



**HAL**  
open science

## Imprégnation et transfert de tapis de Nanotubes de Carbone Alignés Verticalement sur du préimprégné

Anh Tuan Le, Philippe Olivier, Quentin Govignon, Alexandre Sangar, Pascal Boulanger, Samuel Rivallant, Thierry Cutard

### ► To cite this version:

Anh Tuan Le, Philippe Olivier, Quentin Govignon, Alexandre Sangar, Pascal Boulanger, et al.. Imprégnation et transfert de tapis de Nanotubes de Carbone Alignés Verticalement sur du préimprégné. JNC 21 : Journées Nationales sur les Composites 2019, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM) - Bordeaux, Jul 2019, Bordeaux, Talence, France. 9 p. hal-02424001

**HAL Id: hal-02424001**

**<https://hal.science/hal-02424001v1>**

Submitted on 26 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.

## **Imprégnation et transfert de tapis de nanotubes de carbone alignés verticalement sur un préimprégné**

### ***Impregnation and transfer of vertically aligned carbon nanotubes onto a pre-preg***

**Anh Tuan LE<sup>1</sup>, Quentin GOVIGNON<sup>1</sup>, Alexandre SANGAR<sup>2</sup>, Pascal BOULANGER<sup>2</sup>, Samuel RIVALLANT<sup>1</sup>, Philippe OLIVIER<sup>1</sup>, Thierry CUTARD<sup>1</sup>**

1 : Institut Clément Ader (ICA), Université de Toulouse, CNRS, IMT Mines Albi, UPS, INSA, ISAE-SUPAERO, Campus Jarlard , Albi, France

2 : NawaTechnologies (France)

### **Résumé**

Les matériaux composites sont largement appliqués à certains domaines spécifiques du fait de leur légèreté, de leur résistance à la corrosion et de leurs caractéristiques mécaniques. Cependant, il existe deux points faibles de ce type de matériau : leur résistance critique dans la direction de l'épaisseur du composite et le risque de délaminage en cas de sollicitations extérieures sévères comme des impacts. La présence des nanoconstituants doit permettre de renforcer la résistance d'un composite suivant son épaisseur et d'améliorer sa tenue à l'impact. Cette étude considère l'introduction de tapis de nanotubes de carbone alignés verticalement, ou VACNTs (Vertically Aligned Carbon NanoTubes), entre les plis du composite. Afin de vérifier la faisabilité de la fabrication du composite hybride nano-structuré, nous proposons un procédé de mise en œuvre qui permet d'avoir une efficacité élevée du transfert des VACNTs au préimprégné et une maîtrise de l'imprégnation de la résine dans les tapis de VACNTs, tout en gardant la structure ordonnée initiale des nanotubes dans les tapis. Après transfert et imprégnation de la résine sous différentes conditions expérimentales, les échantillons sont préparés et observés par microscopie optique et électronique à balayage pour déterminer la combinaison des paramètres la plus favorable.

### **Abstract**

Composite materials are widely used in some particular fields thanks to their lightness, their anti-corrosion ability and their mechanical features. Nevertheless, such materials have two significant weaknesses: their minimal strength in the composite's thickness direction and the interlaminar rupture risk in case of severe solicitations like impact. The presence of nanoconstituents can reinforce composite lengthwise in the thickness direction and improve the impact performance. This study deals with the introduction of Vertically Aligned Carbon NanoTubes (VACNTs) between prepreg composite layers. In order to verify the feasibility of the hybrid nano-structured composite manufacturing, we suggest an implementation process allowing to have an efficient transfer of VACNTs onto prepreg and to control the resin impregnation level while keeping the VACNTs' initial ordered structure. After transfer and impregnation under different process conditions, the samples are prepared and observed by optical and scanning electron microscopy in order to determine the most favourable experimental conditions.

**Mots Clés :** composites hybrides nano-structurés, nanotubes de carbone alignés verticalement, procédé de mise en œuvre, transfert, imprégnation.

**Keywords:** hybrid nano-structured composite, vertically aligned carbon nanotubes, manufacturing process, transfer, impregnation.

### **1. Introduction**

Cette étude se déroule dans le cadre du projet collaboratif ATIHS (*Amélioration de la Tenue des structures satellites aux Impacts Hypervitesse de débris Spatiaux*) et a pour objectif d'introduire des tapis de nanotubes de carbone alignés verticalement (VACNTs) entre les plis d'un matériau composite stratifié. La présence de ces nano-constituants vise à renforcer la résistance du composite dans le sens de son épaisseur, et en particulier la résistance interlaminaire du nouveau composite. Les travaux sont menés avec un objectif de développement de matériaux nano-structurés hybrides prometteurs pour une tenue à l'impact améliorée pour des vitesses balistiques ( $\sim 200m/s$ ) et hypervitesse ( $\sim 10km/s$ ).

La ténacité de la matrice joue un rôle majeur dans la résistance à l'impact d'un composite. Il existe plusieurs manières d'augmenter cette propriété mécanique telles que l'introduction de nanotubes de carbone, de nodules thermoplastiques, de graphène, de nanoparticules de TiO<sub>2</sub>, etc [1]. L'introduction de nanoparticules peut augmenter la rigidité du nouveau matériau hybride jusqu'à 50% selon le type de nanoparticules et leur taux.

L'incorporation des nanoconstituants dans le volume ou à la surface d'un solide est un champ d'innovation dans le domaine des nanotechnologies [2]. Un des objectifs de notre étude consiste à imprégner de manière contrôlée un tapis de VACNTs par la résine polymérique d'un préimprégné (prépreg). Le tapis de VACNTs qui est alors lié au prépreg peut être séparé de son substrat de croissance en aluminium, et le prépreg ainsi nanostructuré peut ensuite être stratifié et consolidé pour former un composite hybride nano-structuré. Les difficultés de la maîtrise de cette imprégnation sont notamment liées à la taille nanométrique des VACNTs et la forte densité des tapis de nanotubes.

Nous nous intéressons à un procédé qui maîtrise une imprégnation partielle de la résine dans le tapis des VACNTs et considérons le phénomène de montée capillaire de la résine dans la structure des VACNTs. Des résultats de travaux réalisés antérieurement peuvent être considérés pour aider à l'identification des paramètres de procédé à considérer.

Chevallier *et al.* [3] ont par exemple étudié la perméabilité suivant trois directions de tissus de fibre de carbone avec croissance de forêt de nanotubes sur leur surface dans le cas du procédé RTM (Resin Transfer Molding) ; la simulation numérique du flux d'imprégnation a également été effectuée. Garcia *et al.* [4] ont étudié le transfert de tapis de VACNTs à la surface d'un prépreg et ont montré une amélioration de la résistance à l'ouverture de fissure du nouveau matériau nano-renforcé, élaboré à partir de ces empilements. Veedu *et al.* [5] ont étudié l'influence de la présence de CNTs crûs sur des fibres de carbure de silicium sur les performances de composites. Des augmentations de 240% de la résistance en flexion, de 348% de la performance mécanique en déchirement interlaminaire hors-plan et de 770% de la capacité d'amortissement mécanique ont été mesurées. L'introduction de CNTs entre les plis des composites peut donc avoir un effet bénéfique sur les propriétés mécaniques statiques et quasi-statiques des matériaux hybrides ainsi obtenus.

Concernant la performance à l'impact à haute vitesse, Naghizadeh *et al.* [6] ont étudié la réponse à l'impact à vitesse balistique (~200m/s) de panneaux composites sandwich contenant des nanotubes. Les nanotubes COOH-MWCNTs considérés dans ces travaux sont des CNTs d'orientation aléatoire. Les auteurs estiment que la présence des MWCNTs augmente la vitesse balistique  $V_{50}$  de la structure, vitesse à laquelle une pénétration complète et celle partielle du projectile se produisent avec la même probabilité. Avec un taux de MWCNTs de 1%, un gain de 14 % a été mesuré au niveau de l'énergie absorbée par des panneaux sandwich par rapport au matériau non-renforcé par des CNTs.

L'imprégnation contrôlée de la résine au sein des tapis de VACNTs et le transfert efficace des tapis de VACNTs à la surface du prépreg sont les points majeurs traités dans le présent article.

## **2. Élaboration de nouveaux matériaux composites hybrides nano-structurés**

### **2.1. Données matériaux**

- **Matériau composite – préimprégné**

La référence du préimprégné utilisé est NC66/1808NA : fibres de carbone NC66, résine polymérique thermodurcissable époxy 1808NA. Les caractéristiques du renfort et de la matrice sont présentées dans le tableau Tab. 1.

<b>Propriétés du préimprégné</b>	
Fibres NC66	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Carbone HR HTS 40 F13 12K, unidirectionnelle, 150g/m<sup>2</sup></li> </ul>
Matrice 1808NA	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Époxy, densité à 20°C = 1,18g/cm<sup>3</sup>, T<sub>g</sub> = 128°C</li> <li>• Viscosité à 80°C = 5000mPa.s</li> </ul>
Préimprégné	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 260g/m<sup>2</sup>, taux massique de résine = 42%</li> </ul>
Mise en œuvre	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sous presse, T<sub> nominale</sub> = 120°C, durée = 75min, pression = de 1 à 2 bars</li> </ul>
Caractéristiques du composite	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Contrainte à la rupture en flexion 3 points : 1389 MPa ;</li> <li>• Module de flexion : 117 GPa ;</li> <li>• Contrainte de cisaillement : 78 MPa ;</li> </ul>

Tab. 1. Propriétés du prépreg NC66/1808NA, données fournies par Cotton Textile pour Matériaux Innovants (CTMI).

### • Nanotubes de carbone alignés verticalement (VACNTs)

Les tapis des VACNTs sont fournis par le partenaire industriel NawaTechnologies. Les caractéristiques des tapis de nanotubes de carbone sont présentées au tableau Tab. 2.

<b>Propriétés des VACNTs</b>	
Substrat de croissance	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Substrat métallique Al</li> </ul>
Type	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Nanotubes de carbone multi-feuillets</li> </ul>
Densité	<ul style="list-style-type: none"> <li>• De l'ordre de 10<sup>10</sup> VACNTs/cm<sup>2</sup></li> </ul>
Hauteur	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 32µm ou 100µm</li> </ul>
Diamètre	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Entre 4nm et 8nm</li> </ul>

Tab. 2. Propriétés des tapis des nanotubes de carbone, fabriqués par NawaTechnologies.

## 2.2. Procédé d'imprégnation

L'objectif de ce procédé consiste à effectuer une imprégnation contrôlée de la résine dans les tapis de nanotubes. Nous visons une montée partielle de la résine dans les VACNTs pour augmenter l'adhérence entre les VACNTs et le prépreg et permettre un bon taux de transfert. Une montée complète de la résine dans le tapis de VACNTs n'est pas souhaitable car la résine va coller au substrat après l'imprégnation et fera diminuer le taux de transfert.

Pour l'étude des conditions d'imprégnation et de transfert des tapis de VACNTs par la résine, un équipement d'analyse d'interface thermique de matériaux (thermal interface materials analyzer TIMA, fabriqué par Nanotest) est utilisé. Initialement prévu pour la mesure de la conductivité thermique des tapis de VACNTs, le choix de cet équipement a été fait car il permet de contrôler la température et la pression appliquées sur l'échantillon. La maîtrise de ces paramètres et la possibilité d'avoir un échantillon constitué de plusieurs constituants dans l'épaisseur ont confirmé l'intérêt de ce dispositif pour réaliser les essais d'imprégnation. Une description de la configuration retenue dans l'étude est donnée en figure Fig. 1.

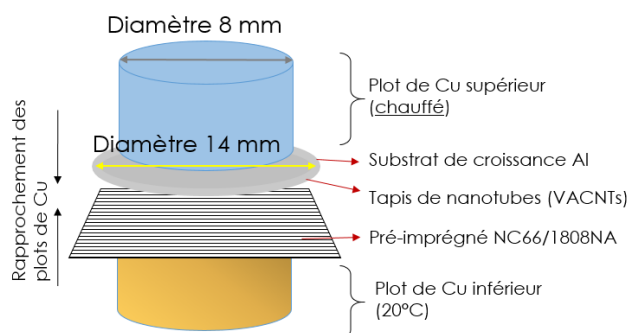


Fig. 1 : Condition d'utilisation du dispositif TIMA pour l'imprégnation de la résine du préreg dans les tapis de VACNTs.

Pour ce faire, les paramètres de procédé sont pré-définis selon les caractéristiques des matériaux. Le tableau Tab. 3 décrit les paramètres de procédé considérés.

Paramètres	Justification du choix des paramètres
Pression exercée sur l'empilement de substrat de croissance / tapis de VACNTs / préimprégné	<p>Afin d'assurer un contact répétable entre les VACNTs et le préreg, il a été décidé de contrôler la pression exercée lors de l'imprégnation. Deux niveaux de pression ont été évalués afin de vérifier l'influence de la pression, non seulement sur l'imprégnation, mais aussi sur la morphologie des tapis de VACNTs. Une pression trop faible pouvant limiter le contact entre le préreg et les VACNTs et nuire à l'imprégnation alors qu'une pression trop élevée a le potentiel d'écraser et d'endommager l'alignement des VACNTs.</p> <p>Les deux valeurs de pression considérées sont 398 kPa et 995 kPa.</p>
Température de chauffe du plot supérieur	<p>L'intérêt du contrôle de la température de chauffe est de pouvoir modifier la viscosité de la résine polymérique pour l'imprégnation. L'objectif est donc de permettre une montée capillaire contrôlée de la résine dans le tapis de VACNTs, sans que la résine atteigne le substrat de croissance des nanotubes. L'intervalle de la température doit permettre la maîtrise de cette montée capillaire partielle tout en évitant la réticulation de la résine. La hauteur de montée capillaire peut être contrôlée par la viscosité de la résine via la température de chauffe ainsi que par la durée du palier isotherme.</p> <p>Les deux valeurs de température de chauffe considérées sont 50°C et 80°C.</p>
Temps de palier isotherme	<p>Associée avec la température de chauffe, la durée de palier isotherme doit également être contrôlée afin de ne pas réticuler la résine tout en laissant à la résine le temps d'imprégner les VACNTs. Les trois valeurs de durée du palier isotherme considérées sont 5, 10 et 15 minutes.</p>

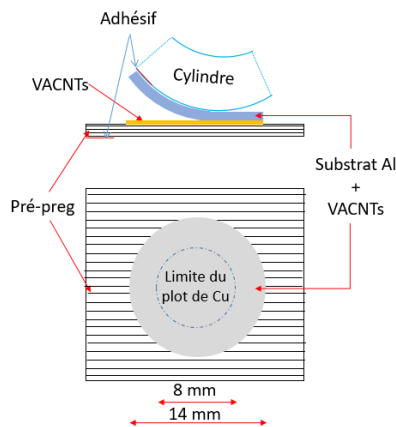
Tab. 3. Paramètres d'imprégnation considérés : liste, valeurs et justification de leur choix.

### 2.3. Étape de séparation du substrat de croissance des VACNTs

Après l'étape d'imprégnation des tapis de VACNTs par la résine du préreg, il s'agit ensuite de retirer le substrat de croissance en laissant les tapis de VACNTs sur le préreg. Le taux de transfert est défini comme étant le rapport entre la surface de tapis de VACNTs restée collée sur le préreg et

la surface totale de tapis de VACNTs ayant été mise en contact avec le prépreg. Ce taux dépend de plusieurs facteurs : les paramètres d'imprégnation (pression exercée sur la surface du prépreg, température de chauffe et durée de maintien en température), ainsi que les paramètres de séparation (méthode de séparation, température de l'échantillon). L'objectif majeur de cette étape est d'atteindre une méthode de séparation substrat Al – tapis de VACNTs efficace et répétable. Il est également important que les manipulations de cette étape n'endommagent pas la morphologie structurée initiale des VACNTs dans les tapis.

Afin de garantir une manipulation répétable et un angle de pelage constant, la séparation Al – VACNTs s'effectue avec un cylindre métallique (cf. figure Fig. 2) de surface propre et lisse. L'extrémité du substrat de croissance des VACNTs est collée au cylindre à l'aide d'un adhésif double face pendant que le prépreg est maintenu à plat. La rotation du cylindre permet alors de peler



de façon régulière la feuille de substrat Al du prépreg.

Fig. 2. : Illustration de la séparation du substrat Al de croissance des VACNTs.

La viscosité de la résine dépend de la température, il est important de refroidir et figer la résine avant la séparation afin que les VACNTs imprégnés soient arrachés de leur substrat de croissance et restent collés au prépreg. Les échantillons sont donc conservés à basse température ( $-24^{\circ}\text{C}$ ) pour préparer l'étape de séparation du substrat de croissance des VACNTs.

#### 2.4. Préparation des échantillons préalable aux observations microscopiques

L'objectif majeur de cette étape est de trouver une méthode de découpe optimale pour préparer la section des échantillons pour des observations microscopiques. Plusieurs méthodes de découpe ont été considérées. Elles sont basées sur le choix entre deux matériels de découpe (un ciseau et un couteau chirurgical) et entre deux conditions de découpe (une découpe à froid : le matériel de découpe étant trempé dans l'azote liquide avant la découpe, et une découpe à température ambiante).

La découpe est une manipulation délicate car les lames peuvent endommager la section de découpe. Dans un premier temps, les découpes ont été réalisées sur des échantillons de prépreg sans VACNTs pour observer le niveau d'endommagement du prépreg en fonction des conditions de découpe. Des échantillons avec VACNTs ont ensuite été découpés pour observer l'influence de la découpe au niveau des tapis de VACNTs. Pour chaque configuration, les sections de coupe ont été observées en microscopie optique et électronique à balayage (MEB) pour identifier les conditions de préparation optimales.

Concernant l’outil de découpe, c’est le couteau chirurgical qui donne les meilleurs résultats. En effet, une découpe au couteau chirurgical engendre en particulier moins de déformations ondulées que celles générées par le ciseau. Concernant la température, c’est la découpe à froid qui donne les meilleurs résultats. Dans cette configuration, la résine reste figée et n’est ainsi pas déplacée ou étalée par le mouvement de la lame.

### 2.5. Observations microscopiques

L’observation en microscopie de sections du matériau hybride composite nano-structuré est une étape importante pour l’étude de la fabrication de ce nouveau matériau. En effet, la vue de telles sections permet d’observer la morphologie de la forêt des VACNTs après le transfert, de déterminer le niveau de la montée capillaire de la résine dans la forêt et éventuellement de visualiser la répartition de fissures au sein des tapis de nanotubes. La figure Fig. 3 montre des observations MEB d’une part de VACNTs restant liés au substrat Al et d’autre part de VACNTs transférés au prépreg.

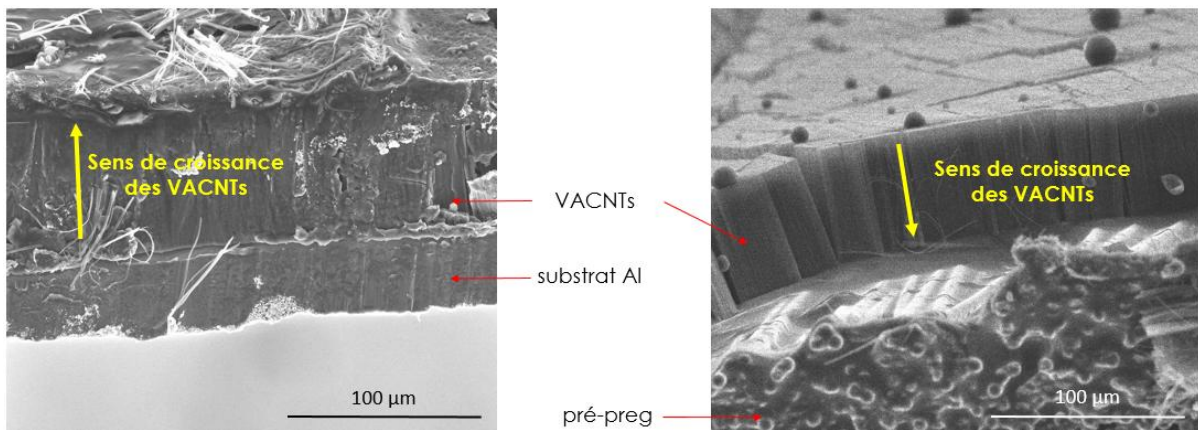


Fig. 3. Observations MEB de coupes réalisées au couteau chirurgical à froid. À gauche, section dans laquelle les VACNTs sont restés liés au substrat après l’opération de séparation. À droite, section dans laquelle les VACNTs sont liés au prépreg après l’opération de séparation.

## 3. Résultats

### 3.1. Efficacité du transfert

La figure Fig. 4 présente un exemple de résultat après l’opération de transfert. La photo à gauche est une vue de dessus du substrat Al après l’étape de séparation et la photo à droite est une vue de dessus du prépreg. Sur les deux photos, les zones avec VACNTs apparaissent en noir. Pour cet échantillon, le taux de transfert des VACNTs sur le prépreg est de l’ordre de 80%. C’est un taux élevé qui est le résultat de l’identification d’une combinaison des paramètres de mise en œuvre “pression – température – durée” appropriée pour un transfert efficace.

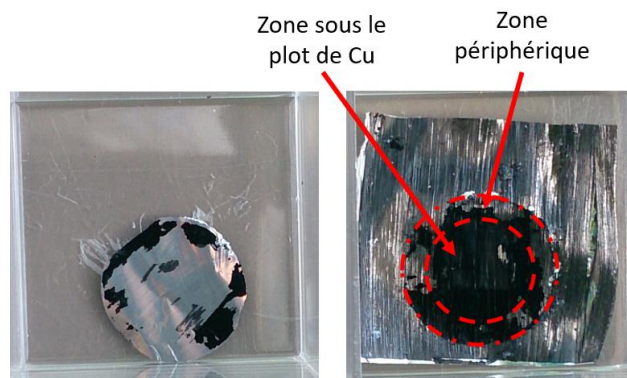


Fig. 4. Un résultat de transfert des VACNTs à la surface du préreg. Photo à gauche, les VACNTs restent sur le substrat Al ; photo à droite, les VACNTs transférés au préreg.

**3.2. Niveau de montée capillaire de la résine du préreg dans le tapis de VACNTs**

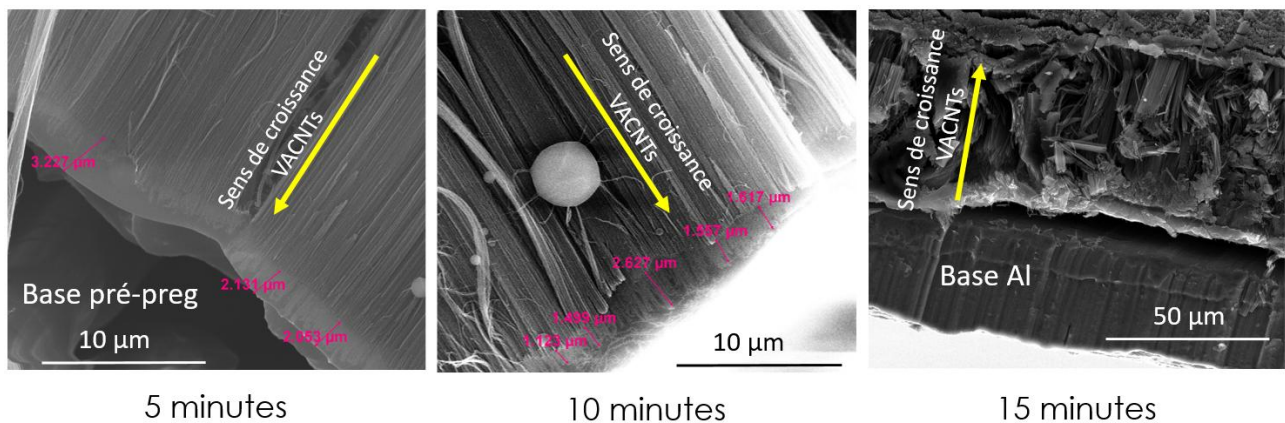
La durée du palier isotherme durant la phase d'imprégnation est un paramètre qui peut intervenir sur la montée capillaire de la résine du préreg dans la forêt de nanotubes d'un tapis. En effet, une fois que la température de chauffe a été déterminée et atteinte, pour une valeur de pression appliquée, la durée du palier isotherme est un paramètre qui doit permettre de contrôler la hauteur de cette montée capillaire.

Trois échantillons ont été soumis à la même pression (995 kPa), à la même température de chauffe (50°C) mais à trois durées de palier isotherme différentes de 5, 10 et 15 minutes. Ces échantillons ont été observés au MEB afin de visualiser et de déterminer la hauteur de montée capillaire de la résine. Au sujet des observations MEB, il est primordial d'observer la morphologie initiale de la forêt des VACNTs secs de référence. En effet, faute de contraste chimique entre la résine polymérique et les nanotubes de carbone, il est difficile de déterminer le niveau d'imprégnation de la résine dans le tapis de VACNTs.

Des images sont présentées en figure 5 et les valeurs de montée capillaires mesurées sont mentionnées dans le tableau 4. Les résultats montrent qu'il est possible d'éviter une montée capillaire sur la hauteur complète des nanotubes de carbone même si leur hauteur est faible. Ces premiers résultats montrent néanmoins qu'une forte variabilité peut être observée. L'origine de cette variabilité sera discutée dans la section 4. Si la hauteur de montée capillaire est partielle, l'étape de séparation du substrat de croissance peut être réalisée sans difficultés. Si elle est totale, une telle séparation ne peut être réalisée du fait du collage entre la résine et le substrat Al, et la séparation se fait alors entre le tapis et le préimprégné.

Durée du palier isotherme	Hauteur de montée capillaire	Notes
5 minutes	De 2,0µm à 3,2µm	Observations côté préreg
10 minutes	De 1,1µm à 2,6µm	Observations côté préreg
15 minutes	Montée complète	Observations côté Al, aucun transfert au préreg

Tab. 4. Valeurs de la hauteur de montée capillaire de la résine en fonction de la durée du palier isotherme.





*Fig. 5. Observations MEB de la hauteur de montée capillaire de la résine dans la forêt de VACNTs.*

*- Pour les durées de 5 et 10 minutes, une montée capillaire partielle de la résine du prépreg dans le tapis de nanotubes est observée et des mesures de la hauteur de montée sont possibles. Il faut noter que la découpe a provoqué ici une séparation entre le prépreg et les tapis de VACNTs.*

*- Pour la durée de 15 minutes, la montée capillaire a été totale sur toute la hauteur du tapis de VACNTs. Cela provoque un collage sur le substrat Al.*

#### 4. Discussion

Le modèle Lucas – Washburn [7] établit la relation analytique entre la hauteur de montée capillaire de la résine dans le tapis de VACNTs et la durée de contact résine – VACNTs ( $h^2 \propto t$ ). À partir des données expérimentales et du modèle, l'établissement d'un modèle semi-empirique prédictif permettra d'estimer la hauteur de montée de la résine en fonction des paramètres de transfert.

Les résultats expérimentaux montrent que l'obtention d'une montée partielle de la résine est possible. Cependant, il est pour l'instant impossible d'établir une corrélation entre la durée du palier isotherme et la hauteur de montée capillaire. Il existe plusieurs facteurs qui peuvent influencer le niveau d'imprégnation de la résine.

Une première famille de facteurs est liée à des caractéristiques de l'interface entre la surface du tapis de nanotubes et celle du préimprégné.

Le contact VACNTs – résine varie localement en raison de la rugosité de surface du prépreg et le niveau d'imprégnation de la résine peut donc varier significativement en fonction des zones observées.

La répartition hétérogène de la résine à la surface du prépreg est un autre facteur qui peut influencer de manière non-négligeable l'efficacité du transfert. Le niveau d'imprégnation résine – VACNTs peut varier entre une zone où il y a un excès local de résine et une zone où il y a un manque local de résine.

La différence locale de la hauteur des VACNTs est également un des paramètres qui peut influencer le niveau d'imprégnation en produisant une répartition hétérogène de la pression à l'interface entre le sommet des nanotubes et la surface du prépreg.

Une deuxième famille de facteurs est liée au procédé d'imprégnation, aux étapes de séparation et de découpe après le transfert.

Dans le dispositif d'imprégnation, le diamètre du plot de Cu et celui du substrat Al avec VACNTs ne sont pas identiques. Les conditions d'imprégnation de la zone située en dessous du plot de Cu sont donc différentes de celles de la zone périphérique. En conséquence, les résultats des observations sont fortement tributaires de la zone observée.

Lors de l'étape de séparation, l'efficacité du transfert des VACNTs sur la surface du prépreg dépend fortement des conditions de conservation des échantillons. Il peut être considéré que la résine des échantillons mis à basse température est solidifiée, ce qui rend l'adhérence VACNTs - prépreg plus forte que l'adhérence VACNTs - substrat Al. La séparation conduit alors à un taux de transfert élevé. D'autres facteurs à prendre en considération concernent la hauteur d'imprégnation mais aussi la force d'adhésion du tapis sur son support de croissance qui dépend des conditions de croissance et de la longueur des VACNTs

Lors de l'étape de découpe, il reste possible que la lame du couteau chirurgical endommage davantage certaines zones du tapis de VACNTs, ce qui rend les observations microscopiques plus défavorables.

## 5. Conclusion

Cette étude porte sur la faisabilité du transfert de tapis de nanotubes de carbone (VACNTs) à la surface d'un préreg, phase amont à la fabrication de composites renforcés par des VACNTs. Les essais préliminaires réalisés dans le cadre du projet ATIHS avaient comme objectifs de mettre au point une méthodologie permettant d'une part de montrer cette faisabilité et d'autre part de trouver les conditions de préparation des échantillons en préalable à leur observation en microscopie, pour caractériser les résultats du transfert.

Les résultats obtenus montrent que :

- les paramètres de mise en œuvre (pression – température de chauffe – durée du palier isotherme) considérés pour l'étape de transfert permettent d'optimiser l'imprégnation de la résine dans les tapis de VACNTs ;
- lors de l'étape de séparation, le taux de transfert des VACNTs sur le préreg dépend de la méthode de séparation et des conditions de conservation des échantillons ;
- une découpe des échantillons par un couteau chirurgical préalablement refroidis à l'azote liquide permet de créer des sections observables et exploitables par MEB ;
- la hauteur de montée capillaire, la morphologie des VACNTs après le transfert et d'éventuels défauts de transfert sont des paramètres observables et quantifiables à partir d'observations MEB.
- pour les matériaux considérés, des paramètres d'imprégnation optimaux ont été déterminés pour permettre un transfert efficace (taux de transfert élevé), une montée capillaire partielle et une conservation de l'alignement initial des VACNTs.

## Remerciements

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet FUI ATIHS financé par BPI France et par la Région Occitanie. Les auteurs remercient également les partenaires du projet ATIHS pour les échanges fructueux réalisés dans ce contexte.

## Références

- [1] Domun N, Hadavinia H, Zhang T, Sainsbury T, Liaghat GH, Vahid S. Improving the fracture toughness and the strength of epoxy using nanomaterials – a review of the current status. *Nanoscale* 2015;7:10294–329. doi:10.1039/C5NR01354B.
- [2] Klein É. *Le Small Bang des nanotechnologies*. Odile Jacob; 2011.
- [3] Chevallier L, Govignon Q, Olivier P, Bernhart G, Bouillonnet J, Mayne-LHermite M. THREE-DIMENSIONAL PERMEABILITY DETERMINATION OF REINFORCED COMPOSITES STRUCTURES WITH VERTICALLY ALIGNED CARBON NANOTUBE FORESTS n.d.
- [4] Garcia EJ, Wardle BL, John Hart A. Joining prepreg composite interfaces with aligned carbon nanotubes. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2008;39:1065–70. doi:10.1016/j.compositesa.2008.03.011.
- [5] Veedu VP, Cao A, Li X, Ma K, Soldano C, Kar S, et al. Multifunctional composites using reinforced laminae with carbon-nanotube forests. *Nature Materials* 2006;5:457–62. doi:10.1038/nmat1650.
- [6] Naghizadeh Z, Faezipour M, Hossein Pol M, Liaghat G, abdolkhani A. High velocity impact response of carbon nanotubes-reinforced composite sandwich panels. *Jnl of Sandwich Structures & Materials* 2017:1099636217740816. doi:10.1177/1099636217740816.
- [7] Fanaei AE. Caractérisation expérimentale des écoulements capillaires dans les renforts fibreux à double échelle de porosité. masters. École Polytechnique de Montréal, 2012.