



**HAL**  
open science

## Etude par microtomographie aux RX de la fatigue thermique d'un composite tissé 3D orthogonal (3DNCOW)

Marie-Christine Lafarie-Frénot, Raquel Antoranz-Gonzalez, Yannick Pannier, Marco Gigliotti, Stepan Lomov

► **To cite this version:**

Marie-Christine Lafarie-Frénot, Raquel Antoranz-Gonzalez, Yannick Pannier, Marco Gigliotti, Stepan Lomov. Etude par microtomographie aux RX de la fatigue thermique d'un composite tissé 3D orthogonal (3DNCOW). Journées Nationales sur les Composites 2017, École des Ponts ParisTech (ENPC), Jun 2017, 77455 Champs-sur-Marne, France. hal-01621629

**HAL Id: hal-01621629**

**<https://hal.science/hal-01621629>**

Submitted on 23 Oct 2017

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## Etude par microtomographie aux RX de la fatigue thermique d'un composite tissé 3D orthogonal (3DNCOW)

*Thermal fatigue of non-crimp 3D orthogonal woven composite (3DNCOW) studied by micro-CT*

M.C. Lafarie-Frenot<sup>1</sup>, R. Antoranz Gonzalez<sup>1</sup>, Y. Pannier<sup>1</sup>, M. Gigliotti<sup>1</sup>,  
S. V. Lomov<sup>2</sup>

1 : Institut Pprime, CNRS, ISAE-ENSMA, Université de Poitiers,  
F-86962 Futuroscope Chasseneuil, France  
e-mail : marie-christine.lafarie @ensma.fr

2 : Department of Materials Engineering, KU Leuven,  
Kasteelpark Arenberg, 44, B-3001 Leuven, Belgium

### Résumé

Ce travail présente une étude expérimentale de la fatigue par cyclage thermique d'un composite tissé 3D à fibres de carbone et à matrice époxy. Des échantillons de différentes tailles (correspondant à 1\*1 ou 2\*2 motifs élémentaires) ont subi 1400 cycles (-50°C/50°C). Des images tomographiques aux RX ont été acquises, traitées et segmentées afin de pouvoir analyser la fissuration matricielle induite par ces cycles thermiques. Les observations font apparaître un site privilégié d'amorçage de fissures matricielles, à proximité des fils orthogonaux et dans leur zone de forte courbure, et ce quelle que soit la taille de l'échantillon. La fatigue thermique se traduit ensuite par une multiplication de ces fissures matricielles et par leur propagation dans l'épaisseur de l'échantillon.

### Abstract

This work presents an experimental study of a fatigue phenomenon induced by thermal cycling of a 3D woven composite with carbon fibers and an epoxy matrix. Samples of different sizes (corresponding to 1\*1 or 2\*2 elementary patterns) underwent 1400 thermal cycles (-50°C/50°C). Tomographic RX images were acquired, processed and segmented in order to analyze the matrix cracking induced by these thermal cycles. The observations reveal a favored site for the initiation of matrix cracks, close to the orthogonal yarns and in their zone of strong curvature, whatever the size of the sample. The thermal fatigue then results in a multiplication of these matrix cracks and by their propagation in the thickness of the sample.

**Mots Clés :** cyclage thermique, fissuration matricielle, micro tomographie RX

**Keywords :** thermal cycling, matrix cracking, X-ray micro CT

## 1. Introduction

L'une des tendances actuelles pour la réalisation de pièces composites structurales et légères, est la recherche de technologies de fabrication « hors autoclave », permettant d'atteindre des propriétés équivalentes à celles des stratifiés obtenus à partir de préimprégnés, tout en réduisant le coût et le temps de fabrication. Un tel procédé, le VARTM (Vacuum Assisted Resin Transfer Molding), est ainsi développé pour la fabrication de structures composites à partir de diverses préformes textiles sèches et de leurs assemblages. Parmi les technologies récentes de fabrication textile de la préforme, la méthode de tissage orthogonal 3D née à North Carolina State University [1] a gagné l'intérêt croissant de l'industrie dans la dernière décennie. Comme décrit dans [1,2], elle permet la production à l'échelle industrielle de préformes 3D épaisses, sans soudure, sur une machine à tisser entièrement automatisée. Les matériaux et structures composites ayant un tel renforcement présentent une bonne résistance au délaminage grâce à la présence de fils dans l'épaisseur. En outre, en raison de l'absence de fil de sertissage dans le plan, les préformes 3DNCOW (pour 3D Non Crimp Orthogonal Woven) possèdent des torons de chaîne et de trame bien alignés dans le plan X,Y. Cette particularité ainsi que la faible abrasion entre les torons lors de la fabrication de la préforme, confèrent à ce composite des valeurs de modules et de résistances à la rupture en traction dans le plan, supérieures à celles de composites 3D interlock [2-4].

Faisant suite à des travaux antérieurs sur le comportement en traction quasi statique et en fatigue d'un composite 3DNCOW à fibres de carbone et à matrice époxy [4, 5], les objectifs de cette étude

sont de comprendre les processus d'endommagement de ce même matériau lorsqu'il est soumis à des cycles thermiques (-50°C/50°C). Les résultats obtenus sur des échantillons représentatifs de un ou de deux motifs élémentaires montrent où, quand, et comment s'amorcent et se multiplient des microfissures matricielles au cours des cycles thermiques. Ces analyses sont effectuées grâce à la reconstruction de scans RX d'échantillons suivis (retirés à différents nombres de cycles de l'enceinte thermique), et au développement de traitements d'images spécifiques dans l'objectif d'individualiser les différents torons de fibres selon leur orientation, la matrice, les porosités, et les fissures ainsi que de mesurer certaines de leurs caractéristiques.

## 2. Matériaux et conditions expérimentales

### 1.1 Echantillons et architecture

Le matériau étudié est un composite à base de carbone/époxy (3WEAVE®) fabriqué par 3TEX, Inc. à l'aide du procédé VARTM.

Un schéma d'une cellule élémentaire du composite étudié est donné figure 1. La cellule unitaire (UC) de la préforme fibreuse est composée de trois couches de chaîne (warp sur la fig.1), de quatre couches de remplissage (Fill) et d'un fil orthogonal « Z » (Z yarn) entre chacune des colonnes de chaîne.

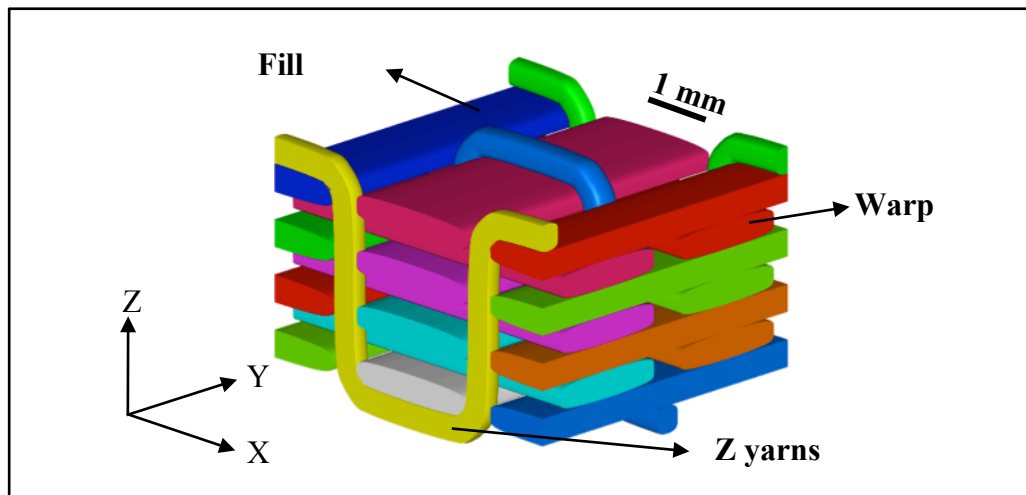


Figure 1 : Représentation schématique de la cellule unitaire du composite tissé 3D étudié

Les dimensions de cette cellule unitaire ont été déterminées expérimentalement : 5,11 mm dans la direction chaîne et 4,23 mm dans le sens de remplissage, tandis que son épaisseur varie entre 2,64 et 2,75mm. La fraction volumique de fibres moyenne a été estimée à 51,1%. Une température de transition vitreuse de 56°C a été obtenue par DSC. Des échantillons ont été découpés dans la plaque selon des dimensions correspondant à une (« 1\*1 UC ») ou à deux cellules unitaires (« 2\*2 UC »). Ces échantillons ont subi 1400 cycles thermiques (-50°C/+50°C), avec des vitesses de chauffage et de refroidissement de 4°C/min. Ils ont été retirés de l'enceinte thermique régulièrement et observés par micro tomographie RX afin de caractériser l'évolution de la fissuration en fonction du nombre de cycles.

### 1.2 Tomographie et traitement d'images

Pour cette étude le micro tomographe du laboratoire (UltraTom CT scanner de RX-Solutions) a été configuré et réglé pour obtenir une résolution de 8,34 µm/pixel identique pour tous les échantillons. Un exemple de coupe obtenue pour un échantillon 1\*1UC est présenté en figure 2, ainsi qu'un histogramme des niveaux de gris correspondants. On distingue deux pics bien différenciés : le

premier correspond aux porosités et à l'air extérieur. Comme dans ce type de composite les densités de la résine époxy et des torons de carbone sont très voisines, le second pic est moins bien défini avec une légère dissymétrie associée à la matrice légèrement plus foncée. Les niveaux de gris correspondant aux fissures se situent entre ces deux pics.

Si la segmentation des porosités dont les niveaux de gris sont clairement séparés s'est avérée facile, celle des fissures est beaucoup plus problématique. Pour cette raison une procédure de segmentation semi manuelle a été utilisée pour caractériser l'évolution des fissures au cours du cyclage thermique. Dans cette procédure, quelques points sont sélectionnés par inspection visuelle dans chaque fissure isolée et sur plusieurs coupes dans l'épaisseur de l'échantillon. Ensuite, un algorithme de croissance de région sélectionne automatiquement les voxels connectés dans une plage définie.

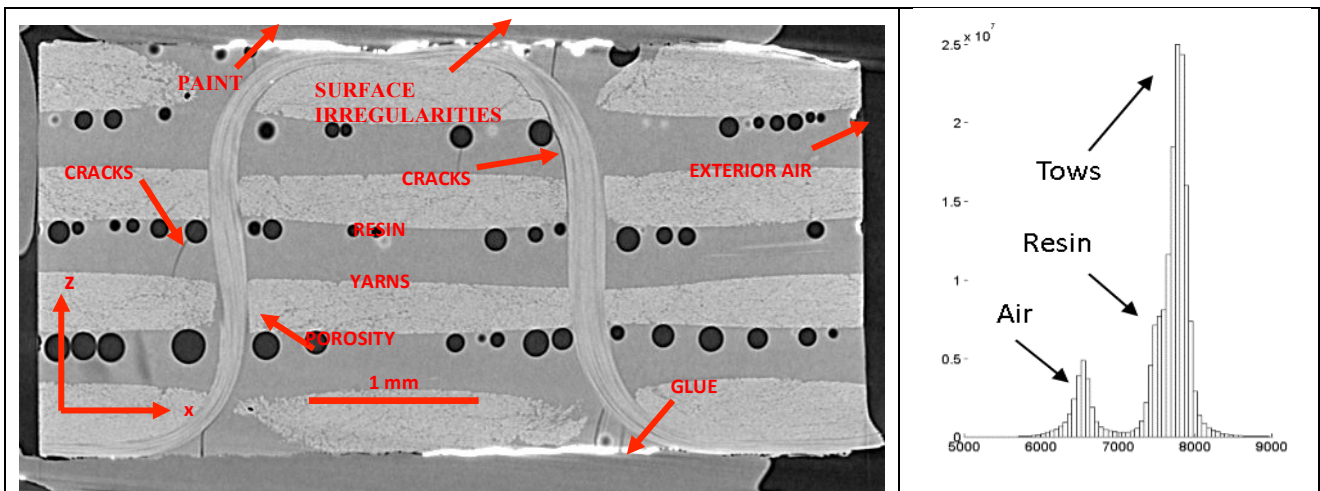


Figure 2 : Coupe 2D d'un échantillon IUC, obtenue après reconstruction et histogramme des niveaux de gris correspondants.

Sur la Figure 3, on peut voir une coupe 2D avant la segmentation des fissures : deux détails de fissures sont montrés (Fig. 3a et 3c) afin de faciliter la compréhension des critères choisis pour détecter les fissures une fois segmentées. Les mêmes détails après la segmentation (fissures en bleu) sont affichés de façon à visualiser ce qui a été considéré comme des fissures lors de l'étude.

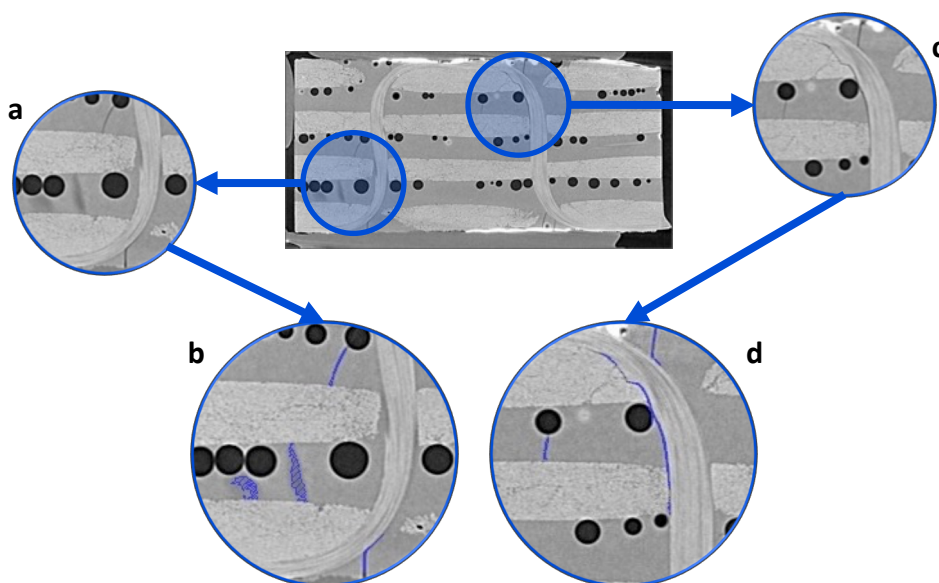


Figure 3 : Exemples de segmentation de fissures (en bleu après segmentation) sur une coupe 2D.

### 3. Résultats

#### 1.1 Porosité

Deux types de porosité ont été identifiés :

des pores de géométrie sphérique présents dans les poches de résine et dont le diamètre est compris entre 0,08-0,3 mm

des porosités sous forme d'« aiguilles », essentiellement présentes dans les torons de chaîne, de longueur difficilement mesurable et de diamètre compris entre 0,025-0,05mm.

Quoiqu'on observe sur certaines coupes de nombreux pores, leur fraction volumique globale dans les échantillons reste faible, de l'ordre de 1% (Tab. 1)

Taille	% $V_{fp}$	Resolution
1*1 UC	0,99 ± 0,06	8,34 $\mu$ m
2*2 UC	0,85 ± 0,03	8,34 $\mu$ m

Tab. 1: Fraction volumique de porosités dans les échantillons « 1\*1 UC », « 2\*2 UC »

#### 1.2 Fissuration d'un échantillon « 1\*1UC » au cours du cyclage thermique

Les tomographies de trois échantillons « 1\*1UC » ont été réalisées à 1, 50, 100, 200, 400, 800 et 1400 cycles. Les premières fissures détectées ne sont apparues que sur le scan 200 cycles. L'évolution des microfissures dans un échantillon « 1\*1UC » est visible sur la figure 4, le même comportement ayant été observé pour les autres. Comme on peut le voir sur cette figure montrant les états de fissuration des échantillons ayant subi 200, 800 et 1400 cycles (respectivement Fig. 4a, 4c et 4e), les fissures matricielles se développent sous l'effet d'une « fatigue thermique ». A 200 cycles, les premières fissures apparaissent à l'interface entre le toron orthogonal à la plaque et les fils de remplissage, à l'endroit de plus forte courbure du fil Z. A 800 cycles (Figure 4c et d), le système de fissures est déjà beaucoup plus développé. La fissure observée à 200 cycles commence à se propager. Le plus grand nombre de fissures se trouve à proximité des « fils Z courbés », principalement dans les zones concaves du fil (voir Fig. 4d). Il est important de noter que pour ce nombre de cycles, la fissuration concerne également les surfaces supérieures et inférieures de l'échantillon. Cependant ces fissures sont issues de celles initiées à proximité des fils Z et se propagent dans les poches de résine situées entre les fils de remplissage voisins, dans les couches supérieure et inférieure.

A 1400 cycles, une évolution significative peut être notée : toutes les zones de matrice à proximité des fils orthogonaux « courbés » sont fissurées. En outre, les fissures qui existaient à 800 cycles continuent à s'étendre dans l'épaisseur de l'échantillon; certaines coalescent de sorte que toute l'interface verticale du fil orthogonal apparait fissurée (voir Fig. 4f).

Une fois que toutes les zones à proximité des fils orthogonaux courbés sont fissurées, la présence de fissures dans la surface commence à être plus importante. Le principal système de fissuration, lorsqu'il atteint la surface, se développe à travers les poches de la matrice, sans être guidé par les interfaces torons/matrice (fig.4e). En outre, on observe des fissures qui n'existent que dans la couche de surface dont la présence n'est pas liée au fil Z mais à celle de grandes poches de résine.

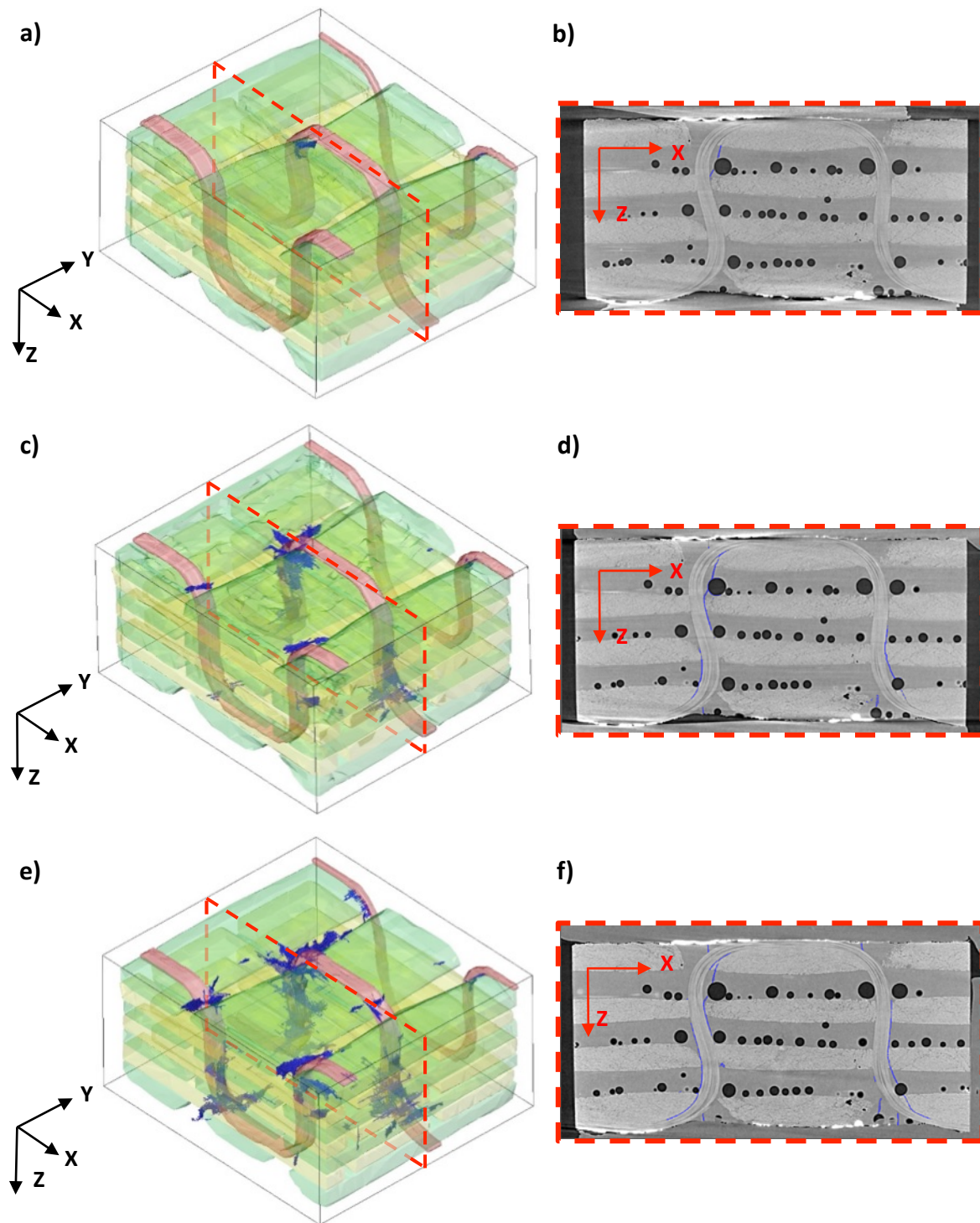


Figure 4 : Evolution de la fissuration matricielle (en bleu) au cours d'un cyclage (-50°C/50°C)

a) et b) : 200 cycles, c) et d) : 800 cycles, e) et f) : 1400 cycles.

Remarque : pour plus de lisibilité, les porosités ne sont pas visualisées sur les vues 3D, et l'axe z inversé.

Résolution de la tomographie : 8,34µm.

### 1.3 Comparaison de la fissuration entre les échantillons («1 UC») et («2x2 UC»).

Si l'on veut comparer les états de fissuration de ces deux séries d'échantillons il est primordial d'acquérir les images tomographiques avec la même résolution (ici 8,34 µm). En effet, les fissures étant si peu ouvertes (la valeur moyenne de leur ouverture a été estimée à 11 µm), leur détectabilité dépend fortement de la résolution choisie. La figure 4 présente les visualisations 3D d'échantillons

(« 1\*1UC ») et (« 2\*2 UC ») pour les mêmes nombres de cycles (-50°C/50°C) : 200, 800 et 1400 cycles.

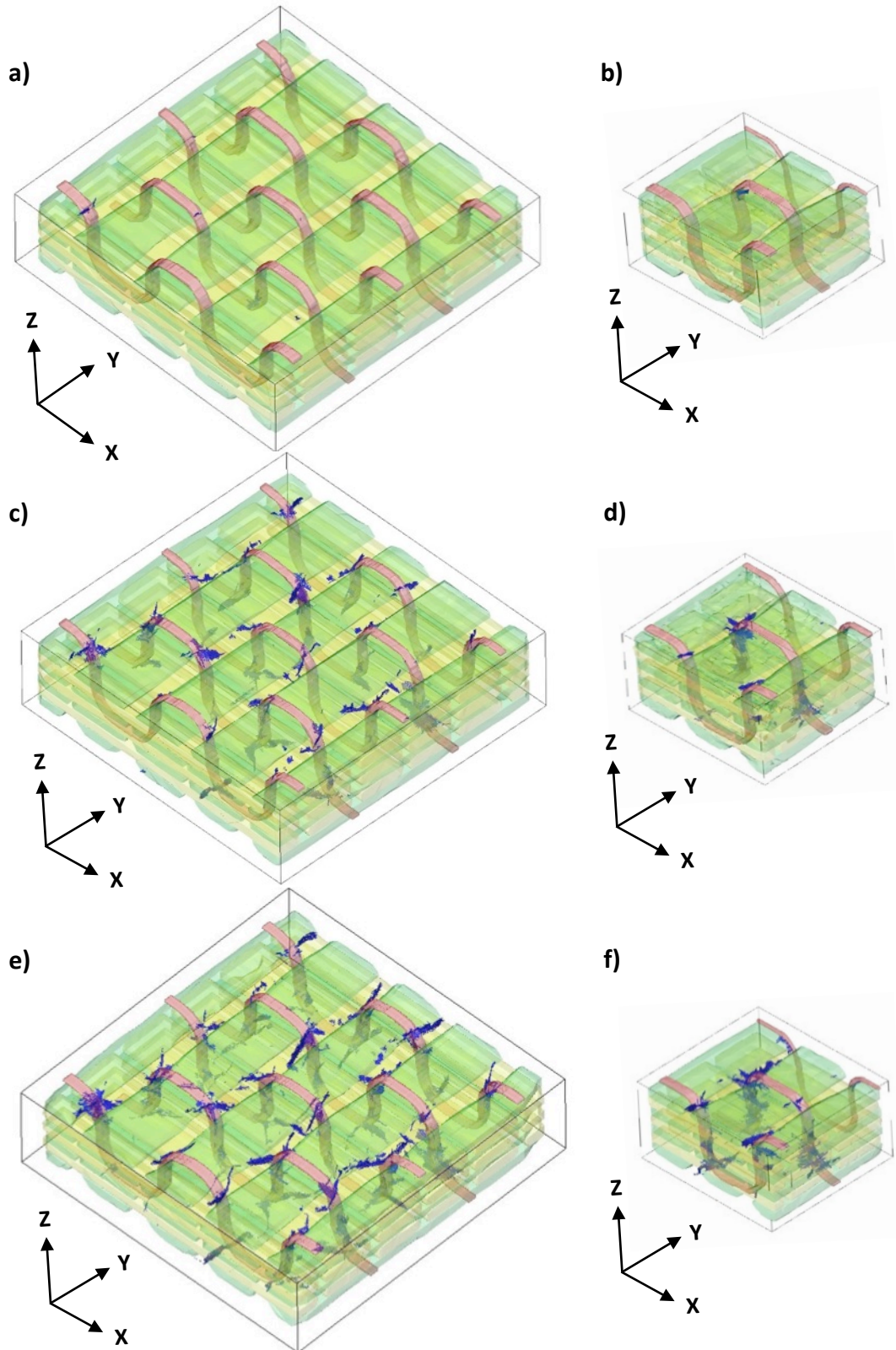


Figure 5 : Comparaison de la fissuration matricielle (en bleu) dans des échantillons « 2\*2 UC » (à gauche) et « 1\*1UC » (à droite) au cours d'un cyclage (-50°C/50°C)

a) et b) : 200 cycles, c) et d) : 800 cycles, e) et f) : 1400 cycles.

Remarques : les porosités ne sont pas visualisées sur les vues 3D, résolution des tomographies : 8,34µm

On remarque sur ces images que les toutes premières fissures apparaissent dans les deux échantillons après 200 cycles thermiques. A 800 cycles, la fissuration matricielle est bien développée, la plupart des zones identifiées comme zones préférentielles d'amorçage – au voisinage des fils orthogonaux fortement courbés – sont fissurées, et ce dans les deux types d'échantillons. A 1400 cycles, toutes ces zones sont fissurées, et on observe une propagation de ces fissures, à la fois dans l'épaisseur de l'échantillon et dans les couches superficielles. Ces premières observations semblent montrer des évolutions légèrement différentes selon la taille de l'échantillon mais des travaux sont en cours afin de quantifier plus précisément ces constatations.

#### 4. Conclusion

Cette étude expérimentale réalisée sur des échantillons d'un composite tissé 3D orthogonal a permis de montrer :

- une « fatigue thermique » du matériau lorsqu'il est soumis à des cycles thermiques (-50°C/50°C),
- 200 cycles ont été nécessaires à l'initiation de fissures matricielles, qui apparaissent à proximité (à l'interface ?) des fils orthogonaux dans leur partie fortement courbée,
- ces deux observations se retrouvent systématiquement dans des échantillons constitués d'1\*1 ou de 2\*2 unités élémentaires du composite,
- lorsque le nombre de cycles thermiques augmente, la fissuration matricielle se développe : on l'observe progressivement dans tous les sites préférentiels, puis elle se propage dans l'épaisseur des échantillons pour atteindre les couches superficielles.

Des travaux sont en cours afin de quantifier plus précisément ces évolutions.

#### Remerciements

Ce travail a bénéficié d'une aide de l'Etat gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au titre du programme « Investissements d'avenir » portant la référence ANR-11-EQPX-0018 pour l'équipement d'excellence GAP.

#### Références

- [1] Mohamed, M.H., Bogdanovich, A.E., Dickinson, L.C., Singletary, J.N., Lienhart, R.B., 2001. « A new generation of 3D woven fabric preforms and composites ». *SAMPE Journal* 37 (3): 8–28.
- [2] Bogdanovich, A.E., Mohamed, M., 2009. « Three-dimensional reinforcements for composites ». *SAMPE Journal* 45 (6): 8–28.
- [3] Karahan, M., Lomov, S.V., Bogdanovich, A.E., Mungalov, D., Verpoest, I., 2010. « Internal geometry evaluation of non-crimp 3D orthogonal woven carbon fabric composite ». *Composites Part A*, 41: 1301–1311.
- [4] Bogdanovich, A.E., M. Karahan, S.V. Lomov, and I. Verpoest, 2013. « Quasi-static tensile behavior and progressive damage in carbon/epoxy composite reinforced with 3D non-crimp orthogonal woven fabric ». *Mechanics of Materials*, 62: 14-31.
- [5] Karahan, M., S.V. Lomov, A.E. Bogdanovich, and I. Verpoest, 2011. « Fatigue tensile behavior of carbon/epoxy composite reinforced with non-crimp 3D orthogonal woven fabric ». *Composites Science and Technology*. 71: 1961-1972.