
Caractérisation microstructurale des composites par les techniques de fractographie et tomographie X

L'objet de ce volet est de décrire les effets des interactions charge/matrice ainsi que l'impact des défauts microstructuraux sur les mécanismes d'endommagement et de rupture rencontrés précédemment. Les deux principales méthodes d'investigation sont le MEB conventionnel pour les faciès de rupture des échantillons fracturés et la tomographie aux rayons X.

4.1 Caractérisation microstructurale par fractographie

Une part importante de notre travail a été consacrée à la caractérisation de l'endommagement et de la rupture des échantillons élaborés par les deux différentes méthodologies (*M1* et *M2*). En ce qui concerne cette partie, nous allons principalement effectuer des observations de la surface fracturée des échantillons avec la fraction massique la plus élevée de la poudre du lubrifiant, c.-à-d. essentiellement pour les composites élaborés avec un taux maximum de 10% de graphite ou bien de MoS₂. Pour cela, la microscopie électronique à balayage s'est imposée comme étant un outil indispensable à l'observation des surfaces de fracture. Le contraste obtenu en électrons secondaires assure la visualisation des différents reliefs ainsi que la distinction des différentes causes de la rupture.

La figure 4.20 présente quelques clichés obtenus avec les composites en PC directement injectés. Les micrographies montrent une morphologie bi-phasique avec une phase continue en PC et une phase dispersée des charges. Dans les deux cas, on aperçoit le lubrifiant solide sous forme de plaquettes (isolées dans le cas du MoS₂). Toutefois, elles ne sont que très peu adhérentes à la matrice car, soit elles sont déchaussées lors de la fracture, soit manifestement seulement insérées dans les évidements de plus grandes dimensions. Le faciès de fracture présente de grandes zones lisses uniformes. Dans le cas du graphite, on peut faire les mêmes constatations sur l'adhérence matrice / particules. Cependant, on note des amas de particules, ainsi qu'un faciès de rupture plus tourmenté avec des zones de fractures plus petites. Enfin, dans le cas du graphite, on note également la présence de cavités. Ce phénomène de microvides peut être la cause de la fragilité excessive rencontrée précédemment dans les tests de traction avec les composites en PC/Gr (Ginsac, 2011). Des déchirures plus au moins étendues et profondes apparaissent clairement entre la charge et la matrice dans les différentes micrographies. Les contraintes internes provoquées dans le matériau favorisent la rupture partielle ou bien complète de la liaison matrice/particule ainsi que l'apparition de fractures interfaciales dans le composite. Notons aussi que les particules du lubrifiant ont tendance à s'agréger dans certaines régions. Ce phénomène est aussi bien observé avec les particules de graphite qu'avec celles du MoS₂.

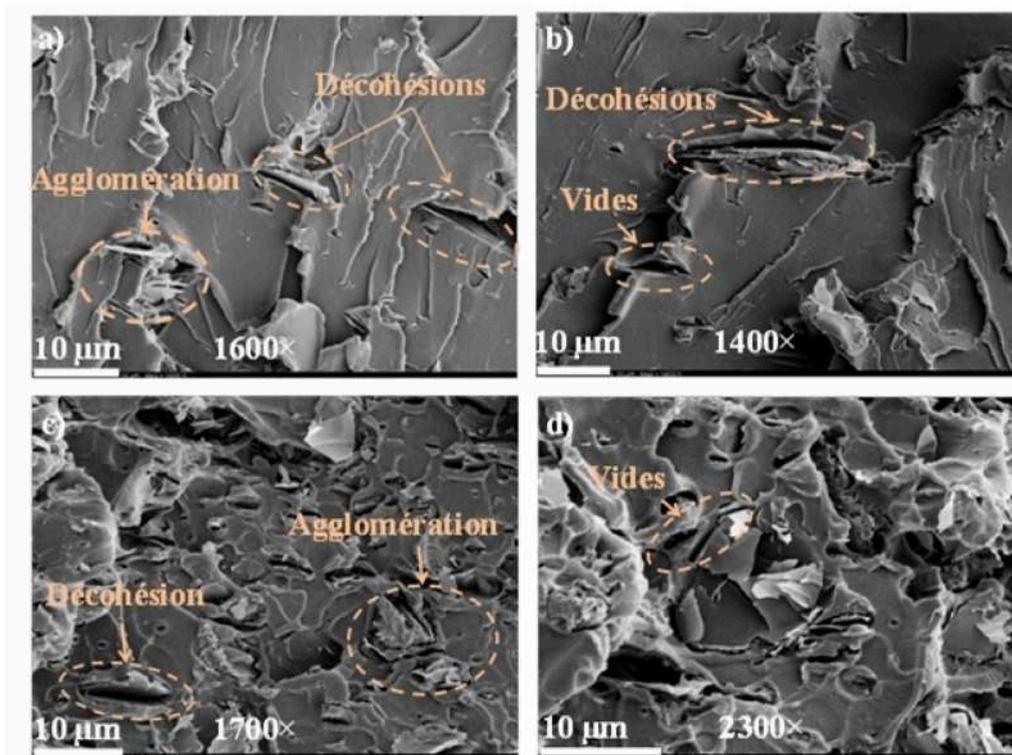


Figure 4.20 Clichés de MEB effectués sur les composites en PC injectés directement (*M1*) à 10% en masse de (a) et (b) MoS_2 , (c) et (d) graphite

La figure 4.21 montre les micrographies MEB des surfaces fracturées pour les composites en PC chargés de 10% en masse de poudre de lubrifiant traitée, ces composites étant élaborés par la seconde méthodologie *M2*. Les photos relèvent une meilleure dispersion des particules dans les deux types de composite (visibles surtout dans les photos 4.21 b et c). Par ailleurs, nous remarquons aussi que l'intensité des phénomènes rencontrés dans les micrographies précédentes en termes de ruptures interfaciales et micro-vides s'est adoucie d'une manière satisfaisante. Nous avons noté également que les reliefs rencontrés précédemment sur la surface du composite en PC/Gr directement injecté se sont atténués. L'état de surface de ce dernier composite est devenu proche de celui observé avec les composites en PC/ MoS_2 (Figure 4.21 a et b). La quasi-absence de micro-vides, présentant l'emplacement des particules détachées, et la diminution de l'intensité des interstices entre les charges et la matrice en PC suggèrent qu'une amélioration de l'adhésion s'est produite à l'interface charge/matrice. Il en suit que les propriétés mécaniques et la résistance à la rayure des composites sont nettement améliorées en les comparant aux composites en PC directement injectés (Méthodologie *M1*).

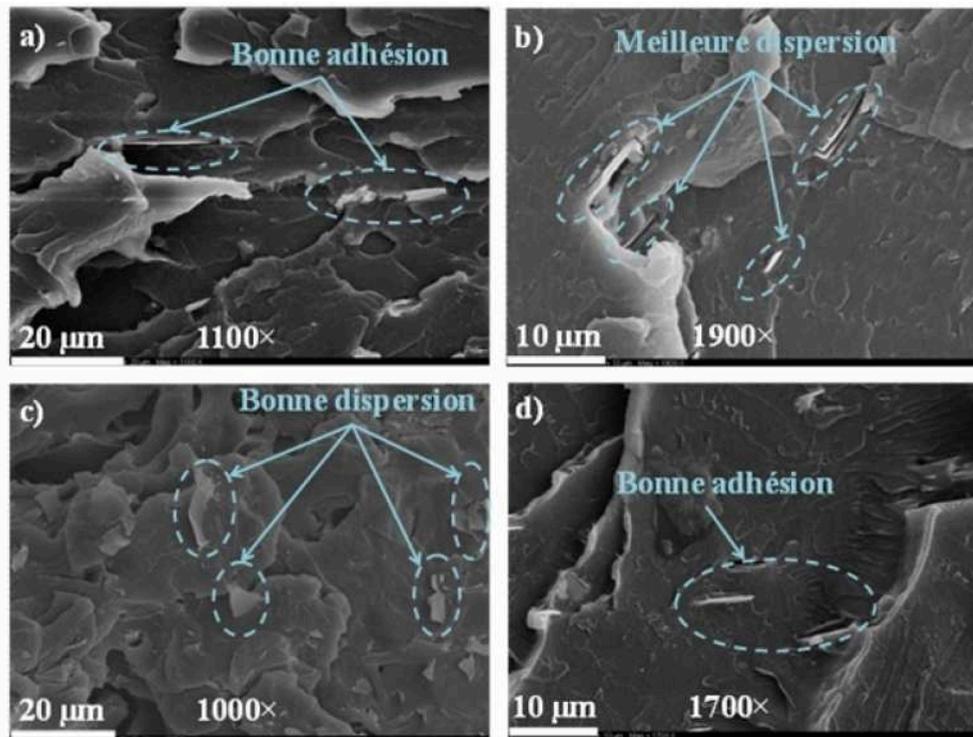


Figure 4.21 Clichés de MEB effectués sur les composites en PC à 10% en masse de poudre traitée de (a) et (b) MoS_2 , (c) et (d) graphite (Méthodologie M2)

La figure 4.22 montre quelques clichés obtenus de la surface fracturée des composites en PA à 10% massique de poudre de lubrifiant solide non traitée (Méthodologie M1). Pareillement au cas des composites en PC injectés directement, les composites en PA montrent la présence de vides qui correspondent à la place des plaquettes du lubrifiant arrachés. Les vides pourraient correspondre à une dilatation volumique de la matrice en PA suite à l'initiation de contraintes de cisaillement à l'extrémité des craquelures (Man, 2003). On note aussi l'existence de décohésions entre les particules du lubrifiant solide et la matrice qui sont le signe d'une faible adhésion à l'interface (Pan et *al.*, 1988). Dans ce même contexte, les études antérieures ont montré que la morphologie de la surface des craquelures est fortement dépendante des conditions interfaciales et qu'elle est le résultat d'une rupture adhésive ou bien cohésive (Chamis, 1974). Dans notre cas, les informations dégagées montrent clairement que nous assistons à une rupture adhésive interfaciale charge/matrice. Les particules agglomérées de la photo 4.22-c sont le signe d'une mauvaise dispersion. Pareillement, nous remarquons clairement que la surface fracturée du composite en graphite présente un volume important de porosités et de vides. Ceci met bien en évidence les propriétés mécaniques et micromécaniques dégradées obtenues avec les composites en graphite dues à ces deux effets combinés.

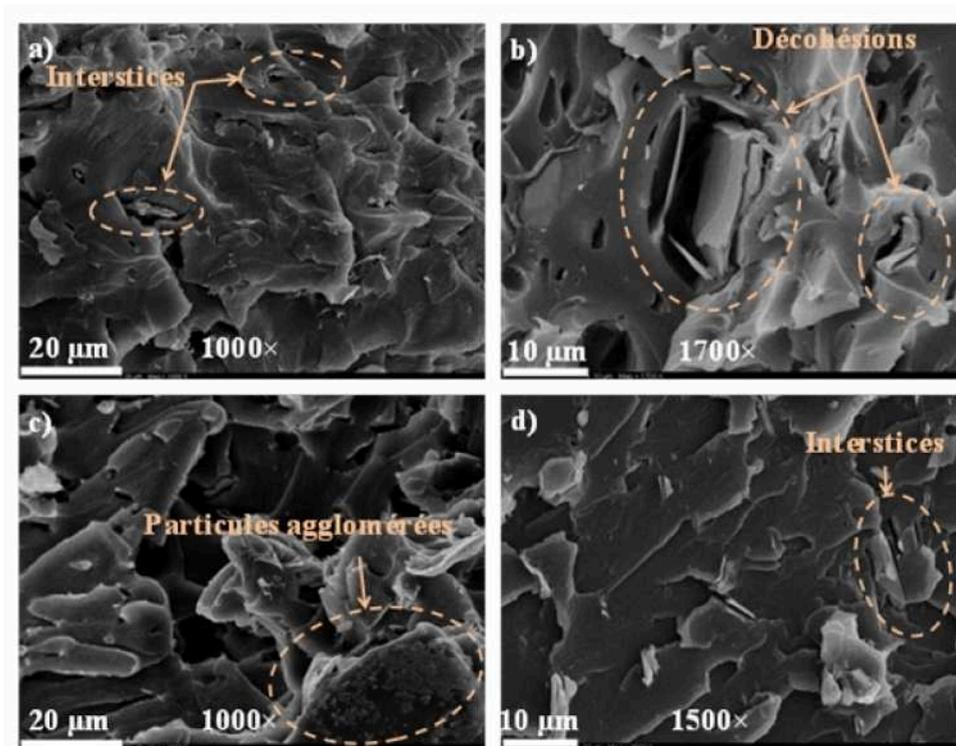


Figure 4.22 Clichés de MEB effectués sur les composites en PA injectés directement (*M1*) à 10% en masse de (a) et (b) MoS_2 , (c) et (d) graphite

Les clichés du MEB obtenus pour les composites en PA 6-6 avec une poudre de lubrifiant traitée (méthodologie *M2*) révèlent la présence de quelques imperfections observées sur la surface fracturée des échantillons. La figure 4.23-a montre clairement une décohésion à l'interface charge/matrice. À un plus fort grossissement, nous observons une fissure qui se propage du côté d'une décohésion interfaciale. En revanche, nous assistons aussi à la présence de quelques particules résistantes qui adhèrent bien à leur matrice. La micrographie MEB de la fracture du composite à 10% en masse de graphite montre la présence d'une bonne dispersion des particules de graphite au sein de la matrice. La densité des porosités observées précédemment (Méthodologie *M1*) est moindre dans ce cas. Un plus fort grossissement de la fracture montre une rupture interfaciale entre la particule de graphite et la matrice en PA, néanmoins, cela n'exclut pas le fait de bien avoir des particules adhérentes au sein de notre composite (Figure 4.23 d). Ces données montrent que nous assistons à une amélioration de la dispersion des particules avec la méthodologie *M2*. L'impact du traitement des poudres du lubrifiant sur les propriétés d'adhésion donne des résultats moins satisfaisants que ceux observés avec les composites en PC.

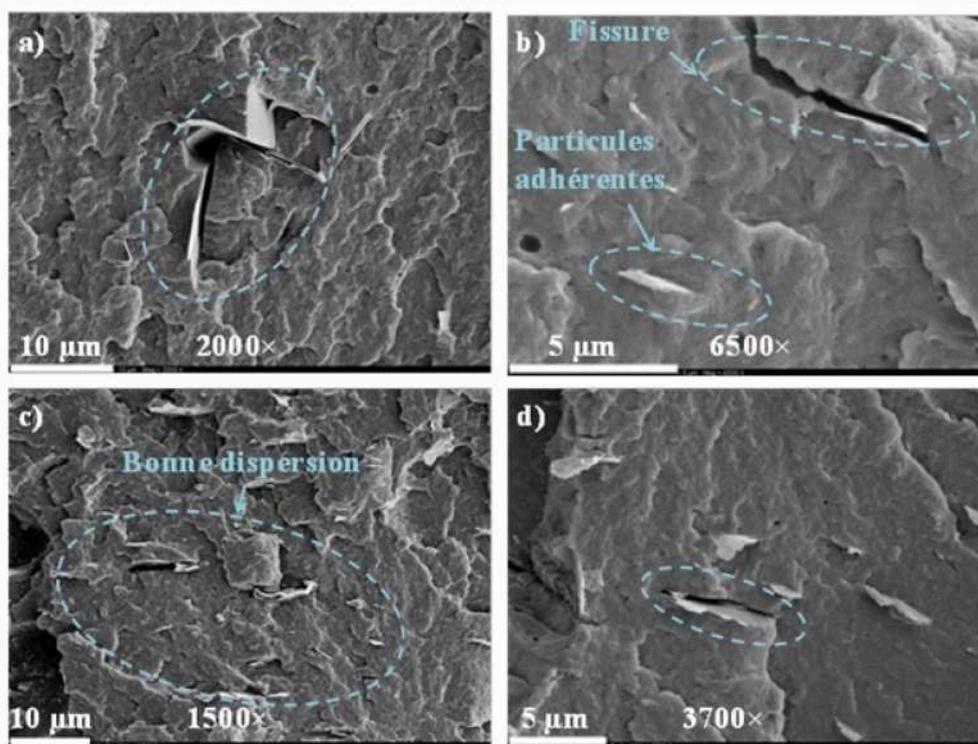


Figure 4.23 Clichés de MEB effectués sur les composites en PA à 10% en masse de poudre traitée de (a) et (b) MoS_2 , (c) et (d) graphite (Méthodologie M2)

Ainsi nous avons pu caractériser qualitativement les effets des interactions charge/matrice sur le faciès de fracture pour les différents composites élaborés à un pourcentage massique de 10%. Les résultats obtenus sont le fruit d'une simple observation visuelle des photos MEB, et restent de ce fait très subjectifs. Cependant, ils ont permis de dégager des tendances très nettes concernant l'influence du procédé d'élaboration sur l'adhésion interfaciale poudre de lubrifiant/matrice thermoplastique.

Une limitation de ces résultats est que nous n'avons pas pris en compte la surface effective du faciès de fracture, qui peut évoluer selon la microstructure et le mode de propagation de la fissure. Il faut également rester prudent sur l'interprétation des clichés vu le nombre important d'artefacts inhérents aux observations. Dans la partie suivante, on focalisera notre attention sur les résultats obtenus par la tomographie aux rayons X. Cette technique permet d'obtenir de manière non destructive les images tridimensionnelles de l'architecture interne de nos composites étudiés.

4.2 Caractérisation microstructurale par tomographie aux rayons X

Dans cette partie, on exposera le principe général de la tomographie aux rayons X, on traitera les différentes conditions expérimentales utilisées puis on présentera les principaux résultats obtenus avec cette technique.

Comme on l'a évoqué dans le deuxième chapitre (section 3.1.2), la tomographie constitue une technique de caractérisation reposant sur l'utilisation de radiographies qui tirent profit des propriétés d'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière et plus particulièrement de l'absorption du rayonnement par le matériau. Le principe de la tomographie, illustré sur la figure 4.24, consiste à combiner quelques centaines d'images obtenues par rotation de l'échantillon. Une reconstruction tridimensionnelle est réalisée grâce à un algorithme de « rétroprojection filtrée », qui détermine la valeur du coefficient d'atténuation en chaque point de l'échantillon à partir de l'ensemble des projections (Fallet, 2008). On obtient ainsi une image en trois dimensions des échantillons scannés.

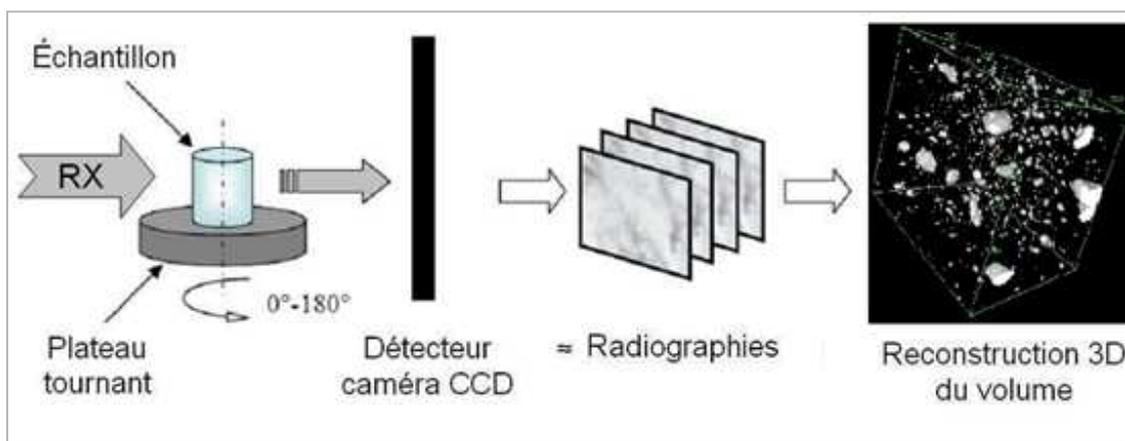


Figure 4.24 Schéma illustratif présentant le principe de reconstruction 3D par la technique de tomographie aux rayons X

Pour ces travaux nous avons opté pour une démarche consistant à établir un algorithme de reconstruction 3D qui permet d'obtenir un empilement de 650 coupes de l'échantillon. Pour l'acquisition des coupes tomographiques, nous avons utilisé les conditions opératoires suivantes :

- tension du tube à rayons X: 80 kV
- temps de pose : 333 ms
- résolution : 3 μm
- nombre de projections réalisées (par rotation de l'objet) : 1000.

Dans ces conditions la direction d'injection plastique est orthogonale aux images construites. Le temps de scan est d'environ 1 heure et la taille du fichier informatique contenant les images est de 1 Go.

Un bloc représentatif, d'un volume approximatif égal à 1 mm^3 , est ensuite découpé pour faire le traitement et l'analyse microstructurale. Pour chaque volume construit, le traitement des images brutes issues de la tomographie est le même le long de la caractérisation microstructurale, à savoir :

- un ajustement du contraste et de la brillance
- un filtrage des images
- une étape de seuillage qui aboutit à une image contenant deux phases parfaitement déterminées qui sont la matrice thermoplastique et les particules de lubrifiant solide
- et finalement, deux actions successives d'érosion et de dilatation 3D afin d'éliminer les voxels parasites.

Les analyses menées sont exclusivement qualitatives. Elles reposent sur une observation visuelle des images issues de la tomographie aux rayons X et fournissent des informations générales sur la microstructure des composites. Les constatations permettent notamment de donner une évaluation de la qualité des deux procédés d'élaboration employés.

Les figures qui suivent apportent des informations sur la microstructure des composites à une fraction massique de 10% de poudre de lubrifiant incorporée avec et sans étape de prétraitement. Chaque image 2D obtenue est caractérisée par des niveaux de gris. Les parties de faible niveau de gris représentent la matrice, alors que les parties de niveau de gris élevé représentent les porosités, de même, les zones les plus claires (voire de couleur blanche) représentent les particules de lubrifiant solide.

La figure 4.25 montre les composites en PC à 10% en masse de poudre de lubrifiant. Conformément à leur procédé d'élaboration respectif, les images 2D des composites élaborés par injection directe montrent l'existence de nombreuses porosités sévèrement dispersées sur la totalité de l'empilement considéré. Les observations indiquent que certains pores enveloppent les particules de lubrifiant ce qui reflète une mauvaise cohésion charge-matrice. À l'inverse, nous remarquons très peu de pores dans les composites obtenus par le second procédé d'élaboration. Les bulles d'air entourant les particules ont quasiment disparu.

Les visualisations tridimensionnelles montrent une agglomération d'un grand nombre de particules de MoS_2 dans le bloc représentatif du composite en PC injecté directement. En contre partie, celui obtenu avec le composite élaboré par la seconde méthodologie montre une

atténuation du phénomène d'agglomération. Nous remarquons de même une meilleure dispersion des particules de graphite au sein du composite élaboré avec la méthodologie M2.

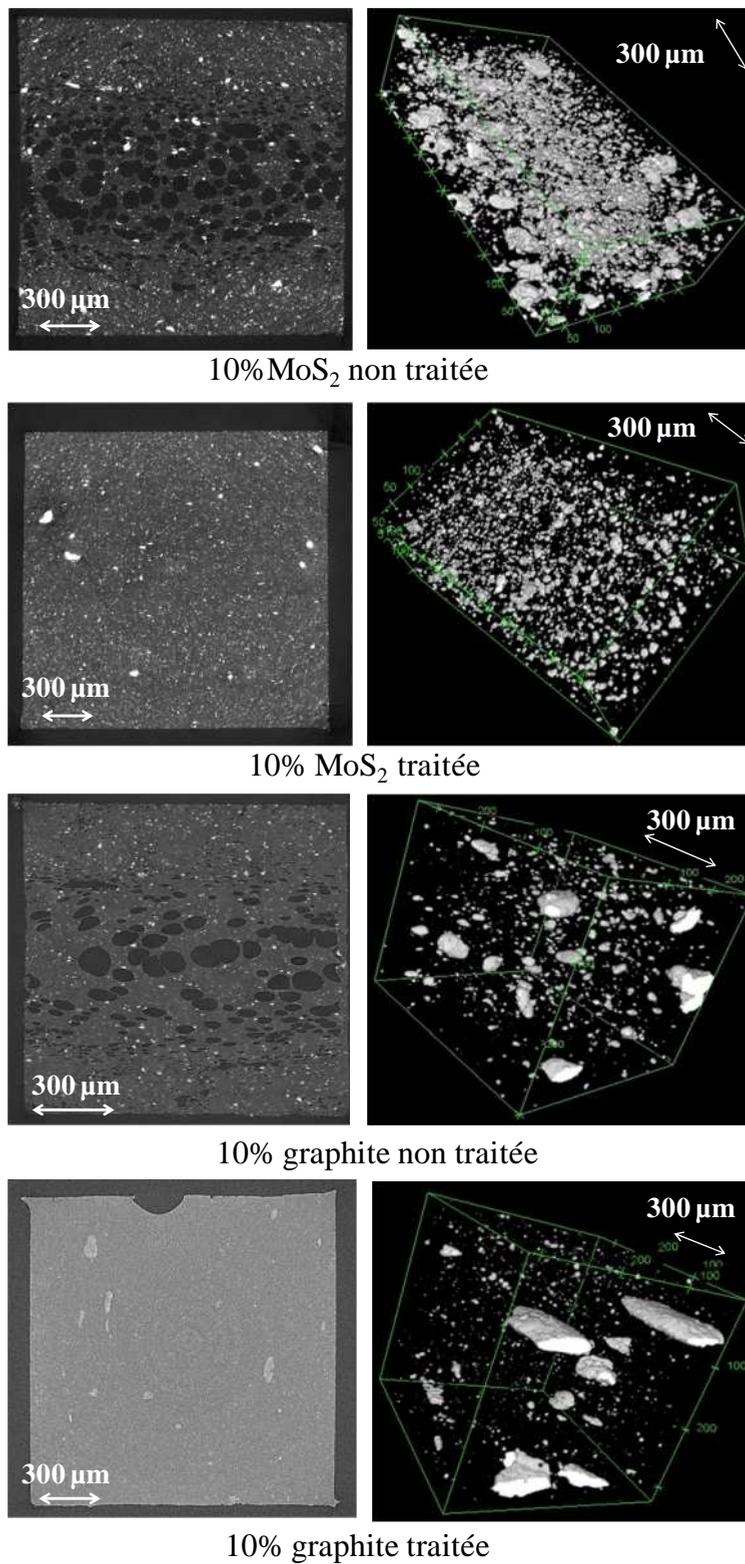


Figure 4.25 Visualisation tomographique des composites en PC à 10% en masse de poudre de lubrifiant. Coupes 2D (droite) et images 3D des échantillons (gauche)