent être appliquées plusieurs fois pour différents niveaux de déplacement imposé  $U_\infty$ . Cela correspond à différentes *steps* dans ABAQUS. Les trois chargements suivants ont été considérées :  $U_\infty = 0.67$  mm,  $U_\infty = 0.79$  mm et  $U_\infty = 1.09$  mm.

L'étape suivante consiste à comparer les prédictions numériques avec la valeur de  $U_\infty^{ini}$  mesurée expérimentalement. Une étude préliminaire a permis de vérifier que le paramètre  $\lambda$  n'avait pas d'influence sur le chargement à l'amorçage, et donc seuls  $T_{max}$  et  $G_{Ic}$  sont considérés dans cette analyse. La Fig. 12 présente l'évolution de  $U_\infty^{ini}$  en fonction de ces deux paramètres cohésifs, tout en indiquant la mesure expérimentale de  $U_\infty^{ini}$  correspondante. Les prédictions numériques sont très peu dépendantes de  $G_{Ic}$ , bien qu'une légère influence de  $G_{Ic}$  sur  $U_\infty^{ini}$  soit observée pour  $T_{max} = 35 - 40$  MPa. L'influence devient négligeable pour des valeurs supérieures de  $T_{max}$ . Ainsi, les observations expérimentales permettent d'identifier la valeur de  $T_{max}$ , indépendamment de celles de  $G_{Ic}$  et de  $\lambda$ , avec  $T_{max} \in [46, 47]$  MPa.

Les paramètres  $T_{max}$  et  $G_{Ic}$  issus de l'identification précédente à partir d'un essai uniaxial sont également reportés sur la Fig. 12. Les points en gris correspondent aux paramètres compatibles avec la phase d'amorçage tandis que les points en rouge correspondent aux paramètres compatibles avec l'amorçage et la propagation de la décohésion. Cela permet de mettre en évidence que le profil bilinéaire permet de rendre compte des observations expérimentales à partir d'essais uniaxiaux et équi-biaxiaux. L'identification de  $T_{max}$  est améliorée grâce à l'essai équi-biaxial.

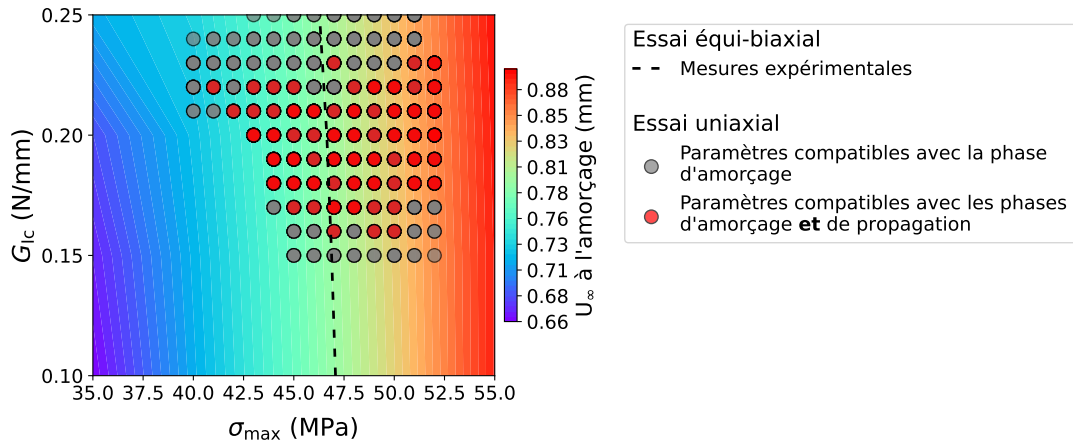


FIGURE 12 – Valeur prédite de  $U_{\infty}^{ini}$  en fonction de  $T_{max}$  et  $G_{Ic}$ . Les paramètres issus de l'identification à partir d'un essai uniaxial sont reportés.

Profil considéré	$T_{max}$ (MPa)	$G_{Ic}$ (N/mm)	$\lambda$ (-)
Bilinéaire	$46.6 \pm 0.49$	$0.19 \pm 0.02$	$0.12 \pm 0.04$

TABLE 3 – Identification finale du modèle cohésif pour l'interface métal-époxy à partir d'un essai uniaxial et d'un essai biaxial.

## 4 Conclusion

Une méthodologie pour identifier les paramètres cohésifs d'une interface fil-matrice est proposée. Le système étudié est une matrice époxy dans laquelle est immergée un fil d'acier. L'ensemble est soumis à une traction uniaxiale, perpendiculairement à l'orientation du fil. Le décollement de l'interface est suivi optiquement et permet de mesurer l'étendue de la fissure interfaciale au cours du chargement, avec d'abord un amorçage abrupt sur une étendue finie, suivi d'une propagation contrôlée avec le niveau de chargement augmentant. Ces résultats expérimentaux servent de base à la formulation d'un problème inverse pour l'identification du modèle cohésif représentant mécaniquement l'interface. Le système est ensuite soumis à une traction équi-biaxiale, ce qui permet de solliciter l'interface de façon normale uniquement. Cette seconde configuration d'affiner l'identification la résistance interfaciale en traction  $T_{max}$  et de s'affranchir de l'influence de  $G_c$ . Cela permet de confronter les résultats obtenus pour ces deux configurations, et un bon accord est obtenu sur  $T_{max}$ . L'utilisation d'un essai complémentaire, où l'interface subit davantage de cisaillement, permettrait d'améliorer l'identification du paramètre  $\lambda$ , gouvernant l'influence de la mixité modale.

## Références

- [1] L.S. Penn, E.R. Bowler, A new approach to surface energy characterization for adhesive performance prediction. *Surf Interfac Anal* 1981 ;3 :161–4.
- [2] J.F. Mandell, J.H. Chen, F.J. McGarry, A microbonding test for in situ assessment of fibre/matrix bond strength in composite materials, *International Journal of Adhesion and Adhesives* 1 (1) (1980) 40–44.
- [3] A. Kelly, W.R. Tyson, Tensile properties of fibre-reinforced metals : Copper/tungsten and copper/molybdenum, *Journal of Mechanics Physics of Solids* 13 (6) (1965) 329–350.
- [4] J. Réthoré, « UFreckles ». 2018. doi : 10.5281/zenodo.1433776.
- [5] H. Zhang, M.L. Ericson, J. Varna, L.A. Berglund, Transverse Single-Fibre Test for Interfacial Debonding in Composites : 1. Experimental Observations, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing* 28 (4) : 309–315 (1997).
- [6] J.W Hutchinson, Z. Suo, Mixed mode cracking in layered materials, *Advances in Applied Mechanics*, 9 (1991) 63–191.