

Etude expérimentale du frottement de fils de carbone : effet de l'ensimage

M. TOURLONIAS^a, M.-A. BUENO^a, C. JORDAN^a, D. POQUILLON^b

a. Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT), UHA, Mulhouse, France,

b. Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT),
Université Paul Sabatier (UPS) - Toulouse III, CNRS : UMR5085, Toulouse, France

contact : michel.tourlonias@uha.fr

Résumé :

Cette étude expérimentale porte sur l'effet de l'ensimage de fibres de carbone sur le frottement. L'étude a permis d'une part de différencier deux fibres possédant des ensimages différents par des essais à l'échelle des fibres comme des fils, et pour plusieurs angles de contact. D'autre part, l'effet de traitement de désensimage est évalué à l'échelle de la fibre individuelle.

Abstract :

This paper is about the experimental measurement of the effect of the sizing layer of carbon fibres on their coefficient of friction. Firstly, the study allowed to differentiate two fibres whose sizing treatment is not the same thanks to friction tests at tow scale as for as fibre scale. The tests are also realized at several contact angle. Secondly, the effect of desizing effect is evaluated. That study is only conducted at single fibre scale.

Mots clefs : carbone, fibres, frottement, ensimage

1. Introduction

Face à la croissance de l'utilisation des matériaux composites et notamment à renfort carbone, des études sont menées pour mieux comprendre les étapes du processus de fabrication et par conséquent pouvoir mieux les maîtriser en anticipant les difficultés. Deux approches sont ainsi abordées : i) améliorer les conditions de mise en œuvre (manipulation des renforts, conditions de tissage, conditions de mise en forme) et ii) réaliser des modèles toujours plus performants en vue d'optimiser les pièces et leurs renforts.

L'objectif de ces études est, outre d'améliorer la productivité et de prévoir les propriétés mécaniques finales du composite, de réduire le risque de défauts dans les renforts. L'ensemble des interactions entre les torons constitutifs du renfort et entre les torons et les éléments métalliques environnant sont une cause importante de dégradation du renfort, de réduction de ses propriétés mécaniques [1]. Aussi, les phénomènes de frottement qui se produisent, notamment à l'interface entre les torons sont primordiaux [2-7].

Pour faciliter les manipulations, le tissage et l'imprégnation par la résine, les torons sont ensimés. Cependant, cette couche superficielle modifie les propriétés tribologiques des torons et des fibres de carbone et la tenue de cet ensimage au cours du processus de réalisation du renfort peut se poser [1, 8-10].

Dans cet objectif, la présente étude consiste à mettre en évidence l'influence de l'ensimage sur le frottement, tant à l'échelle des fibres que des torons et leur comportement dans le temps, en étudiant le coefficient de frottement et son évolution. Des fibres présentant différents ensimages ont été testées et l'influence et l'efficacité d'essais de désensimage ont également été étudiées.

Pour ce faire, des tests de frottement ont été réalisés, à l'échelle de la fibre comme du fil, sur des tribomètres adaptés aux matériaux fibreux. L'analyse des forces tangentielle et normales, ainsi que de leur évolution au cours d'un essai de frottement est faite. L'évolution du coefficient de frottement qui en résulte est également suivie.

2. Expérience

2.1. Echantillons

Pour la partie ensimage, deux types de fils de carbone ont été étudiés. Il s'agit de fils ayant un module de Young de 240 GPa et constitués de 12000 fibres (12K) dont le diamètre est de 7 μm . Pour des raisons de confidentialité, aucune information ne sera donnée sur les caractéristiques des ensimages de chacun de ces fils. Les échantillons des fibres individuelles seront notés A et B.

Les mesures visant à étudier l'effet du désensimage sont réalisées sur les fibres issues du lot A. Trois traitements de désensimage différents ont été appliqués à des échantillons de fibres prélevés sur ce fil. Le premier lot a été rincé 5 fois à l'aide de tétrahydrofurane (A-THF5), le deuxième lot a subi 10 fois la même opération (A-THF10) et le dernier lot a été rincé 10 fois au moyen d'acétone (A-acetone). L'effet du désensimage n'est étudié qu'à l'échelle des fibres.

2.2. Dispositifs expérimentaux

Le principe utilisé consiste à venir mettre en contact deux éprouvettes sous une force normale imposée au début de l'essai (F_n). L'une des éprouvettes est fixe et la seconde suit un mouvement alternatif. Au cours de l'essai, la force normale est acquise (le système n'est pas asservi en force normale) ainsi que la force tangentielle dans la direction du mouvement. Le coefficient de frottement apparent (COF) lié à ces deux composantes peut donc être déterminé. 100 cycles de frottements sont réalisés lors de chaque essai. La force normale imposée au début de l'essai est de 5 mN pour les fibres individuelles. Afin de se placer dans des situations de charge par fibre un peu analogue, la charge à imposer a été calculée en estimant le nombre fibres dans la « largeur » d'un fil, ces fils présentant un profil plat (largeur de l'ordre de 6,5 mm). Pour cette approximation, les fibres sont considérées jointives et ainsi, la force normale choisie est de 4,6 N (environ 930 fibres dans la largeur).

Les échantillons de fibres et de fils sont fixés sur leurs supports sous une prétension longitudinale qui correspond à 0,15 mN/fibre.

Pour l'étude visant à évaluer l'effet de l'ensimage sur les propriétés de frottement, le mouvement de l'échantillon mobile est linéaire alternatif (Figure 1a). Les deux échantillons interagissant sont positionnés à un angle donné, l'un par rapport à l'autre (90° ou 0° pour les fils et 90° et 15° pour les fibres). L'angle de 0° correspond à des fils alignés, dans le sens du déplacement. Deux tribomètres ont été utilisés avec des conditions expérimentales adaptées. A l'échelle des fils, il s'agit d'un tribomètre développé au Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (Figure 2). Les conditions cinématiques

présentent un profil de vitesse trapézoïdal. Le déplacement est de 12 mm, avec une vitesse linéaire de 5 mm.s^{-1} . Le second est un nanotribomètre NTR2 (CSM Instrument Company) équipé de porte-échantillon conçu pour l'étude des fibres (Figure 3). Le profil de vitesse, sinusoïdal, présente une vitesse maximale de 5 mm.s^{-1} et le déplacement est de 2 mm.

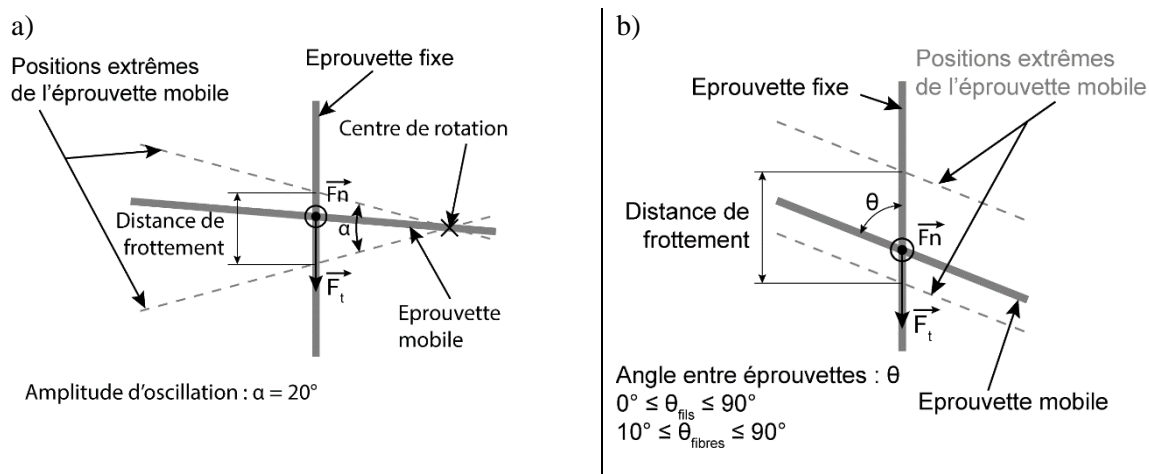


Figure 1 : Schéma de principe des essais de frottement avec un mouvement
a) de translation et b) de rotation

Pour l'étude du désensimage, les mesures ont été réalisées sur le même nanotribomètre mais équipé d'un module rotatif (Figure 1b). L'échantillon mobile est donc en rotation et le frottement se fait de façon excentrée. Le diamètre choisi permet d'avoir un mouvement quasiment orthogonal et la distance de frottement est de 3,5 mm. Le profil de vitesse est également sinusoïdal avec une vitesse maximale de $5,5 \text{ mm.s}^{-1}$.

L'échantillon de référence A, commun aux deux parties de l'étude, a été étudié, à l'échelle des fibres, dans les deux séries de conditions expérimentales de sorte que l'analyse comparative ne soit pas biaisée par une cinématique différente (mouvement de translation ou de rotation).

Type d'éprouvette	Etude de l'ensimage		Etude du désensimage
	fil	fibre	fibre
Mouvement	linéaire	linéaire	rotation
Amplitude du mouvement	12 mm	2 mm	$20^\circ (\approx 3,5 \text{ mm})$
Vitesse de glissement	5 mm.s^{-1}	5 mm.s^{-1}	$5,5 \text{ mm.s}^{-1}$
Prétension (longitudinale)	$0,15 \text{ mN/fibre} = 1,8 \text{ N}$	$\approx 0,15 \text{ mN}$	$\approx 0,15 \text{ mN}$
Fn initiale	$4,6 \text{ N} (\approx 5 \text{ mN/fibre})$	5 mN	5 mN
Dimension des éprouvettes	$\approx 40 \text{ mm} / \approx 40 \text{ mm}$	$10 \text{ mm} / 30 \text{ mm}$	$10 \text{ mm} / 30 \text{ mm}$
Durée d'essai	100 cycles	100 cycles	100 cycles

Tableau 1 : récapitulatif des conditions expérimentales utilisées selon les expérimentations

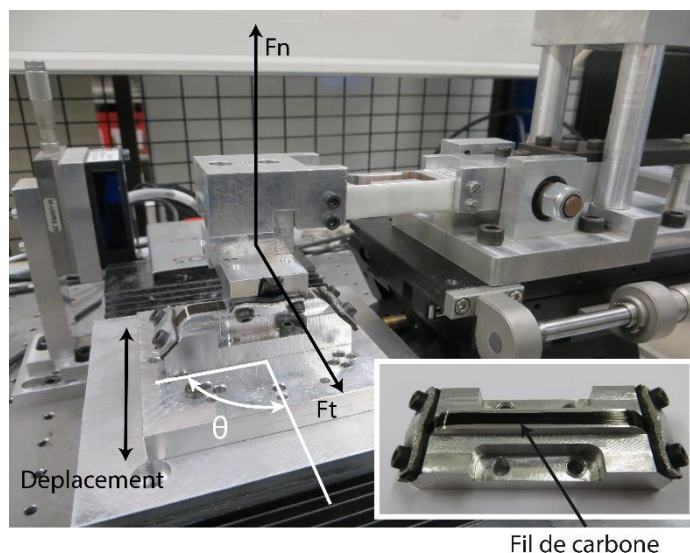


Figure 2 : Tribomètre et porte-échantillons associés utilisés à l'échelle des fils

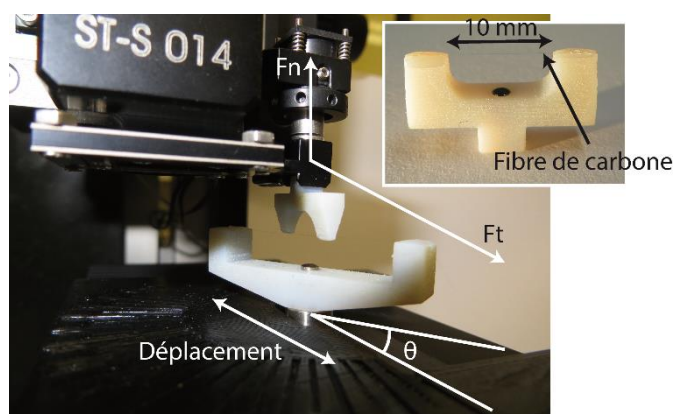


Figure 3 : Tribomètre et porte-échantillons associés utilisés à l'échelle des fibres

3. Résultats et discussion

3.1. Allure des cycles de frottement

A l'échelle des fibres, la Figure 4 présente l'allure des cycles à 15° et à 90° . Seul le 100^{ème} cycle est présenté, les cycles précédents ayant la même allure. Il est intéressant de noter que si les cycles sont symétriques pour les deux angles de contact considérés, ils présentent certaines différences. En effet, le changement de direction se fait quasiment instantanément à 15° contrairement aux cycles de frottement à 90° , comme l'a modélisé Durville [11]. Cela s'explique facilement par le positionnement spatial des fibres. A petit angle, les fibres en contact sont presque parallèles et l'effort lié au frottement est dans une direction proche de leur direction principale et donc, elles travaillent en traction. Dans ce cas, il y a très peu de mobilité des fibres. En revanche, à 90° , l'une des fibres est orthogonale au mouvement. Lors du changement de sens de glissement, cette fibre subit des déformations (torsion, flexion par rapport au point de contact) qui expliquent que la force tangentielle n'atteint pas immédiatement son niveau maximum de régime établi. Par conséquent, le coefficient de frottement apparent, passe par une zone transitoire plus importante, la force normale restant sensiblement constante, quelle que soit la zone du cycle considérée.

A l'échelle des fils (Figure 5), l'allure est tout à fait similaire selon l'angle. Cela s'explique par les porte-échantillons sur lesquels les éprouvettes sont posées et non pas tendues. Par conséquent, il n'y a pas ce phénomène de déformation de l'éprouvette présent à l'échelle des fibres, même à 90°.

Les cycles à l'échelle des fibres sont beaucoup plus bruités que pour les fils du fait des vibrations des fibres qui sont tendues et non pas en appui.

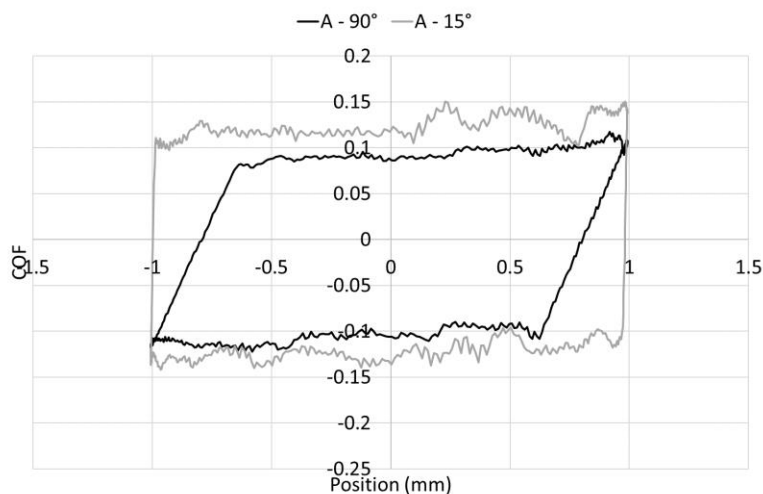


Figure 4 : exemple de 100^{ème} cycle de coefficient de frottement en fonction de la position pour la fibre A avec un angle de contact de 15° et de 90°

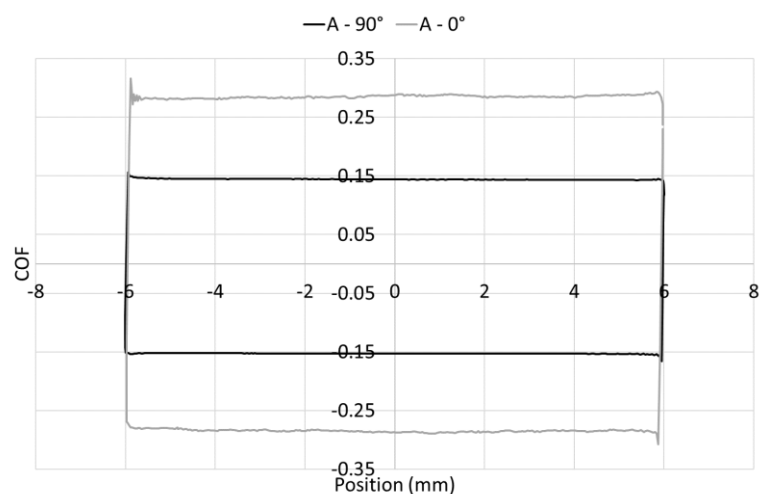


Figure 5 : exemple de 100^{ème} cycle de coefficient de frottement en fonction de la position pour le fil A avec un angle de contact de 0° et de 90°

3.2. Evolution au cours des cycles de frottement

Le deuxième indicateur utilisé dans cette étude est l'évolution du coefficient de frottement moyen au cours des cycles de frottement. Pour chaque cycle de frottement, le coefficient de frottement moyen est déterminé et ainsi, son évolution peut être suivie.

Il est à noter que, quel que soit l'angle de contact considéré, les valeurs obtenues lors du retournement sont prises en compte dans le calcul, engendrant une minimisation du coefficient de frottement lorsque l'angle de frottement augmente, à l'échelle de la fibre.

A l'échelle des fils (Figure 6 et Figure 7), l'allure de ces courbes est bien connue [7], avec une décroissance initiale puis une stabilisation. Ce phénomène est dû au réarrangement fibreux qui se produit au sein du fil. Il est intéressant de noter qu'à 90° , les allures sont extrêmement proches alors qu'à 0° , les différents essais présentent une plus grande dispersion. En effet, à cet angle, les deux fils s'interpénètrent et par conséquent, outre le réarrangement intra-fil, se produit un réarrangement global qui est notamment dépendant du positionnement initial des éprouvettes. Il est difficile de garantir le parfait parallélisme des deux fils qui vont interagir, mais en plus, au sein du fil, les fibres ne sont pas toujours parfaitement alignées.

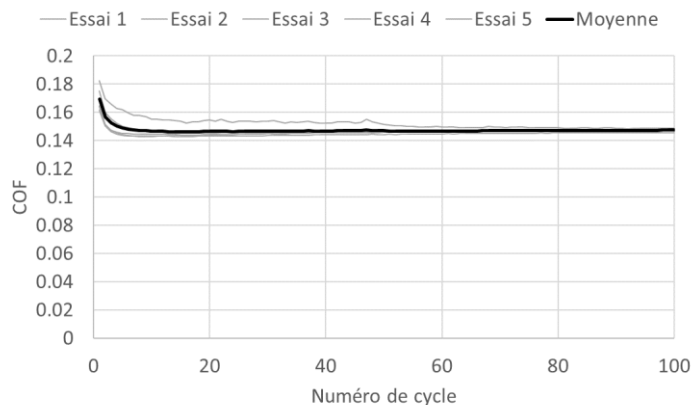


Figure 6 : Evolution du COF en fonction du cycle de frottement pour un angle de contact de 90° (fil A)

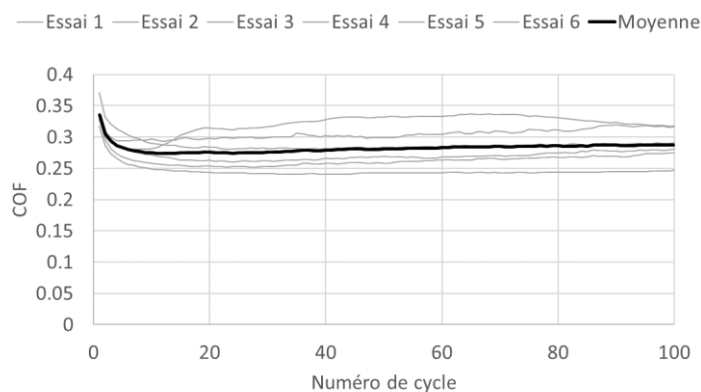


Figure 7 : Evolution du COF en fonction du cycle de frottement pour un angle de contact de 0° (fil A)

A l'échelle des fibres, l'allure est similaire, mais la variabilité est encore plus importante, la difficulté de mise en place des éprouvettes sur les porte-échantillons engendrent une incertitude sur l'angle de contact de quelques degrés. De plus, une analyse au MEB a montré qu'une usure de la couche d'ensimage se produisait lors des essais de frottement (Figure 8) [7]. Cette usure et les débris présents à la surface de la fibre justifient ces variations dans le coefficient de frottement apparent mesuré. Lors de la préparation des éprouvettes, les fibres sont extraites des fils et, à ce moment-là, la couche d'ensimage qui procure sa cohésion au fil, en liant les fibres doit être rompue. Nécessairement, cela doit engendrer des irrégularités à la surface des fibres testées.

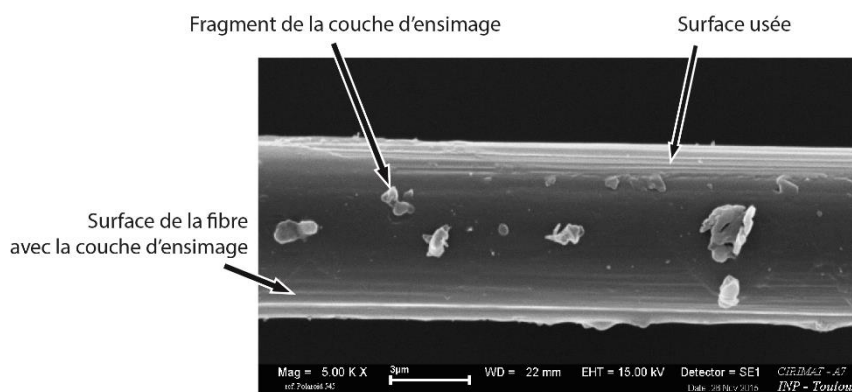


Figure 8 : Usure visible à la surface d'une fibre (A) à l'issue d'un test de frottement

3.3. Effet de l'ensimage

Afin d'étudier l'influence de l'ensimage sur le coefficient de frottement, les essais ont donc été réalisés sur les deux échantillons A et B.

En Figure 9 sont récapitulées les valeurs moyennes de COF mesurés lors du 1^{er} cycle de frottement à l'échelle de la fibre comme du fil pour les angles de contact choisis. Il est intéressant de noter que les valeurs à l'échelle du fil sont plus élevées traduisant le réarrangement fibreux qui se produit, augmentant la force tangentielle mesurée. Ce COF apparent est également toujours plus élevé pour la fibre B. Il est à noter que l'ensimage B maintient davantage les fibres accolées que l'ensimage A, donnant ainsi une cohésion plus grande aux fils ensimés avec B. En Figure 10, les résultats sont donnés pour le 100^{ème} cycle. La tendance est tout à fait similaire. Il est intéressant de noter que hormis pour les fils à 0° les écarts-types sont plus faibles que lors de l'analyse du premier cycle. Cela peut s'expliquer par le fait que la variabilité lors de la mise en place initiale des éprouvettes, a une influence sur le premier cycle qui s'atténue par la suite. Pour les fils à 0°, la tendance n'est pas la même. Les 2 éprouvettes en interaction s'interpénètrent au cours de l'essai, au fur et à mesure du réarrangement. L'effet des variations d'orientation des fibres et de leur cohésion (liée à l'ensimage) modifie l'interpénétration et donc, d'un essai à l'autre, le COF peut varier plus fortement au 100^{ème} qu'au premier cycle.

Cette tendance confirme les résultats sur fils uniquement obtenus par Mulvihill *et al.* [6], qui ont mis en évidence l'influence de l'ensimage sur le COF fil contre fil. Comme dans cette étude, la différence est plus visible lors des essais réalisés avec un angle de contact se rapprochant de 0°.

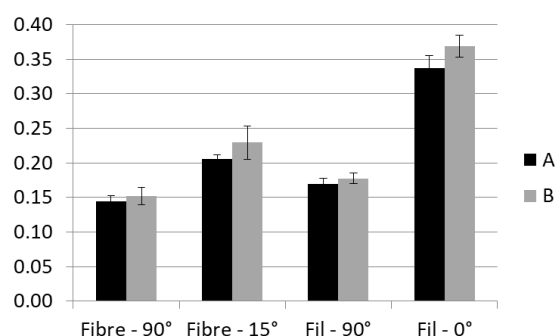


Figure 9 : COF moyen mesuré lors du 1^{er} cycle de frottement

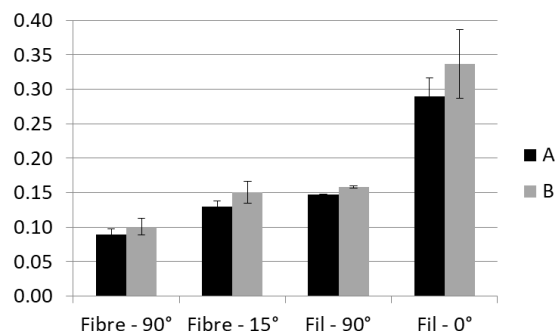


Figure 10 : COF moyen mesuré lors du 100^{ème} cycle de frottement

3.4. Effet du désensimage

Comme le montre la Figure 8, lors des essais de frottement, la présence d'ensimage influence le comportement au frottement des fibres dont le coefficient de frottement apparent. La fibre A a subi les 3 types de traitement de désensimage définis en 2.1. La Figure 11 représente les coefficients de frottement mesurés à l'issue de ces traitements lors des 1^{er} et 100^{ème} cycles. Il est intéressant de noter que la valeur mesurée est toujours plus faible après 100 cycles de frottement. L'analyse MEB des fibres a montré que le désensimage n'était pas toujours parfait laissant des résidus d'ensimage en surface, notamment pour le traitement au tétrahydrofur rincé 5 fois (THF5) (Figure 12). Par comparaison, avec le THF rincé 10 fois la surface de la fibre comporte peu de résidus d'ensimage. On peut ainsi en déduire que l'irrégularité de la surface, du fait de la présence de résidus d'ensimage, est à l'origine d'un frottement plus élevé. En revanche, un désensimage plus efficace engendre un COF plus faible (cas de la fibre A-THF10). Le traitement de désensimage à l'acétone a une efficacité intermédiaire.

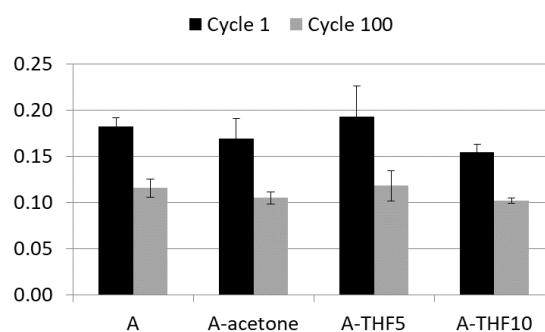


Figure 11 : COF moyen mesuré lors du 100^{ème} cycle de frottement

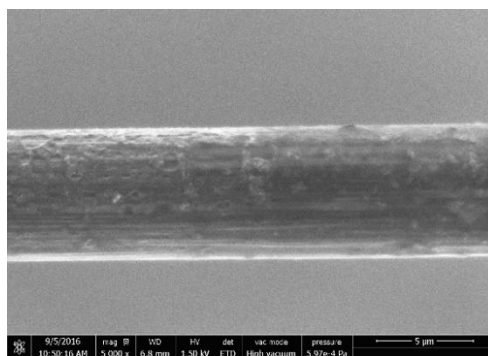


Figure 12 : Fibre désensimée par 5 rinçages au THF (A-THF5, image MEB en électron secondaire)

[12]

4. Conclusion

Cette étude expérimentale a mis en évidence l'influence de l'ensimage et du traitement de désensimage sur le frottement apparent entre deux fibres ou deux fils de carbone. L'étude a montré que pour les fibres à disposition présentant deux ensimages différents l'un présentait un frottement plus élevé. Ce résultat est obtenu aussi bien à l'échelle des fibres que des fils, et pour divers angles de contact lors du frottement. D'autre part, l'étude montre qu'un désensimage partiel tend à faire augmenter le frottement, des résidus d'ensimage restant à la surface de la fibre, alors qu'un ensimage mieux réalisé s'est traduit par une baisse du frottement.

Références

- [1] Decrette M, Mourad S, Osselin J-F, Drean J-Y. Jacquard UNIVAL 100 parameters study for high-density weaving optimization. *J Ind Text.* 2015;45(6):1603-18.
- [2] Cornelissen B, Rietman B, Akkerman R. Frictional behaviour of high performance fibrous tows: Friction experiments. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.* 2013;44:95-104.
- [3] Cornelissen B, de Rooij MB, Rietman B, Akkerman R. Frictional behaviour of high performance fibrous tows: A contact mechanics model of tow-metal friction. *Wear.* 2013;305(1-2):78-88.
- [4] Cornelissen B, de Rooij MB, Rietman B, Akkerman R. Frictional behavior of carbon fiber tows: a contact mechanics model of tow-tow friction. *Text Res J.* 2014;84(14):1476-88.
- [5] Chakladar ND, Mandal P, Potluri P. Effects of inter-tow angle and tow size on carbon fibre friction. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.* 2014;65:115-24.
- [6] Mulvihill DM, Smerdova O, Sutcliffe MPF. Friction of carbon fibre tows. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.* 2017;93:185-98.
- [7] Tournalonias M, Bueno M-A, Poquillon D. Friction of carbon tows and fine single fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.* 2017;98:116-23.
- [8] Rudov-Clark S, Mouritz AP, Lee L, Bannister MK. Fibre damage in the manufacture of advanced three-dimensional woven composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.* 2003;34(10):963-70.
- [9] Lefebvre M, Francois B, Daniel C. Influence of high-performance yarns degradation inside three-dimensional warp interlock fabric. *J Ind Text.* 2012;42(4):475-88.
- [10] Lee B, Leong KH, Herszberg I. Effect of Weaving on the Tensile Properties of Carbon Fibre Tows and Woven Composites. *J Reinf Plast Compos.* 2001;20(8):652-70.
- [11] Durville D. Contact Modelling in Entangled Fibrous Materials. In: Zavarise G, Wriggers P, editors. *Trends in Computational Contact Mechanics: Springer Berlin / Heidelberg;* 2011. p. 1-22.
- [12] Tournalonias M, Bueno M-A, Jordan C, Poquillon D. Influence of Wear on the Sizing Layer and Desizing of Single Carbon Fibre-to-Fibre Friction. *Wear.* 2018;402-403:64-70.