



HAL
open science

Méthodologie de caractérisation des structures composites obtenues par RFI avec le matériau HexFIT™

Philippe Marguerès, Jorge Lopez Torres, Philippe Olivier, Francis Collombet

► To cite this version:

Philippe Marguerès, Jorge Lopez Torres, Philippe Olivier, Francis Collombet. Méthodologie de caractérisation des structures composites obtenues par RFI avec le matériau HexFIT™. Journée Scientifique et Technique "Mise en forme des matériaux composites" AMAC et SFT, Dec 2004, Le Havre, France. hal-04496855

HAL Id: hal-04496855

<https://hal.science/hal-04496855>

Submitted on 8 Mar 2024

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.

-Méthodologie de caractérisation des structures composites obtenues par RFI avec le matériau HexFIT™

Philippe Marguerès — Jorge Lopez-Torres — Philippe Olivier — Francis Collombet

*Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse – équipe PRO²COM
IUT Paul Sabatier – Département GMP
133 C, Avenue de Rangueil – B.P. 67701 – 31077 Toulouse CEDEX 04
[\[prénom\].nom@iut-tlse3.fr](mailto:[prénom].nom@iut-tlse3.fr)*

RÉSUMÉ: Le présent article propose une démarche préliminaire visant l'établissement d'une méthodologie spécifique d'investigation et de caractérisation de structures composites obtenues par RFI à partir d'un nouveau prototype d'HexFIT™. Cette étude montre l'intérêt d'une approche définissant l'état initial de la structure composite après fabrication afin de pouvoir comprendre son comportement mécanique. Dans cette optique, des essais physicochimiques (DSC, dissolution, TGA), mécaniques (traction uniaxiale) et des investigations non destructives (US et IR) ont été réalisés.

ABSTRACT: The present paper proposes a preliminary approach to define a specific methodology to investigate and characterize composite structures obtained by RFI and made of a new HexFIT™ prototype. The study highlights the substantial interest of knowing initial state of the cured composite in order to better understand its mechanical behaviour. For this, physicochemical (DSC, dissolution, TGA) and mechanical (uniaxial tensile loading) testing and non destructive investigation (US and IR) were undertaken.

MOTS CLÉS : Resin Film Infusion ; HexFIT™ ; caractérisation ; mise en œuvre

KEYWORDS : Resin Film Infusion ; HexFIT™ ; characterization ; manufacturing

1. Introduction

Le travail présenté ici propose l'établissement d'une méthodologie de caractérisation de structures composites obtenues par Resin Film Infusion (RFI) à partir d'un matériau prototype type HexFIT™ (Hexcel Composites). Cette étude est la phase préliminaire d'une démarche globale (Lopez, 2003) visant le suivi de la fabrication à la ruine de structures composites de dimensions industrielles réalisées par des méthodes rapides et économiques (Kleineberg) (Ness, 2002) (Raju, 1999)). Notre but premier est d'acquérir des informations élémentaires sur le matériau et d'examiner les différentes conditions de mise en œuvre.

L'HexFIT™ est destiné à la production de pièces de structure suivant différents procédés de mise en œuvre : moulage sous vide en étuve ou en autoclave, moulage par compression (moule rigide fermé type poinçon / matrice). C'est suivant le procédé Resin Film Infusion (Letterman, 1986) en étuve sous vide avec contre-moule souple (Marsh, 2002) (Lunn, 2004) que nous avons choisi de mettre en œuvre ce matériau. Nous avons donc étudié différentes configurations d'empilement (drapage) et de marouflage (choix et position des produits d'environnement pour la cuisson). Les effets sur les caractéristiques physiques, dimensionnelles et mécaniques de plaques stratifiées de ces configurations de fabrication sont comparés.

2. Matériau HexFIT™

Le matériau de l'étude est un semi-preg composé d'un premier renfort dont le taux d'imprégnation est deux fois plus élevé que celui rencontré dans un préimprégné classique (contenant environ 35% de résine en masse), sur lequel est placé un renfort sec. La forte épaisseur du pli (avant mise en œuvre, proche de 1 mm), son taux massique très élevé ($\approx 2150 \text{ g.m}^{-2}$) et les différentes orientations et textures de renforts proposées permettent à notre sens un bon compromis entre coût de fabrication et propriétés mécaniques finales. Trois types de semi-pregs ont été mis à notre disposition par la société DDL Consultants et Hexcel Composites France. Ces matériaux font partie de la famille des HexFIT™ Série 1000 type Verre E / Epoxyde M9/M10 dédiés au RFI. Nous distinguons par HexFIT 001, HexFIT 002 et HexFIT 003, ces trois matériaux

Comme le montre la Figure 1a, les trois HexFIT diffèrent de par les types de renforts employés : fils de renfort à $\pm 45^\circ$ plus fils de couture pour l'HexFIT 001, Tissus sergé 2x2 pour l'HexFIT 002. L'HexFIT 003 présente une structure de renfort pouvant être qualifiée de 'quasi-isotrope' (dans le plan de stratification), puisqu'il est la superposition de fibres cousues à $\pm 45^\circ$ et d'un tissu sergé 2 x 2. Sergé 2x2 et plis à $\pm 45^\circ$ sont constitués de fibres de verre E.

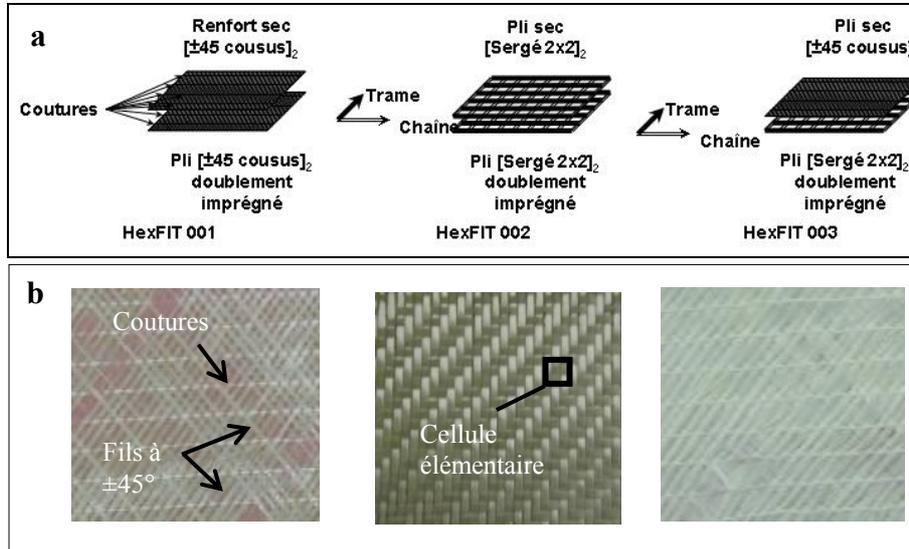


Figure 1. a - Schématisation des 3 types d'HexFIT™ Série 1000 étudiés.
b - Photographies des trois types d'HexFIT™ en vue de dessus.

3. Caractérisation des HexFIT™

3.1. Masse surfacique et taux massique de résine

Les informations de masse surfacique et de taux massique initial (avant toute opération de mise en œuvre) ont été déterminées sur chacun des trois types d'HexFIT. La masse surfacique est obtenue par pesée d'échantillons (5 échantillons par type d'HexFIT) de dimensions planes fixes : $100 \text{ cm}^2 \pm 0,025 \text{ cm}^2$. Le taux massique de matrice W_{m0} (%) a été déterminé à la fois par dissolution chimique de la matrice sur des échantillons de 1g et par calcination de la matrice sur des échantillons de masse initiale comprise entre 30 et 50 mg. La calcination a été réalisée en isotherme à 600°C (rampe de l'ambiante à 600°C effectuée à 100°C/min) avec un analyseur thermogravimétrique TGA7 Perkin Elmer, d'où les valeurs de masses très faibles des échantillons. Les mesures par TGA sont arrêtées lorsque la masse de l'échantillon porté à 600°C se stabilise et n'évolue plus. Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 1 où les valeurs données par deux méthodes de détermination de W_{m0} (%) sont comparées dans la colonne 'écart'. Les différences entre les deux méthodes sont très importantes. Avec l'analyse thermogravimétrique (TGA), la faible masse des échantillons testés ne nous permet pas -compte tenu des types de renforts (cf. Figure 1b)- d'avoir des échantillons

représentatifs de la structure du matériau. Effectivement, en observant l'HexFIT 002, la cellule élémentaire représentative du sergé 2x2 qui constitue le renfort de ce matériau est un carré de 2 cm de côté. La masse d'un tel échantillon est bien supérieure à la trentaine de mg qui peuvent être testés par TGA pour une mesure de W_{m0} (%) par calcination. De fait, nous ne retiendrons dans le tableau 1, que les valeurs obtenues par dissolution chimique de la résine. Pour ce type d'essai de détermination de W_{m0} (%), la taille des échantillons est supérieure à celle de la cellule élémentaire repérée sur la Figure 1b. Les échantillons de produit préimprégné employés pour le test de dissolution de résine ont tous une masse proche de 1g soit (en utilisant les valeurs de masse surfacique - Tableau 1) une surface d'environ 4,6 cm².

<i>Matériau</i>	<i>Masse surfacique (g/m²)</i>	<i>W_{m0} (%) Dissolution chimique résine</i>	<i>W_{m0} (%) Calcination en TGA</i>	<i>Ecart (%) = (W_{m0} disso.) – (W_{m0} TGA)</i>
HexFIT 001	2126 ± 20,5	52,81	58,83	6
HexFIT 002	2157 ± 39,5	50,37	59,95	9,6
HexFIT 003	2114 ± 20,5	50,39	57,79	7,4

Tableau 1. Masse surfacique et fraction massique de résine dans les prepreps HexFIT.

3.2. Analyse DSC du préimprégné HexFIT 001, 002 et 003

Dans cette phase d'étude préliminaire, nous n'avons pas cherché à mettre en place un modèle de cinétique de réaction (Olivier, 1992) des HexFIT. Toutefois, des analyses simples ont été menées sur une DSC (analyseur calorimétrique différentiel) Q100 TA Instruments afin de déterminer les températures de début et fin de réaction, ainsi que les enthalpies totales de réaction (H_{TOT}) en soumettant les échantillons à un balayage en température de l'ambient à 200°C à raison de 10°C/min. Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau 2. Les valeurs de H_{TOT} (mJ/mg) sont déterminées par rapport à la masse de résine contenue dans les échantillons en utilisant l'information W_{m0} (dissolution) comme on le fait classiquement sur des produits préimprégnés. Chaque essai est répété sur cinq échantillons. Les thermogrammes obtenus ne présentent qu'un seul pic exothermique (températures début et fin dans Tableau 2).

Matériau	Enthalpie totale de réaction H_{TOT} (mJ/mg)	Température de début de réaction (°C)	Température de fin de Réaction (°C)
HexFIT 001	169,37 ± 13,6	122,8 ± 2,2	146,6 ± 0,5
HexFIT 002	176,38 ± 8,2	120,2 ± 0,1	145,8 ± 0,1
HexFIT 003	161,76 ± 41,4	120,0 ± 0,5	147,1 ± 0,7

Tableau 2. Analyse par DSC des trois prepregs HexFIT.

4. Conditions de mise en œuvre : flot de résine

Nous avons étudié plusieurs configurations de marouflage des stratifiés. Ils seront tous produits en étuve sous vide avec contre-moule déformable. Trois configurations de fabrication en termes de produits d'environnement (Figure 2) sont comparées pour tester l'effet des produits d'environnement sous cycle de température (120°C pendant une heure) et vide constant (-700 mbar). Avec les conditions FAB 1 (cf. Figure 2), un flot de résine nul est attendu car les empilements de couches d'HexFIT sont mises dans un 'coffrage étanche'. Les conditions FAB 2 autorisent un flot vertical (perpendiculaire au plan de stratification) faible puisqu'un film démoulant étanche est placé après une couche de tissu absorbant. Enfin, les conditions FAB 3 correspondent à une configuration de produits d'environnement autorisant un flot plus élevé, car aucun film démoulant étanche n'est interposé entre la surface supérieure de l'empilement de plis et le sac à vide.

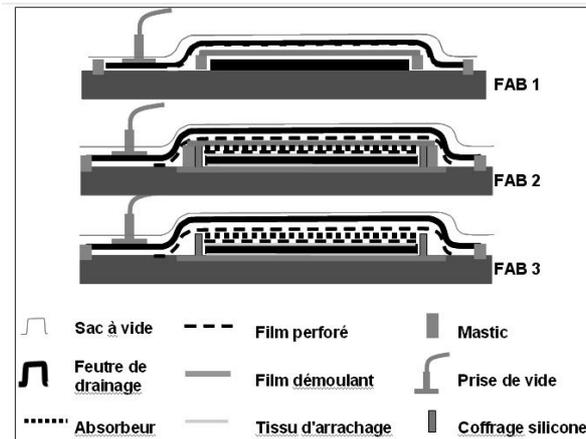


Figure 2. Types de fabrications testées.

Lors de chaque fabrication 16 éprouvettes planes (100 x 100 mm) de chaque HexFIT ont été produites suivant les drapages donnés en Figure 3. Chacune de ces éprouvettes est pesée avant et après fabrication de même que l'ensemble des produits d'environnement, ce qui permet de déterminer, par différence de masse, les valeurs de flots. Dans le cadre de la production de stratifiés de 4 plis (Figure 3), avec chacun des trois HexFIT, on constate que pour avoir une symétrie miroir, notamment avec l'HexFIT003, on est contraint (Figure 3c) de positionner les deux plis supérieurs en orientant la couche préimprégnée vers le haut. Les mesures de flot sont indiquées pour chaque configuration de fabrication dans le Tableau 3.

<i>FLOT (% de perte de résine en masse)</i>			
HexFIT	FAB 1	FAB 2	FAB 3
001	≈ 0	4,2 ± 0,9	5,0 ± 0,6
002		4,8 ± 0,3	6,2 ± 0,7
003		4,7 ± 0,5	6,0 ± 0,5

Tableau 3. Valeurs de flot pour les trois configurations de fabrication.

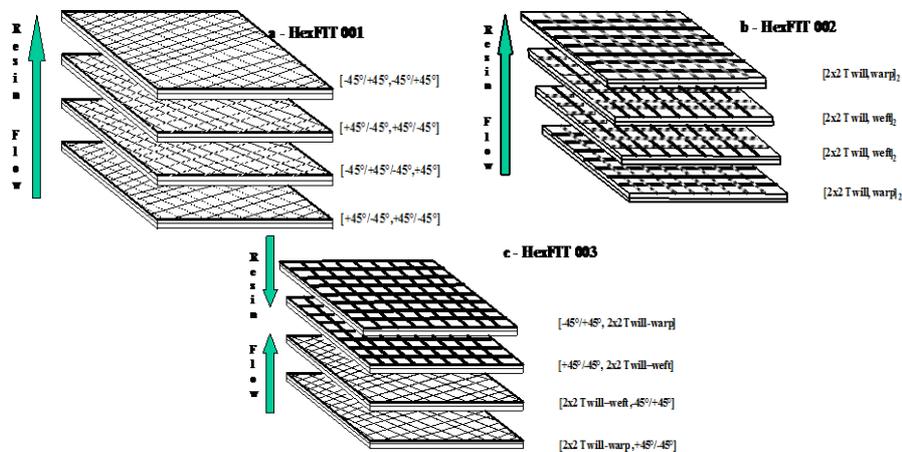


Figure 3. Drapages mis en œuvre pour les HexFIT 001, 002 et 003 avec direction du flot principal de résine.

5. Caractérisations physicochimique et mécanique des plaques stratifiées

La caractérisation physico-chimique (taux volumiques de fibres V_f (%) et de porosité V_p (%) et T_g) des diverses éprouvettes permet de définir la limite de certains protocoles normalisés face à ce type de matériau et d'établir une méthodologie à suivre. Les résultats proposés dans le Tableau 4 sont ceux obtenus après dissolution à l'acide sulfurique. Une image obtenue par examen aux rayons X permet de mettre en évidence l'importance de l'échelle des mèches de fils de renfort (~ 5 mm de diamètre pour une mèche de fils pour le sergé 2x2) dans les spécimens fabriqués (Figure 4). Pour les essais mécaniques, seuls les spécimens obtenus à partir des conditions de mise en oeuvre FAB 3 sont étudiés (V_f (%) la plus élevée). Les dimensions des éprouvettes de caractérisation mécanique par traction sont données dans la Figure 5. De plus, seules les plaques obtenues à partir des HexFIT 001 et 002 ont été testées à ce jour.

	<i>Matériau</i>	<i>% Fibres</i>	<i>% Porosité</i>
FAB 2	HexFIT 001	38,82 ± 2,68	2,23 ± 1,61
	HexFIT 002	35,93 ± 1,42	0,88 ± 0,27
	HexFIT 003	35,18 ± 1,31	0,95 ± 0,55
FAB 3	HexFIT 001	41,56 ± 3,5	4,63 ± 1,69
	HexFIT 002	37,96 ± 2,33	2,96 ± 1,45
	HexFIT 003	38,95 ± 1,28	2,75 ± 1,44
Ecart	HexFIT 001	2,74	2,40
	HexFIT 002	2,03	2,08
	HexFIT 003	3,77	1,80
Ecart moyen		2,85 ± 0,62	2,09 ± 0,61

Tableau 4. Variation de la fraction volumique de fibres et du taux volumique de porosité pour FAB2 et FAB3 obtenue par essai de dissolution à l'acide sulfurique.



Figure 4. Clichés RX des stratifiés obtenus à partir des HexFIT 001 (renforts orientés à $\pm 45^\circ$) et HexFIT 002 (renforts à base de sergé 2x2).

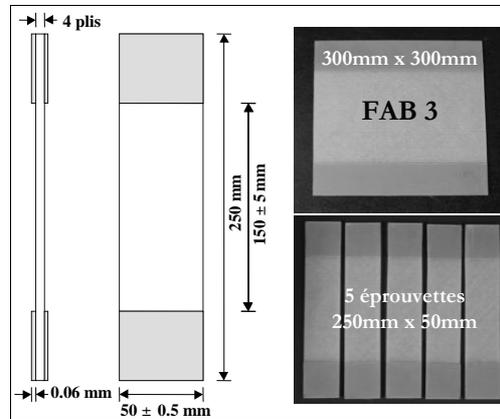


Figure 5. Descriptifs des spécimens de traction.

Dans la configuration de fabrication FAB3, quatre plaques de 300 x 300 mm ont été produites (deux HexFIT 001 et deux HexFIT002). Pour l'HexFIT 001, les talons sont collés pour la première plaque parallèlement aux fils de couture des renforts (cf. Figure 1b) et perpendiculairement aux fils de couture pour la seconde plaque. De la même manière, pour les plaques d'HexFIT 002, les talons sont collés de façon à pouvoir réaliser des essais de traction premièrement sur des éprouvettes dont les fils de chaîne des plis externes sont parallèles à l'effort et deuxièmement avec les fils de chaîne des plis extérieurs perpendiculaires à l'effort de traction.

Pour l'HexFIT 001, les résultats des essais de traction (Figure 6 a) montrent des écarts significatifs (modules essentiellement) entre les deux configurations de sollicitation. Lorsque les fils de couture sont perpendiculaires à l'effort de traction, le module du composite est environ 2,6 fois plus grand que lorsque ces mêmes fils sont parallèles à l'effort de traction (Tableau 5). La contrainte à la rupture est accrue de 20% lorsque l'effort de traction est perpendiculaire aux fils de couture. Une des origines possibles est un effet « amplificateur » des fils de couture. Cependant, un facteur de 2,6 semble très éloigné des résultats classiques relatifs au comportement statique des composites cousus (Mouritz, 2000) (Kang, 1994) (Thuis, 1996). Il est alors possible que la séquence d'empilement non symétrique est un effet non négligeable sur la réponse mécanique du matériau en traction.

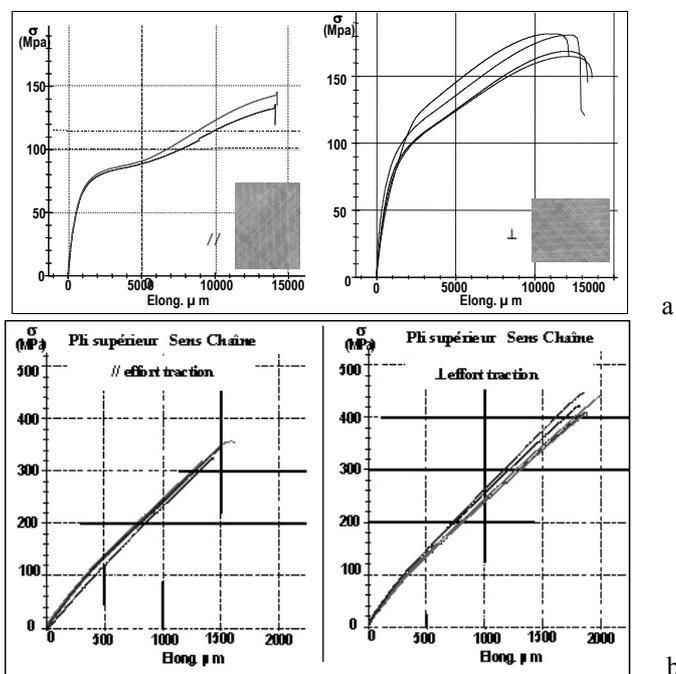


Figure 6. Essais de traction sur a : HexFIT 001 et b : HexFIT 002.

En ce qui concerne l'HexFIT 002, les effets de l'orientation des fils de chaîne des plis externes par rapport à l'effort de traction sont nettement moins prononcés que ce que nous venons de constater avec l'HexFIT 001 (Figure 6 b). Effectivement lorsque l'effort est appliqué perpendiculairement aux fils de chaîne des plis externes des plaques stratifiées d'HexFIT 002, les caractéristiques mécaniques module et contrainte à la rupture augmentent d'environ 15% (cf. Tableau 5). Ce résultat reste surprenant malgré le respect de la symétrie et le contrôle des paramètres de fabrication de la FAB 3. Après mesures dimensionnelles, il apparaît une variation conséquente de l'épaisseur (de l'ordre du millimètre) entre les deux plaques mère qui ont servi à l'obtention des spécimens de traction. Cette variation d'épaisseur peut engendrer une différence significative en terme de fraction volumique de fibres donc de modules.

En dépit des efforts menés pour maîtriser le procédé de fabrication et contrôler la matière première, il apparaît important de réaliser une démarche de contrôle systématique des plaques mères fabriquées. Une étude spécifique du taux volumique de fibres des plaques mère par échantillonnage a été réalisée par dissolution de la matrice. Cependant, la procédure utilisée sur préimprégné n'a pas permis d'obtenir des résultats concluants et répétitifs sur le matériau réticulé (dissolution incomplète).

Des mesures par calcination sur échantillons de dimensions représentatives de la cellule élémentaire permettraient d'accéder aux valeurs recherchées (fractions volumiques de fibres). En complément, une procédure de contrôle non destructif est établie afin de fournir des informations en termes de topologie et de défauts initiaux (Cf. partie 5).

HexFIT 001			
<i>Orientation de la couture des plis $\pm 45^\circ$ p/r effort</i>	<i>Module (MPa)</i>	<i>Contrainte rupture (MPa)</i>	<i>Allongement à la rupture (%)</i>
//	1315	140	16,8
\perp	3500	175	16,4
HexFIT 002			
<i>Orientation Chaîne plis externes p/r effort</i>	<i>Module (MPa)</i>	<i>Contrainte rupture (MPa)</i>	<i>Allongement à la rupture (%)</i>
Chaîne // effort	18870	355	2,2
Chaîne \perp effort	21870	425	2,3

Tableau 5. *Caractéristiques mécaniques moyennes en traction : HexFIT001 et 002.*

6. Caractérisations non destructives

Afin de définir un protocole de caractérisation non destructive des spécimens obtenus à partir des différents HexFIT, un ensemble de spécimens de calibration a été réalisé afin de permettre une investigation par ultrasons et infrarouge. Cette approche a pour but de définir la sensibilité et la capacité de détection des moyens CND utilisés en terme de défauts simulés (délaminage) sur le matériau HexFIT. Pour ceci, des inserts de nature et de dimensions différentes ont été utilisés (Broughton, 1999) comme présentés dans la Figure 7 a. Les inserts sont des carrés de 6 mm, 12,5 mm et 25 mm de côté. Deux types de matériaux ont été utilisés : ETFE (20 μm) et Aluminium (10 μm). Les inserts ETFE ont été utilisés en monocouche ou en superposant 2 couches fermées hermétiquement en périphérie (formation d'une poche d'air). La forte absorption et dispersion des ultrasons lors de l'inspection ultrasonore de ce type de matériau a conduit à l'achat de capteurs spécifiques (Krautkramer® ALPHA DFR: 5MHZ/0.5"). Il apparaît que les défauts simulés à partir des inserts ETFE fermés hermétiquement permettent une meilleure détectabilité. Pour l'inspection IR, une étude en séquençage du flux thermique permet de définir distinctement la position des différents inserts ETFE scotchés dans les plis des stratifiés simulant un délaminage dans l'épaisseur (Figure 7 b).

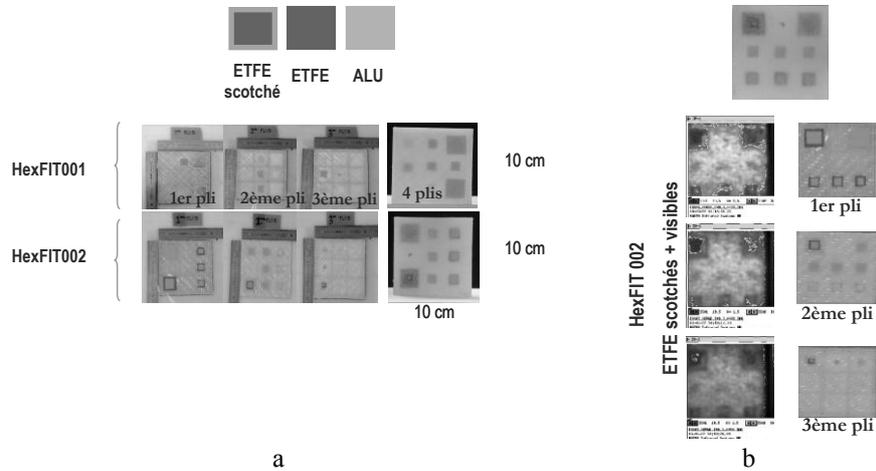


Figure 7. Eprouvettes étalons pour CND

7. Eléments de conclusion et perspectives

Cette première étude a permis de mettre en évidence les particularismes du matériau HexFIT testé et l'importance de l'établissement d'une approche spécifique de caractérisation de pièces obtenues par RFI. La première difficulté a été de définir des conditions d'élaboration (en termes de produits d'environnement) pour ce matériau, notamment concernant le respect de la symétrie miroir à défaut du respect du sens d'infusion. Des analyses physicochimiques "adaptées" ont pu permettre de choisir entre les différents types de fabrication étudiés afin de pouvoir réaliser des éprouvettes de caractérisation mécaniques. Dans le but de comprendre la variabilité du comportement en traction uniaxiale des spécimens testés, il a été proposé de définir un protocole d'investigation non destructive (US et IR) permettant de rendre compte de l'état initial après fabrication.

Nous espérons que l'ensemble de ces travaux aura fait comprendre au lecteur les difficultés que génère l'étude d'un matériau prototype. Nous pensons à ce sujet au cadre de nombreux essais normalisés se rapportant aux composites renforcés au verre textile qui ne sont pas adaptés aux spécificités de ce matériau. Il nous faut donc établir des protocoles d'investigation et de caractérisation dédiés permettant l'étude, depuis la fabrication jusqu'à la ruine, de structures produites à partir de ce type de composite.

Les auteurs tiennent à remercier les sociétés Hexcel Composites France (Dagneux) et DDL Consultants (Le Beausset) ainsi que monsieur Kashif Syed Muhammad aujourd'hui doctorant au Laboratoire de Mécanique et Ingénierie de L'Université de Clermont Ferrand II.

8. Références bibliographiques

- Ahn K.J., Seferis J.C., Letterman L.E., "Autoclave resin infusion process, analysis and prediction of resin contents", *SAMPE Quarterly*, January, 1990, pp. 3-10.
- Broughton W.R., Lodeiro M.J., Sims G.D., Zeqiri B., Hodnett M., Smith R.A. and Jones L.D. – *Standardized procedures for ultrasonic inspection of polymer matrix composites*. ICCM 12, Paris 1999.
- HexFIT™ "Film infusion Technology for the rapid and cost-effective manufacture of composites" HEXCEL Composites product literature, March 2001.
- Kang TJ, Lee SH, "Effect of stitching on the mechanical and impact properties of woven laminate composites", *Journal of Composite Materials*, Vol. 28, 1994, pp 1574-1587.
- Kleineberg M., Wenner U. and Hanke M. – *Fuselage Manufacturing with Liquid Resin Infusion (LRI) technologies*. DLR Institutes of Structural Mechanics, Lilienthalplatz, Braunschweig, pp.1-10
- Letterman L.E., Resin film infusion process and apparatus, US Patent n° 4,622,091, 1986.
- Lopez Torres J and Syed Muhammad K – *Characterization of composite material: HexFIT™*, DEA report 2003, University Paul Sabatier III, Toulouse, France.
- Lunn P., "Tooling materials ideal for resin infusion", *Reinforced Plastics*, September, 2004. pp. 28-30.
- Marsh G., "Resin film infusion – Composite cost reducer", *Reinforced Plastics*, February, 2002. pp. 44-49.
- Mouritz AP, Cox BN ; "A mechanistic approach to the properties of stitched laminates", *Composites Part A*, Vol. 31, 2000, pp 1-27.
- Ness D., Jones D.T. and SP Systems – *SP resin infusion technology*. Composite Engineering Materials, SP Systems. 2002, pp. 1-9
- Raju B. Qi, Kruckenberg T. and Stanning R. – *A resin film infusion process for manufacture of advanced composite structures*. Composite Structures, Elsevier Science, 47. 1999, pp. 471-476
- REINFORCED plastics – *Resin film infusion composites cost reducer*. Elsevier Science. February 2002, pp.44-49
- Thuis HGJ, Bron E, "The effect of stitching density and laminate lay up on the mechanical properties on stitched carbon fabrics", National Lucht-en Ruimtevaarlaboratorium report NLR CR 96126L, 1996.