



**HAL**  
open science

# Microfissuration des composites Non-Crimp Fabric sous vieillissement hygrothermique

Hicham Bezzou, Mael Péron, Pascal Casari, Frédéric Jacquemin

► **To cite this version:**

Hicham Bezzou, Mael Péron, Pascal Casari, Frédéric Jacquemin. Microfissuration des composites Non-Crimp Fabric sous vieillissement hygrothermique. 21ème Journées Nationales sur les Composites, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) - Bordeaux, Jul 2019, Bordeaux, Talence, France. hal-02423152

**HAL Id: hal-02423152**

**<https://hal.science/hal-02423152>**

Submitted on 23 Dec 2019

**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.

# Microfissuration des composites Non-Crimp Fabric sous vieillissement hygrothermique

## *Microcracking of Non-Crimp Fabric composites under hygrothermal aging*

Hicham Bezzou<sup>1</sup>, Mael Peron<sup>1</sup>, Pascal Casari<sup>1</sup>, Frédéric Jacquemin<sup>1</sup>

<sup>1</sup> : Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM)  
Université de Nantes – UMR CNRS 6183  
Rue Michel Ange, 44606 Saint Nazaire  
e-mail : hicham.bezzou@univ-nantes.fr

### Résumé

Les recherches se sont multipliées dans le développement des nouvelles familles de matériaux composites multiaxiaux afin de répondre aux critères de hautes performances, telles que la résistance et la durabilité. Cette dernière décennie a notamment vu l'apparition d'une nouvelle génération de matériaux composites du type Non-Crimp Fabric (NCF). Il s'agit de matériaux composés de renforts multiaxiaux non-tissés, et cousus avec un fil textile. Cette spécificité a été développée sur ces matériaux pour améliorer non seulement leurs propriétés mais aussi pour les adapter à des procédés de fabrication innovants. En revanche, la présence de fil de couture dans ces composites induit la formation d'une morphologie spécifique imposant une nouvelle approche vis-à-vis de l'étude de durabilité. Dans cette étude, les composites sont sollicités avec des cycles hygrothermiques accélérés contenant un conditionnement d'humidité relative préalable et un bloc de chargement thermique provoquant des microfissurations dans des zones spécifiques riches en résine. Une variable de densité de microfissures basée sur une méthode d'observation 2D a été utilisée afin de suivre l'évolution des microfissures au cours des cycles appliqués. La caractérisation des morphologies permettant d'étudier l'initiation et le développement de la fissuration a été réalisée.

### Abstract

Research has increased in the development of new families of multiaxial composite materials to meet high performance criteria such as strength and durability. The last decade has seen the emergence of a new generation of composite materials of the Non-Crimp Fabric type (NCF). These materials consist of multiaxial non-woven reinforcements, and stitched with textile yarn (Polyester or Polyamide). This specificity has been developed on these materials to improve their properties but also to adapt them to innovative manufacturing processes. On the other hand, the presence of stitching yarn in these composites induces a specific morphology imposing a new approach to the study of durability. In this study, composites are subjected to accelerate hygrothermal cycles containing prior relative humidity conditioning and a thermal loading block causing microcracks in specific resin-rich regions. A microcracks density variable based on a 2D observation method was used to involve the microcracks during the applied cycles. The characterizations of morphologies allowing the initiation and development of cracking have been carried out.

**Mots Clés :** Microfissuration, Durabilité, vieillissement hygrothermique, Composites Non-Crimp Fabric

**Keywords :** Microcracking, Durability, Hygrothermal aging, Non-Crimp Fabric Composites

## 1. Introduction

En raison de leurs bonnes propriétés, les matériaux composites prennent davantage une place très importante dans notre quotidien. L'allègement et la durabilité de ces matériaux sont des objectifs primordiaux ciblés particulièrement par les industries aéronautique, automobile, navale et aérospatiale pour économiser de plus en plus les énergies consommables et pour améliorer la durée de vie des structures. De plus, la future génération de transports aéronautiques et automobiles attendue nécessitera des cadences de production très rapides. Cette nouvelle demande pourrait rapidement être atteinte par le biais de l'utilisation de renforts multiaxiaux non-tissés cousus appelés Non-Crimp Fabric (NCF). Grâce à leur très bonne drapabilité, ces derniers sont combinés à des procédés de fabrication du type RFI (Resin Film Infusion) ou RTM (Resin Transfer Molding) permettant de

fabriquer des structures composites complexes et/ou de grandes tailles tout en minimisant les coûts de fabrication par rapport aux procédés préimprégnés. Une famille des NCF appelée NC2 (Non-Crimp New Concept développé par Hexcel Corporation) a été développée dans les études antérieures afin de réduire l'espacement inter-fibres et d'obtenir un meilleur alignement des fibres [1], [2]. Toutefois, malgré leurs excellentes propriétés et les développements massifs qui ont eu lieu récemment, ces NCF ne permettent pas de remplir le cahier des charges exigé par l'application aéronautique ni d'atteindre le ratio coût/allègement optimal dans l'automobile. Cette tendance a ouvert un grand champ au développement d'une nouvelle génération de renforts multiaxiaux à base de fibres de carbone. Ce développement s'inscrit dans le cadre du projet NCF-HP<sup>2</sup> (pour Hautes Performances et Haute Productivité) dont l'objectif est de pallier aux limitations des NCF anciennes générations. Enfin, ce projet vise à répondre non seulement aux exigences en termes de l'allègement et des propriétés mécaniques, mais surtout aux contraintes de durabilité des structures.

Par ailleurs, la présence de fil de couture semble problématique, car il entraîne une formation des zones riches en résine (ZRR) entre les fibres de carbone provoquant ainsi une hétérogénéité multi-échelle. Par conséquent, sous l'effet de fatigue hygrothermique, ces ZRR sont à l'origine d'une grande partie de la microfissuration du composite NCF. En effet, la température et l'humidité peuvent affecter les propriétés du composite, de manière réversible ou irréversible [3]. La température peut affecter le composite à la fois physiquement (contraintes thermiques dans les plis conduisant à la microfissuration) et chimiquement (réactions chimiques). L'humidité peut également affecter le matériau composite à la fois physiquement (gonflement et décohésion fibre/matrice) et chimiquement (plastification). L'objectif de cette étude est de définir une démarche expérimentale adaptée afin de mieux caractériser la microfissuration des composites NCF en fonction d'un chargement hygrothermique cyclique. Finalement, l'impact de différents paramètres (fil de couture, empilement, renforts NCF, etc.) sur la microfissuration est discuté.

## 2. Procédé et matériaux

### 2.1 Procédés de fabrication des NCF

Il existe plusieurs techniques de production des renforts NCF, on peut trouver plus de détails concernant les types de processus et les différentes étapes de fabrication dans [4]. En effet, un renfort NCF est un assemblage de plis unidirectionnels dont les fibres sont étalées, déposées de façon rectiligne et cousues avec un fil textile (Figure 1). En préalable à la superposition des nappes NCF qui définit l'empilement, une étape d'étalement des mèches de carbone est réalisée grâce à une nouvelle technologie multiaxiale développée dans le cadre du projet NCF-HP<sup>2</sup>. Cette opération contrôle le grammage du pli minimal et assure l'alignement et la planéité des mèches sans torsion. Ces mèches sont soigneusement déposées par des bras robotisés selon les orientations prédéfinies (0, 45, 90, etc.) pour former des nappes unidirectionnelles ([0/90], [+45/-45], etc.). Ces nappes sont finalement cousues avec un fil de couture spécifiquement choisi (Polyamide, Polyester, etc.).

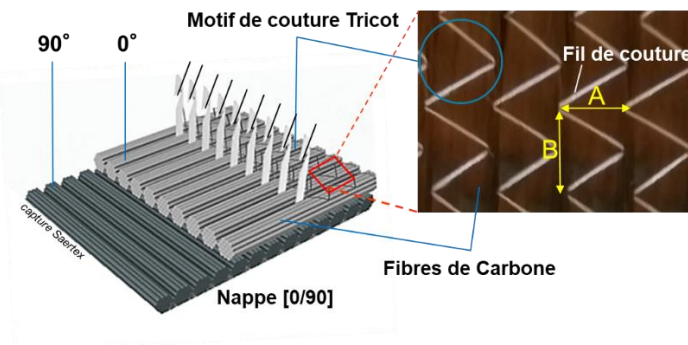


Figure 1. Montage schématique d'une nappe (renfort) NCF [0/90] cousue en mode Tricot (Z)

## 2.2 Matériaux étudiés : C-PLY™

Afin de mettre en évidence les nouvelles solutions développées dans le cadre de ce projet, nous présentons la première étude de microfissuration réalisée sur un NCF de nouvelle génération qu'on appellera ici C-PLY™. Comme évoqué précédemment, l'intervention des fils de couture dans ces composites génère en conséquence des zones riches en résine, et plus particulièrement au voisinage des points de couture. Les études antérieures [1], [2] montrent que la taille et la nature du fil de couture jouent un rôle très important dans l'étude de microfissuration. C'est pourquoi des améliorations adaptées (taille, nature, tenue en fatigue thermique, reprise en eau, etc.) sont proposées sur la couture afin de limiter l'impact de la morphologie hétérogène d'un composite NCF sous un vieillissement hygrothermique.

Pour des raisons de confidentialité, nous ne présentons ici que certains détails concernant la nouvelle fabrication C-PLY™. Les constituants utilisés et les paramètres de fabrication sont récapitulés dans le Tab 1. Les propriétés des constituants sont présentées dans le Tab 2.

Fibres de Carbone	TvF [%]	Résine	Orientation [°]	Couture [dtex]	Motif de couture	Densité surfacique [g/m <sup>2</sup> ]
<b>24K IM</b>	57	EP2400	[+45/-45/0/90] <sub>2s</sub>	PET 35	Tricot	196

Tab 1. Constituants utilisés et paramètres de fabrication du stratifié C-PLY™

Constituants	E1 [GPa]	Allongement [%]	$\nu_{12}$	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	Diamètre [ $\mu\text{m}$ ]	$\alpha_1$ [10 <sup>-6</sup> /K]
24K IM	290	1.9	0.24	1.78	5	-0.1
EP2400	3.4	/	0.3	1.24	/	60.5
PET 35 dtex	4.14	25	0.38	1.38	18	[20, 80]

Tab 2. Propriétés des constituants (renfort, résine et fil de couture – données fabricant) du stratifié C-PLY™

Les nappes NCF utilisées sont biaxiales [+45/-45], appelées C-PLY™ et fabriquées par Chomarat (d'où l'appellation C-PLY™ pour nos stratifiés). La matrice utilisée est une résine Epoxy renforcée, appelée PRISM™ EP2400 et fabriquée par Solvay. Le taux volumique des fibres est de 57%. Le stratifié C-PLY™ est quasi-isotrope [+45/-45/0/90]<sub>2s</sub> (16 plis) et constitués de 8 nappes NCF en fibres de carbone Toho Tenax IMS65 24K E23 (24K IM). Sachant que chaque nappe est composée de 2 couches de mèches en fibres de carbone qui sont maintenues par la couture. Dans la nappe, la direction des fibres est orientée par rapport au sens de la couture (ou sens de la production), et le motif de couture des deux faces externes dépend du système de couture utilisé (tricot, chain, tricot-chain, etc.). Le motif utilisé dans cette étude est du type « Tricot », et la configuration de couture est paramétrée par la gauge A et la longueur de couture B (voir Figure 1).

## 3. Essais et méthode de quantification

### 3.1 Cycles hygrothermiques appliqués

Les composites à matrices polymères sont par nature sensibles à la température et à l'humidité. Un composite stratifié peut se fissurer par des cycles de conditionnement thermiques ou hygrothermiques

et sans aucune sollicitation mécanique appliquée [1]–[3], [5]. L'étude effectuée par Jededi [5] montre qu'un chargement hygrothermique (pseudo-sec cyclique de 130°C à -55°C) provoque des contraintes internes très proches de la résistance transverse du stratifié (75 MPa). Par ailleurs, ces contraintes internes sont déjà élevées pouvant atteindre jusqu'à 40 MPa après la fabrication, et elles sont uniformes dans chaque pli. Lorsque le cycle de chargement passe à la température négative (-55°C), les contraintes transverses peuvent atteindre 50 MPa environ, permettant ainsi l'amorçage de la fissuration dans le composite [6]. En outre, les températures élevées induisent à long terme un séchage du matériau, puisque la concentration d'humidité à l'intérieur diminue avec le nombre de cycles de vol [7]. En conséquence, ces hautes températures provoquent des contraintes thermiques résiduelles suffisamment élevées pour produire des fissures dans les composites multiaxiaux [8].

La durée de vie de l'avion est estimée en moyenne à 20.000 cycles, ce qui correspond à une dizaine d'années d'essais continus [3]. Il est donc nécessaire d'effectuer des essais accélérés dans un laboratoire, permettant de provoquer les mêmes dégradations en moins de temps. Dans cette étude, le composite NCF a été sollicité 2000 fois par un chargement hygrothermique accéléré représentatif des conditions de service d'un jet subsonique au cours de son cycle de vie (Figure 2). Ces cycles ne suivent pas exactement les mêmes conditions que rencontrera l'avion pendant le vol, mais ils ont été définis en considérant les principaux éléments de l'environnement réel [9]. Le segment froid/sec (-54°C / 0 %RH) a été choisi puisqu'il représente la phase de vol subsonique, tandis que le segment chaud/sec (80°C / 0% RH) a été choisi uniquement pour accélérer la désorption d'humidité. Dans ce chargement, on trouve 5 blocs de 400 cycles, et chaque bloc est composé de deux phases de chargement différentes, une 1<sup>ère</sup> phase stationnaire où le composite est exposé à 95% HR pendant 12h à 50°C, et une 2<sup>ème</sup> phase de chargement thermique-sec. Durant cette dernière phase, le composite est cyclé 400 fois dans un intervalle de température [-54, 80]°C avec une rampe de chauffe et de refroidissement de 9°C/min. Sachant qu'un cycle dure une heure (4×15 min), et ce qui donne logiquement une durée de 15 min pour chaque montée et descente et 15 min pour chaque maintien à 80°C et -54°C. Enfin, cela nécessite au total une durée de 3 mois environ afin d'atteindre les 2000 cycles.

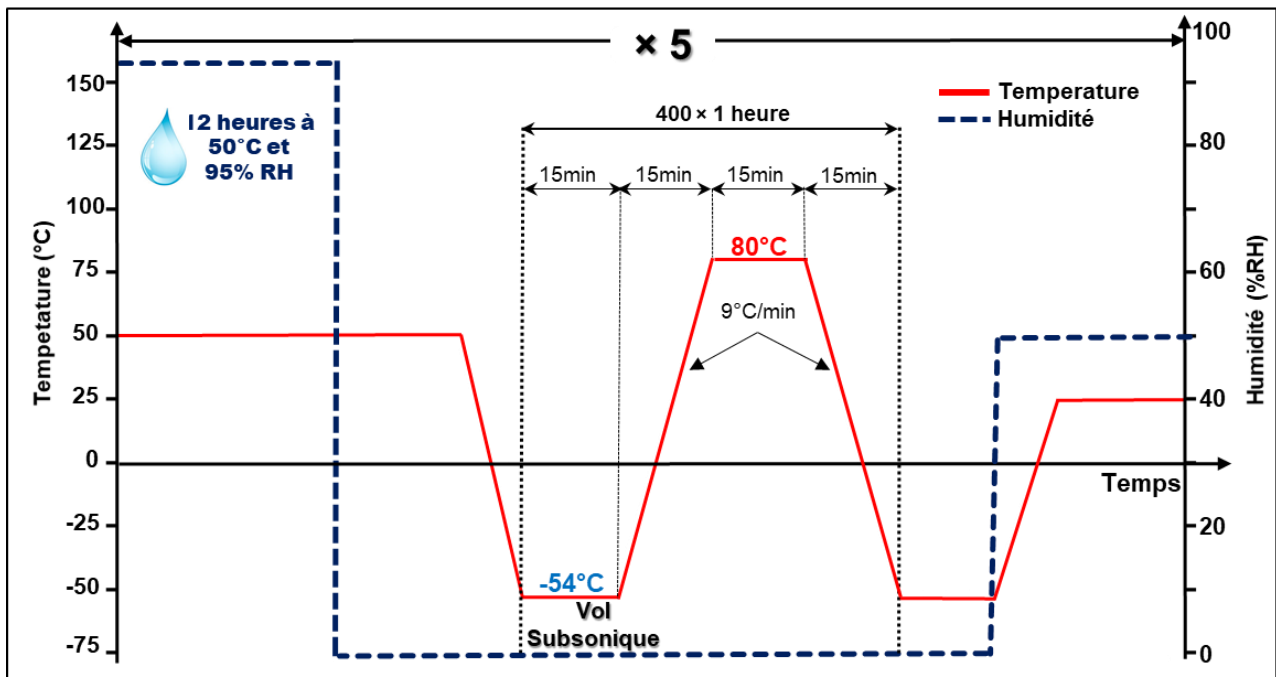


Figure 2. Cycles de chargement hygrothermiques appliqués [1], [9]

Les cycles hygrothermiques ont été réalisés à l'aide d'un dispositif expérimental respectant les cycles hygrothermiques illustrés dans la Figure 2. Ce système est composé de deux parties : une enceinte climatique pour le conditionnement préalable humide et les températures positives, et un congélateur pour la température négative ( $-54^{\circ}\text{C}$ ). Afin d'assurer le cyclage entre ces deux équipements (Enceinte-Congélateur), un système pneumatique ajusté permet de faire passer les échantillons d'une partie à l'autre et ainsi de garantir les temps de rampe et de maintien imposés. Afin de vérifier le bon fonctionnement de ce dispositif, nous avons pu tester l'installation, et nous avons constaté que celle-ci est capable de reproduire les consignes imposées en Figure 2.

### 3.2 Microfissuration

La littérature stipule que dans un composite stratifié, les microfissures apparaissent dans la matrice, et elles interviennent en premier lieu au voisinage d'un défaut (porosité, filaments, etc.) [1], [3], [10]. Généralement, ces microfissures sont traversantes, parallèles entre elles et aux fibres et ne conduisent pas directement à la ruine du composite [11], [12]. Afin de quantifier les microfissures, une variable a été développée par McManus et Reynolds [3] permettant de caractériser la microfissuration des composites UD, et appelée « densité de fissures ». Cette variable est couramment appliquée dans la littérature, notamment dans les travaux de Liotier et al., [1], et Nguyen [2] sur la microfissuration des composites NCF. Cette variable est basée sur des observations micrographiques optiques, et les microfissures sont mesurées dans un plan d'observation avec une longueur représentative. Afin de prendre en compte l'orientation des fibres dans la quantification des fissures, il est possible d'ajouter le paramètre «  $\sin(\theta)$  » permettant d'évaluer la fissuration sur des multiaxiaux [2] (Figure 3-c).

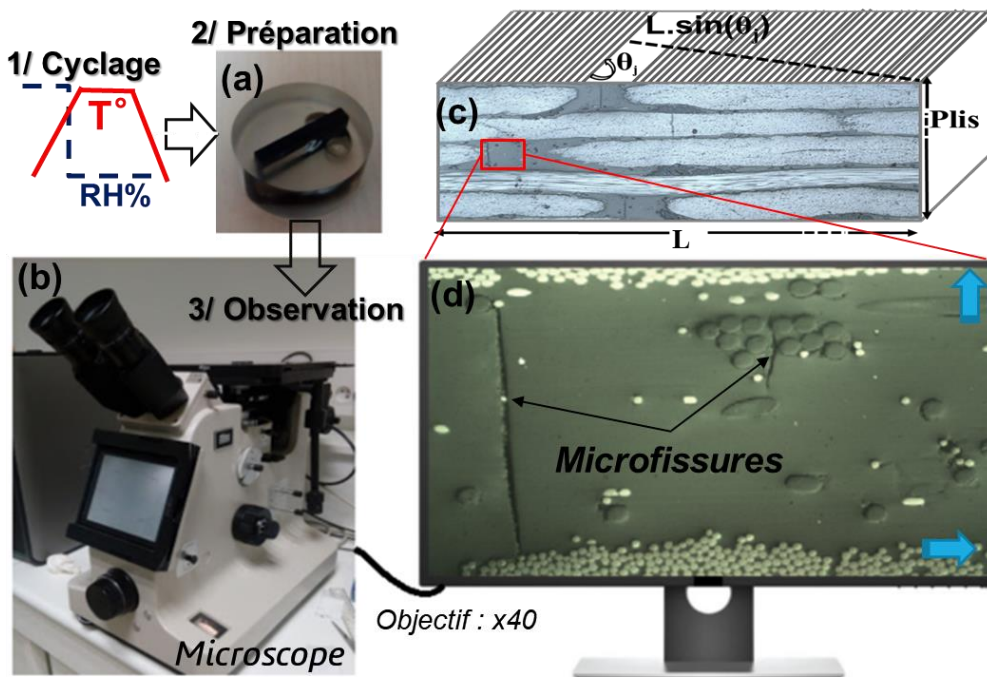


Figure 3. Différentes étapes de quantification de microfissures

Dans notre étude, les microfissures sont classées et différenciées en fonction des zones d'influence dues à la morphologie hétérogène. En effet, après observations microscopiques, nous avons constaté l'existence de trois types de microfissures (Figure 4) : les microfissures « type 1 » aux interfaces Couture/Résine (Figure 4-a), les microfissures « type 2 » aux interfaces Fibres de Carbone/Résine (Figure 4-b) et les microfissures « type 3 » aux interfaces Défauts/Résine (Figure 4-c).



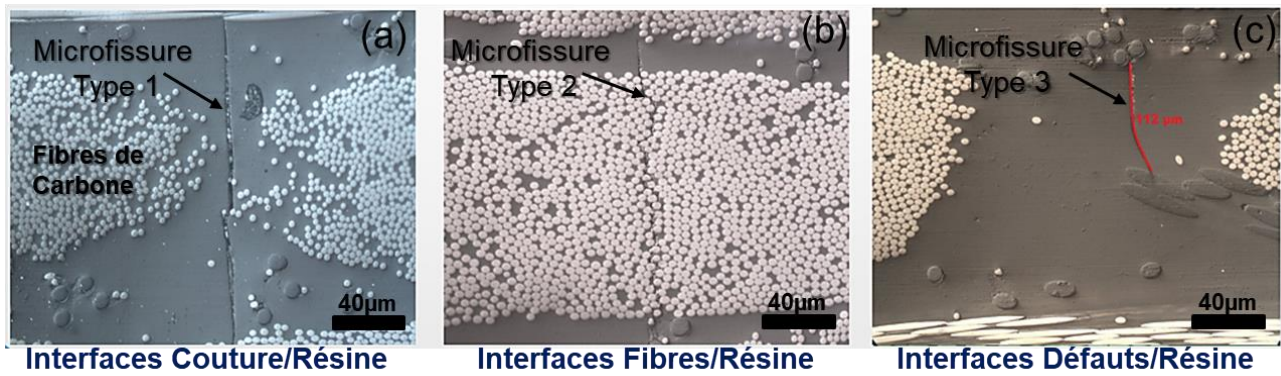


Figure 4. Différents types de microfissures du stratifié NCF

Afin de suivre l'évolution de chaque type de microfissures, nous avons pris le critère de densité de fissures développé par Nguyen [2] dans lequel nous avons ajouté un autre paramètre «  $i$  » ( $i=1,2,3$ ) relatif aux types de microfissures. La relation finale (Eq. 1) tient donc compte à la fois du type de microfissures («  $i$  ») et de l'orientation des fibres de chaque pli «  $j$  ». La densité de microfissures totales ( $d_{total}$ ) permet d'évaluer globalement toutes les microfissures quantifiées dans le stratifié NCF.

$$d_i = \frac{\sum_j N_{i,j} / \sin\theta_j}{L.P} \quad \text{et} \quad d_{total} = \sum_{i=1}^3 d_i \quad (\text{Eq. 1})$$

$N_{i,j}$  est le nombre de microfissures type «  $i$  » (1, 2 et 3) dans le pli «  $j$  » orienté de  $\theta_j$  par rapport au plan d'observation.  $L$  est la longueur d'observation,  $P$  est le nombre de plis considérés, c'est à dire sans les plis parallèles au plan d'observation (plis orientés à  $90^\circ$ ). Les échantillons sont découpés à  $0^\circ$  par rapport au sens de la fabrication.

Les échantillons sont ensuite cyclés à partir de l'état ambiant tout en respectant les cycles hydrothermiques décrits précédemment (Figure 2). Avant les observations et la quantification de microfissures, les échantillons ont suivi un protocole spécifique de préparation allant de la découpe au polissage. En effet, les échantillons ( $20 \times 20 \times 3.2 \text{ mm}^3$ ) sont soigneusement découpés par une microtrancheuse, et passés ensuite par des étapes de polissage sur la surface d'observation. Nous tenons à préciser qu'il est important d'avoir une surface polie à haute finition (jusqu'à la suspension diamantée de  $0.25 \mu\text{m}$ ) et d'éliminer toutes les rayures de polissage sous peine de les confondre avec les microfissures. Nous avons vérifié au microscope optique l'état des échantillons avant le vieillissement hydrothermique et aucune microfissure n'a été constatée.

La quantification de microfissures a été réalisée à l'aide d'un microscope optique dans chaque pli et à l'échelle des fibres avec un objectif de grossissement  $\times 40$  dont la résolution est de  $0.4 \mu\text{m}$  (Figure 3-d). Il est à noter que dans certaines zones complexes (dues aux filaments), l'observation nécessite parfois une résolution maximale de  $0.14 \mu\text{m}$  (grossissement  $\times 100$ ). Ensuite, le post-traitement des résultats est nécessaire afin de déterminer et de suivre l'évolution des densités de microfissures ( $1/\text{cm}$ ) en utilisant la relation définie par (Eq. 1). La longueur d'observation utilisée est égale à  $18 \text{ mm}$ , et regroupe au moins trois points de couture dans chaque pli. Cette valeur de  $18 \text{ mm}$  correspond également à la longueur représentative choisie dans l'étude de Liotier et al., sur les composites NCF [1]. Dans cette étude, l'auteur montre que cette longueur est largement suffisante pour qu'elle soit équivalente à trois fois la taille du volume représentatif.

#### 4. Analyse et discussion

La Figure 5-a montre que ce stratifié C-PLY™ présente des faibles quantités de microfissuration voire quasiment nulles lors des premiers chargements ([0, 800] cycles). En effet, les microfissures type 1 (interfaces Couture/Résine) n'apparaissent qu'à partir de 800 cycles, tandis que les microfissures type 2 (interfaces Fibres/Résine) résistent jusqu'à 1200 cycles. Ensuite, au-delà de 1200 cycles, la densité de microfissures augmente rapidement atteignant 1,2 fissure/cm pour le type 1 et 0,7 fissure/cm pour le type 2 à 2000 cycles. L'augmentation des microfissures type 1 après 1200 cycles est presque 2 fois supérieure à celle des microfissures type 2.

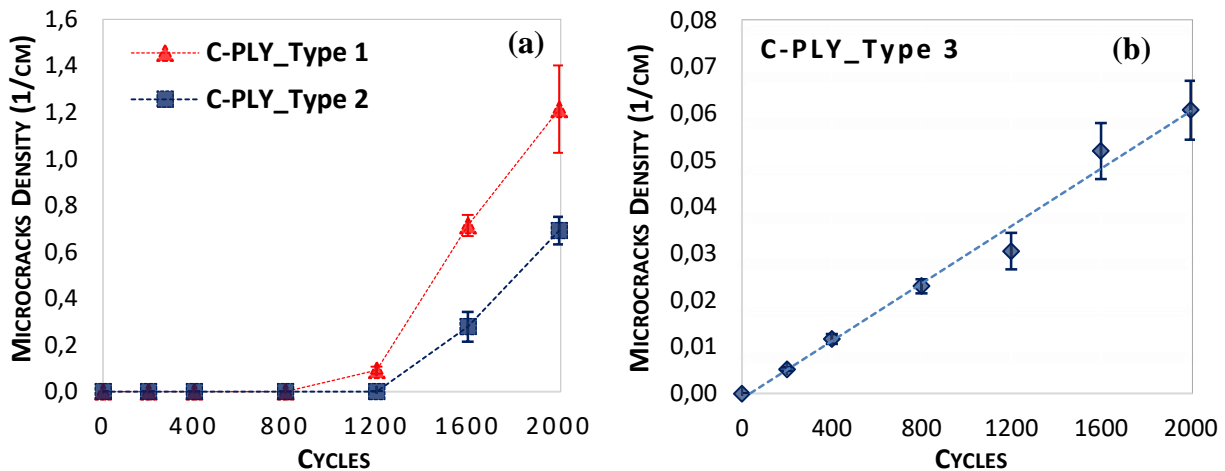


Figure 5. Densité de microfissures « Types 1 & 2 » (a) et « Type 3 » (b) du stratifié C-PLY™

Par ailleurs, une autre catégorie de microfissures a été observée dans des zones critiques, et plus précisément dans les interfaces Défauts/Résine (Figure 4-c). Ces défauts sont principalement provoqués soit par les filaments qui constituent le fil textile, soit par les mèches de fibres de carbone (issues des nappes NCF). Nguyen [2] indique qu'après fabrication des NCF, des défauts locaux peuvent se créer et s'étendre sur des zones éloignées des trous de couture, et sont susceptibles d'être des zones de microfissuration après l'élaboration. L'étude expérimentale de Lomov et al., [13] sur les NCF montre que l'intervention des aiguilles à coudre lors du procédé de couture provoque des endommagements de fibres ou de filaments occupant un volume important dans la structure interne. Ces défauts créent des zones riches en résine complexes qui peuvent jouer un rôle important dans l'initiation et la propagation des microfissures. La Figure 5-b présente l'évolution de la densité de microfissures type 3 (interfaces Défauts/Résine) en fonction des cycles hygrothermiques réalisés sur le composite C-PLY™. Les quantités obtenues sont relativement faibles, mais ces microfissures, contrairement aux autres types (1 et 2), apparaissent dès les premiers chargements. De plus, on remarque que l'évolution de ces microfissures est quasiment linéaire et augmente davantage avec le vieillissement hygrothermique. Généralement, ces microfissures sont initiées dans des zones complexes provoquées par les filaments de couture et prennent des directions aléatoires dans des zones riches en résine. Enfin, il serait nécessaire de faire d'autres essais de caractérisation afin d'avoir suffisamment d'informations sur l'initiation et la propagation de ces microfissures.

Il convient de souligner que certaines observations sont basées sur l'analyse effectuée sur des micrographies obtenues au microscope optique. L'une des observations constatées sur le composite C-PLY™ est que dans tous les cas, aucun délaminage n'est apparu dans le stratifié et que les microfissures détectées se limitaient à un pli, et même à 2000 cycles. Les microfissures « types 1 et 2 » sont toujours transverses contrairement aux microfissures « type 3 » qui ont des trajectoires aléatoires. De plus, ces microfissures ont été observées majoritairement dans les plis orientés à 0°



(perpendiculaires au plan d'observation). La Figure 6 présente des micrographies prises à 400 cycles (chargement hygrothermique) d'un NCF avant (Figure 6-a) et après (Figure 6-b) l'optimisation des paramètres de fabrication. En effet, la Figure 6-b nous montre clairement qu'il y a moins de zones riches en résine dans les points de couture et entre les plis par rapport au NCF ancienne génération (Figure 6-a). L'empilement particulier des nappes C-PLY<sup>TM</sup> permet donc d'éviter l'espacement entre les plis. De plus, le processus de couture utilisé sur ces nappes perturbe moins les mèches de carbone et réduit donc les concentrations volumiques dues aux filaments. Ces derniers provoquent en effet des morphologies particulières très sensibles à la microfissuration. Comme montre la Figure 6-a, les microfissures sont initiées dès les premiers chargements (400 cycles) sur ce stratifié (ancienne génération) car les zones complexes provoquées par les filaments sont importantes. Enfin, les filaments ont des effets directs sur l'initiation des microfissures lors du chargement hygrothermique.

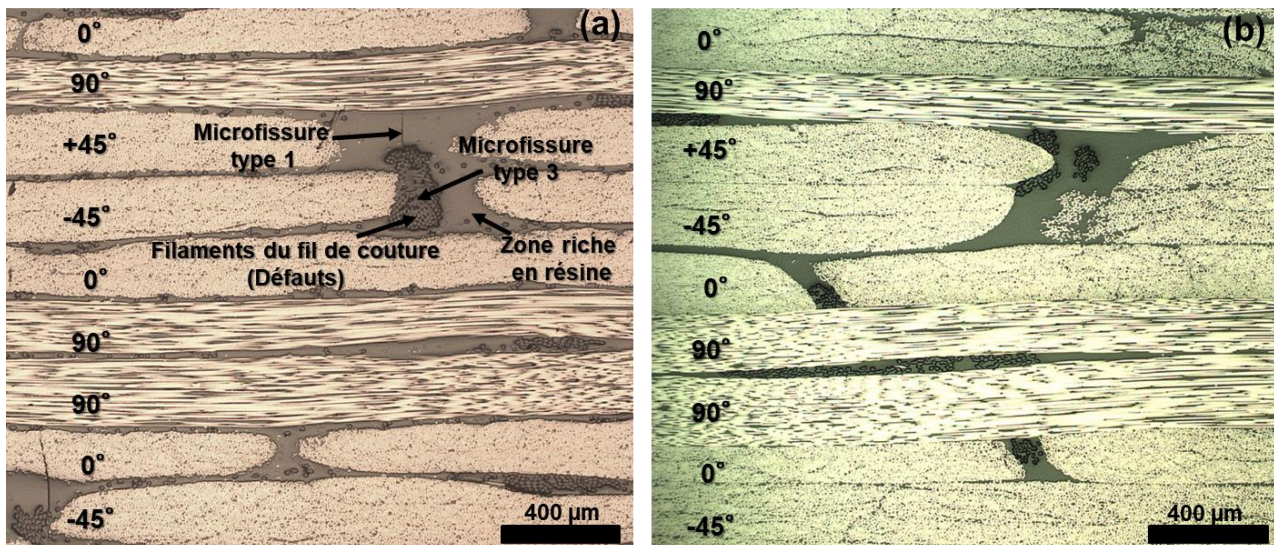


Figure 6. Micrographies optiques d'un NCF ancienne génération (a) et d'un NCF nouvelle génération C-PLY<sup>TM</sup> (b). Ces stratifiés ont les mêmes constituants (EP2400, PET 35dtex) mais les paramètres de fabrication sont différents. Les micrographies sont prises à 400 cycles hygrothermiques

Globalement, les niveaux de microfissures obtenus sur ce stratifié C-PLY<sup>TM</sup> sont relativement faibles par rapport aux résultats obtenus dans les études antérieures [1], [2]. En plus de l'optimisation de la fabrication, plusieurs autres paramètres peuvent jouer un rôle important dans le développement de ces microfissures, notamment la taille du fil de couture, la nature de la résine et de l'orientation des plis. Nous proposons donc de comparer nos résultats de microfissuration aux résultats obtenus sur des NCF anciennes générations. Nous faisons référence aux résultats obtenus dans l'étude de Nguyen [2] (qu'on appellera ici NCF\_N) sur deux types de stratifié NCF : un quasi-isotrope [-45/0/45/90]<sub>s</sub> (NCF\_N\_QI) et un biaxial [90/0/90/0]<sub>s</sub> (NCF\_N\_BI). Ces deux derniers sont constitués de deux nappes unidirectionnelles de Toho Tenax 12K HTS avec 268 g/m<sup>2</sup> de masse surfacique. La matrice utilisée est une résine RTM6, et le fil de couture est en Polyester avec une taille de 76dtex (PET 76 dtex). On trouve plus de détails sur les propriétés de ces constituants et les paramètres de fabrication dans [2]. Par ailleurs, dans cette étude, l'auteur a utilisé les mêmes étapes de chargement hygrothermique décrites en Figure 2, mais en remplaçant la période de conditionnement humide de 12h sous 50°C et 85% RH par une période de 30 jours sous 70°C et 85% RH. Dans ce travail, l'auteur montre que l'humidité peut avoir un rôle bénéfique et diminuer la fissuration, mais uniquement lors des premiers cycles hygrothermiques.

La Figure 7 présente l'évolution de la densité de microfissures totale obtenue sur les 3 stratifiés : C-PLY<sup>TM</sup>, NCF\_N\_QI et NCF\_N\_BI. Le but de cette comparaison est de pouvoir confronter nos

résultats avec ceux obtenus sur des stratifiés NCF dont plusieurs paramètres sont différents (l'empilement, la taille du fil, la résine, etc.). Quantitativement, il est clairement visible sur la Figure 7 qu'il existe un écart relativement significatif entre les densités de microfissures obtenues sur le stratifié C-PLY<sup>TM</sup> et les stratifiés NCF\_N (QI et BI). À 1600 cycles, la densité de microfissures obtenue sur le C-PLY<sup>TM</sup> est 3 fois inférieure par rapport au NCF\_BI et voire 4 fois inférieure par rapport au NCF\_QI. Le point concordant est l'évolution progressive des microfissures qui ne parvient toujours pas à se stabiliser même après 1600 cycles.

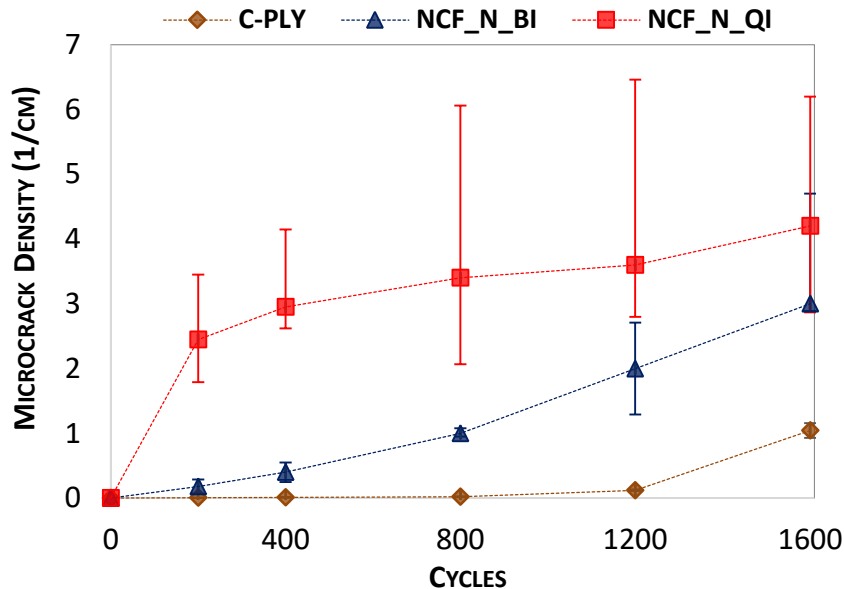


Figure 7. Comparaison entre les résultats de microfissuration obtenus sur le NCF C-PLY par rapport à ceux obtenus par Nguyen [2] sur des NCF (QI et BI) anciennes générations

## 5. Conclusion et perspectives

Dans cette étude, une démarche expérimentale de quantification des microfissures sous cycles accélérés de vieillissement hygrothermique des stratifiés NCF a été présentée. Nous avons vu que la morphologie du composite NCF présente une hétérogénéité multi-échelle avec une présence des zones riches en résine au voisinage des points de couture. Trois types de microfissures apparaissent dans les stratifiés NCF : le « type 1 » aux interfaces Couture/Résine, le « type 2 » aux interfaces Fibres de Carbone/Résine et le « type 3 » aux interfaces Défauts/Résine. Les microfissures « types 1 et 2 » sont transverses et traversent entièrement l'épaisseur du pli contrairement aux microfissures « type 3 » qui sont parfois complexes et ont des directions aléatoires. Dans les stratifiés C-PLY<sup>TM</sup>, les microfissures « types 1 et 2 » n'apparaissent qu'à partir de 800 cycles, tandis que les microfissures « type 3 » sont déjà initiées dès les premiers chargements. L'initiation de ces microfissures type 3 est influencée par des défauts qui sont généralement des filaments de couture ou de mèches de carbone.

Dans le stratifié C-PLY<sup>TM</sup> qui contient moins de zones riches en résine par rapport aux précédentes générations de NCF, la microfissuration a été significativement retardée. Par ailleurs, plusieurs paramètres peuvent influencer le développement des microfissures : l'empilement, les paramètres de fabrication, la nature et la taille du fil de couture. Ce dernier qui est à l'origine de la formation des zones riches en résine, est également à l'origine des zones de perturbation sensibles à la microfissuration sous cycles hygrothermiques. Aussi, plus la taille du fil de couture est épaisse plus les zones riches en résine sont importantes. Nous avons comparé nos résultats de microfissurations obtenus sur le C-PLY<sup>TM</sup> à la littérature (sur des NCF issus de la fabrication d'ancienne génération), et nous avons pu observer moins de microfissures dans les C-PLY<sup>TM</sup> grâce au développement effectué

notamment sur l'optimisation des paramètres de couture. Nous proposons à cet effet d'effectuer à l'avenir plusieurs campagnes d'essais et de caractérisation microscopiques (2D et 3D) sur plusieurs types de NCF (7 autres types de NCF en cours d'étude). L'objectif est d'analyser plus profondément la morphologie interne et les zones riches en résine afin d'enrichir notre compréhension sur les mécanismes de microfissuration. En parallèle, une modélisation numérique thermomécanique est en cours, permettant d'étudier la sensibilité de l'état de contraintes à différents paramètres du NCF. Deux objectifs principaux sont visés par cette étude : d'une part, comprendre expérimentalement les mécanismes de microfissuration, et d'autre part, modéliser le comportement thermomécanique du stratifié pour appréhender les phénomènes de microfissuration à l'échelle locale des plis.

## Remerciements

Ce projet est financé dans le cadre du projet NCF-HP<sup>2</sup> du FUI (Fonds Unique Interministériel) regroupant 4 partenaires : Chomarat, Solvay, Mécanium et l'Université de Nantes. Nous remercions tous les partenaires et les financeurs de ce projet.

## Références

- [1] P. J. Liotier, A. Vautrin, et J. M. Beraud, « Microcracking of composites reinforced by stitched multiaxials subjected to cyclical hygrothermal loadings », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 42, n° 4, p. 425–437, 2011.
- [2] Q. Nguyen Thi Thuy, « Identification des propriétés morphologiques et hygrothermiques hétérogènes de nouveaux composites hautes performances soumis à des cycles de vieillissement thermo-hygro-mécaniques », ENSM, Mécanique et Ingénierie, Saint-Etienne, 2013.
- [3] T. G. Reynolds et L. McManus, « Accelerated tests of environmental degradation in composite in by accelerated tests of environmental by », *Technology*, Department of Aeronautics and Astronautics, Massachusetts Institute of Technology, 1998.
- [4] S. V. Lomov, *Non-crimp fabric composites - Manufacturing, properties and applications*. Oxford Cambridge UK, 2011.
- [5] J. Jedidi, F. Jacquemin, et A. Vautrin, « Accelerated hygrothermal cyclical tests for carbon/epoxy laminates », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, n° 4, p. 636–645, 2006.
- [6] M. Gigliotti, « Vieillissement, durabilité et dégradation de matériaux composites soumis à des environnements agressifs », *Ann. Chim. Sci. Mater.*, vol. 37, n° 2-4, p. 299–313, 2012.
- [7] J. Jedidi, F. Jacquemin, et A. Vautrin, « Accelerated hygrothermal cyclical tests for carbon/epoxy laminates », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 37, n° 4, p. 636–645, 2006.
- [8] C. Henaff-Gardin, M. C. Lafarie-Frenot, et D. Gamby, « Doubly periodic matrix cracking in composite laminates part 1: General in-plane loading », *Compos. Struct.*, vol. 36, n° 1-2, p. 113–130, 1996.
- [9] Klug, Jeremy Hager, « High-performance adhesive systems for polymer composite bonding applications », University of Washington, USA, 1999.
- [10] J. Mercier, « Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites », Theses, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006.
- [11] Maddocks, Jason R, « Microcracking in composite laminates under thermal and mechanical loading », Thesis, Massachusetts Inst. of Tech, NASA, USA, 1996.
- [12] J. Renard, J.-P. Favre, et T. Jeggy, « Influence of transverse cracking on ply behavior: Introduction of a characteristic damage variable », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 46, n° 1, p. 29-37, janv. 1993.
- [13] S. V. Lomov, E. B. Belov, T. Bischoff, S. B. Ghosh, T. Truong Chi, et I. Verpoest, « Carbon composites based on multiaxial multiply stitched preforms. Part 1. Geometry of the preform », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 33, n° 9, p. 1171-1183, sept. 2002.