

Interphase des composites biosourcés : Exploration nanomécanique par AFM PF-QNM

I. Arafat^{1(*)}, G. Colas¹, L. Boubakar¹, V. Placet¹ et F. Boutenel¹

1 : Université Marie et Louis Pasteur, SUPMICROTECH, CNRS, Institut FEMTO-ST, F-25000 Besançon, France

(*) israa.arafat@femto-st.fr

L'AFM en mode PF-QNM a été utilisée pour sonder les propriétés élastiques locales de matériaux composites à fibres de lin et matrice époxy. En particulier, l'interface fibre/matrice, qui est le siège de nombreux phénomènes complexes inexplorés à l'heure actuelle, a été investiguée. Des cartographies du module d'élasticité ont été tracées, permettant de mettre en évidence un gradient de module élastique au niveau d'une zone de transition d'épaisseur variant entre 80 et 120 nm.

Mots-Clés – Fibres de lin, Module DMT, Zone de transition, Gradient de propriétés.

RESUME

L'interface fibre/matrice de matériaux composites biosourcés, intégrant des fibres végétales en tant que renforts, joue un rôle important sur la performance à l'échelle macroscopique du matériau composite. En effet, les transferts de charge de la matrice au renfort fibreux se font au niveau de cette zone [1]. Par ailleurs, au moment de l'intégration des renforts fibreux dans le matériau composite, des interactions ont lieu entre la fibre et la matrice au niveau de l'interface [2] et peuvent conduire à la formation d'une zone de transition à gradient de propriétés mécaniques entre la fibre et la matrice, nommée interphase [1]. Ces phénomènes sont supposés être davantage accentués dans le cas de fibres végétales, étant donné leur nature organique et leurs variabilités intrinsèques.

L'existence d'une zone d'interphase de très faible épaisseur (quelques dizaines de nanomètres à 1 μm) a déjà été prouvée dans le cas de fibres de verre enduites d'un ensimage [3]. À l'heure actuelle, peu de travaux ont étudié la formation d'une zone d'interphase dans le cas de composites à fibres végétales. Les travaux existants suggèrent son existence dans les parois externes de fibres de lin [4], mais restent peu concluants quant à l'épaisseur réelle de cette zone, et n'en étudient pas les propriétés mécaniques.

Par ailleurs, les études menées sur les composites à fibres de verre reposent généralement sur des techniques telles que la nanoindentation où les échelles étudiées, ainsi que les artefacts de mesure et les erreurs d'interprétation dues aux méthodes de post-traitement telles que l'interpolation peuvent être questionnées. La Microscopie à Force Atomique en mode *PeakForce Quantitative Nanomechanical Mapping* (AFM PF-QNM) est une technique récemment utilisée pour déterminer les propriétés mécaniques locales, aux petites échelles, de matériaux fibreux. Elle a notamment permis d'identifier des gradients de propriétés dans les parois de fibres de lin [5]. L'avantage de cette technique réside dans l'obtention de cartographies de propriétés mécaniques locales, à des échelles nanométriques, sans recours à des méthodes d'interpolation.

Le but de notre étude est d'appliquer l'AFM PF-QNM afin d'explorer, à une résolution nanométrique, les propriétés locales des différentes zones d'un matériau composite à fibres de lin et matrice époxy.

Des échantillons de composites unidirectionnels (UD) ont été considérés dans le cadre de cette étude. Des plis UD de fibres de lin (FlaxTapeTM, Ecotechnilin, France) ont été utilisés, avec un système époxydique (Sicomine, France) à base d'une résine époxy partiellement biosourcée (SRGreenPoxy56) et d'un durcisseur de type amine (SD7561), dans la proportion massique 100:37. Un ultramicrotome Leica Ultracut E (Leica Microsystems, Autriche) muni d'un couteau

diamant (DIATOME, Suisse) a été utilisé dans le but d'obtenir un état de surface compatible avec les exigences des mesures AFM.

Les mesures AFM ont été réalisées, à conditions ambiantes, sur un dispositif AFM Bruker Icon 5 (Bruker, France). Plusieurs pointes ont été utilisées. Une pointe SCANASYST-AIR pour réaliser des cartographies de topographies à haute résolution. Pour la cartographie des propriétés mécaniques, les pointes suivantes ont été utilisées : RTESPA-525-30 pré-calibrée par Bruker, de 32 nm de rayon de pointe et de raideur de levier de 305,91 nN/m. La mesure est réalisée à charge constante de 200 nN, dans le domaine élastique. Un point de mesure est acquis tous les 20 nm. Ainsi qu'une pointe RTESPA-300 calibrée selon la méthode de Sader (<https://sadermethod.org/>) de 5 nm de rayon de pointe et 34,73 nN/m de raideur de levier, pour cartographier les propriétés nanomécaniques de l'interphase. Un point de mesure est acquis tous les 3 nm, avec une force maximale de 30 nN.

La sensibilité des pointes a été calibrée sur un échantillon de Saphir de référence fourni par Bruker. Une fréquence de 2 kHz a été choisie pour la réalisation des essais. Des cartographies du module d'élasticité calculé par l'approche Derjaguin-Muller-Toporov (DMT) [6] sont présentées en Fig. 1.

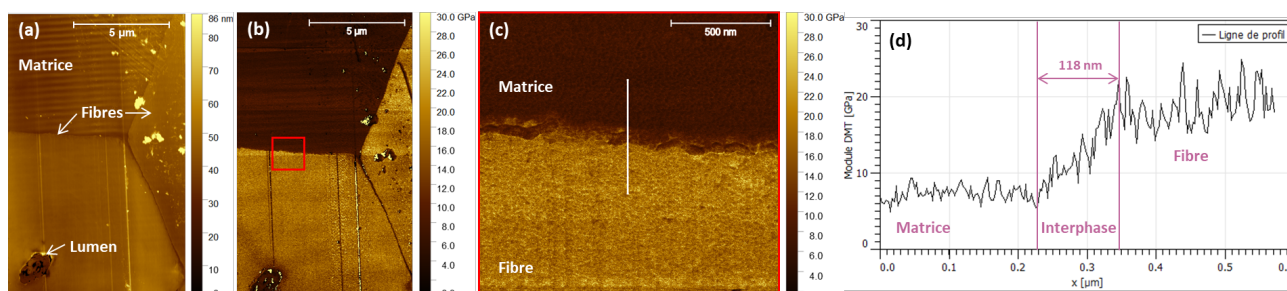


Figure 1 – (a) Topographie et (b) Module DMT des différentes zones d'un matériau composite UD lin/époxy. (c) est la cartographie du module DMT de la zone indiquée par un carré rouge dans (b), et (d) représente l'évolution du module DMT sur la ligne de profil tracée sur la figure (c).

Une valeur moyenne de $7,1 \pm 1,23$ GPa a été mesurée pour la matrice tandis que cette valeur s'élève à $17,2 \pm 3,24$ GPa pour la fibre (Fig. 1-b), ce qui est en accord avec les valeurs trouvées dans la littérature [5]. Il a également été possible d'identifier une zone de transition à gradient de module, d'épaisseur entre 80 et 120 nm (Fig. 1-c et d). À noter que la topographie locale ne semble pas affecter significativement la mesure. Davantage d'essais devront être réalisés afin de confirmer les résultats obtenus.

Remerciements

Ces travaux, réalisés dans le cadre d'une thèse financée par une bourse ministérielle MESRI, bénéficient du soutien financier de la Région Bourgogne-Franche-Comté, de SUPMICROTECH et du CNRS. Ces recherches ont également été menées dans le cadre de la Graduate School EIPHI (ANR-17-EURE-0002).

Les auteurs de cet article souhaitent aussi remercier Joël Michel et Laure Avoscan (Plateforme DimaCell, INRAE BFC, Dijon, France) pour la préparation des échantillons à l'ultramicrotome.

Références

- [1] S. Huang et al., *Characterization of interfacial properties between fibre and polymer matrix in composite materials – A critical review*, Journal of Materials Research and Technology, **13**, pages 1441-1484, 2021.
- [2] N. Canavy et al., *Influence of flax fibers on epoxide-amine composites: Energetics of interphase formation*, Polymer, **254**, 125047, 2022.
- [3] S. K. Khanna, et al., *Investigation of Nanomechanical Properties of the Interphase in a Glass Fiber Reinforced Polyester Composite Using Nanoindentation*, ASME. Journal of Engineering Materials and Technology, **125**, pages 90-96, 2003.
- [4] A. Le Duigou et al., *Interfacial properties of flax fibre–epoxy resin systems: Existence of a complex interphase*, Composites Science and Technology, **100**, pages 152-157, 2014.
- [5] O. Arnould et al., *Better insight into the nano-mechanical properties of flax fibre cell walls*, Industrial Crops and Products, **97**, pages 224-228, 2017.
- [6] B. Derjaguin et al., *Effect of Contact Deformations on the Adhesion of Particles*, Journal of Colloid and Interface Science, **53**, 1975, pages 314-326.