Science Arts & Métiers (SAM)

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers Institute of Technology researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: https://sam.ensam.eu
Handle ID: .http://hdl.handle.net/10985/8297

To cite this version :

Grégory BRESSON, Olivier CATY, Jonathan MERZEAU, Gérard VIGNOLES, Frédéric DAU, Azita AHMADI-SENICHAULT - Essais d'impact et propriétés thermiques résiduelles sur composites silice/phénolique - In: Congrès Français de Mécanique (21 ; 2013 ; Bordeaux, France), France, 2013-08 - Congrès Français de Mécanique (21; 2013; Bordeaux; France) - 2013

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository Administrator : scienceouverte@ensam.eu

Arts et Métiers Institute of Technology

Essais d'impact et propriétés thermiques résiduelles sur composites silice/phénolique

G. BRESSON[1,2], O. CATY*[1], J. MERZEAU[2], F. DAU[2], A. AHMADI-SENICHAULT[2], G. L . VIGNOLES[1]

[1]Université Bordeaux, Laboratoire des Composites ThermoStructuraux (LCTS) –CNRS/CEA/Safran Herakles/UB1 – 3 allée de la Boëtie, 33600 Pessac, France
[2]I2M, Institut de mécanique et d'ingénierie de Bordeaux - Esplanade des Arts et Métiers 33405 TALENCE Cedex
*(*email: caty@lcts.u-bordeaux1.fr)*

Résumé :

Les composites Silice/phénolique sont utilisés comme boucliers thermique en rentrée atmosphérique dans le domaine spatial et stratégique. Pour cette application le matériau est soumis à des sollicitations thermomécaniques qui conduisent à son délaminage. Pour réduire l'effet de ces délaminages, il a été proposé de découper les tissus de silice et de les réassembler à la manière d'un patchwork. Des matériaux « classiques » (empilement de tissus 2D 0°/90°) et « patchwork » ont été impactés sur une tour de chute instrumentée (Instron). Ces essais ont été menés à différentes énergies pour créer plusieurs niveaux d'endommagement. Ces endommagements ont été analysés par tomographie aux rayons X pour révéler en particulier la morphologie des délaminages. Parallèlement des mesures de diffusivité thermique transverse initiale et résiduelle ont été réalisées sur ces échantillons pour les différents niveaux d'endommagement. Ces mesures ont permis d'établir des corrélations entre la perte de diffusivité thermique et l'endommagement du matériau. La comparaison entre les résultats sur échantillons « classiques » et « patchwork » a montré des différences de modes d'endommagement et un intérêt limité de la solution patchwork.

Abstract :

Silica/phenolic composites are used in atmospheric re-entry heat shield parts in spatial and strategic domains. For this application, the material is submitted to thermo-mechanical stresses that lead to delaminations. To reduce the effect of these delaminations, it was proposed to cut silica fabrics and to reassemble them like a patchwork. « Classical » (2D 0°/90° fabric stacks) and « patchwork » materials were impacted on an instrumented falling-weight tower (Instron). These tests were carried out at different energies to create different levels of damage. The damaged samples were analysed by X-Ray micro computed tomography to reveal in particular the delaminations morphologies. In parallel, initial and residual transverse thermal diffusivity measurements were realised on these samples for different damage states. These measurements permitted setting up correlations between loss of thermal diffusivity and material damage. Comparisons between results on « classical » and « patchwork » samples have highlighted differences in damaging modes and a limited interest of the patchwork solution.

Mots clefs : composites Silice/Phénolique, impacts basse vitesse, microtomographie, délaminage, diffusivité thermique.

1 Introduction

Les boucliers thermique de rentrée atmosphérique en composites silice/phénolique sont destinés à protéger les structures des agressions thermiques et mécaniques. Ces agressions créent des délaminages au sein des composites stratifiés "classiques". Gregori *et al.* [1-2] ont proposé de nouveaux composites préparés à partir de tissus découpés et re-assemblés à la manière d'un "patchwork". Ce procédé est censé permettre d'améliorer la résistance au délaminage du matériau et permettre de maintenir de bonnes propriétés thermiques et mécaniques en présence d'un délaminage localisé pour un coût de fabrication réduit. Des tests ont déjà été réalisés pour prouver l'efficacité du procédé vis à vis de la résistance au délaminage dans des conditions ablatives proches des conditions de rentrée atmosphérique [1]. L'étude présentée dans ce papier vise à étudier l'efficacité de la solution "patchwork" lors d'un choc à basse vitesse. Les propriétés thermiques résiduelles après endommagement seront ensuite mesurées et étudiées.

2 Matériaux et essais

Le matériau étudié est un composite constitué de tissus de fibres de silice et de résine phénolique. Le composite est fabriqué par Plastflow Ltd, Curitiba, Brésil [1]. Deux types de matériaux ont été testés dans cette étude. Le premier est obtenu en empilant simplement des couches de préimprégnés (composite "classiques"). Le second est fabriqué à partir des même préimprégnés mais découpés en petits carrés de côté environ 20 à 28 mm placés aléatoirement (composites "patchwork"). Les deux types de renforts sont empilés pour obtenir des plaques carrées de côté 240 mm et d'épaisseur 8 mm. La réticulation est réalisée en 2 temps : l'empilement est d'abord compressé à chaud (70 bars, 175°C) puis une post-cuisson est réalisée pendant 12h à 180°C.

Les tests d'impact basse énergie (1 à 12 J) et basse vitesse (< 3 $m.s^{-1}$) sont réalisés sur une tour de chute MiniTower de Instron®. Comme schématisé sur la figure 1.a, cette tour de chute instrumentée est équipée d'une photodiode pour la mesure de la vitesse d'impact, d'un accéléromètre intégré dans l'impacteur et d'un système anti-rebond pneumatique. La masse de l'impacteur hémisphérique est de 1.13 kg, son diamètre de 9 mm ou 12.7 mm et la hauteur maximale de chute est de 1m. La plaque à tester est fixée sur un support comportant une ouverture circulaire de diamètre 18 mm ou 32 mm.

L'évolution des diffusivités thermiques a été mesurée en fonction de l'endommagement. Le choix s'est porté vers la thermographie infrarouge [3] et plus précisément la méthode flash [4-6]. Cette méthode consiste à appliquer une impulsion photo-thermique (un flash) sur la face avant de la plaque et de mesurer l'évolution de la température sur la face arrière via une caméra infrarouge (figure 1.b). Le flash avant est généré par une lampe Elinchrom Style RX12000 ; les cartes de température sont obtenues à 25 Hz grâce à une caméra thermique FLIR SC7000 de 320 x 256 pixels. La zone de sollicitation et de mesure correspond à l'ensemble de l'échantillon (25 x 80 mm^2) ; pour ceci, un cache permettant de focaliser le flash et d'isoler les bords de l'échantillon a été fabriqué. Le composite étant semi transparent, la face avant a été peinte en noir.

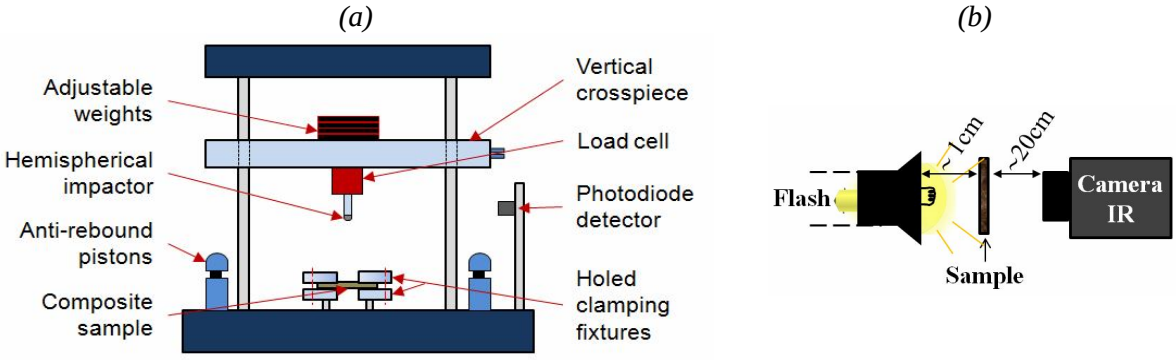

FIG 1 : Schémas de principe des essais mis en place : (a) Tour de chute basse énergie et (b) méthode flash arrière.

3 Résultats

Une étude préliminaire a permis de guider le choix du rapport diamètre impacteur/ouverture à 9/32mm. L'objectif était de maximiser ce rapport afin de se mettre dans des conditions d'un milieu semi infini et ainsi d'éviter un phénomène de "poinçon", éloigné de ce que subit le composite dans les conditions réelles d'utilisation. La Figure 2 présente les réponses d'impact obtenues en utilisant ces paramètres, en variant les énergies d'impact de 6 à 12 J et pour les deux types de composites. Seules les énergies 6, 9 et 12 J sont ici présentées. Les courbes font apparaître deux parties. Dans un premier temps, le matériau a un comportement quasi linéaire. Dans ce domaine, les deux composites ont un comportement quasi identique, la force maximale des "patchwork" (IR) étant cependant systématiquement supérieure. La seconde partie de la courbe montre l'endommagement du matériau avec une chute importante de l'effort supporté. Dans ce domaine, les deux matériaux ont un comportement clairement différent. Le matériau "classique" a une meilleure résistance à l'endommagement et l'impacteur est rapidement stoppé. A l'opposé, le composite "patchwork" (IR) a plus de mal à stopper l'impacteur et consomme une grande quantité d'énergie. Cette consommation d'énergie est due à un endommagement plus conséquent du composite.

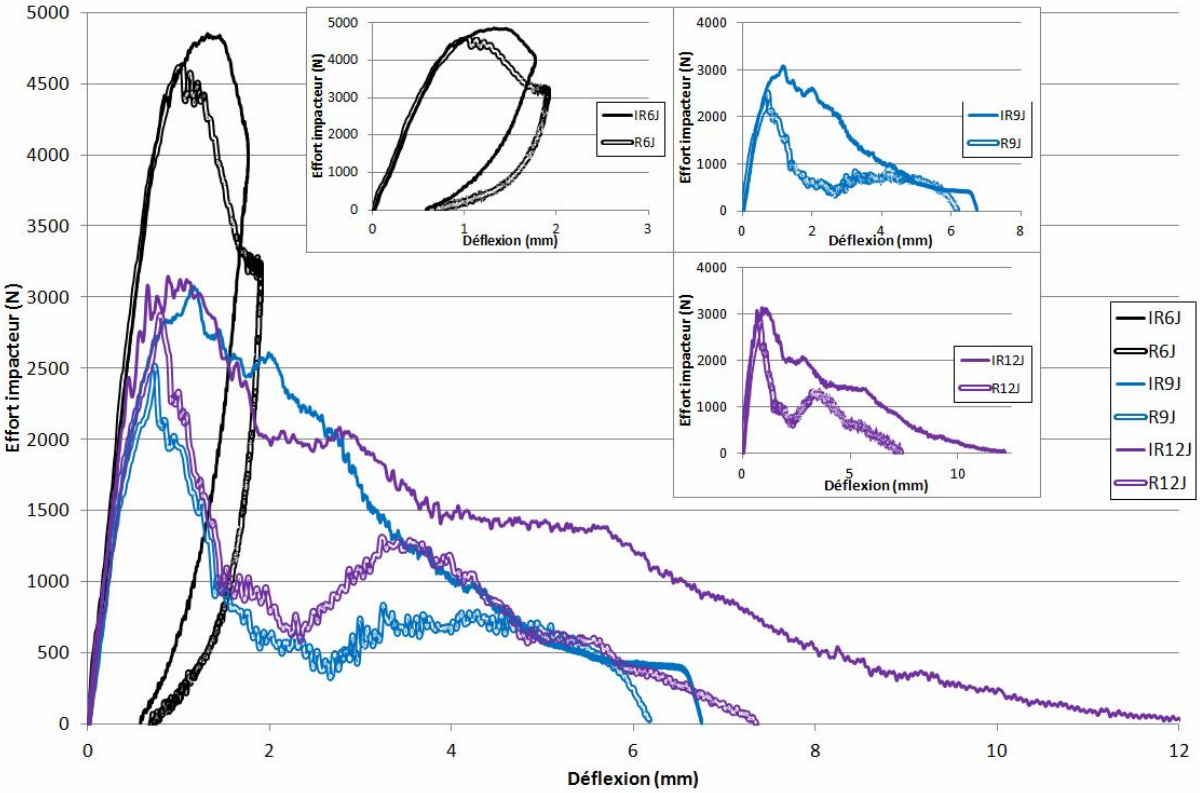

FIG 2 : Forces d'impact vues par les composites classiques (R) et patchworks (IR) en fonction du déplacement de l'impacteur pour différents niveaux d'énergie d'impact. (6 J, 9 J et 12 J).

La Figure 3 présente des visualisations 3D des porosités liées à l'endommagement dans les composites impactés à 6 J. Ces images sont issues de microtomographies aux rayons X à 17 µm de résolution obtenues sur un tomographe de laboratoire (Phoenix|X-Ray - Nanotom - Tomomat). Dans le cas des composites "classiques" ces images montrent un cône de délaminage quasi-circulaire de demi angle 30°, proches des observations réalisées classiquement dans les stratifiés et les interlocks [7 - 8]. Sur la face arrière, la rupture se fait en forme de croix suivant les lignes de faiblesse des tissages. Au contraire, dans les composites "patchwork", le cône de délaminage est plus difficile à établir. L'endommagement se propage en suivant les contours des carrés de pré-imprégné. Suivant la zone observée, le demi-angle varie entre 45° à 70° et la zone endommagée est plus étendue. Sur la face arrière, on peut observer une fissure qui s'est propagée en suivant un carré de pré-imprégné : cette fissure a presque emporté le carré.

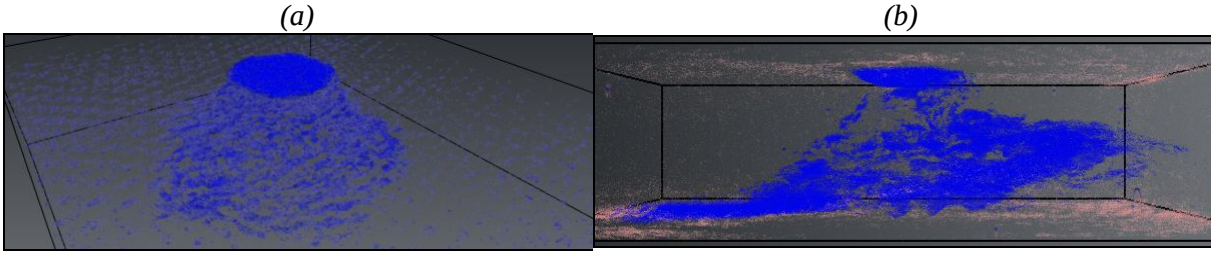

FIG 3 : Visualisation 3D de l'endommagement dans les deux composites impactés à 6J. Rendu tridimensionnel obtenu en seuillant les porosités dans des images de microtomographie. (a) composite "classique", (b) composite "patchwork".

Des mesures de diffusivité thermique ont ensuite été réalisées par méthode flash sur les deux types d'éprouvettes à l'état initial et pour différents niveaux d'endommagement. La carte de diffusivité thermique de l'état initial n'est pas présentée mais est quasi uniforme avec une valeur moyenne de 0,27 $mm^2.s^{-1}$ pour le composite "classique" et de 0.28 $mm^2.s^{-1}$ pour le composite "patchwork". La figure 5 présente les champs de diffusivité thermique à la surface de l'échantillon pour un composite "classique" et un composite "patchwork" impacté à 7 J. On peut voir que l'impact crée localement une diminution de la diffusivité thermique. Cette diminution n'est cependant pas homogène : deux zones sont à distinguer. le poinçonnage génère : (i) un délaminage dans l'éprouvette créant une diminution de la diffusivité thermique autour de la zone d'impact (tache bleu foncé centrée autour du poinçon) et (ii) une diminution de l'épaisseur au centre de la zone d'impact, générant une augmentation de la diffusion transverse. La zone rouge en bord d'image n'est pas associée à une augmentation de la valeur de diffusivité thermique mais plutôt à une insuffisance d'apport de chaleur lors du flash de l'échantillon. La forme de l'étalement est donc directement liée au type de composite, plutôt circulaire pour un composite "classique" et étalée tendant vers une forme carrée pour un composite "patchwork". La chute de diffusivité est aussi plus marquée dans le cas du composite irrégulier.

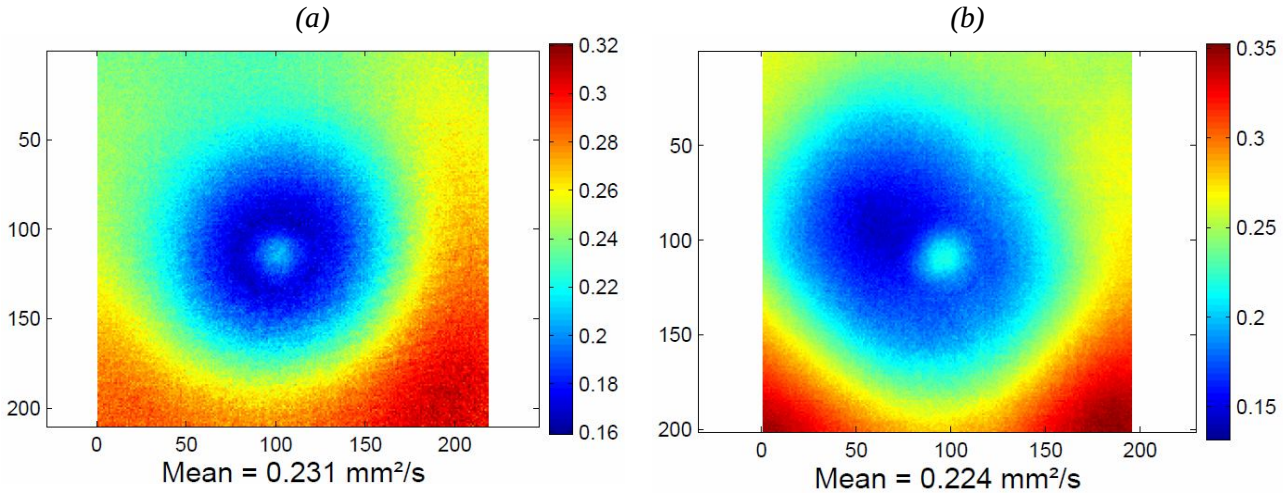

FIG 4 : exemple de cartographie de diffusivité thermique obtenue sur deux échantillons impactés à 7 Joules (a) composite "classique", (b) composite "patchwork".

On retrouve cette chute de diffusivité en fonction de l'énergie d'impact sur les courbes de la Figure 5. Les courbes bleues (No correction) sont obtenues en moyennant les valeurs de diffusivité et en ne prenant pas en compte les mesures sur les bords des images de la figure 4. Ces courbes prennent donc à la fois en compte l'effet du délaminage et de la diminution d'épaisseur. La courbe verte (thickness correction) utilise directement la mesure de l'épaisseur "vraie" pour calculer la diffusivité. Cette épaisseur vraie est mesurée pixel par pixel sur les images de tomographie. Il s'agit donc d'une mesure de diffusivité plus fidèle mais surtout cette mesure donne une meilleure idée de l'état d'endommagement du matériau. La mesure de l'épaisseur est assez complexe pour le composite

"patchwork" et la courbe corrigée est donc plus perturbée. On peut par contre bien conclure à un délaminage plus important ainsi qu'à un écrasement plus marqué du matériau.

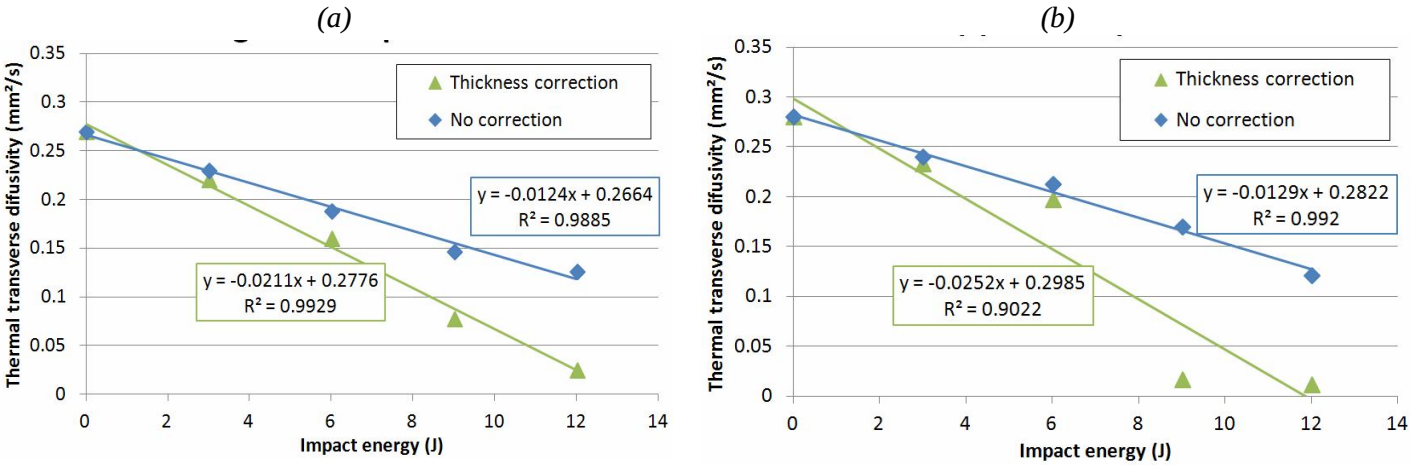

FIG 5 : Mesures de diffusivité thermique après impact en fonction de l'énergie d'impact sur (a) composites "classiques" (b) composites "patchwork". En bleu : courbes brutes utilisant l'épaisseur initiale pour le calcul de la diffusivité ; en vert : utilisation de l'épaisseur vraie après impact.

4 Conclusions et perspectives

Vis à vis de la résistance au choc basse vitesse et de la diffusivité thermique résiduelle, les composites "patchwork" n'ont pas montré de meilleures propriétés. La diffusivité résiduelle après un endommagement de type choc basse vitesse et basse énergie avec un impacteur de diamètre 9 mm diminue linéairement avec l'énergie du choc. Cette diminution est plus rapide pour les composites "patchwork" montrant ainsi un délaminage plus important du composite. Ce délaminage plus important a aussi été mis en avant sur les images de tomographie. La rupture est pilotée et limitée aux carrés de pré-imprégné mais reste plus importante que celle en forme de cône observée sur les stratifiés classiques. Les réponses d'impact des deux matériaux montrent aussi une meilleure résistance du composite régulier avec une meilleure capacité à absorber l'impact et une énergie consommée moins importante. Seule la force maximale atteinte est plus importante dans le cas du composite "patchwork". Ce travail a permis de mettre en place une chaîne de caractérisation thermomécanique complète basée sur des essais de chocs, de la tomographie et de la thermographie pour une meilleure compréhension des phénomènes. Ces données sont à comparer aux résultats de la modélisation multi-échelle des transferts thermiques basée sur les images de tomographie du composite mise en place au cours de cette étude[9]. Cette étude ouvre aussi la voie au couplage de mesures thermiques et d'essais mécaniques pour caractériser l'évolution in-situ de l'endommagement des composites par thermographie.

5 Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier le GIS matériaux avancés en Aquitaine (http://www.ama-materials.com/) pour le financement du post-doc de Grégory Bresson ; Christophe Lorette et Viguen Ayvazyan pour les mesures thermiques ; Maria Luisa Gregori et Sonia Fonseca Costa e Silva du CTA/IAE, S.José dos Campos, Brésil, pour la fourniture du matériau et enfin Ali Chirazi, responsable de la cellule de transfert Tomomat (http://www.tomomat.com/siteweb/) pour l'acquisition des tomographies.

Références

[1] Gregori ML, Barros EA, Petraconi Filho G, Costa SF, Mechanical and Ablative Properties of Silica-Phenolic Composites for Thermal Protection. 6th EWTPSHS. 2009.
[2] Gregori ML, Barros EA, Petraconi Filho G, Pardini LC, Costa SF, Ablative and mechanical properties of quartz phenolic composites. J. Aero. Tech. Manag. jan. 2009, Vol. 1, 1, pp. 63-68.

[3] Maldague, X., Theory and Practice of Infrared Technology for NonDestructive Testing, John Wiley-Interscience, p. 684, 2001.
[4] Parker W.J., Jenkins R.J., Butter C.P., Abbot G.L. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. J. Appl. Phys., 32(9), pp. 1679-1684, 1961.
[5] Bamford M., Batsale JC., Analytical Singular Value Decomposition of infrared image sequences: microcrack detection on ceramic composites under mechanical stresses, Comptes Rendus Mécanique 336(5), May 2008, pp 440-447.
[6] Hay B, Filtz JR, Batsale JC, Measurement of thermal diffusivity by the flash technique, Engineering Techniques : Measurements and Control, R2955, pp. 1-12, 2004.
[7] Mitrevski T., Marshall I.H., Thomson R., The influence of impactor shape on the damage to composite laminates. Composite Structures 76 (2006) 116-122.
[8] Herb V., Couégnat G., Martin E., Damage assessment of thin SiC/SiC composite plates subjected to quasi-static indentation loading, Composites: Part A 41 2010, pp. 1677-1685.
[9] Ahmadi-Senichault A., Vignoles G. L., Ayvazyan V., Caty O., Bresson G., Gregori M. L., Fonseca Costa S. Transferts thermiques 3D dans des composites silice – phénolique: méthodes thermographiques et tomographiques, Actes du Congrès National de la SFT, Bordeaux, 29 Mai - 1er Juin 2012, J.-C. Batsale ed., (8 p.)