



# **Etudes expérimentales de l'influence des paramètres de conception des renforts NCF unidirectionnels sur leurs propriétés de transport et leurs performances mécaniques**

Boris Martin

## **► To cite this version:**

Boris Martin. Etudes expérimentales de l'influence des paramètres de conception des renforts NCF unidirectionnels sur leurs propriétés de transport et leurs performances mécaniques. Matériaux et structures en mécanique [physics.class-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015. Français. ⟨NNT : 2015ENMP0084⟩. ⟨tel-02892123⟩

**HAL Id: tel-02892123**

**<https://pastel.hal.science/tel-02892123v1>**

Submitted on 7 Jul 2020

**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.



HAL Authorization

Ecole doctorale n° 364 : Sciences Fondamentales et Appliquées

## Doctorat ParisTech

### THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**L'École Nationale Supérieure des Mines de Paris**

**Spécialité “Sciences et Génie des Matériaux”**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Boris MARTIN**

Le 26 Juin 2015

**Études expérimentales de l'influence des paramètres de conception des renforts NCF unidirectionnels sur leurs propriétés de transport et leurs performances mécaniques**

Directeur de thèse : **Noëlle BILLON**

Co-directeur de thèse : **Christophe BINETRUY**

#### Jury

**M. Fodil MERAGHNI**, Professeur, ENSAM, LEM3

**Mme. Véronique MICHAUD**, Professeur, LTC, EPFL

**M. Nicolas CARRERE**, Enseignant Chercheur, LBMS, ENSTA Bretagne

**Mme. Noëlle BILLON**, Professeur, CEMEF, Mines Paristech

**M. Christophe BINETRUY**, Professeur, GeM MPTC, École Centrale de Nantes

**M. Sébastien COMAS-CARDONA**, Professeur, GeM MPTC, École Centrale de Nantes

**M. Jean-Luc BOUVARD**, Enseignant Chercheur, CEMEF, Mines Paristech

**M. Paul LUCAS**, Ingénieur, OCV Chambéry International

Président

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

Invité

T  
H  
È  
S  
E

**MINES ParisTech**

**Centre de Mise en Forme des Matériaux - UMR 7635**

**BP 207, 06904 Sophia Antipolis**



## Remerciements

J'aimerais tout d'abord remercier l'ANRT ainsi que Owens Corning Chambéry International d'avoir financé cette thèse. Je remercie Paul Lucas et Richard Veit de m'avoir fait confiance pour mener ce travail de recherche au cours des 3 ans que j'ai passés à travailler sur leurs produits. Merci également à tous les employés avec lesquels j'ai eu le plaisir de travailler, et notamment à Védát et Etienne qui m'ont permis d'avancer dans la réalisation de plaques stratifiées quand mon allergie à l'époxy m'empêchait de travailler dans le labo.

Je remercie naturellement mes directeurs de thèse et encadrants qui m'ont permis d'évoluer personnellement et techniquement. Du côté du CEMEF, Noëlle et Jean-Luc, vous m'avez permis d'atteindre une certaine rigueur scientifique. Votre travail a été long et fastidieux et il me servira sûrement toute ma vie. Du côté de l'ECN, Christophe et Sébastien, vous avez su répondre à toutes mes questions et toujours pris le temps de discuter de mon travail. Merci à vous tous donc, en espérant travailler dans d'aussi bonnes conditions par la suite.

Je remercie également tous mes collègues des deux laboratoires dans lesquels j'ai évolué. Au CEMEF, Gilbert et Christophe, merci de m'avoir assisté lors de tous mes essais fastidieux. Merci également à Manu pour son aide du côté de l'informatique ; et Jérôme pour son costume de Lion et les petites sorties trials du midi. A l'ECN, où l'ambiance et les parties de coinche dans le labo étaient incroyables et vont grandement me manquer, je remercie particulièrement la TEAM JOSE avec Grasdrien, Gravid et Hugros, le maître de l'organisation #papaArthur (ou Grarthur), mon collègue de bureau Béné (#deutsch qualitat), Jean-Michel pour les discussions bateaux et Morgan pour les régates en J80 (là aussi j'ai beaucoup appris), et le groupe de « la bière du Vendredi soir ».

Mes pensées vont ensuite vers mes amis de longue date, que je vais essayer d'énumérer fidèlement de manière chronologique. Commençons donc par John et Benjamin, mes copains d'enfance, difficile de dire qui est le plus fou des deux, en tout cas depuis 25 ans que l'on se connaît, on a toujours su se retrouver pour faire des bonnes « guerres », pourvu que ça dure ! Puis au collège, j'ai rencontré Charlotte et Pierre, et ensuite Fanny, Orens et Bruno au lycée. On a formé le « gang », les *Sockets*, une bande de potes, une famille. Merci d'avoir toujours été là, vous êtes dans mon cœur les amis. Merci également Polo, je te lève le petit doigt ! Et puis en vrac je vais remercier mes colloques de

Southampton, Dédé, Kiki, Titi et Fex, mes amies de Nottingham Clara et Laura. Merci à vous tous et à bientôt.

Passons maintenant à la famille. Ces personnes qui m'ont vu et qui me voient toujours grandir. Une pensée va à mes grands-parents, Mamie Claudia et Papi Jacques l'optimiste, qui aurait sûrement été fière de moi. Reste l'éternel papi Maurice, un exemple pour tous, je vous le dis... Une pensée va à ma mère Christine et mon père Gérard, ils ont fait de moi ce qui je suis, heureux, et je leur suis infiniment reconnaissant. Une pensée va à ma sœur, Leslie, qui m'a envoyé l'offre de cette thèse en me disant « postule ça peut être chouette ! », je te souhaite d'avoir la chance que j'ai et je suis toujours là pour toi. Une pensée va à mes frères, à Johan, sa jolie famille et son esprit sportif ; à Gaël, sa musique et son esprit d'artiste. Merci également à Gary, pour m'avoir supporté et éduqué alors que je n'étais qu'un adolescent insolant ; et à Anne pour son inconditionnelle gentillesse.

Je finis par la personne qui partage ma vie, Anaïs, qui la remplit de bonheur et me rend meilleur. Tu as su me supporter et me rassurer dans cette épreuve au quotidien. Merci d'être là auprès de moi.

Ici s'achève une page de ma vie, merci de m'avoir aidé à l'écrire...

*A ma famille,*

*Naviguer est une activité qui ne convient pas aux imposteurs. Dans bien des professions, on peut faire illusion et bluffer en toute impunité. En bateau, on sait ou on ne sait pas.*

**Éric Tabarly - Mémoire du large**

## Table des matières :

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I:Contexte de l'étude et méthodologie .....</b>	<b>3</b>
<b><i>I.1 Contexte et enjeux de l'étude .....</i></b>	<b>4</b>
<i>I.1.1 L'énergie éolienne .....</i>	<i>4</i>
<i>I.1.2 Les matériaux composites et les structures éoliennes .....</i>	<i>5</i>
<b><i>I.2 Du renfort NCF au composite.....</i></b>	<b>7</b>
<i>I.2.1 Présentation et fabrication des NCF.....</i>	<i>7</i>
<i>I.2.2 Les renforts NCF de l'éolien .....</i>	<i>8</i>
<i>I.2.3 La matrice .....</i>	<i>10</i>
<i>I.2.4 L'ensimage .....</i>	<i>10</i>
<i>I.2.5 Procédé de mise en forme : l'infusion.....</i>	<i>10</i>
<i>I.2.6 Une architecture partiellement contrôlable .....</i>	<i>11</i>
<b><i>I.3 Objectifs et démarches expérimentales mises en place.....</i></b>	<b>12</b>
<i>I.3.1 Renforts élémentaires.....</i>	<i>14</i>
<i>I.3.2 Caractérisation de la microstructure.....</i>	<i>17</i>
<i>I.3.3 Propriétés du renfort.....</i>	<i>17</i>
<i>I.3.4 Propriétés du composite.....</i>	<i>18</i>
<b>Chapitre II:Influence des paramètres de conception des NCF sur la morphologie du renfort sec et du composite .....</b>	<b>19</b>
<b><i>Introduction</i></b>	<b>20</b>
<b><i>II.1 Moyens expérimentaux .....</i></b>	<b>22</b>
<i>II.1.1 Moyens de mesure pour la trame.....</i>	<i>23</i>
<i>II.1.1.1 Mesure 2D .....</i>	<i>23</i>
<i>II.1.1.2 Mesure 3D .....</i>	<i>24</i>
<i>II.1.2 Moyens de mesure sur le composite.....</i>	<i>25</i>
<i>II.1.2.1 Mesure 2D .....</i>	<i>25</i>
<i>II.1.2.2 Mesure 3D .....</i>	<i>26</i>
<b><i>II.2 Morphologie de la trame.....</i></b>	<b>28</b>
<i>II.2.1 Acquisition des images 2D de la trame .....</i>	<i>28</i>
<i>II.2.2 Analyse d'image 2D.....</i>	<i>31</i>
<i>II.2.2.1 Fraction de fils et distribution de la largeur des fils .....</i>	<i>31</i>
<i>II.2.2.2 Distribution des orientations des fils .....</i>	<i>32</i>

---

<i>II.2.3</i>	<i>Résultats.....</i>	<i>34</i>
<i>II.2.3.1</i>	<i>Surface élémentaire représentative .....</i>	<i>34</i>
<i>II.2.3.2</i>	<i>Fraction surfacique de fils dans la trame.....</i>	<i>36</i>
<i>II.2.3.3</i>	<i>Distribution de la largeur des fils de la trame.....</i>	<i>37</i>
<i>II.2.3.4</i>	<i>Distribution des orientations des fils de trame.....</i>	<i>38</i>
<i>II.2.4</i>	<i>Analyse en 3D du renfort NCF sec : épaisseur de la trame .....</i>	<i>40</i>
<i>II.2.4.1</i>	<i>Acquisition des images 3D de la trame .....</i>	<i>41</i>
<i>II.2.4.2</i>	<i>Résultats de l'analyse de surface .....</i>	<i>42</i>
<b>II.3</b>	<b><i>Géométrie des mèches UD, fraction volumique de fibre et réseau poreux.....</i></b>	<b><i>44</i></b>
<i>II.3.1</i>	<i>Acquisition de données.....</i>	<i>45</i>
<i>II.3.2</i>	<i>Analyse d'image à l'échelle mésoscopique .....</i>	<i>47</i>
<i>II.3.3</i>	<i>Analyse d'image à l'échelle macroscopique .....</i>	<i>48</i>
<i>II.3.3.1</i>	<i>Paramètres géométriques des mèches UD .....</i>	<i>48</i>
<i>II.3.3.2</i>	<i>Détermination du réseau poreux .....</i>	<i>49</i>
<i>II.3.4</i>	<i>Résultats.....</i>	<i>51</i>
<i>II.3.4.1</i>	<i>Echelle mésoscopique .....</i>	<i>51</i>
<i>II.3.4.2</i>	<i>Echelle des mèches UD.....</i>	<i>53</i>
<i>II.3.4.3</i>	<i>Echelle du composite .....</i>	<i>56</i>
<i>II.3.4.4</i>	<i>Morphologie du réseau poreux .....</i>	<i>57</i>
<i>II.3.4.5</i>	<i>Morphologie du réseau poreux: épaisseur de la trame.....</i>	<i>60</i>
<b>II.4</b>	<b><i>Bilan sur l'influence de l'architecture des composites NCF quasi-UD sur leurs morphologies.....</i></b>	<b><i>62</i></b>
<i>II.4.1</i>	<i>Longueur de couture.....</i>	<i>62</i>
<i>II.4.2</i>	<i>Motif de couture .....</i>	<i>64</i>
<i>II.4.3</i>	<i>Masse linéique de la trame.....</i>	<i>65</i>
<i>II.4.4</i>	<i>Conclusion.....</i>	<i>66</i>
<b>Chapitre III:</b>	<b><i>Influence de l'architecture des NCF sur la mise en forme des composites.....</i></b>	<b><i>67</i></b>
<b>III.1</b>	<b><i>Introduction sur l'influence de l'architecture sur la mise en forme du composite.....</i></b>	<b><i>68</i></b>
<i>III.1.1</i>	<i>Etat de l'art .....</i>	<i>68</i>
<b>III.2</b>	<b><i>Essais de compression transverse.....</i></b>	<b><i>71</i></b>
<i>III.2.1</i>	<i>Essais sur préformes sèches.....</i>	<i>71</i>
<i>III.2.2</i>	<i>Essais sur préformes lubrifiées .....</i>	<i>73</i>
<i>III.2.3</i>	<i>Influence des paramètres de conception sur les contacts fibreux.....</i>	<i>74</i>
<b>III.3</b>	<b><i>Estimation des perméabilités à partir de données expérimentales.....</i></b>	<b><i>75</i></b>
<i>III.3.1</i>	<i>Descriptif de la méthode .....</i>	<i>76</i>
<i>III.3.2</i>	<i>Identification de la perméabilité transverse.....</i>	<i>78</i>
<i>III.3.2.1</i>	<i>Formulation du problème .....</i>	<i>78</i>

III.3.2.2	Dimensionnement de l'essai transverse .....	82
III.3.3	<i>Identification de la perméabilité dans le plan</i> .....	83
III.3.3.1	Formulation du problème .....	83
III.3.3.2	Dimensionnement des essais plans .....	87
III.3.4	<i>Précautions expérimentales</i> .....	91
III.3.4.1	Influence de la viscosité et de la vitesse de compaction .....	91
III.3.4.2	Protocole expérimental .....	93
III.3.5	<i>Compaction des renforts imprégnés par une huile de haute viscosité</i> .....	94
III.3.6	<i>Résultats des mesures de perméabilités</i> .....	96
III.3.6.1	Perméabilité selon X.....	96
III.3.6.2	Perméabilité selon Y.....	97
III.3.6.3	Perméabilité selon Z.....	98
III.3.7	<i>Rapport des perméabilités et évolution du réseau poreux</i> .....	99
III.3.7.1	Rapport plan : anisotropie de l'écoulement X,Y .....	99
III.3.7.2	Rapports hors plan X, Z et Y, Z .....	100
III.3.8	<i>Mesures de perméabilité à l'air : validation sur le renfort A</i> .....	102
III.4	<b><i>Bilan sur l'influence de l'architecture des composites NCF quasi-UD sur leur comportement en infusion</i></b> .....	104
III.4.1	<i>Longueur de couture</i> .....	105
III.4.2	<i>Motif de couture</i> .....	106
III.4.3	<i>Masse linéique de la trame</i> .....	108
<b>Chapitre IV: Influence de l'architecture des NCF sur leurs performances mécaniques</b> .....		111
IV.1	<b><i>Motivation</i></b> .....	112
IV.2	<b><i>Approche statique : influence des paramètres de conception sur la matrice d'élasticité plane</i></b> .....	112
IV.2.1	<i>Etat de l'art</i> .....	112
IV.2.2	<i>Analyse mécanique dynamique : DMA</i> .....	114
IV.2.3	<i>Matrice d'élasticité</i> .....	117
IV.2.4	<i>Géométrie et découpe des éprouvettes</i> .....	118
IV.2.5	<i>Chargement</i> .....	120
IV.2.6	<i>Métrologie</i> .....	122
IV.2.7	<i>Essais préliminaires sur la matrice époxy</i> .....	123
IV.2.7.1	Interférence de Moiré .....	123
IV.2.7.2	Localisation des déformations induites par la géométrie de l'éprouvette.....	124
IV.2.7.3	Coefficients d'élasticité de la résine.....	127
IV.2.8	<i>Essais de traction pour une orientation de 0°</i> .....	128

IV.2.9	Essais de traction pour une orientation de 90° .....	132
IV.2.10	Essais de traction pour une orientation de 45° .....	138
<b>IV.3</b>	<b>Approche cyclée : localisation en fatigue.....</b>	<b>143</b>
IV.3.1	Protocole expérimental .....	143
IV.3.1.1	Principe .....	143
IV.3.1.2	Conditions d'essai et montage expérimental .....	144
IV.3.2	Résultats et analyse des essais .....	145
IV.3.2.1	Analyse thermique .....	145
IV.3.2.2	Analyse de l'endommagement après 1 million de cycles .....	146
IV.3.2.3	Endommagement après 1 million de cycles.....	151
<b>IV.4</b>	<b>Bilan sur l'influence de l'architecture des composite NCF sur leurs comportements mécaniques dans le plan .....</b>	<b>153</b>
IV.4.1	Longueur de couture .....	153
IV.4.2	Motif de couture .....	155
IV.4.3	Masse linéique de la trame.....	156
<b>Conclusions et perspectives :.....</b>		<b>159</b>
<b>Rappels des enjeux et objectifs de la thèse .....</b>		<b>159</b>
<b>Conclusion sur l'influence des paramètres de conception : .....</b>		<b>159</b>
Influence de la réduction de la longueur de couture .....		159
Influence du motif de couture .....		160
Influence de la masse linéique de la trame.....		161
<b>Perspectives de la thèse .....</b>		<b>162</b>
<b>Vers un renfort optimal.....</b>		<b>163</b>
<b>Bibliographie:.....</b>		<b>165</b>

## Liste des illustrations :

Figure I.1 : (a) Part d'énergie éolienne en 2008. (b) Evolution et prédiction d'évolution d'énergie éolienne en Europe jusqu'en 2020 [1].	4
Figure I.2 : Comparaison du prix par unité de résistance pour une poutre en flexion soumise à un chargement cyclique comparable à celui d'une pôle d'éolienne [3].	6
Figure I.3 : De la représentation macroscopique de la pôle à la morphologie du composite à l'échelle nanoscopique [4].	6
Figure I.4 : Représentation d'un renfort tissé taffetas (gauche) et d'un renfort cousu NCF (droite).	7
Figure I.5 : (a) Machine de production de NCF multiaxiaux de type LIBA. (b) Représentation d'un NCF multiaxial en sortie de production [5].	8
Figure I.6 : Section typique d'une pôle d'éolienne.	9
Figure I.7 : Description de procédé d'infusion.	11
Figure I.8 : Diagramme récapitulatif de l'approche développée dans la thèse.	14
Figure I.9 : Différence de maintien des mèches UD en fonction du motif de couture.	15
Figure II-1 : Schéma de l'organisation fibreuse des renforts NCF quasi-UD et des échelles présentes.	20
Figure II-2 : Grandeurs caractéristiques de la trame.	21
Figure II-3 : Grandeurs caractéristiques du milieu fibreux à l'échelle mésoscopique de la mèche UD.	21
Figure II-4 : Image brute de la couche de trame obtenue à partir d'un scanner.	23
Figure II-5 : Schéma du principe de mesure par imagerie confocale chromatique [12].	24
Figure II-6 : Exemple des profils de surface (3D) de la trame des renforts NCF.	25
Figure II-7 : Coupe perpendiculaire aux mèches UD obtenue par microscopie optique au grossissement $\times 1$ . Matériau de référence.	25
Figure II-8 : Coupe d'une mèche UD perpendiculaire aux mèches UD obtenue par MEB au grossissement $\times 330$ . Matériau de référence.	26
Figure II-9 : Volume de composite obtenu par analyse micro-tomographique. Voxel : $17 \times 17 \times 17 \mu\text{m}^3$	26
Figure II-10 : Morphologie des composites NCF quasi-UD.	27
Figure II-11 : Image binaire générée représentant l'organisation théorique de la trame (68 tex) avant l'étape de couture.	28
Figure II-12 : (a) Image originale $1939 \times 1069$ pixels soit $80 \times 40$ mm. (b) Histogramme de l'image originale. La	

---



majorité des entrées sont des pixels blancs (niveau 255).....	29
Figure II-13 : Processus d'isolation de la couche de trame. Les fonctions Matlab® principales utilisées sont présentées. ....	30
Figure II-14 : Résidu entre l'image seuillée et l'image reconstruite. Résolution : 1939x1069 pixels. ....	31
Figure II-15 : Schéma de la représentation matricielle d'une image binaire. La valeur 1 est attribuée au pixel noir, correspondant au vide de la trame et la valeur 0 au fil. ....	32
Figure II-16 : Exemple d'images des trames des matériaux après élimination des fils de couture par traitement d'image. ....	34
Figure II-17 : (a) Erreur sur la distribution d'orientation en fonction de la taille de la fenêtre d'analyse. (b) Erreur sur le taux de fil en fonction de la taille de la fenêtre d'analyse. ....	35
Figure II-18 : Distribution cumulée des largeurs des fils de la trame pour les quatre renforts de l'étude. Les données sont déterminées par une analyse en 2D. ....	37
Figure II-19 : Organisation de la trame avant la couture. Images générées de 80 x 60 mm <sup>2</sup> . (a) Configuration en 68 tex. (b) Configuration en 200 tex. ....	38
Figure II-20 : Courbe de distribution d'orientation des fils de la trame pour les architectures générées. ....	39
Figure II-21 : Courbe de distribution d'orientation pour les trames des renforts de l'étude. ....	40
Figure II-22 : Surface 3D découpée en plusieurs régions pour l'analyse des profils de l'épaisseur. L'échelle de couleur retranscrit l'épaisseur $h$ mesurée. ....	41
Figure II-23 : Exemple type de profil moyen d'épaisseur extrait d'une région de la Figure II-22. ....	42
Figure II-24 : Courbe de distribution cumulée de l'épaisseur des fils de la trame pour chaque renfort. ....	42
Figure II-25 : Plan de découpe des blocs composites pour l'analyse d'image. ....	44
Figure II-26 : Exemple d'application de la transformée de Hough suivi d'une décomposition de Voronoi à une image micrographique obtenue par MEB. Matériau de référence. Rayon des filaments 17µm. ....	45
Figure II-27 : Coupe perpendiculaire aux mèches UD obtenue par micro-tomographie (plan y, z). Matériau de référence. Voxel de 17µm × 17µm × 17µm. ....	46
Figure II-28 : (a) Coupe suivant le plan (x, z) obtenue par micro-tomographie. (b) Coupe suivant (x, y) obtenue par micro-tomographie. Matériau de référence. Voxel de 17µm <sup>3</sup> de dimension. ....	46
Figure II-29 : Détection des paramètres du cercle par la transformée de Hough appliquée à un filament. ....	47
Figure II-30 : Diagramme de Voronoi pour déterminer la fraction volumique de verre au voisinage des filaments. ....	48
Figure II-31 : Détection des mèches UD sur le matériau de référence. (a) Résultat de l'addition des 821 images. (b) Superposition des rectangles équivalents estimés sur une image du volume. ....	49
Figure II-32 : Représentation 3D typique du milieu poreux mesoscopique pour les composites NCF. Matériaux A.50	
Figure II-33 : Schéma représentatif de l'obtention de l'évolution de la fraction de fibres suivant les directions	

principales à partir de séquences d'images extraites du volume. ....	51
Figure II-34 : Influence des paramètres de fabrication sur la distribution des filaments dans les mèches UD déterminée à partir de la décomposition de Voronoi. ....	52
Figure II-35 : Coupe des quatre composites selon le plan (Y, Z) extraite à partir de volumes acquis par le micro-tomographe. ....	53
Figure II-36 : Moyenne et déviation des paramètres géométriques des mèches. ....	55
Figure II-37 : Evolution de la fraction de résine dans le volume selon X. ....	58
Figure II-38 : Evolution de la fraction de résine dans le volume selon Y. ....	59
Figure II-39 : Evolution de la fraction de résine dans le volume selon Z. ....	59
Figure II-40 : Réseaux poreux des renforts issus des volumes analysés par micro-tomographie. ....	60
Figure II-41 : Evolution moyenne de la fraction de résine pour des tranches du volume comprises aux alentours des pics de la Figure II-39. ....	61
Figure III-1 : Schéma descriptif du montage expérimental de l'essai sec. ....	72
Figure III-2 : Evolution de la contrainte de compression en fonction de la fraction volumique de verre sur une préforme sèche pour les renforts de l'étude. ....	72
Figure III-3 : Plateau de compression perforé. ....	73
Figure III-4 : Schéma descriptif du montage expérimental permettant une évacuation de l'huile en Z. ....	73
Figure III-5 : Evolution de la contrainte en fonction de la fraction volumique de fibre sur une préforme lubrifiée pour les renforts de l'étude. ....	74
Figure III-6 : Référentiel du matériau. ....	76
Figure III-7 : Montage pour les essais de compaction sur renforts préalablement imprégnés par un fluide de forte viscosité. (a) Cas plan. (b) Cas transverse. ....	77
Figure III-8 : Résultats types d'une campagne expérimentale pour des mesures de coefficients de perméabilité. Matériau de référence. ....	78
Figure III-9 : Champ de pression adimensionalisé sur plateau circulaire perforé issu de la résolution de l'équation (II.4) pour un jeu de paramètre défini. ....	80
Figure III-10 : Courbe maitresse pour la détermination de la perméabilité transverse. ....	81
Figure III-11 : Influence du rapport de forme sur la pression du fluide adimensionnée pour trois rapports de perméabilité, à une fraction volumique de 50%. ....	82
Figure III-12 : Estimation de la force générée par la pression du fluide lors d'un essai de compaction transverse pour deux rapports de perméabilité plan-hors plan. Les paramètres matériaux utilisés sont ceux des renforts de l'étude. ....	83

---

Figure III-13 : Champ de pression adimensionné sur plateau rectangulaire non-perforé issu de la résolution de l'équation (III-16) pour un jeu de paramètres définis. ....	85
Figure III-14 : Courbe maitresse dans le cas d'essais plans. ....	85
Figure III-15 : Influence du rapport de forme et du rapport de perméabilités planes sur les forces du fluide adimensionnalisées et simulées pour des essais selon X et Y. ....	89
Figure III-16 : Force du fluide simulée de l'essai X (a) et Y (b) en fonction des dimensions du plateau rectangulaire. ....	90
Figure III-17 : Influence du couple vitesse de compaction / viscosité sur le déplacement latéral des mèches lors d'un essai de compaction. ....	92
Figure III-18 : Evolution de la différence de pression du fluide lors d'essai de compaction pour des vitesses de compaction et des viscosités d'huile différentes. ....	92
Figure III-19 : Schéma descriptif des montages expérimentaux pour les essais de compression transverse. (a) Essai <i>plan</i> . (b) Essai de <i>référence</i> et <i>transverse</i> . ....	93
Figure III-20 : Evolution de la contrainte générée par le fluide en fonction du taux de fibre lors d'essais de compaction. (a) Ecoulement prédominant selon X. (b) Ecoulement prédominant selon Y. (c) Ecoulement prédominant selon Z. ....	95
Figure III-21 : Evolution de la perméabilité selon X en fonction du taux de fibre pour les quatre renforts. ....	97
Figure III-22 : Evolution de la perméabilité selon Y en fonction du taux de fibre pour les quatre renforts. ....	97
Figure III-23 : Evolution de la perméabilité selon Z en fonction du taux de fibre pour les quatre renforts. ....	98
Figure III-24 : Evolution du facteur d'anisotropie (x, y) de la perméabilité en fonction du taux de fibre. ....	100
Figure III-25 : Rapports de perméabilités hors plan. (a) Plan perpendiculaire aux mèches UD (Y,Z). (b) Plan parallèle aux mèches UD (X,Z). ....	101
Figure III-26 : Schéma du banc de mesure par écoulement d'air 1D [33]. ....	103
Figure III-27 : Comparaison entre les mesures de perméabilité continues par compression transverse et les mesures discrètes par écoulement 1D. ....	104
Figure IV-1 : Analyse dynamique en fréquence associée à un balayage en température d'un composite NCF. La vitesse de chauffage est 1 °/min. Les échantillons sont utilisés tels que réticulés. ....	115
Figure IV-2 : Influence du passé thermique sur le comportement viscoélastique du composite pour une fréquence de 1 Hz. Comparaison entre le diagramme initial (trait plein), le même échantillon après un premier chauffage à 1°/min jusqu'à 180 °C (symboles pleins) et un échantillon saturés d'humidité (symboles creux). En bleu sont représentés les modules de conservation, en rouge les modules de perte, et en noir le déphasage. La vitesse de chauffage est 1°/min. ....	116
Figure IV-3 : Référentiel du matériau ....	118
Figure IV-4 : Géométrie d'une éprouvette suivant les recommandations de la norme ISO 527. ....	119

Figure IV-5 : Schéma de découpe des éprouvettes sur les plaques composites.....	119
Figure IV-6 : Réponse en déformation d'un longeron d'une structure d'une pale d'éolienne sollicitée par une condition de chargement de vent turbulent de 13m/s. ....	120
Figure IV-7 : Consigne type appliquée aux essais statiques. ....	121
Figure IV-8 : Champs de déformation longitudinale acquis lors d'un cycle. Les flèches verticales indiquent le déplacement des bandes lors de la charge et de la décharge. ....	124
Figure IV-9 : Phénomène de localisation de déformation aux extrémités de l'éprouvette. (a) Schéma représentatif de la localisation des déformations longitudinales lors d'une traction quasi-statique. Champ de déformation <b>e1</b> et <b>e2</b> d'une éprouvette en résine. Une déformation supérieure du matériau au voisinage des mors de la machine est observable.....	125
Figure IV-10 : Comparaison de la déformation appliquée, mesurée en tenant compte des zones au voisinage des mors et mesurée sur la zone centrale de l'éprouvette. ....	126
Figure IV-11 : Effet de la déformation au voisinage des mors sur la réponse en contrainte vraie en fonction de la déformation vraie. ....	127
La Figure IV-12 montre le comportement en traction parallèlement aux fibres pour nos quatre architectures normalisé par la contrainte maximale observée. Les échantillons possèdent une quantité similaire de fibres orientées selon la même orientation. La rigidité des composites selon cette orientation est donc susceptible d'être équivalente pour les quatre renforts. Les différences quantifiables ici, entre les différents renforts, sont le résultat des différences de morphologies, telles que les variations de taux de fibre locaux (c.-à-d. l'hétérogénéité). ....	128
Figure IV-13 : Réponses type de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour un matériau sollicitée selon l'orientation de la trame. Réponse pour le chargement initial suivi des 20 premiers cycles. Contraintes normalisées par rapport à la contrainte maximale au renfort <i>REF</i> . ....	128
Figure IV-14 : Champs de déformation longitudinale en trois points lors du chargement initial. Observation des champs des quatre composites sur une zone de 80 x 20 mm <sup>2</sup> . L'échelle de couleur définit les niveaux de déformation tandis que les légendes des images présentent la valeur de déformation moyenne. ....	131
Figure IV-15 : Réponses type de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour un matériau sollicitée selon l'orientation de la trame. Réponse du chargement initial suivi du premier cycle. Contraintes normalisées par rapport à la contrainte maximale au renfort <i>REF</i> . ....	133
Figure IV-16 : Evolution de l'énergie de dissipation moyenne pour chaque type de renfort en fonction du nombre de cycles. Essais à 90°. Valeur normalisée par rapport au renfort <i>REF</i> . ....	134
Figure IV-17 : Champ de déformation longitudinal au pic du chargement initial de l'essai. L'échelle de couleur traduit les intensités de déformation longitudinale. La flèche indique l'orientation de la sollicitation. Les dimensions de la zone d'analyse sont 130 x 25 mm <sup>2</sup> . ....	135
Figure IV-18 : Observation au MEB de fissures présentes au niveau des interfaces fibre-matrice dans le cas d'un matériau prélevé dans une zone de localisation de la déformation. Coupe extraite du renfort A. (a) Vue au grossissement x190. (b) Vue au grossissement x200.....	137

---

Figure IV-19 : Réponses type de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour un matériau sollicitée selon l'orientation à 45° de l'axe d'anisotropie. Réponse du chargement initial suivi du premier cycle. Contraintes normalisées par rapport à la contrainte maximale au renfort <i>REF</i> . ....	138
Figure IV-20 : Champ de déformation longitudinale (haut) et transverse (bas) au pic du chargement initial. L'échelle de couleur traduit les intensités de déformation. Les dimensions de la zone d'analyse sont 130 x 25 mm².....	140
Figure IV-21 : Evolution du rapport des déformations vraies en fonction de la déformation longitudinale vraie lors du chargement initial. ....	141
Figure IV-22 : Evolution de l'énergie de dissipation moyenne, pour chaque type de renfort, en fonction du nombre de cycles. Essais à 45°. Valeur normalisée par rapport au renfort <i>référence</i> . ....	142
Figure IV-23 : Dispositif expérimental des essais de fatigue. ....	145
Figure IV-24 : Evolution de la température sur la surface de l'échantillon en fatigue. (a) Courbes de température pour les trois zones de l'échantillon. (b) Illustration d'un champ thermique. Les flèches indiquent le champ de température du mors du bas ( $T_b$ ), de la zone centrale ( $T_c$ ) et du mors du haut ( $T_h$ ). Renfort <i>REF</i> . ....	146
Figure IV-25 : Champs de déformation longitudinale moyens à 0.4% de déformation longitudinale. Au-dessus des champs est indiqué le nombre de cycles correspondant à la section d'image acquise. En dessous du champ est présentée la déformation moyenne calculée sur le champ. ....	147
Figure IV-26 : Champs de déformation transverse moyenne à 0.4% de déformation longitudinale. Au-dessus des champs est indiqué le nombre de cycle correspondant à la section d'image acquise. En dessous du champ est présentée la déformation moyenne calculée sur le champ. ....	149
Figure IV-27 : Champs de déformation moyenne longitudinale (a) et transverse (b) pour un composite UD issu d'enroulement filamentaire (c.-à-d. sans trame). ....	150
Figure IV-28 : Photographie des échantillons des différentes campagnes expérimentales. Observation des différents types d'endommagement. Les mèches de verre apparaissent transparentes dans la résine époxy. Matériau A. ....	152

## Liste de tableaux :

Tableau I-1 : Descriptif des renforts de l'étude .....	16
Tableau II-1 : Récapitulatif des moyens utilisés pour obtenir les quantités d'intérêt. ....	27
Tableau II-2 : Valeurs moyennes et déviations de la fraction surfacique de fils de trame.....	36
Tableau II-3 : Valeur moyenne et écart type de la largeur des fils de la trame pour chaque architecture.....	38
Tableau II-4 : Tableau récapitulatif des grandeurs géométriques moyennes de la trame pour les quatre renforts. ..	43
Tableau II-5 : Calcul des données macroscopiques à partir de mesures mésoscopiques. ....	44
Tableau II-6 : Fraction volumique moyenne intra-mèches UD pour une mèche de chaque renfort. ....	52
Tableau II-7 : Tableau comparatif de la fraction volumique des mèches UD entre des données obtenues numériquement et des résultats issus d'une analyse manuelle. ....	54
Tableau II-8 : Estimation des dimensions des VER pour les quatre renforts.....	56
Tableau II-9 : Fraction volumique moyenne de fibre des composites et hétérogénéité. ....	57
Tableau II-10 : Estimation de l'épaisseur de la trame.....	62
Tableau II-11 : Tableau récapitulatif des données géométriques déterminées sur le renfort A. Valeurs comparées au renfort de référence. ....	63
Tableau II-12 : Tableau récapitulatif des données géométriques déterminées sur le renfort B. Valeurs comparées au renfort de référence. ....	64
Tableau II-13 : Tableau récapitulatif des données géométriques déterminées sur le renfort C. Valeurs comparées au renfort de référence. ....	65
Tableau III-1 : Conditions expérimentales des essais secs. ....	71
Tableau III-2 : Conditions expérimentales des essais lubrifiés.....	74
Tableau III-3 : Influence de la lubrification des contacts sur la fraction volumique de fibres lors de la compaction pour une contrainte de 0.09 MPa.....	75
Tableau III-4 : Paramètres adimensionnels en fonction de l'orientation du matériau lors de l'essai.....	86
Tableau III-5 : Paramètres du protocole expérimental pour les essais de compression transverse. ....	94
Tableau III-6 : Caractéristiques du renfort A par rapport au renfort de référence pour deux fractions volumiques de fibre. Les tendances sont données sous forme de gain ou perte. ....	106
Tableau III-7 : Caractéristiques du renfort B par rapport au renfort de référence pour deux fractions volumiques de fibre. Les tendances sont données sous forme de gain ou perte. ....	107

---

---

Tableau III-8 : Va Caractéristiques du renfort <i>C</i> par rapport au renfort de référence pour deux fractions volumiques de fibre. Les tendances sont données sous forme de gain ou perte.....	109
Tableau IV-1 : Evolution de la masse induite par le niveau d'humidité.....	116
Tableau IV-2 : Conditions de chargement pour les essais de traction quasi-statique.....	122
Tableau IV-3 : Comparaison des propriétés élastiques mesurées et données disponibles de la résine. ....	128
Tableau IV-4 : Moyennes et écarts types normalisésdes propriétés élastiques selon l'axe des mèches UD.....	130
Tableau IV-5: Moyennes et écarts types normalisés du module élastique selon l'axe perpendiculaire aux mèches UD. ....	134
Tableau IV-6: Moyennes et écarts types normalisés des propriétés élastiques selon l'axe orienté à 45° des mèches UD. ....	139
Tableau IV-7 : Condition d'essai des essais de fatigue.....	144
Tableau IV-8 : Propriétés mécaniques et caractéristiques morphologiques du renfort <i>A</i> normalisées sur le renfort <i>REF</i> .....	154
Tableau IV-9 : Propriétés mécaniques et caractéristiques morphologiques du renfort <i>B</i> normalisées sur le renfort <i>REF</i> .....	155
Tableau IV-10 : Propriétés mécaniques et caractéristiques morphologiques du renfort <i>C</i> normalisées sur le renfort <i>REF</i> .....	157
Tableau 1: Récapitulatif simplifié des influences des paramètres de conception.....	162

---

## Nomenclature

<i>Symbole</i>	<i>Unité</i>	<i>Signification</i>
$A_{VER}$	$mm^2$	Aire du VER
$A_{filaments}$	$\mu m^2$	Aire du filament de verre
$A_m$	$mm^2$	Aire de la mèche UD
$A_w$	$g / mm^2$	Masse surfacique du renfort
$E'$	$GPa$	Module réel
$E''$	$GPa$	Module de perte
$E_i$	$GPa$	Module de Young
$F_m$	-	Fraction de mèches dans le composite
$F_t$	-	Rapport de l'aire surfacique de la trame
$G_{ij}$	$GPa$	Module de cisaillement
$Im_t$	%	Pourcentage d'imbrication des mèches UD
$K_X$	$m^2$	Coefficient de perméabilité selon X
$K_{XY}$	$m^2$	Coefficient de perméabilité selon le plan (x, y)
$K_{XZ}$	$m^2$	Coefficient de perméabilité selon le plan (x, y)
$K_Y$	$m^2$	Coefficient de perméabilité selon Y
$K_Z$	$m^2$	Coefficient de perméabilité selon Z
$K_{int}$	$m^2$	Coefficient de perméabilité des méso-canaux

---



$K_m$	$m^2$	Coefficient de perméabilité dans la mèche
$K_{plan}$	$m^2$	Coefficient de perméabilité selon le plan (x, y)
$K_{yz}$	$m^2$	Coefficient de perméabilité selon le plan (y, z)
$L_x$	$mm$	Longueur du plateau de compression
$L_y$	$mm$	Largeur du plateau de compression
$N_f$	-	Nombre de pixels représentant la phase fibreuse dans l'image
$N_t$	-	Nombre de pixels au total dans l'image
$V_f$	-	Fraction volumique de fibre
$f_{exp}$	$N$	Force mesurée par la machine d'essai
$f_v f_m$	$N$	Fraction volumique de fibre intra-mèche
$f_{zz}$	$N$	Force effective
$f_{zz}^0$	$N$	Force de la préforme
$h_{VER}$	$\mu m$	Epaisseur du VER
$h_m$	$\mu m$	Epaisseur de la mèche UD
$h_t^{comp}$	$\mu m$	Epaisseur de la trame à l'état sec
$h_t^{sec}$	$\mu m$	Epaisseur de la trame dans le composite
$h_0$	$\mu m$	Epaisseur initiale de la préforme
$l_{VER}$	$mm$	Largeur du VER
$l_m$	$mm$	Largeur de la mèche UD

---

$l_t$	$mm$	Largeur de la mèche de trame
$p_c$	$Pa$	Pression fluide adimensionnée
$\dot{\epsilon}$	$s^{-1}$	Vitesse de déformation
$\epsilon_{ij}$	-	Déformation
$\epsilon_1$ ou $e_1$	-	Déformation longitudinale
$\epsilon_2$ ou $e_2$	-	Déformation transverse
$\rho_{filaments}$	$MPa$	Masse volumique du verre
$\sigma_{fluide}$	$MPa$	Contrainte générée par le fluide
$\sigma_{ij}$	$MPa$	Contrainte mécanique
$\sigma_{zz}$	$MPa$	Contrainte effective
$\sigma_{zz}^0$	$MPa$	Contrainte de la préforme
$\nu_{ij}$	-	Coefficient de Poisson
$K$	$m^2$	Tenseur de perméabilité
$N$	-	Nombre de plis
$S$	$mm^2$	Surface de compression
$b$	-	Nombre de Biot
$h$	$mm$	Hauteur de l'essai
$m$	-	Coefficient adimensionnel
$r$	$mm$	Rayon

---

<b><math>tex</math></b>	$g / km$	Masse linéique des mèches
<b><math>v</math></b>	$mm.min$	Vitesse de compression
<b><math>\delta</math></b>	-	Angle de déphasage
<b><math>\mu</math></b>	$Pa.s$	Viscosité
<b><math>\rho</math></b>	$g / cm^3$	Masse volumique

---

## Introduction

Cette thèse a été réalisée dans le cadre d'une codirection entre deux laboratoires français. D'une part, le Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF) de l'école des Mines Paristech, spécialisé dans la caractérisation des matériaux en relation avec la mise en forme. D'autre part, l'équipe Matériaux, Procédés et Technologie des Composites (MPTC) du GeM à l'école Centrale de Nantes, spécialisée dans les technologies composites et leur modélisation. Cette thèse s'inscrit dans un contexte industriel éolien en collaboration avec la division « Composite Solution » de Owens Corning à Chambéry. Entreprise d'origine américaine dont l'un des secteurs de production est la conception de renforts fibreux continus unidirectionnels non-tissés plus connus sous leur dénomination anglo-saxonne : Non-Crimp Fabrics (NCF). L'objectif de ces travaux est d'établir des relations entre les paramètres de fabrication de ces renforts fibreux et la mise en œuvre et les performances mécaniques du composite.

L'essor actuel des besoins énergétiques associé à la nécessité de réduire les émissions de CO<sub>2</sub> se traduit par une augmentation de l'utilisation des énergies dites « vertes ». Parmi ces dernières, l'énergie éolienne semble être une solution performante pour la production d'énergie. Son utilisation grandissante depuis une quinzaine d'année a motivé le développement de structures (éoliennes) destinées à être rentables énergétiquement. La solution la plus efficace pour augmenter la rentabilité de ces structures est d'en agrandir les dimensions et passe donc par la réalisation de pâles de grandes dimensions. Cette solution présente cependant deux inconvénients majeurs. D'une part, l'accroissement des dimensions ne doit pas remettre en cause l'efficacité du procédé de fabrication des pâles ainsi que la qualité des pièces finales. D'autre part, l'augmentation de masse associée aux nouvelles dimensions des structures ne doit pas affecter la durée de vie des éoliennes. Cette problématique se retrouve particulièrement sur le longeron central, pièce structurelle maîtresse des pâles.

Les matériaux utilisés dans les longerons des pâles sont des composites quasi-unidirectionnels dont le renfort sont des fibres de verre. Ces composites sont l'empilement de couches, chacune constituée de renforts continus longitudinaux (mèches constituées de milliers de filaments) auxquels sont adjoints quelques fibres traverses cousues ensemble. Le tout est ensuite imprégné de résine thermodurcissable. A l'état sec ces renforts sont donc caractérisés par la taille des mèches et leurs orientations. L'empilement sera de plus caractérisé par la couture ainsi que l'arrangement des plis les uns sur les autres. Ces paramètres contrôlent pour partie la perméabilité hydraulique du matériau lors de l'infusion. L'architecture fibreuse ainsi définie contrôlera pour sa part les performances mécaniques du composite.

Le but de cette recherche est de mettre en évidence les influences de ces paramètres de conception sur les propriétés de transport de renforts cousus ainsi que sur leurs performances mécaniques d'usage dans l'application éolienne. Plusieurs variantes de renforts sont comparées à

un renfort de référence. Chacun de ces renforts se distingue de celui de référence par la modification d'un paramètre de conception. Une approche expérimentale est entreprise afin de déterminer les propriétés macroscopiques des renforts du point de vue de la mise en forme et des performances mécaniques. Ces informations macroscopiques sont appuyées d'une analyse morphologique des renforts secs et de leur composite aux échelles macroscopiques et mésoscopiques.

La stratégie de recherche adoptée consiste à associer l'expérience à l'observation de la morphologie depuis le renfort sec jusqu'au composite réticulé. Après une justification de la méthodologie (Chapitre I), le document rassemble les conclusions quant aux effets des paramètres de conception sur les renforts secs et les stratifiés (Chapitre II). Ensuite, l'intérêt sera porté sur la mise en forme des renforts NCF UD en composite en rapprochant les propriétés macroscopiques des renforts à leurs morphologies (Chapitre III). Enfin, le discours portera sur les effets des paramètres de conception sur le comportement mécanique des composites (Chapitre IV). Dans chaque partie, un descriptif de l'état de l'art et des techniques mises en place sera proposé. Les résultats seront ensuite exposés, analysés et discutés dans le but d'offrir des réponses à la problématique de recherche. Chaque section sera clôturée par une discussion, regroupant les résultats établis et ceux des chapitres précédents, afin d'expliquer les influences des paramètres de conception des renforts NCF UD.

## Chapitre I: Contexte de l'étude et méthodologie

*Ce chapitre a pour but de justifier la démarche adoptée pour répondre à la demande du partenaire industriel. Ainsi, le contexte industriel tel que défini par Owens Corning sera présenté dans un premier temps (I.1), suivi par une description détaillée des NCF qui mettra plus particulièrement l'accent sur leurs morphologies (I.2). La partie (I-3) présentera un plan détaillé de la démarche adoptée.*

### Sommaire :

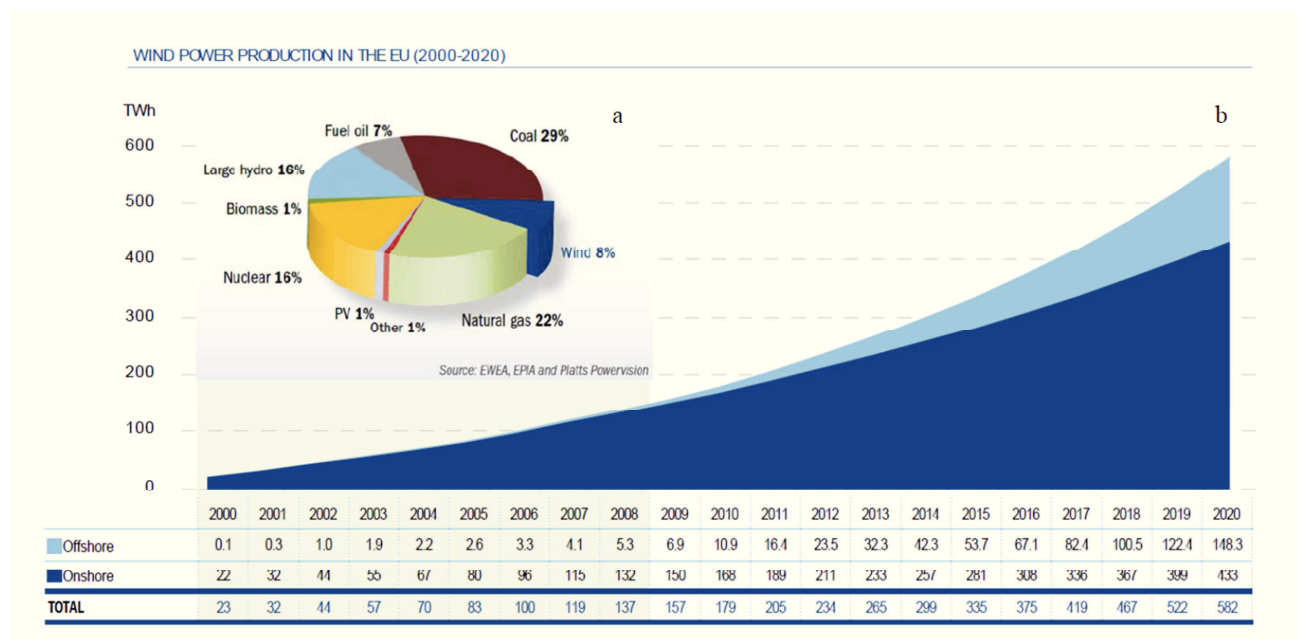
---

<b>I.1</b>	<b>Contexte et enjeux de l'étude .....</b>	<b>4</b>
I.1.1	L'énergie éolienne .....	4
I.1.2	Les matériaux composites et les structures éoliennes .....	5
<b>I.2</b>	<b>Du renfort NCF au composite.....</b>	<b>7</b>
I.2.1	Présentation et fabrication des NCF.....	7
I.2.2	Les renforts NCF de l'éolien .....	8
I.2.3	La matrice .....	10
I.2.4	L'ensimage .....	10
I.2.5	Procédé de mise en forme : l'infusion.....	10
I.2.6	Une architecture partiellement contrôlable .....	11
<b>I.3</b>	<b>Objectifs et démarches expérimentales mises en place.....</b>	<b>12</b>
I.3.1	Renforts élémentaires.....	14
I.3.2	Caractérisation de la microstructure .....	17
I.3.3	Propriétés du renfort.....	17
I.3.4	Propriétés du composite.....	18

## I.1 Contexte et enjeux de l'étude

### I.1.1 L'énergie éolienne

Le fonctionnement de notre société repose aujourd'hui beaucoup sur l'énergie. Depuis la première révolution industrielle, ses besoins croissants ont été satisfaits par les énergies de combustion (charbon, pétrole, etc.). L'usage de ces énergies est aujourd'hui la cause de l'augmentation de la quantité de CO<sub>2</sub> dans l'atmosphère, en partie responsable du réchauffement climatique. C'est pourquoi il devient urgent de diversifier les sources traditionnelles d'énergie. Ce renouveau s'exprime au travers du développement des énergies dites renouvelables. Parmi celles-ci, le secteur éolien qui a commencé son développement industriel au Danemark suite au premier choc pétrolier de 1973 produit depuis les années 1990 du courant alternatif pour les réseaux électriques. En 2008, la part de marché de l'éolien s'élevait à 8% en Europe avec un potentiel d'évolution allant jusqu'au triple de la production actuelle à l'horizon 2020 (Figure I.1).



**Figure I.1 : (a) Part d'énergie éolienne en 2008. (b) Evolution et prédiction d'évolution d'énergie éolienne en Europe jusqu'en 2020 [1].**

Depuis les années 2000, la demande croissante en énergie renouvelable a permis à l'éolien d'être l'une des solutions les plus adoptées. Ainsi, ce secteur est devenu un important marché économique dans lequel la concurrence s'est installée. Par conséquent, les règles de production et de qualité relatives au produit éolien sont régies par les mêmes critères que la plupart des structures composites.

Pour être compétitive, une éolienne doit répondre à trois critères : sa production énergétique, sa durée de vie et son coût [2]. Cette idée est résumée par le *CoE* (le coût pour

produire de l'énergie pendant la vie de l'éolienne en €/kWh) :

$$CoE = \frac{CoT + CoI + CoM}{PP} \quad (I.1)$$

Avec

*CoT* : Coût de la turbine en €.

*CoI* : Coût de l'installation et du transport €.

*CoM* : Coût d'opération et d'entretien €.

*PP* : Energie produite pendant la vie de l'éolienne en kWh.

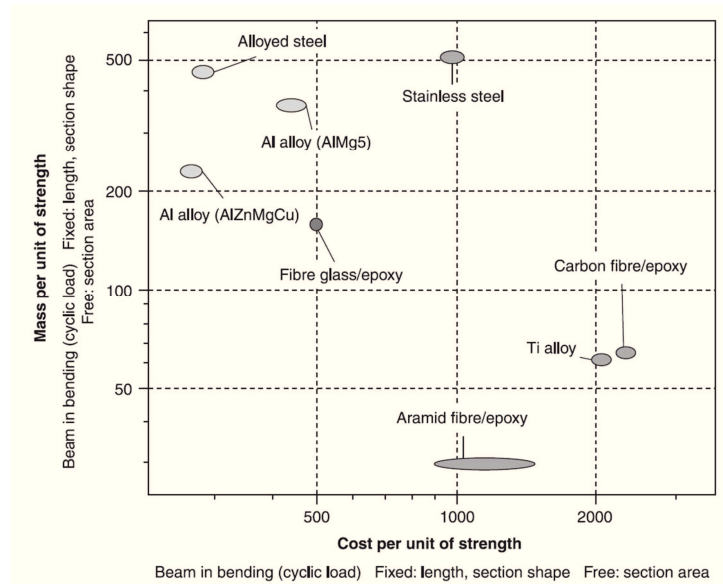
Les principaux facteurs du ***CoE*** sont le coût de la turbine et sa capacité à générer de l'électricité. La production d'énergie d'une éolienne pour un emplacement et une conception donnés est proportionnelle à la taille des pâles. Le choix du matériau à utiliser est d'une grande importance, il doit satisfaire des exigences de poids (densité) et de mise en forme (cadence et facilité de mise en œuvre). D'un point de vue mécanique, le matériau doit démontrer une grande tenue en fatigue afin de maximiser le rendement de l'éolienne. Finalement, le matériau doit être le moins coûteux possible pour réduire le coût de l'énergie. Ces différents points de vue ont permis aux matériaux composites et en particulier les composites à renforts architecturés en verre et à résine thermodurcissable, d'être la solution la plus adaptée.

### I.1.2 Les matériaux composites et les structures éoliennes

Contrairement à la plupart des composants structuraux des éoliennes qui proviennent en grande partie de secteurs d'ingénierie existants, les pâles nécessitent un développement spécifique pour satisfaire les chargements auxquels elles seront soumises. Le choix du matériau résulte de l'analyse communément appliquée en ingénierie aéronautique ; il doit combiner des critères de rigidité statique et de tenue en fatigue tout autant que de mise en forme et de coût. La

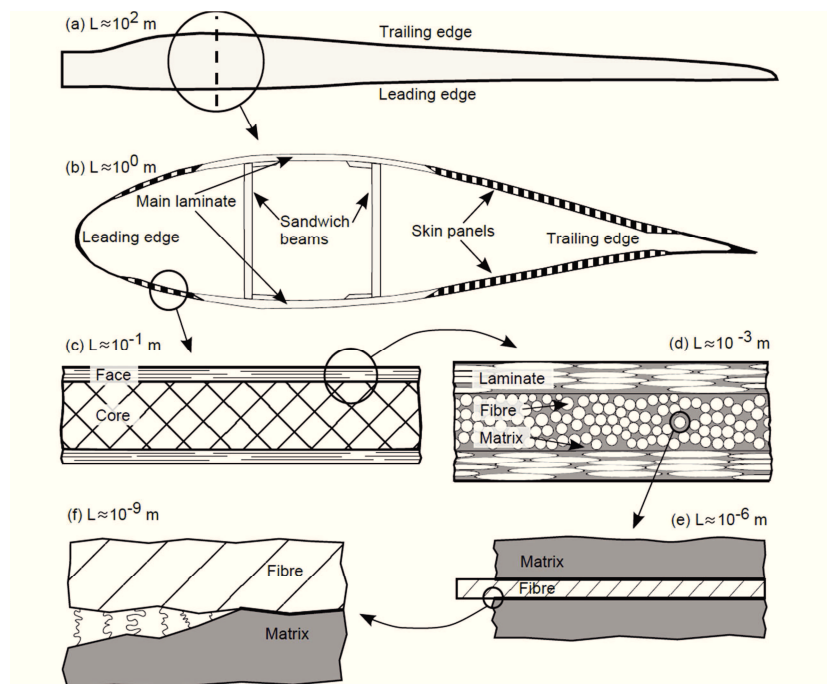
Figure I.2 met en avant l'excellent compromis coût / performance mécanique en fatigue de composites fibres de verre / époxy par rapport à d'autres matériaux polymères ou métalliques.





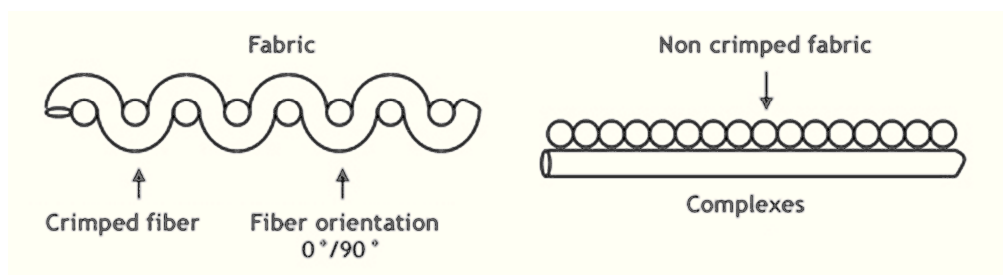
**Figure I.2 : Comparaison du prix par unité de résistance pour une poutre en flexion soumise à un chargement cyclique comparable à celui d'une pôle d'éolienne [3].**

La construction marine moderne a aussi apporté sa contribution. Les premières pâles, produites en grande partie au Danemark, ont été réalisées par d'anciennes entreprises de construction navale. Leur mise en forme, elle aussi issue de la construction navale, se développa rapidement vers des procédés de type VARTM (vacuum assisted resin transfer moulding) tels que l'*infusion*. Initialement, les renforts étaient tissés et équilibrés présentant un grammage compris entre 300 g/m<sup>2</sup> et 800 g/m<sup>2</sup> pour la carène avec des renforts unidirectionnels allant jusqu'à 1200 g/m<sup>2</sup> pour le longeron (Figure I.3).



**Figure I.3 : De la représentation macroscopique de la pôle à la morphologie du composite à l'échelle nanoscopique [4].**

L'introduction des machines de couture a permis le développement de renforts fibreux continus, possédant comme atout majeur d'éviter l'ondulation des mèches produites par le tissage (Figure I.4 gauche). Ces renforts cousus, appelés NCF (non-crimp fabric) présentent donc des propriétés mécaniques supérieures (Figure I.4 droite) et ont pour avantage complémentaire une plus grande rapidité d'infusion. Par conséquent, cette famille de renforts est une solution efficace pour les producteurs d'éoliennes.



**Figure I.4 : Représentation d'un renfort tissé taffetas (gauche) et d'un renfort cousu NCF (droite).**

## I.2 Du renfort NCF au composite

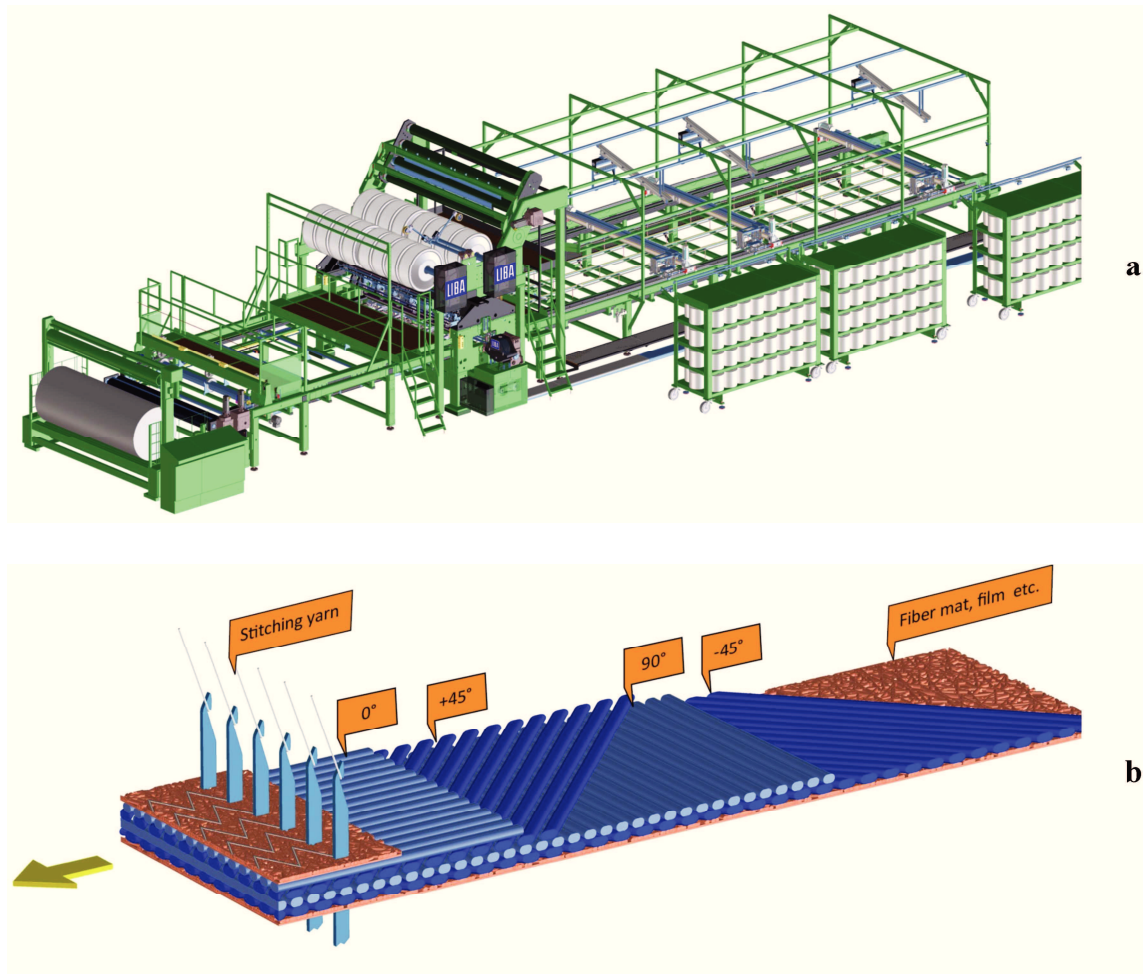
### I.2.1 Présentation et fabrication des NCF

Les renforts NCF sont des renforts résultant de l'empilement de couches unidirectionnelles cousues dans l'épaisseur. De manière générale, chaque niveau possède une orientation unique qui permet d'adapter ces renforts aux chargements mécaniques auxquels ils seront soumis une fois transformés en composite. Leur spécificité vient de l'absence d'ondulation hors plan. Ainsi, ils sont une alternative aux renforts unidirectionnels en fibre de verre pré-imprégné, plus difficilement manipulables et plus coûteux à propriété mécanique équivalente [3].

Pour produire ces renforts, des machines de couture spécialisées (LIBA, Mayer - Figure I.5(a)) ont été développées. Elles se composent d'un long tapis roulant (jusqu'à 30 mètres) sur lequel sont déposés les fils de verre (eux-mêmes composés de milliers de filaments), suivant leur orientation préalablement définie. L'étape finale consiste à coudre les couches suivant l'épaisseur avec un fil de couture (Figure I.5(b)). Les couches de fils ou nappes consistent en une juxtaposition parallèle des fils. Cette organisation est définie par une *taille de fil*, appelée *tex* (masse linéique exprimée en g/km), et un pas d'espacement. La couture se fait, dans le cadre de l'éolien, avec un fil en polyester peu coûteux, mais peut également être issu de matériaux plus nobles tels que le verre, le carbone ou le Kevlar dans le but d'améliorer les propriétés hors plan du composite [3].

Le paramétrage de la couture implique plusieurs notions. La *longueur* ou *pas de couture* décrit la distance entre chaque point de couture. Le *dessin de couture* caractérise le chemin

emprunté par l'aiguille. Enfin, la tension de couture traduit la force appliquée sur le renfort pendant la couture. Le couplage de ces réglages permet la production d'un renfort à microstructure unique. Toute modification est susceptible de provoquer des différences géométriques, significatives ou non, dans les composites finaux.

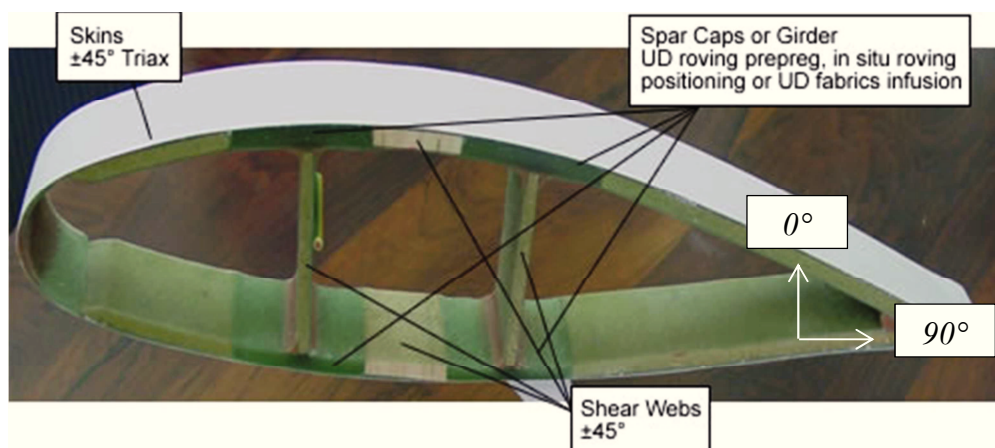


**Figure I.5 : (a) Machine de production de NCF multiaxiaux de type LIBA. (b) Représentation d'un NCF multiaxial en sortie de production [5].**

### I.2.2 Les renforts NCF de l'éolien

Pour des applications éoliennes, la structure des pâles associée aux chargements auxquels elles sont soumises implique des orientations préférentielles dans les couches des NCF, suivant leur implantation dans la structure. La carène se compose de NCF triaxiaux  $[+45^\circ/0^\circ/-45^\circ]$ , les âmes de cisaillement (« shear web sur la Figure I.6) utilisent des renforts NCF bi-axiaux  $[+45^\circ/-45^\circ]$ . Les longerons, pièces contrôlant la rigidité des pâles, se présentent sous la forme de structures monolithiques de forte épaisseur. Ces pièces sont issues d'un empilement de plusieurs dizaines de couches de renforts NCF quasi-unidirectionnels (Figure I.6). Ces longerons sont des

pièces primordiales quant à la tenue en fatigue des pâles. Les renforts qu'ils impliquent font l'objet de ce travail de thèse.



**Figure I.6 : Section typique d'une pale d'éolienne.**

Les renforts NCF quasi-unidirectionnels, référencés NCF quasi-UD par la suite, sont des renforts lourds de masse surfacique supérieure à 1000 g/m<sup>2</sup>. Dans leur composition, une certaine masse de fibres transverses (environ 5%), perpendiculaire à l'axe UD, est disposée pour assurer le maintien du renfort. La quantité de fils de couture utilisée est, quant à elle, négligeable en terme de masse. Lors de la production, le fil de couture peut être appliqué de deux façons. La couture peut être indexée, ce qui signifie que le fil de couture va entourer les fils UD. Dans le cas contraire, pour les renforts non-indexés, le fil de couture peut traverser le fil UD. L'indexation n'est pas une variable d'étude dans cette thèse : les renforts de l'étude sont tous indexés. Les caractéristiques présentées ci-dessus définissent le cadre de conception des renforts NCF quasi-UD. Par la suite, on s'intéressera à comprendre en quoi les différents paramètres de conception de ces tissus permettent d'optimiser le renfort pour son application.

Ces renforts unidirectionnels doivent donc répondre à des critères de mise en forme et de performance mécanique. Relativement à la mise en forme, les longerons étant des pièces pouvant atteindre des longueurs supérieures à 50 mètres (en fonction de la taille de la pale), la stratégie d'infusion doit permettre d'imprégner en une étape ces épaisses pièces monolithiques. Leur aptitude à l'infusion est donc primordiale. Les performances mécaniques du longeron doivent répondre à deux aspects mécaniques. D'un point de vue statique, la pale doit résister à son propre poids ainsi qu'à des conditions de chargement exceptionnelles, conséquences de la variabilité climatique. Du point de vue de la tenue en fatigue, l'éolienne doit pouvoir générer de l'énergie pendant une durée maximale, impliquant une endurance des matériaux pour un très grand nombre de cycle, en moyenne compris entre 10<sup>7</sup> et 10<sup>8</sup>. Il est donc nécessaire d'optimiser ces renforts pour leur application.

### I.2.3 La matrice

Pour former le composite, les renforts NCF sont associés à une résine thermodurcissable ou thermoplastique suivant l'application du produit fini. Pour des applications éoliennes, comme en ingénierie marine, la pale du rotor doit répondre à des normes de rigidité que les systèmes thermodurcissables peuvent offrir aujourd'hui. Le choix des résines adaptées à l'éolien se restreint donc aux résines polyester, vinylester ou époxy. Leurs différences principales se situent au niveau du coût et de leur allongement à rupture ; avec d'une part, des résines polyester peu coûteuses pour un allongement à rupture autour des 3% (équivalent à celui du filament de verre) et d'autre part des systèmes époxy plus chers et dont l'allongement à rupture peut atteindre 13%.

Dans ce travail de thèse, un seul système de résine est utilisé. Les composites étudiées sont mis en forme avec une résine époxy EPIKOTE™ MGS® RIM 135.

### I.2.4 L'ensimage

L'adhésion entre la fibre de verre et la résine passe par un composant chimique nommé ensimage, qui est déposé sur les filaments de verre lors de la transformation de la silice et des oxydes en fibre de verre. De manière générale, le choix des ensimages est lié au système de résine employé. Cependant, un ensimage peut être compatible avec différents types de résine. Du point de vue de la mise en forme, l'ensimage influence la mouillabilité de la fibre pendant la phase d'imprégnation au niveau du front de résine. Du point de vue de la tenue mécanique, l'ensimage assure le transfert de charge entre la résine et le filament de verre. De ce fait, il contribue positivement aux propriétés dominées par la résine comme la tenue au cisaillement du composite.

Dans ce travail de thèse, l'influence de l'ensimage n'est pas abordée car l'enjeu principal est de comprendre l'influence de paramètres de fabrication des renforts sur les propriétés des composites. Ainsi, les renforts considérés possèdent une unique formulation d'ensimage nommée SE1500 pour les mèches UD. Différents ensimages sont cependant utilisés pour la couche de fils transverses.

### I.2.5 Procédé de mise en forme : l'infusion

Afin de former un longeron structurel de pale, les renforts NCF doivent subir une transformation pour devenir un matériau composite. Ce procédé, communément appelé procédé d'infusion, se décompose en trois étapes : l'empilement des plis de renforts fibreux dans le moule, l'infusion de l'empilement et la polymérisation de la résine thermodurcissable.

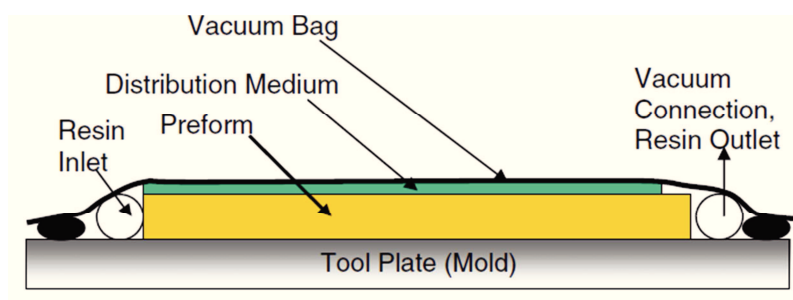
Un moule en deux parties est composé d'une face solide et rigide et d'une face flexible. A l'échelle de la pale, l'empilement consiste à dérouler des bobines de renforts dans le moule

---



rigide. Une attention particulière doit être portée au placement des couches afin de minimiser les défauts d'empilement. Enfin un tissu drainant est déposé entre la bâche et la préforme afin d'induire une direction préférentielle d'écoulement. Une fois la préforme en place, le moule flexible est réalisé à partir de joints et d'une bâche à vide (Figure I.7).

Le procédé de mise en forme se décompose alors en deux étapes. Dans un premier temps, le vide est appliqué dans le moule afin d'évacuer le maximum d'air possible, susceptible de créer des porosités. Dans un second temps, la résine imprègne le renfort sous l'effet du vide appliqué. La stratégie d'infusion, qui correspond aux directions choisies pour l'écoulement de la résine, doit permettre une imprégnation complète de l'empilement fibreux avant le début de la réticulation (polymérisation). En effet, la polymérisation entraîne une augmentation de la viscosité, rendant la propagation de la résine plus difficile voire impossible. D'un point de vue chimique, elle consiste en la transformation des chaînes oligomères en un réseau tridimensionnel de chaînes plus rigide. En pratique, la résine s'écoule principalement en surface de la préforme au sein d'un milieu drainant (distribution medium) et imprègne la préforme dans son épaisseur (Figure I.7). Une fois la pièce imprégnée et la résine polymérisée, la dernière action nécessaire à la finalisation du produit consiste à post-cuire le composite une fois extrait de son moule. Cette étape assure une réticulation quasi-totale de la résine.



**Figure I.7 : Description de procédé d'infusion.**

### **I.2.6 Une architecture partiellement contrôlable**

Les points développés ci-dessus ont permis de décrire d'une part, les étapes de production d'un renfort NCF et d'autre part les étapes de mise en forme d'un composite pour l'éolien. Le lien entre la morphologie du renfort dit « sec » en sortie de machine et la structure composite s'établit au travers de la mise en forme. Le procédé d'infusion entraîne une suite de sollicitations mécaniques induites par la mise sous vide puis l'arrivée de la résine. Par conséquent, la morphologie initiale du renfort évolue au cours de ce procédé. Cette organisation finale va entraîner des différences de comportement mécanique, principalement liées à l'hétérogénéité du composite. La volonté des fabricants de renforts NCF est de pouvoir offrir à leurs clients un

matériau dont le comportement dans le procédé d'infusion est connu afin d'établir une stratégie d'injection robuste et d'optimiser leur chaîne de production. La morphologie finale du composite quant à elle doit être en accord avec les performances mécaniques souhaitées.

Des études ont d'ores et déjà démontrées l'influence de certains paramètres du procédé de tissage sur le comportement en infusion de l'empilement fibreux. Drapier et al. ont démontré par exemple l'influence de la densité de couture (c.-à-d. le nombre de points de couture par  $\text{cm}^2$ ) sur la perméabilité transverse. Cette dernière augmente lorsque le pas de couture diminue, facilitant l'écoulement de la résine selon la direction de l'empilement. Les auteurs expliquent que la résine emprunte les passages du fil de couture pour s'écouler [6]. Une fois la résine polymérisée, ces zones préférentielles pour le passage de la résine resteront des zones riches en résine. Vallons et al. ont observé l'endommagement en fatigue de ces zones riches en résine. Cet endommagement se caractérise par des microfissures perpendiculaires à l'axe de chargement [7]. Par conséquent, la densité de couture est un facteur permettant d'améliorer le renfort NCF vis-à-vis du procédé d'infusion. Cependant, cette optimisation peut ne pas être favorable aux exigences mécaniques du composite. Il est alors nécessaire de déterminer un compromis optimal entre l'aptitude à la mise en forme et les performances mécaniques du composite.

L'influence des paramètres de conception des renforts NCF a été observée à plusieurs occasions mais en aucun cas dans le cadre d'une application précise. Le but de cette recherche est donc de se focaliser sur les liens architecture / mise en forme et architecture / performances mécaniques du point de vue de l'application éolienne. Pour ce faire, une gamme de renforts NCF quasi-UD a été choisie afin de mettre en avant les effets de la couture et de l'organisation de la couche de trame. Le choix des paramètres de conception des renforts à étudier est issu du regroupement de l'expérience du partenaire industriel Owens Corning et des résultats présents dans la littérature.

### **I.3 Objectifs et démarches expérimentales mises en place**

Cette thèse vise à explorer les liens architecture / mise en forme / performances mécaniques des renforts NCF quasi-UD. L'une des originalités de ce travail de recherche est l'étude de la chaîne complète, depuis la conception du renfort jusqu'à son comportement mécanique.

L'influence des paramètres de conception des renforts NCF évoqués ci-dessus a donc été observée à plusieurs occasions. Ainsi, l'homme de l'art sait que de faibles variations de l'architecture du renfort NCF peuvent influencer significativement les propriétés de transport et les performances mécaniques des composites finaux.

Pour proposer aux clients le renfort le plus adapté, une compréhension de ces effets est indispensable. Pour autant la littérature n'a révélé aucune étude complète (du renfort sec aux performances mécaniques en passant par la transformation) dans le cadre d'applications précises.

Le but de cette recherche est donc cette caractérisation des liens architecture / mise en forme / performances mécaniques dans le contexte de l'application éolienne.

L'étude se focalise particulièrement sur deux paramètres de conception qui semblent prépondérants : la couture et l'organisation de la trame. La démarche de recherche se décompose alors en trois volets principaux, morphologie, mise en œuvre et propriétés Figure I.8 :

- Détermination de la morphologie
  - Détermination de la géométrie moyenne et de l'orientation des fils de la trame.
  - Détermination de la fraction volumique de fibre dans les mèches UD et dans le composite.
  - Analyse du réseau poreux macroscopique.
- Etude de l'aptitude à l'infusion
  - La compressibilité des empilements de renforts, qui conditionne pour partie l'arrangement final des fibres, est étudiée à sec puis lubrifié / imprégné.
  - L'aptitude à l'infusion est envisagée via des mesures de perméabilité.
- Etude des propriétés résultantes :
  - Les propriétés élastiques (et leur hétérogénéités propres) des composites sont caractérisées.
  - Le comportement en fatigue sera enfin abordé.

La stratégie adoptée ici est donc principalement expérimentale. La modélisation d'une telle chaîne sera discutée à l'éclairage de nos résultats mais sa réalisation n'entre pas dans le cadre de cette étude.



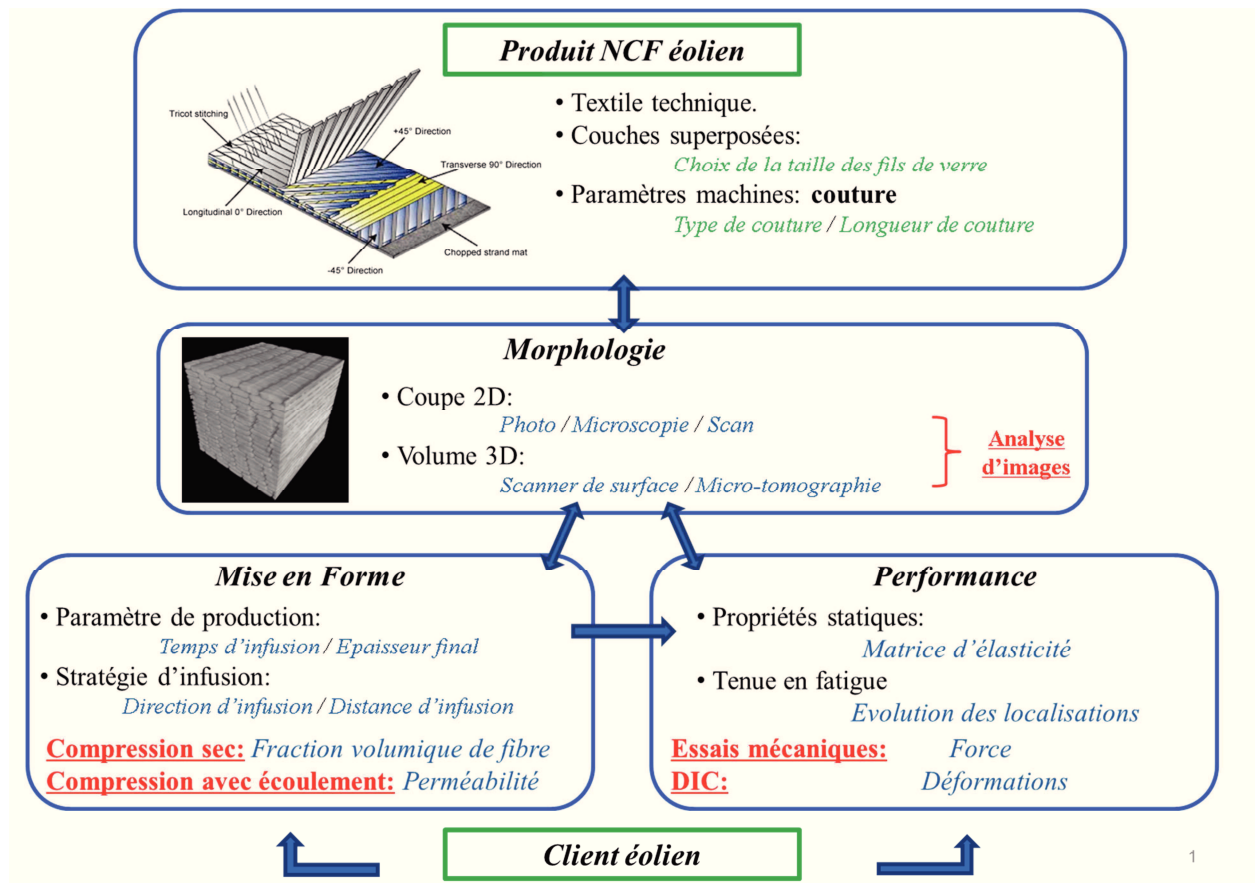
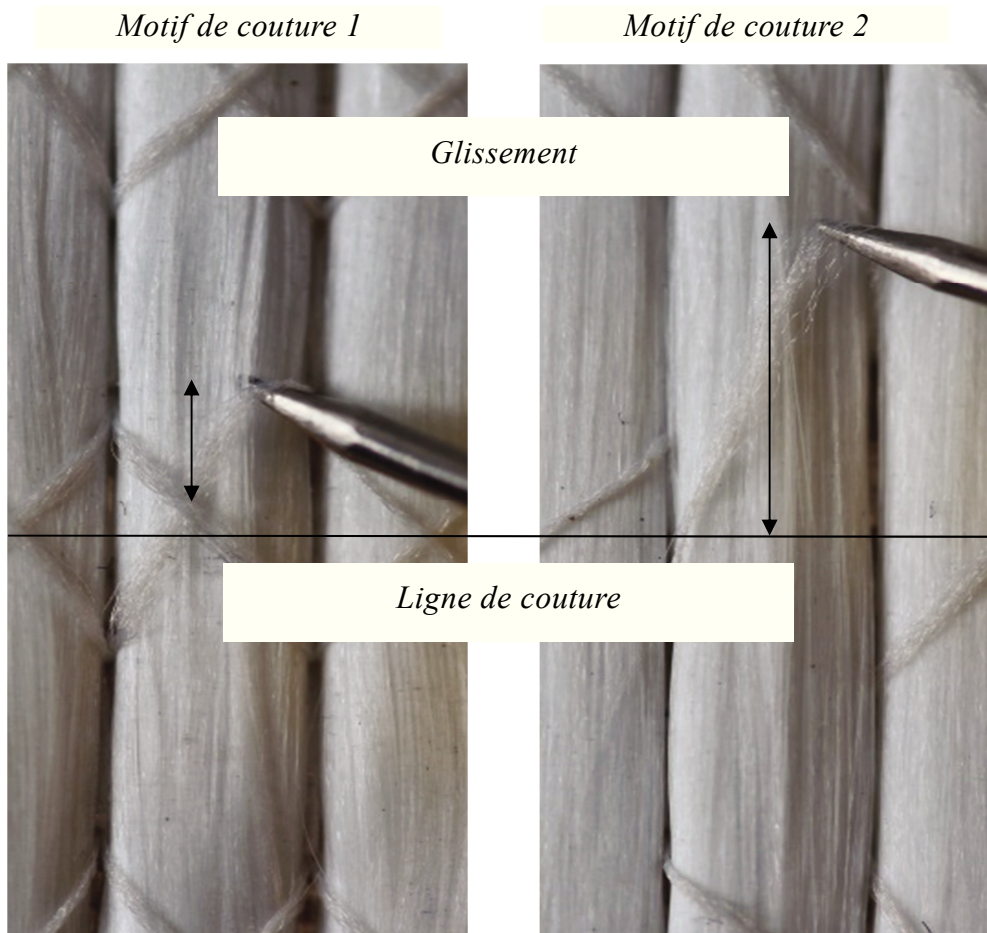


Figure I.8 : Diagramme récapitulatif de l'approche développée dans la thèse.

### I.3.1 Renforts élémentaires

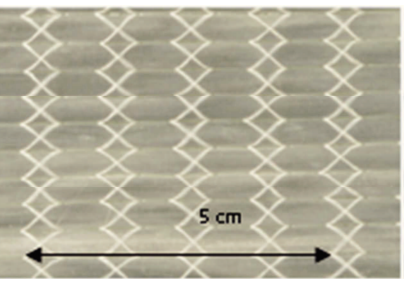
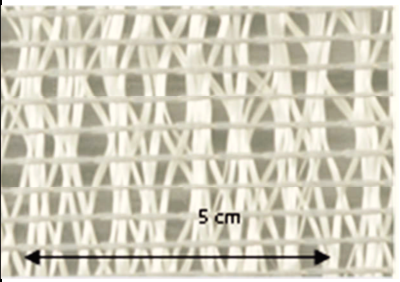
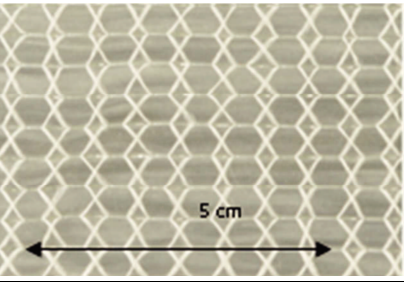
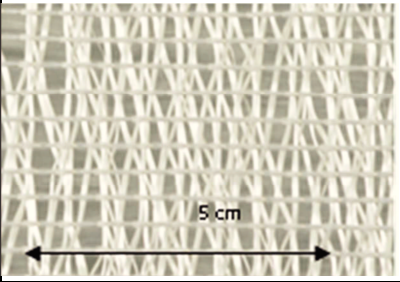
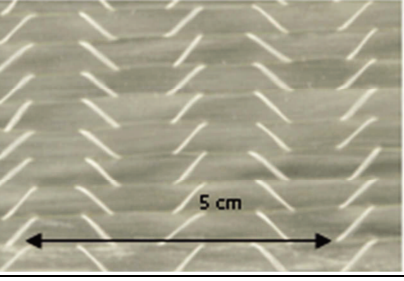
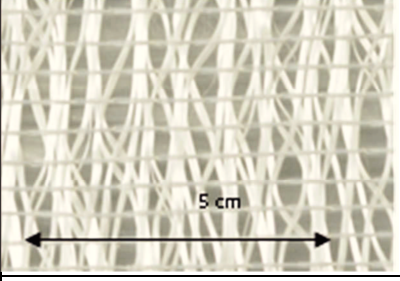
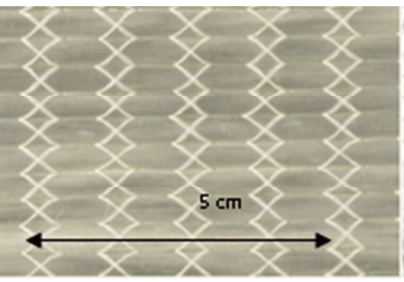
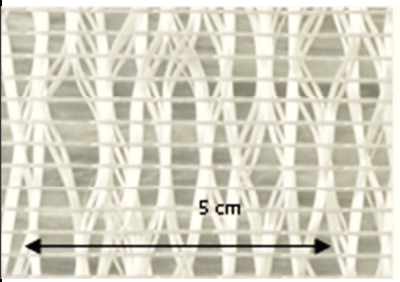
Les renforts choisis dans cette étude requièrent de présenter une unique particularité, afin de pouvoir l'associer aux modifications qu'elles vont engendrer dans le composite. Afin de mettre en évidence l'influence des paramètres de conception, une série de renforts spécifiques a été développée à partir d'un renfort référence (*REF*).



**Figure I.9 : Différence de maintien des mèches UD en fonction du motif de couture.**

Ce matériau *référence* est donc un renfort NCF quasi-unidirectionnel de masse surfacique de 1395g/m<sup>2</sup>, dont 95% de la masse est représenté par les fibres unidirectionnelles. Les fils unidirectionnels se caractérisent par une masse linéique de 4800 tex (soit 4800 g/km), résultant de l'association de deux fils de 2400 tex. Cet assemblage de fil est nécessaire pour atteindre la masse surfacique requise, sachant que le titre 2400 tex représente la plus haute masse linéique de fil manufacturable. La réunion des fils se fait lors du bobinage de ces derniers sur des rouleaux, générant ainsi une torsion du fil de longueur d'onde égale au diamètre de la bobine. Les 5% restants de la masse totale sont destinés en grande majorité à la seconde couche du renfort NCF, la trame. Elle se compose de fils transverses de masse linéique 68 tex, déposés suivant deux orientations :  $\pm 80^\circ$  par rapport à l'axe de production des renforts (axe des fibres UD). Enfin, la couture permettant le maintien des deux couches représente une masse négligeable. Le fil utilisé est un fil polyester dont l'unique but est le maintien en position des deux couches superposées. Son motif de couture est symétrique par rapport à l'axe médian d'un fil UD, avec un espacement entre chaque point de couture de 5 mm. La tension de fil appliquée lors de la couture est inconnue mais contrôlée par la distance entre la bobine de fil polyester et le point de distribution du fil de couture. Le renfort est conditionné en rouleaux 60 cm de largeur par longueur de 100 m.

Tableau I-1 : Descriptif des renforts de l'étude

<i>NCF</i>	<i>Caractéristiques des renforts</i>	<i>Vue de dessus</i> <i>Chaine</i>	<i>Vue de dessous</i> <i>Trame</i>
<b>REF</b>	Chaine: 2400 tex Trame: 68 Tex +/- 80° Couture: Symétrique Pas de couture: 5 mm		
<b>A</b>	Chaine: 2400 tex Trame: 68 Tex +/- 80° Couture: Symétrique Pas de couture: 2.5 mm		
<b>B</b>	Chaine: 2400 tex Trame: 68 Tex +/- 80° Couture: Asymétrique Pas de couture: 5 mm		
<b>C</b>	Chaine: 2400 tex Trame: 200 Tex +/- 80° Couture: Symétrique Pas de couture: 5 mm		

Trois autres renforts ont été conçus pour cette étude à partir du renfort de référence pour lesquels un seul des paramètres est modifié. Le premier matériau, dénommé *A* par la suite, a un espacement entre chaque point de couture réduit à 2.5 mm. Le second matériau, *B*, diffère par son motif de couture asymétrique et lâche par rapport à l'axe médian du fil UD. La Figure I.9 permet d'observer un glissement de la couture asymétrique lorsqu'elle est soumise à une faible tension. Enfin, le matériau *C* possède des fils de trame de masse linéique plus élevée (200 tex) pour une masse surfacique constante de la couche transverse. Ces choix de matériaux permettent d'étudier l'influence de la *longueur de couture*, du *motif de couture* et de l'*organisation de la couche transverse*. Notez que l'ensimage des fils 68 tex est nommée TD22 tandis que les fils de 200 tex utilisent le SE1500. Les caractéristiques de ces renforts sont regroupées dans le Tableau

## I-1.

Dans l'application éolien, des empilements dépassant régulièrement les 50 plis sont infusés suivant un procédé classique, avec une résine époxy (EPIKOTE™ MGS® RIM 135). La réticulation obéit aux règles de l'art, à savoir une cuisson à température ambiante pendant 24 h sous vide puis une post cuisson de 12 h à 80 °C.

### I.3.2 Caractérisation de la microstructure

Du point de vue de l'organisation spatiale de la structure fibreuse, l'observation de la morphologie est un facteur majeur dans l'aboutissement de cette étude. Elle permet d'apporter des informations morphologiques et géométriques locales, à l'échelle des volumes élémentaires représentatifs (VER).

Le renfort sec issu de la production possède des caractéristiques morphologiques, relatives à l'agencement spatial des mèches de verre et leurs dimensions déjà données (Tableau I-1). Ces caractéristiques sont le résultat d'une association de paramètres de conception, mais il n'existe pas à ce jour de moyens de les relier à la morphologie du renfort. L'analyse d'images représentatives de la structure permet de quantifier l'influence des paramètres de conception sur l'organisation fibreuse du matériau non-imprégné.

Du point de vue de la fabrication du composite par la technologie d'infusion, la comparaison entre la méso-structure du renfort sec et celle observée dans le composite permettra de révéler l'évolution de la morphologie lors de la mise en forme.

En ce qui concerne les performances mécaniques du composite, l'analyse de leur morphologie procurera des informations géométriques utiles sur l'organisation de la structure fibreuse et son agencement par rapport à la phase polymère. L'usage de moyens de mesure de champ lors des essais mécaniques permettra de relier (ou non) les hétérogénéités mécaniques à la microstructure et / ou de la corrélérer au comportement macroscopique.

Enfin, l'observation d'échantillons sollicités mécaniquement et présentant des endommagements, permettra de localiser et de caractériser plus précisément la nature des dommages au sein du composite.

### I.3.3 Propriétés du renfort

La morphologie des composites est intimement liée à leur comportement lors de l'infusion, la rigidité de l'empilement fibreux sec va déterminer, pour des conditions de mise en forme fixée, la fraction volumique de verre du composite tandis que l'organisation spatiale des mèches



va définir le réseau poreux dans lequel la résine s'écoule. Ces propriétés macroscopiques régissant le procédé d'infusion vont être étudiée au moyen d'une campagne expérimentale d'essais de compaction sur préformes fibreuses sèches et préalablement imprégnée.

Les essais de consolidations sur préforme préalablement imprégnée par une huile silicone calibrée permettra de déterminer les coefficients du tenseur de perméabilité pour une gamme de fraction volumique de fibre, utile au dimensionnement du procédé de mise en forme. L'analyse de ces coefficients renseigne également sur l'évolution de la microstructure et du réseau poreux lors de la compaction.

### **I.3.4 Propriétés du composite**

A première vue la tenue mécanique d'un composite UD à renfort continu peut paraître simple à modéliser. Toutefois, la tenue initiale et la résistance en fatigue des pièces est contrôlée au moins pour partie, non pas par les performances théoriques du composite, mais par les points de faiblesse et / ou d'hétérogénéités induits pas la mise en forme : couture et trame dans cette étude. Les premiers contrôlent l'uniformité dans le plan et les deuxièmes les zones riches en résines dans l'épaisseur et aussi la compacité de l'empilement à l'issue de la compression.

L'étude mécanique mise en place visera donc, au-delà de la détermination de la matrice de rigidité du composite utile au dimensionnement de la pâle, à caractériser l'hétérogénéité de comportement induite par les hétérogénéités de microstructure. Un intérêt particulier sera dédié à d'enrichir les déterminations classiques macroscopiques par une analyse de la dispersion des caractéristiques élastiques, de la dangerosité et des causes des zones de localisation de déformation et de la représentativité des éprouvettes normalisées (sont-elles VER quelle que soit la microstructure ?).

Compte tenu de la géométrie, la base expérimentale consistera en des essais cyclique de traction monotones pour trois orientations relatives par rapport à l'axe des mèches  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$  et des essais de fatigue (jusqu'à 1 million de cycles) sollicitant le composite selon l'axe des mèches UD. L'hypothèse d'un comportement orthotrope de révolution du composite est choisi, ce qui reste une hypothèse.

Dans tous les cas, l'observation des champs de déformation mettra en évidence l'influence des paramètres de conception sur les premiers signes d'endommagement des composites.

## Chapitre II: Influence des paramètres de conception des NCF sur la morphologie du renfort sec et du composite

Ce chapitre est dédié à l'étude de la morphologie des renforts NCF quasi-unidirectionnels et de leurs composites. La connaissance de la morphologie est importante puisqu'elle pilote les propriétés liées au procédé et à la mécanique des composites. En effet, l'espacement des fils de la trame va influencer l'écoulement lors de l'infusion. D'un point de vue mécanique, la répartition des fils de la trame influencera l'uniformité de la réponse les modes d'endommagement du composite. L'idée est donc de pouvoir relier les paramètres de conception des renforts à la morphologie. Cette dernière et son évolution au cours de la mise en forme des composites présentent des différences quantifiables. Ainsi, les travaux s'attachent à déterminer, à plusieurs échelles, les caractéristiques géométriques de chaque NCF de l'étude. Différents algorithmes d'analyse d'images sont utilisés pour étudier des renforts secs et des composites.

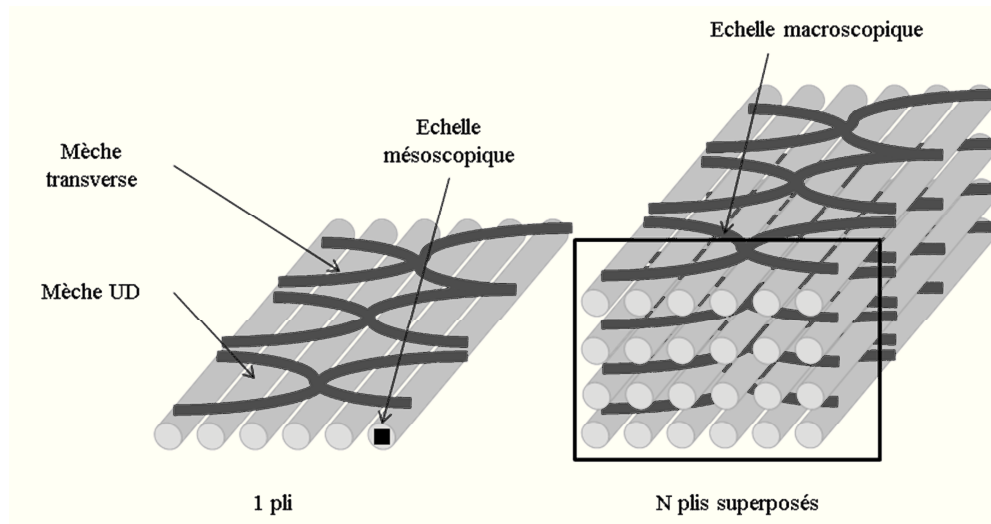
Tout d'abord, les moyens utilisés pour extraire les données morphologiques sont présentés (II.1). Puis, l'étude des renforts secs tels qu'ils se présentent avant la mise en forme sera abordée. L'analyse se focalisera notamment sur la trame des matériaux (II.2). Ensuite, la géométrie du réseau poreux et des mèches unidirectionnelles seront analysées sur des composites (renforts imprégnés de résine polymérisée) (II.3). Dans les deux cas, des analyses en deux puis trois dimensions seront entreprises. Enfin, l'influence des paramètres de conception des renforts sur la morphologie sera établie (II.4).

### Sommaire :

<b>II.1</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>20</b>
<b>II.2</b>	<b>Moyens expérimentaux.....</b>	<b>22</b>
II.2.1	Moyens de mesure pour la trame.....	23
II.2.2	Moyens de mesure sur le composite.....	25
<b>II.3</b>	<b>Morphologie de la trame.....</b>	<b>28</b>
II.3.1	Acquisition des images 2D de la trame.....	28
II.3.2	Analyse d'image 2D.....	31
II.3.3	Résultats.....	34
II.3.4	Analyse en 3D du renfort NCF sec : épaisseur de la trame.....	40
<b>II.4</b>	<b>Géométrie des mèches UD, fraction volumique de fibre et réseau poreux.....</b>	<b>44</b>
II.4.1	Acquisition de données.....	45
II.4.2	Analyse d'image à l'échelle mésoscopique.....	47
II.4.3	Analyse d'image à l'échelle macroscopique.....	48
II.4.4	Résultats.....	51
<b>II.5</b>	<b>Bilan sur l'influence de l'architecture des composites NCF quasi-UD sur leurs morphologies.....</b>	<b>62</b>
II.5.1	Longueur de couture.....	62
II.5.2	Motif de couture.....	64
II.5.3	Masse linéique de la trame.....	65
II.5.4	Conclusion.....	66

## Introduction

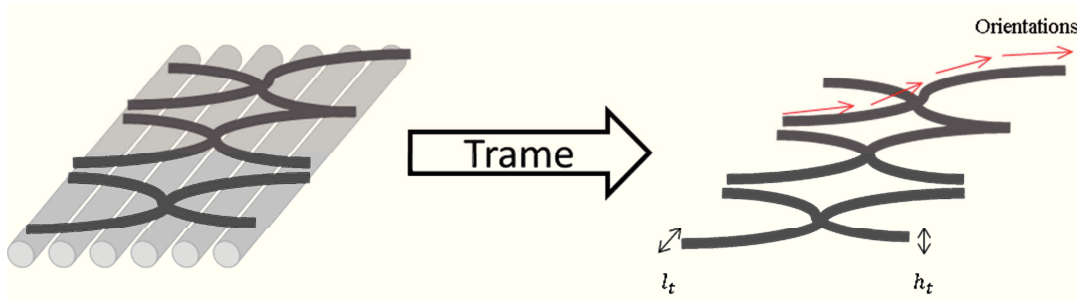
L'analyse morphologique consiste à quantifier l'organisation structurale d'un matériau à différents échelles. Dans le cas d'un matériau composite comprenant des fibres et une matrice, la question est de déterminer la proportion de chacune des phases ainsi que leurs agencements spatiaux dans le volume. Ces arrangements existent au niveau du filament de verre (échelle mésoscopique), au niveau de la mèche UD et enfin au voisinage de plusieurs mèches (échelle macroscopique) (Figure II-1).



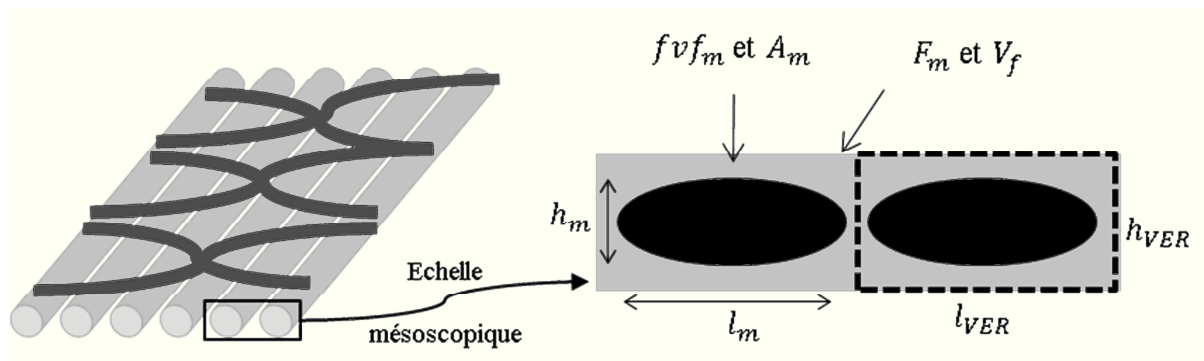
**Figure II-1 : Schéma de l'organisation fibreuse des renforts NCF quasi-UD et des échelles présentes.**

Dans les renforts NCF quasi-UD, l'analyse de la morphologie est nécessaire pour les couches de trame et d'UD afin de comprendre l'influence des paramètres de conception sur la structure fibreuse. Par le biais de comparaison de chaque NCF (A, B et C) avec le matériau de référence, il est possible de comprendre les effets de la couture sur l'organisation du réseau fibreux. Tout d'abord, cette analyse morphologique porte sur la trame. Elle se base sur des données en deux et trois dimensions afin d'obtenir des valeurs moyennes de la largeur ( $l_t$ ), de l'épaisseur ( $h_t$ ), de l'orientation et de la fraction surfacique de fils ( $F_t$ ) de la trame (Figure II-2). De plus, la détermination d'une surface élémentaire représentative de la trame sera présentée. Ensuite, les caractéristiques géométriques des mèches UD seront mesurées. L'intérêt est porté en particulier sur la fraction volumique de verre aux différentes échelles ainsi que sur les formes des mèches UD. Dans ce cadre, l'analyse optique repose sur des coupes de composites observées soit au microscope optique, soit au microscope électronique à balayage (MEB), ou soit avec un micro-tomographe. Les observations aux différents grossissements optiques permettent une visualisation à des échelles plus ou moins fines. A partir de ces images, une analyse des mèches UD est faite. La répartition de la fraction volumique de verre dans les mèches UD ( $fv_{fm}$ ), et

dans le *composite total* ( $V_f$ ) sera obtenue (Figure II-3). Ces données seront extraites de l'analyse de l'aire des mèches ( $A_m$ ). Il sera alors nécessaire de déterminer leurs *largeurs* ( $l_m$ ) et *épaisseurs* ( $h_m$ ). Enfin, des acquisitions de volumes de composite en trois dimensions à l'aide d'un microtomographe rendront possible des *analyses volumiques de la fraction de mèches UD* ( $F_m$ ) ainsi que de la *connectivité du réseau poreux* aux échelles mésoscopiques et macroscopiques.



**Figure II-2 : Grandeurs caractéristiques de la trame.**



**Figure II-3 : Grandeurs caractéristiques du milieu fibreux à l'échelle mésoscopique de la mèche UD.**

Pendant la fabrication du composite, la microstructure joue également un rôle. En effet, l'écoulement de la résine dans un milieu fibreux se fait au travers des espaces entre les filaments de verre. La propriété matériau permettant de quantifier la facilité avec laquelle un fluide peut s'écouler dans un milieu poreux est la perméabilité  $K$ . Cette grandeur intervient dans la loi de Darcy, qui régit les écoulements (voir Chapitre III). Dans le cas des composites, cette propriété peut être considérée à deux échelles. A l'échelle mésoscopique, elle caractérise l'écoulement dans les mèches de verre  $K_m$ . A l'échelle macroscopique, elle correspond à la moyenne de l'écoulement dans les mèches  $K_m$  et celui entre les mèches  $K_{int}$ .

En résolvant des écoulements de Stokes entre des cylindres, Gebart a obtenu deux formulations analytiques de la perméabilité dans les mèches : la perméabilité parallèle aux



filaments et la perméabilité transverse aux filaments. L'équation suivante illustre comment la fraction volumique intra-mèche ( $fvf_m$ ) influence la perméabilité parallèle aux filaments.

$$K_m^{\parallel} = \frac{8R^2}{c} \frac{(1 - fvf_m)^3}{fvf_m^2} \quad (\text{II.1})$$

avec  $R$  le rayon des filaments de verre et  $c$  un coefficient rendant compte de l'organisation spatiale des filaments [8].

La perméabilité entre les mèches est dépendante de la forme des canaux interstitiels. Ces derniers sont définis par l'espace entre les mèches. Leur capacité à drainer la résine lors du procédé de mise en forme est intimement liée à leur géométrie. A partir des équation de Navier Stokes, plusieurs chercheurs ont entrepris de déterminer des expressions analytiques permettant d'exprimer  $K_{int}$  pour des géométries de canaux type [9–11]. Par exemple, la conductivité hydraulique (qui sera nommée perméabilité du fait de la similitude des lois de Darcy et de Poiseuille) d'un conduit circulaire s'estimerait par:

$$K_{int} = \frac{r^2}{8} \quad (\text{II.2})$$

avec  $r$  le rayon du conduit drainant le fluide [10].

L'analyse du milieu poral permet donc de déterminer l'influence des paramètres de fabrication sur la mise en forme.

L'influence directe des fractions volumiques de verre locales sur le comportement mécanique local des composites est évidente. La relation la plus simple que l'on peut imaginer serait une loi de mélange pour estimer un module apparent parallèlement aux mèches. Par contre les relations avec les autres grandeurs sont plus complexes, d'autant qu'il est probable, aussi, que la forme des zones de résines puisse jouer un rôle sur le comportement du composite.

## II.1 Moyens expérimentaux

L'analyse optique requiert l'acquisition d'images. Du point vue mathématique, une image prend la forme d'une matrice de pixels  $M \times N$ , avec  $M$  et  $N$  les dimensions planes du capteur photographique. Ces images peuvent être des représentations 2D ou 3D des objets étudiés. Dans cette étude, l'intérêt est de pouvoir représenter la morphologie des renforts NCF quasi-UD à l'état sec et dans le composite. A l'état sec, l'intérêt est porté sur la trame du renfort. Dans le composite, l'analyse concernera principalement la couche de mèche UD et ponctuellement la trame. Dans chaque cas, de forts contrastes entre les différentes phases des matériaux sont

---

recherchés. Ils permettent de détecter ces phases par le traitement numérique des images.

Dans cette partie, les moyens d'acquisitions utilisés sont brièvement présentés pour chaque partie du renfort (trame et couche UD). L'analyse et les résultats obtenus à partir de ces images seront décrits dans les sections suivantes.

### II.1.1 Moyens de mesure pour la trame

Les éléments recherchés dans la trame sont : la surface élémentaire représentative, la fraction surfacique de mèches transverses, l'orientation, la largeur et l'épaisseur des fils. Ces informations sont déterminées à partir d'image 2D et 3D de la trame.

#### II.1.1.1 Mesure 2D

Un scanner commercial (Kyocera Taskalfa 221) s'avère d'une résolution et d'une reproductibilité satisfaisant (en termes de niveau de gris) pour obtenir des images en 2D de la trame. Une attention particulière doit être apportée à la découpe des renforts à scanner. Celle-ci tend à relâcher le maintien de la structure modifiant ainsi la morphologie. Une solution est d'utiliser un ruban adhésif pour définir le format désiré pour ensuite le découper à l'extérieur. Un exemple d'image obtenue est présenté dans la Figure II-4.

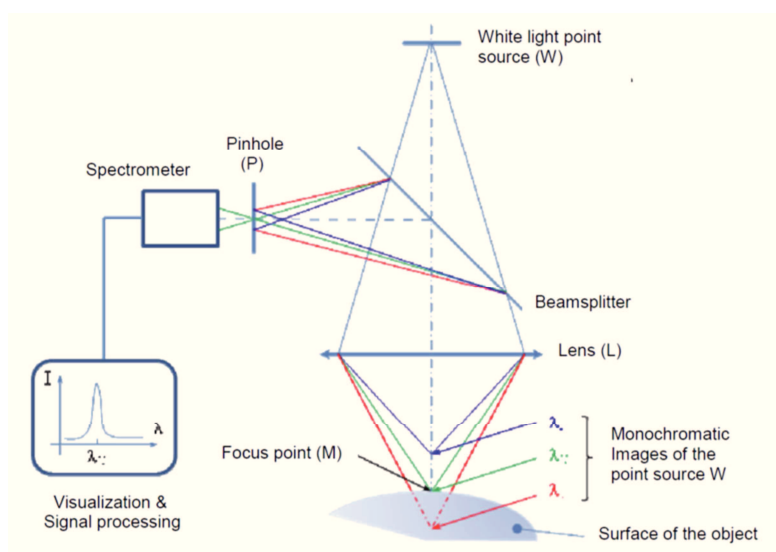
Le traitement de ces images se fait par le biais des logiciels ImageJ et d'algorithmes développés sur le logiciel Matlab<sup>®</sup> afin de déterminer la *surface élémentaire représentative*, la *largeur*, l'*orientation* et la *fraction surfacique de fils* de trame.



**Figure II-4 : Image brute de la couche de trame obtenue à partir d'un scanner.**

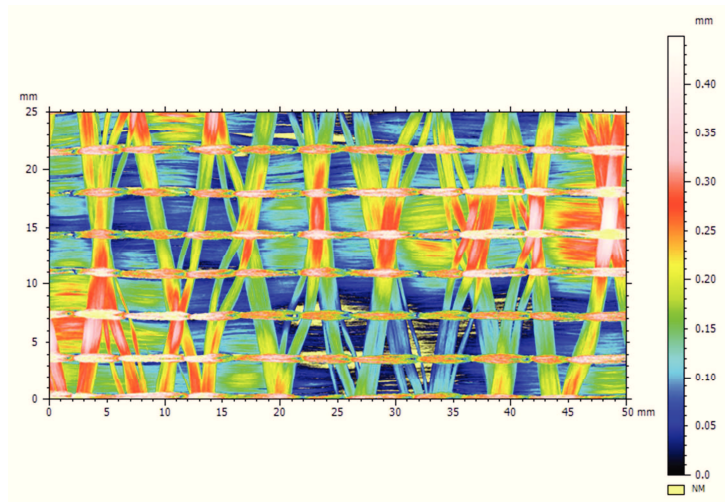
### II.1.1.2 Mesure 3D

L'acquisition des profils de surface de la trame est effectuée à l'aide d'un scanner confocal de surface, développé par la société STIL (Figure II-5). Cette méthode sans contact utilise des crayons optiques (« white light point source »), qui définissent la plage de mesure et la résolution (« monochromatic images » [12]. Cette dernière se distingue par: la résolution plane, correspondant à la taille du point de mesure et la résolution hors plan, correspondant à la plage des images monochromatiques observées à travers la lentille. Le choix du crayon est alors dépendant de la surface à observer. Une table robotisée permet un déplacement précis de l'échantillon sous le crayon, afin de mesurer les zones définies par un maillage virtuel.



**Figure II-5 : Schéma du principe de mesure par imagerie confocale chromatique [12].**

Le traitement des données, dont un exemple est présenté dans la Figure II-6, utilise deux logiciels. Dans un premier temps, les surfaces sont traitées sur le logiciel MountainMaps<sup>®</sup> 7.2 de la société Digital Surf. Dans un second temps, l'utilisation de Matlab<sup>®</sup> permet de mesurer les épaisseurs des fils de la trame.

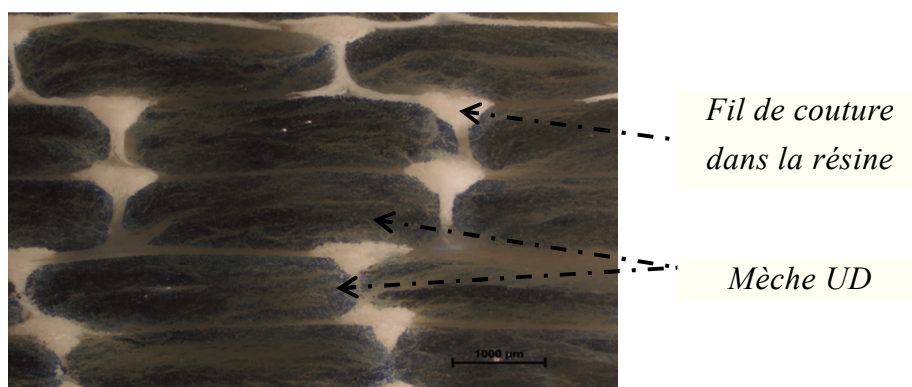


**Figure II-6 : Exemple des profils de surface (3D) de la trame des renforts NCF.**

## II.1.2 Moyens de mesure sur le composite

### II.1.2.1 Mesure 2D

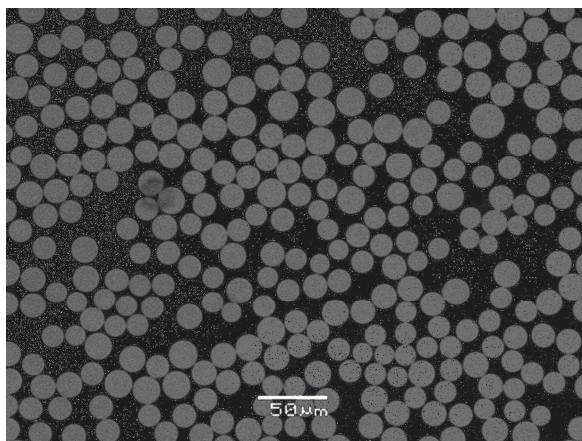
Contrairement au renfort sec, l'étude de la morphologie du composite concerne particulièrement sur le plan perpendiculaire aux mèches UD. Différentes méthodes d'acquisition sont utilisées afin d'optimiser les contrastes des images. L'acquisition des images 2D macroscopiques s'effectue au moyen d'un microscope optique Nikon Eclipse LV150 à un grossissement  $\times 1$ . Par le biais du logiciel d'analyse d'image lié au microscope NIS-Element BR 3.1, les *aires des mèches UD* sont obtenues manuellement. Un exemple d'image d'une coupe de composite est donné dans la Figure II-7.



**Figure II-7 : Coupe perpendiculaire aux mèches UD obtenue par microscopie optique au grossissement  $\times 1$ . Matériau de référence.**

L'obtention d'image à l'échelle microscopique est réalisée sur un microscope électronique à balayage (MEB) (Jeol JSM-6060LA). Une représentation contrastée des filaments des mèches

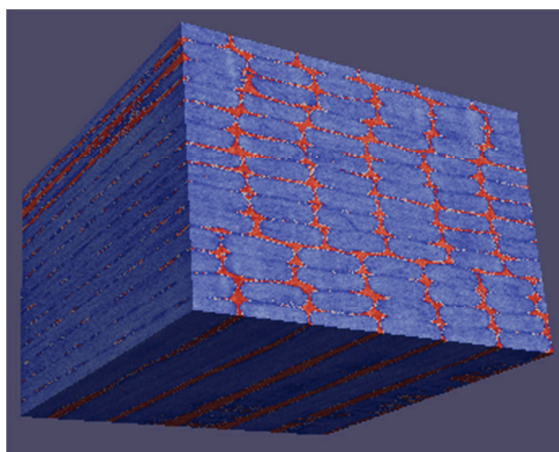
UD est atteinte par un grossissement 330. La Figure II-8 présente un exemple d'image obtenue. L'utilisation du logiciel Matlab<sup>®</sup> permet d'extraire *la fraction volumique intra-mèche ( $fvf_m$ )*.



**Figure II-8 : Coupe d'une mèche UD perpendiculaire aux mèches UD obtenue par MEB au grossissement  $\times 330$ . Matériau de référence.**

#### II.1.2.2 Mesure 3D

L'acquisition par un micro-tomographe Xradia XTC-400 permet d'obtenir des informations volumiques à partir d'un balayage de rayons X. L'avantage de travailler sur un volume provient de la quantité d'information présente au sein de ce dernier. L'extraction des images suivant chaque direction du référentiel du renfort permet l'analyse des propriétés morphologiques du volume et leur évolution. L'inconvénient majeur de cette technique est lié à la grande quantité d'information. La Figure II-9 propose un exemple de volume composite obtenu par tomographie. Le traitement de ce type de données par les logiciels ImageJ, Paraview<sup>®</sup> et Matlab<sup>®</sup> permet d'obtenir des informations concernant *la surface moyenne des mèches UD*, *l'épaisseur de la trame dans le composite* et *la connectivité du réseau poreux*.



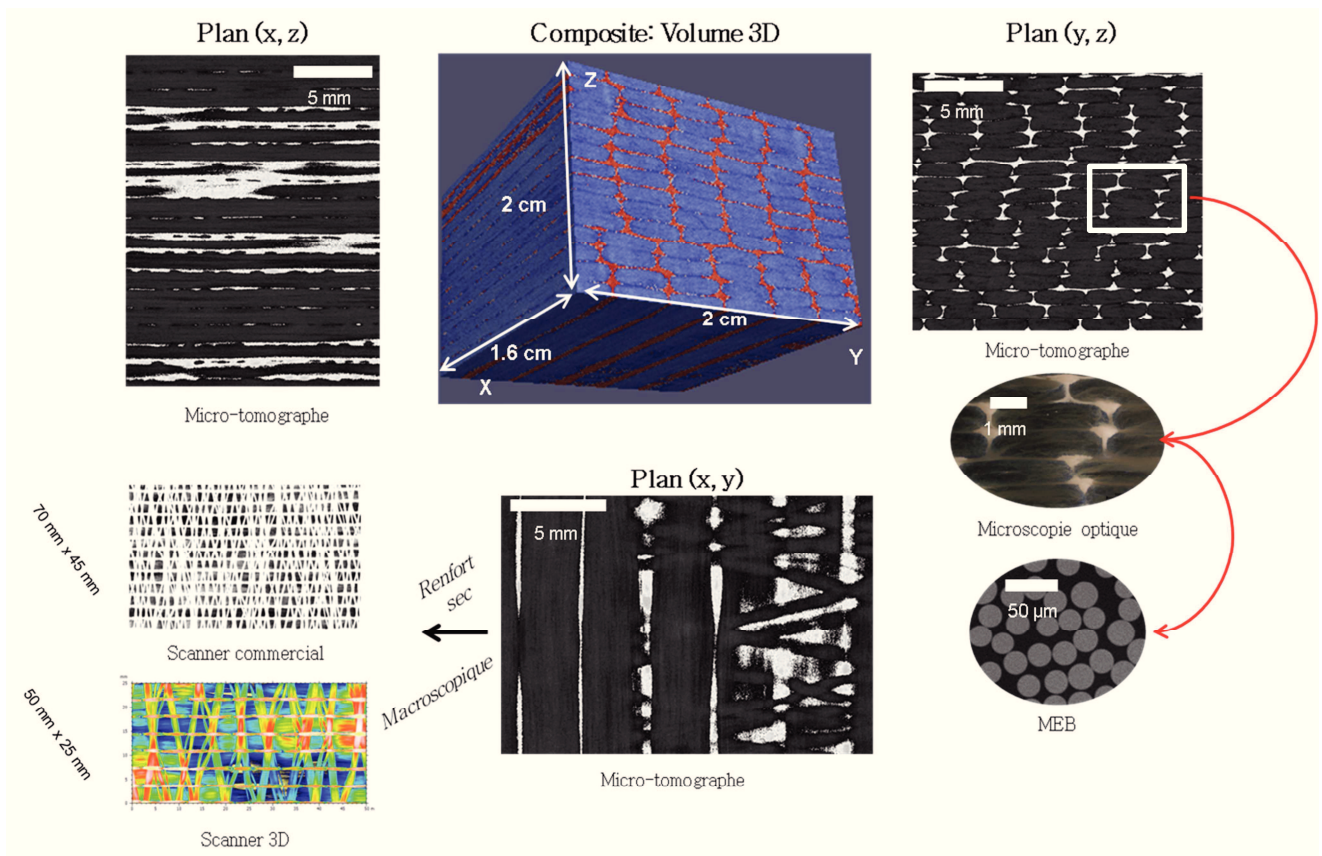
**Figure II-9 : Volume de composite obtenu par analyse micro-tomographique. Voxel :  $17 \times 17 \times 17 \mu\text{m}^3$ . Dimensions :  $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm} \times 16 \text{ mm}$**



Les différents moyens utilisés permettent donc d'observer la morphologie sous différents angles et à différentes échelles (Figure II-10) afin d'obtenir des informations morphologiques (Tableau II-1).

**Tableau II-1 : Récapitulatif des moyens utilisés pour obtenir les quantités d'intérêt.**

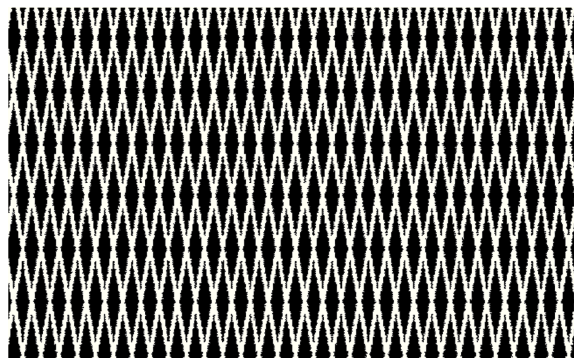
<i>Méthode</i>	<i>Grandeurs mesurées</i>	<i>Résultats</i>
<b><u>Etude de la trame</u></b>		
<i>Scanner commercial</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Trame : <math>l_t</math>, <math>F_t</math> et Distribution d'orientation</li> </ul>	II.2.3
<i>Scanner 3D</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Trame : <math>h_t</math></li> </ul>	II.2.4.2
<b><u>Etude du composite</u></b>		
<i>Microscope optique</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Mèches UD : <math>f v f_m</math></li> </ul>	II.3.4.2
<i>MEB</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Mèches UD : <math>f v f_m</math> et Distribution de <math>f v f_m</math> dans la mèche</li> </ul>	II.3.4.1
<i>Micro-tomographe X</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Mèches UD : <math>l_m, h_m, A_m, l_{VER}, h_{VER}, A_{VER}</math> et <math>f v f_m</math></li> <li>Trame : <math>h_t</math></li> <li>Réseau poreux: Connectivité</li> </ul>	II.3.4.2 II.3.4.3 II.3.4.4



**Figure II-10 : Morphologie des composites NCF quasi-UD.**

## II.2 Morphologie de la trame

Cette partie s'intéresse à la trame du matériau, récemment introduite dans les renforts NCF quasi-UD. La trame sert pour partie au maintien structurel du renfort à l'état sec. Dans les matériaux de cette étude, elle est le résultat d'une superposition de fils suivant deux orientations symétriques par rapport à l'axe perpendiculaire à l'axe des fils UD. Avant l'étape de couture, cette couche de fils (en blanc) se présente comme un quadrillage déformé (Figure II-11).

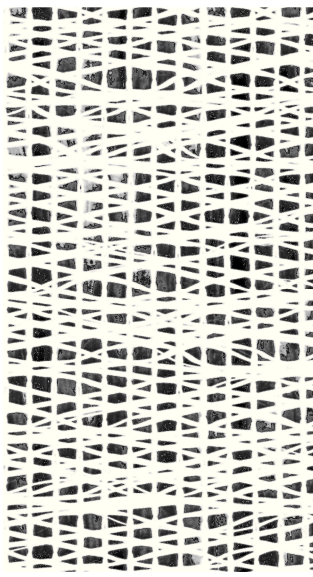


**Figure II-11 : Image binaire générée représentant l'organisation théorique de la trame (68 tex) avant l'étape de couture.**

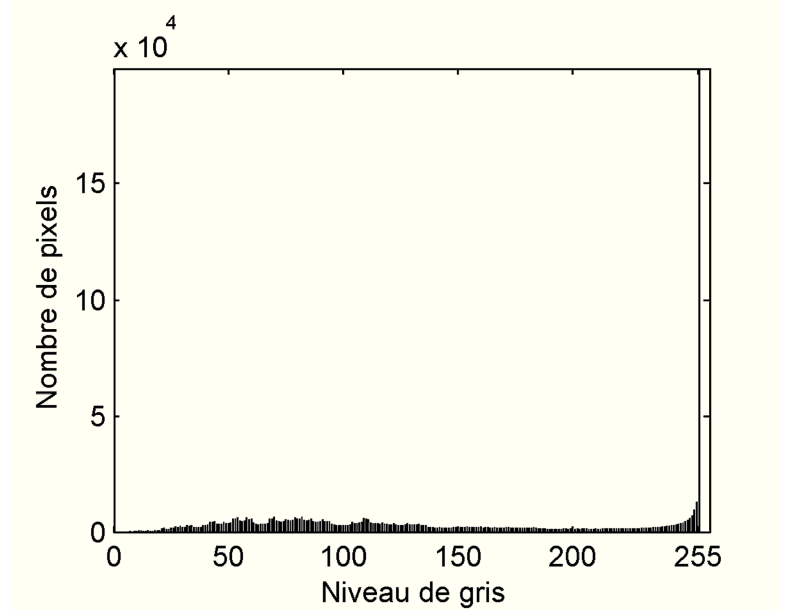
Cependant, l'étape de couture modifie cette architecture organisée en séparant ou rassemblant plusieurs de ces mèches autour des points de couture. Ainsi, l'organisation modifiée de cette couche présente un réseau différent en termes de taille de fils et d'orientation.

### II.2.1 Acquisition des images 2D de la trame

Les paramètres géométriques de la trame sont déterminés par le traitement numérique des images obtenues par le scanner commercial. A partir des images brutes capturées (Figure II-12(a)), le traitement consiste à isoler la trame de l'image. Ces images sont définies par des niveaux de gris, allant de 0 à 255, comme le montre l'histogramme de l'image représenté dans la Figure II-12(b). Les pixels représentant la couche de trame sont regroupés au niveau de blanc (255). L'isolation des fils de la trame s'effectue en deux étapes. La première consiste à seuiller l'image afin d'éliminer la couche inférieure (couche UD) pour ne laisser apparaître que la couche de trame avec la partie sous-jacente de la couture. Seul le niveau 255 est conservé.



(a)



(b)

**Figure II-12 : (a) Image originale 1939 × 1069 pixels soit 80 × 40 mm. (b) Histogramme de l'image originale. La majorité des entrées sont des pixels blancs (niveau 255).**

La seconde étape consiste à isoler la couche de trame du fil de couture Figure II-13. Ce travail est basé sur le principe de l'érosion. Une perte d'information (en moyenne inférieure à 5% de la largeur du fil) est alors acceptée. Par ailleurs, le procédé étant appliqué de la même façon aux images pour chaque renfort, l'erreur sur la reconstruction est supposée être la même pour tous les tissus. Pour une analyse qualitative, cet aspect est donc négligé. Plus spécifiquement, la reconstruction des images se fait de manière itérative, en érodant l'image avec des éléments structurants rectilignes. Du point de vue mathématique, l'érosion  $\varepsilon_V$  consiste à déplacer un élément structurant  $V$  pour occuper toute les positions  $x$  d'un espace  $U$  de l'image  $I$ .

$$\varepsilon_V(I) = \{x \in U, V_x \subset I\} \quad (\text{II.3})$$

Par exemple :

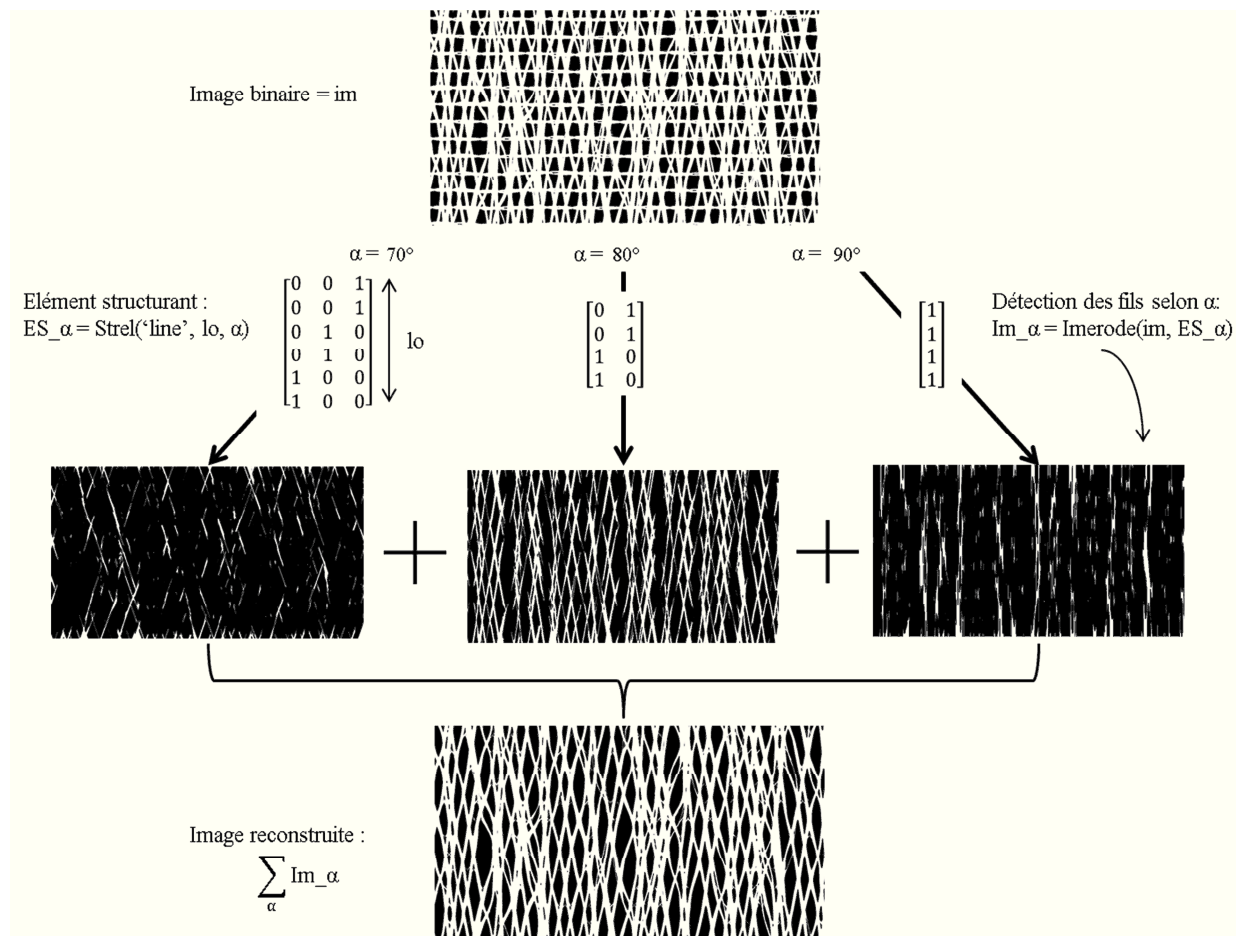
$$I = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \text{ et } V = \begin{bmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \end{bmatrix} \quad (\text{II.4})$$

Alors

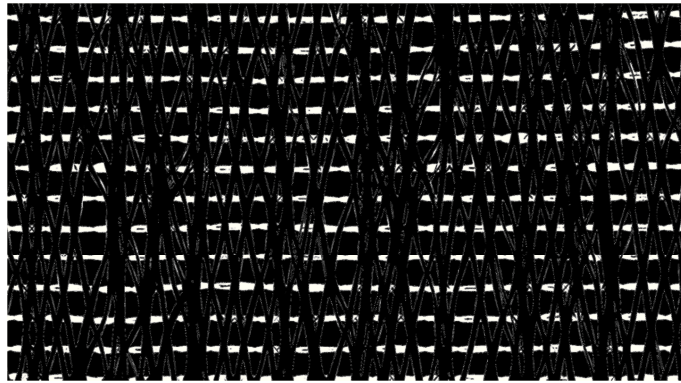


$$\varepsilon_V(I) = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (II.5)$$

Dans ce processus de reconstruction, une orientation est attribuée à l'élément pour chaque itération. La plage d'orientation doit contenir les orientations décrites par les fils de trame, mais pas par les fils de couture. Ainsi, les orientations attribuées aux éléments structurants vont éroder l'image sur une plage d'orientation comprises entre 40° et 90° par rapport à l'axe des mèches UD, le problème étant symétrique par rapport à cet axe. La reconstruction consiste à additionner chaque image ayant été érodée pour une orientation (c.-à-d. lors d'une itération). Le paramètre clé de ce travail est la longueur du segment ( $lo$ ). Celui-ci doit être supérieur à la largeur du fil de couture afin de ne pas le détecter, tout en restant faible afin de perdre le moins d'information des fils de trame possible. Différentes reconstructions ont montré, en analysant le résidu de l'érosion (Figure II-14), que des longueurs de segments en moyenne trois fois supérieures à l'épaisseur du fil procurent un résultat optimal. Cette reconstruction est issue d'un algorithme développé avec le module 'Image Processing Toolbox' de Matlab [13].



**Figure II-13 : Processus d'isolation de la couche de trame. Les fonctions Matlab<sup>®</sup> principales utilisées sont présentées.**



**Figure II-14 : Résidu entre l'image seuillée et l'image reconstruite. Résolution : 1939x1069 pixels.**

Les résultats présentés ci-après représentent les moyennes et écarts types obtenus à partir de 4 images de taille totale 120 mm × 120 mm par renfort.

## **II.2.2 Analyse d'image 2D**

A partir des images binaires de la couche de trame, l'étude a porté sur la détermination des paramètres géométriques propres à l'organisation des fils de trame. La donnée d'entrée étant une image binaire, l'analyse de sa matrice va permettre d'extraire des informations sur la proportion des deux phases (fibreuse et résineuse) et la taille moyenne des fils, mais également sur la distribution de l'orientation de ces fils. Pour parvenir à cet objectif, deux études ont été effectuées. Dans un premier temps, la surface élémentaire représentative et la distribution des largeurs de fils dans les renforts sont déterminés. Dans un second temps, l'utilisation de Matlab associé au logiciel open-source ImageJ, et plus particulièrement le plug-in OrientationJ développé par le Biomédical Imaging Group à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL) [14], va permettre de déterminer l'orientation des fils.

### **II.2.2.1 Fraction de fils et distribution de la largeur des fils**

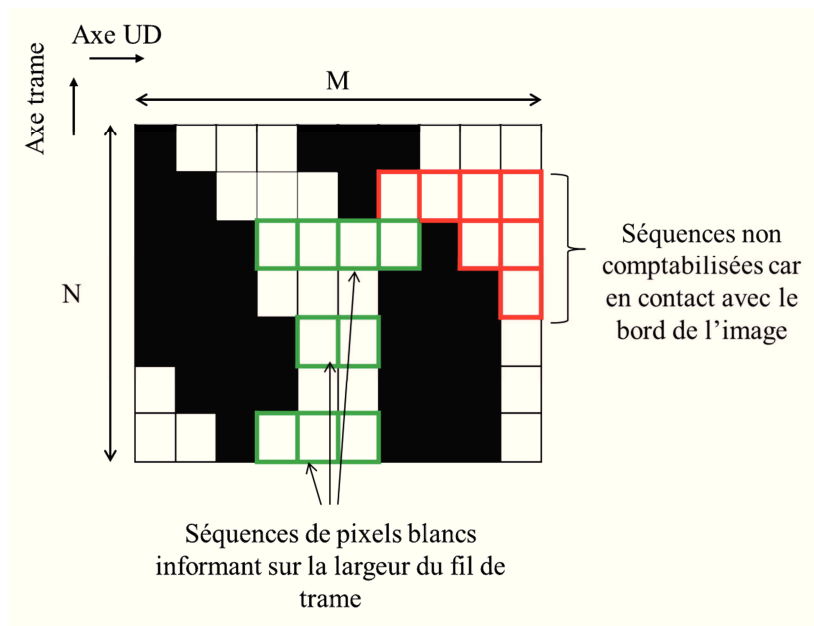
La surface occupée par la trame renseigne sur l'hétérogénéité de cette couche. En effet, plus la fraction surfacique de trame est grande, plus il existe des fils de trame occupant l'espace. Cette proportion n'est pas seulement contrôlée par les paramètres fabrication (tex des fils de trame pour une masse surfacique donnée). L'action de couture entraîne des modifications de l'organisation de cette couche.

Le calcul de la fraction surfacique de la trame sur des images représentatives de la morphologie est direct. La matrice  $M \times N$  résultant de l'image binaire, telle que celle présentée

en bas de la Figure II-13, possède la valeur 0 pour les fils et 1 pour les vides (Figure II-15). En définissant par  $N_f$ , le nombre de pixels représentant les fils et par  $N_T$ , le nombre total de pixels dans l'image, la fraction surfacique de fils de trame dans le renfort sec s'écrit  $F^t$

$$F^t = \frac{N_f}{N_T} \quad (\text{II.6})$$

De manière analogue, la largeur des fils de trame à l'état sec est déduit du nombre de pixels consécutifs dans une séquence de pixels représentant le fil. Afin de minimiser les effets de bords de l'image, les fils appartenant aux bords de l'image sont ignorés. La trame étant globalement perpendiculaire à l'axe des fils UD, chaque vecteur de l'image suivant l'orientation de la chaîne (axe UD) est extrait (Figure II-15). Pour chacun de ces vecteurs, le nombre de pixels blancs consécutifs du fil de trame dans une séquence sont calculées. La largeur, en pixels, des fils de trame est ainsi déterminée. En répétant l'opération pour toute l'image, un vecteur de la population de la taille des fils de trame est obtenu. Une approche statistique sur ce vecteur, une fois remis à l'échelle du matériau, permet de déterminer la distribution de la largeur des fils.



**Figure II-15 : Schéma de la représentation matricielle d'une image binaire. La valeur 1 est attribuée au pixel noir, correspondant au vide de la trame et la valeur 0 au fil.**

### II.2.2.2 Distribution des orientations des fils

La détermination de la distribution d'orientation des fils de la trame est basée sur une association des logiciels Matlab et ImageJ. Il est possible d'utiliser ImageJ et ses fonctions au sein de l'environnement Matlab. Ceci permet d'automatiser le traitement d'image en utilisant le

plug-in OrientationJ.

La distribution d'orientation des fils est calculée par le biais du tenseur de structure  $\mathbf{T}$  de l'image de dimension  $\mathbf{M} \times \mathbf{N}$  défini par l'équation (II.7). D'après cette équation, ce tenseur est dépendant de la taille de la fenêtre d'analyse  $\mathbf{w}$ , en pixels<sup>2</sup>, de dimensions  $\mathbf{m} \times \mathbf{n}$  ( $\mathbf{m} < \mathbf{M}$  et  $\mathbf{n} < \mathbf{N}$ ). La taille de la fenêtre d'analyse doit donc permettre de déterminer localement l'orientation d'une région de pixel dans l'image. D'après la Figure II-15, ces séquences sont présentes suivant les deux dimensions de l'espace. La taille de la fenêtre doit donc être dépendante de la largeur des fils. Plus la fenêtre sera grande et plus la distribution des orientations des fils sera lissée. A l'inverse, plus la fenêtre sera petite et plus la distribution sera bruitée, résultats d'une mauvaise détermination d'orientation des fils les plus larges. Ainsi, le tenseur  $\mathbf{T}$  est déterminé pour une fenêtre  $\mathbf{w}$  de l'image.

$$\mathbf{T} = \begin{bmatrix} \sum_{\mathbf{w}} I_x^2 & \sum_{\mathbf{w}} I_x I_y \\ \sum_{\mathbf{w}} I_x I_y & \sum_{\mathbf{w}} I_y^2 \end{bmatrix} \quad (\text{II.7})$$

avec  $I_x$  et  $I_y$ , les dérivées partielles des niveaux de gris l'image selon les deux dimensions spatiales. Le tenseur  $\mathbf{T}$  est défini positif, et possède deux valeurs propres positives  $\lambda_1, \lambda_2$ . L'angle de rotation  $\theta$  de  $\mathbf{T}$  renseigne sur la direction du changement de niveau de gris dans  $\mathbf{w}$ . Ainsi :

$$\mathbf{T}' = \begin{bmatrix} \lambda_1 & 0 \\ 0 & \lambda_2 \end{bmatrix} = \mathbf{R} \begin{bmatrix} \sum_{\mathbf{w}} I_x^2 & \sum_{\mathbf{w}} I_x I_y \\ \sum_{\mathbf{w}} I_x I_y & \sum_{\mathbf{w}} I_y^2 \end{bmatrix} \mathbf{R}^T \quad (\text{II.8})$$

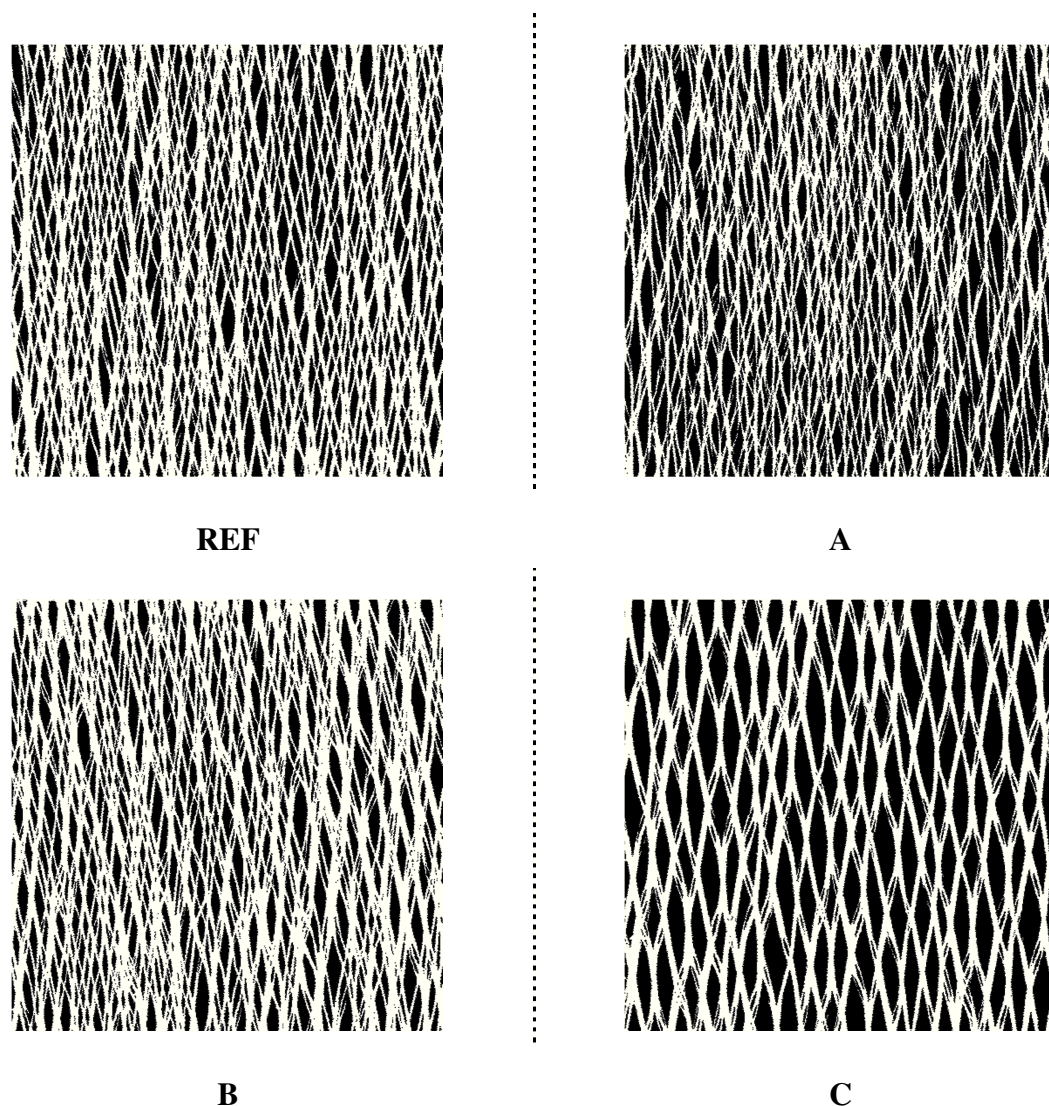
avec  $\mathbf{R}$  la matrice de rotation. Ainsi, l'orientation prédominante  $\theta$  dans la région  $\mathbf{w}$  correspond à la direction de la plus grande valeur propre de  $\mathbf{T}$  [14]. L'orientation s'écrit donc :

$$\theta = 0.5 \arctan \left( 2 \frac{I_x I_y}{I_x - I_y} \right) \quad (\text{II.9})$$

En d'autres termes, la détermination de l'orientation prédominante dans une fenêtre d'analyse revient à rechercher la direction normale au plus fort gradient de niveau de gris dans l'image. Il existe également des notions de cohérence et d'énergie, dérivées à partir du tenseur de structure, qui renseignent d'une part sur la prédominance de l'orientation dans la fenêtre et d'autre part sur la quantité de pixels utilisés, dans la fenêtre d'analyse  $\mathbf{w}$ , servant à déterminer l'orientation. Dans le cas d'une distribution de fils continue à tailles variables, le choix de la taille de la fenêtre d'analyse est primordial [15]. Elle sera déterminée ici en fonction de la largeur des mèches transverses.

### II.2.3 Résultats

Les techniques décrites précédemment sont appliquées aux images scannées pour les traiter (Figure II-16). Cependant, il faut déterminer au préalable la taille de la surface élémentaire représentative.



**Figure II-16 : Exemple d'images des trames des matériaux après élimination des fils de couture par traitement d'image. Dimensions 120 mm × 120 mm**

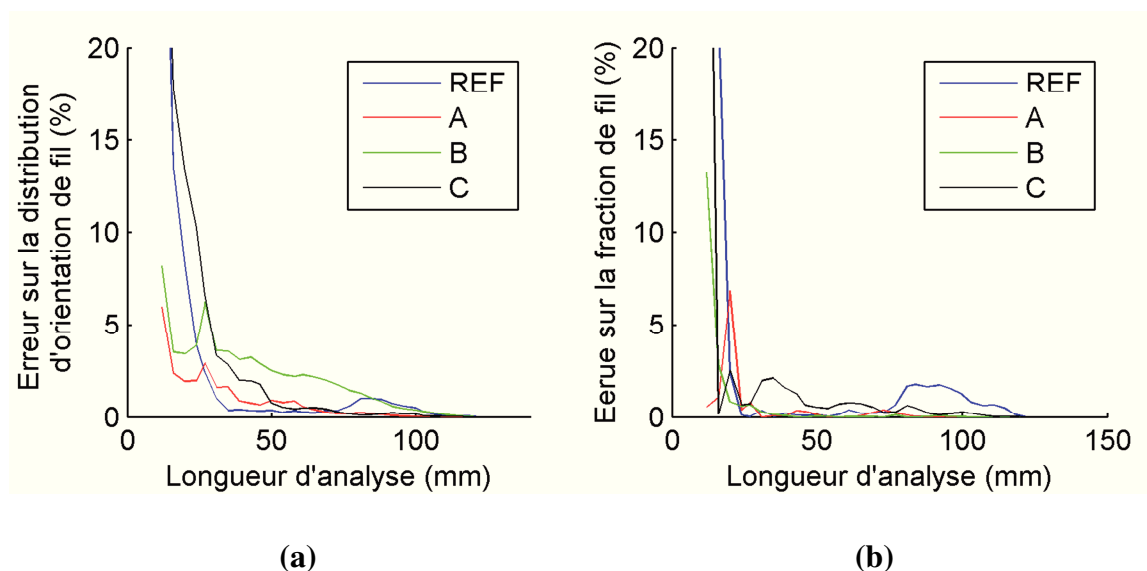
#### II.2.3.1 Surface élémentaire représentative

La détermination de la surface élémentaire représentative de la trame s'effectue en se basant sur deux critères : l'orientation des fils et la fraction de fil. La référence permettant de calculer l'erreur correspond aux résultats des deux analyses appliquées à la plus grande surface analysable de l'image. L'analyse des orientations résulte en une distribution tandis que l'analyse de la fraction de fil donne une valeur scalaire. Par la suite, ces analyses sont répétées pour des



portions de l'image de plus en plus petite. La comparaison des résultats, par rapport aux valeurs de référence, décrit l'erreur sur la distribution d'orientation et la fraction de fils en fonction de la surface de trame traitée.

La Figure II-17 présente l'erreur par rapport à la taille de fenêtre d'analyse, au sens des moindres carrés, sur la distribution d'orientation (a) et le taux de verre (b). Concernant la distribution d'orientations, l'erreur devient importante pour des tailles d'échantillons inférieures à 30 mm. Cette taille est réduite à 20 mm pour l'erreur sur la fraction surfacique de trame. En prémices aux mesures expérimentales, un tel résultat indique que la largeur des échantillons devrait tenir compte de ce type d'analyse pour assurer la répétabilité de l'organisation de la trame. Par ailleurs, l'erreur grandissante pour les petites fenêtres d'analyse démontre les hétérogénéités très locales de la trame.



**Figure II-17 : (a) Erreur sur la distribution d'orientation en fonction de la taille de la fenêtre d'analyse. (b) Erreur sur le taux de fil en fonction de la taille de la fenêtre d'analyse.**

Ces résultats démontrent que la surface élémentaire représentative ne présente pas les mêmes dimensions pour tous les renforts étudiés. Il est également plausible que des phénomènes périodiques à l'échelle du mètre affectent l'organisation de la trame, impliquant l'existence d'une surface élémentaire « macroscopique », résultat de la conception par la machine de production. En ce qui concerne les analyses d'images, ces données permettent de définir jusqu'à quelle échelle les résultats présents dans ce chapitre sont valables. C'est pour cela que, afin de rester conservatif, les calculs sur la trame seront effectués sur des échantillons carrés de 120 mm de côté pour l'analyse 2D.

### II.2.3.2 Fraction surfacique de fils dans la trame

La fraction surfacique de fils dans la trame des renforts informe sur la probabilité des fils à être affectés par l'action de la couture. Du point de vue de la mise en forme du composite, c'est un élément aidant de compréhension de l'effet de cette couche. Elle renseigne sur la surface occupée par les fils.

**Tableau II-2 : Valeurs moyennes et déviations de la fraction surfacique de fils de trame.**

	<i>REF</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>
<b>Fraction surfacique de fils moyen</b> <b><math>F_t</math> (%)</b>	55.9 ( $\pm 1.3$ )	46.9 ( $\pm 1.9$ )	60.8 ( $\pm 1.2$ )	42.9 ( $\pm 0.4$ )

Le Tableau II-2 présente les valeurs moyennes et écarts types de la fraction surfacique des fils transverses pour chaque renfort. Ces valeurs proviennent de la moyenne obtenue à partir d'images représentatives de la trame (Figure II-16). Une réduction de la longueur de couture réduit la surface occupée par les fils (*A*). Le dessin de couture asymétrique produit un effet inverse en augmentant légèrement cette valeur (*B*). L'effet d'un fil de trame plus épais (*C*) a une influence similaire à la réduction de la longueur de couture (*A*).

A travers l'écart type de ces résultats, l'uniformité de l'organisation de la trame est mise en avant. Ainsi, il apparaît qu'augmenter le nombre de point de couture accroît la probabilité qu'une aiguille vienne affecter un fil de trame, procurant un caractère plus aléatoire dans l'organisation de la trame que le renfort *REF*. Cette idée est renforcée par le résultat de l'architecture *C*. En effet, la grille dessinée par la trame étant plus écartée due à l'augmentation de la taille du fil et un pas de couture plus grand, les aiguilles provoquent statistiquement moins de séparation des fils. L'influence du motif de couture semble plutôt lié à la façon qu'a le fil de couture de disperser ou maintenir les fils de la trame.

Cette analyse permet d'ores et déjà de démontrer un effet de la fabrication des renforts sur l'organisation de la trame. A partir des images, la détermination de la taille et de l'orientation des fils va permettre d'affiner la compréhension de cette influence. La connaissance de la fraction surfacique de fils associée à la largeur des fils permet d'extrapoler sur l'épaisseur moyenne des fils de la couche. L'analyse en trois dimensions de cet élément du renfort permettra ainsi d'extrapoler également sur le niveau de compaction des fils, en se basant sur la conservation de la masse.

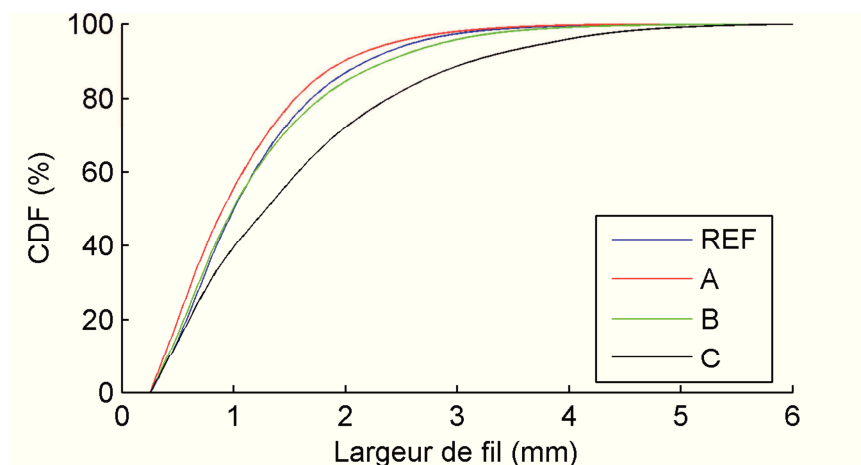
### II.2.3.3 Distribution de la largeur des fils de la trame

Les renforts de l'étude possèdent le même fil de trame excepté l'architecture *C* dont le tex des fils est environ le triple pour une masse surfacique déposée constante. Les différences de répartition de taille des fils pour les renforts possédant le même type de fils provient donc de l'étape de couture. Il est alors possible de regarder l'influence de la couture sur les tailles moyennes des fils de trame.

Pour analyser ce type de population, la représentation des données est faite au travers de courbe de distribution cumulée. Soit  $x$  une population de données appartenant à  $X$  (ici la largeur des fils), la fonction de distribution cumulée **CDF**, s'écrit:

$$CDF(x) = \sum_{x \in X} x \quad (II.10)$$

La Figure II-18 présente les courbes de distributions cumulées de largeurs des fils pour chaque renfort. Elles sont obtenues à partir des images en deux dimensions. Il apparaît que la diminution du pas de couture réduit de manière globale la taille des fils (*A*). Le motif de couture asymétrique change légèrement la tendance de distribution des fils avec un effet d'augmentation de la largeur des fils (*B*). Un choix de tex plus grand à l'effet logique d'accroître la largeur des fils (*C*). Ces données démontrent donc que la largeur des fils est en grande partie liée à la probabilité que l'aiguille de couture vienne séparer ce dernier. L'influence du dessin de couture sur cette distribution ne pourrait cependant pas être établie sans l'information d'épaisseur.



**Figure II-18 : Distribution cumulée des largeurs des fils de la trame pour les quatre renforts de l'étude. Les données sont déterminées par une analyse en 2D.**



Le Tableau II-3 présente les valeurs moyennes et la dispersion de la largeur des fils. Il représente de manière discrète les tendances observées dans la Figure II-18.

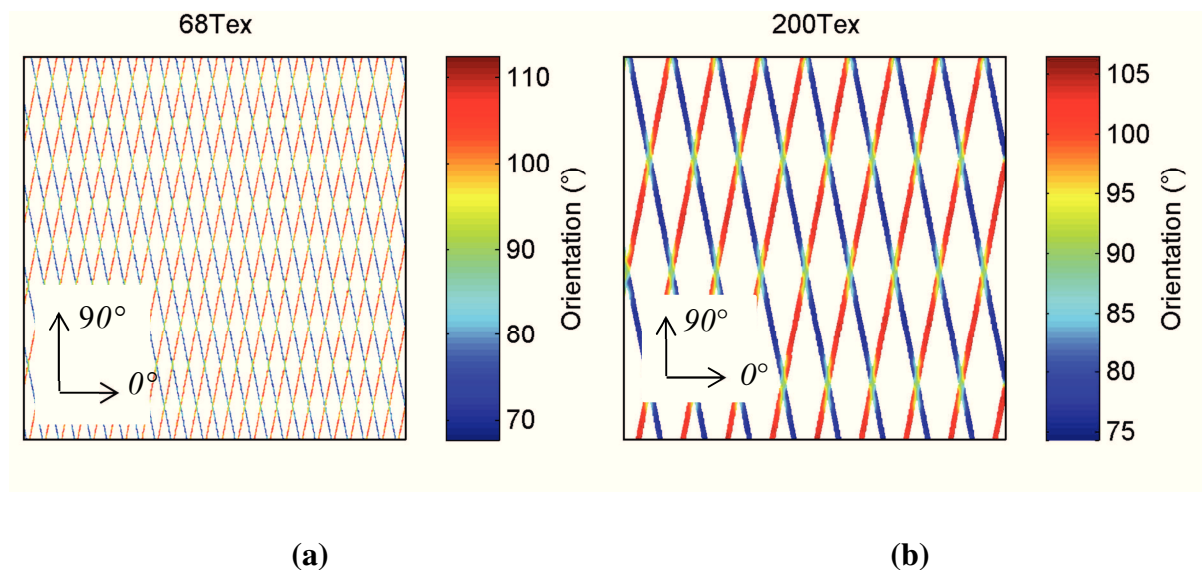
**Tableau II-3 : Valeur moyenne et écart type de la largeur des fils de la trame pour chaque architecture.**

	<i>REF</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>
<b><i>Largeur moyenne des fils de trame</i></b> <b><i><math>l_t</math> (mm)</i></b>	1.19 ( $\pm 0.74$ )	1.08 ( $\pm 0.69$ )	1.23 ( $\pm 0.84$ )	1.57 ( $\pm 1.11$ )

Lors du calcul de la distribution des orientations dans la trame, la taille de la fenêtre d'analyse  $w$  correspond à 15% de la largeur moyenne des fils. Ce choix de taille s'est montré être le bon compromis pour révéler les différences d'orientation des quatre renforts de l'étude.

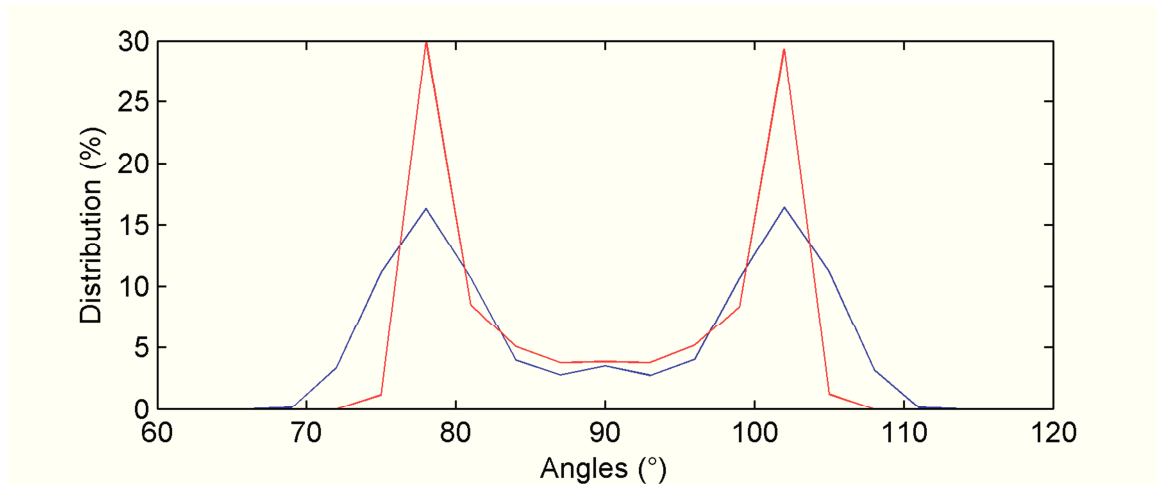
#### II.2.3.4 Distribution des orientations des fils de trame

L'analyse de la différence entre le réseau défini par la dépose des fils transverses et l'état final après la couture renseigne sur l'effet de la dispersion des fils de trame lors de l'étape de couture. Les tendances de distribution d'orientation des fils de la trame sont susceptibles d'influencer tout autant les performances mécaniques que le comportement en infusion.



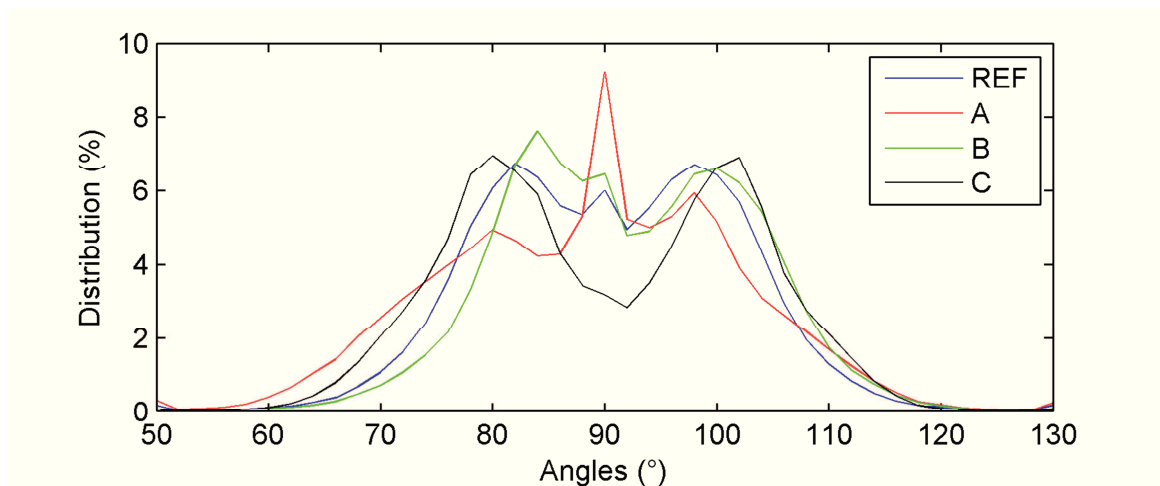
**Figure II-19 : Organisation de la trame avant la couture. Images générées de 80 x 60 mm<sup>2</sup>.  
(a) Configuration en 68 tex. (b) Configuration en 200 tex.**

Dans un premier temps, l'algorithme de détermination des orientations est testé sur des images construites numériquement. Les morphologies des trames en fonction du tex des fils et de leurs pas de dépose sont générées à partir des fiches techniques des renforts. La Figure II-19 démontre que les orientations sont bien détectées. La principale erreur observée provient des zones où les fils se croisent.



**Figure II-20 : Courbe de distribution d'orientation des fils de la trame pour les architectures générées.**

La Figure II-20 montre les distributions d'orientations en fonction de l'angle considéré. En théorie, la répartition des orientations dans la trame devrait être discrète, autour d'orientations comprises entre  $+80^\circ$  et  $-80^\circ$ . Ici, la répartition est continue et les erreurs proviennent des zones de croisement de fils. Par conséquent, l'erreur sur la détermination des orientations est liée au nombre de croisements présents dans une architecture. Dans le cas de l'analyse de vraies morphologies, où la distribution des orientations est majoritairement influencée par la couture, il existe aussi bien des zones de croisement que des zones de bifurcation des fils. Dans une représentation binaire, ces deux types de zones ne sont pas différenciables. L'hypothèse d'une équivalence de ces zones du point de vue de la répartition de l'orientation des fils est faite. L'algorithme est alors appliqué aux morphologies de la trame des renforts.



**Figure II-21 : Courbe de distribution d'orientation pour les trames des renforts de l'étude.**

La Figure II-21 présente les orientations des fils de la trame, obtenues sur des images binaires reconstruites des renforts (Figure II-16), en fonction de l'angle. Le renfort (A) présente un pic de distribution pour une orientation de 90°. La modification du motif de couture (B) introduit une dissymétrie des orientations par rapport à 90°. Le renfort C, avec un tex de fil plus élevé, a une tendance similaire aux distributions des images générées (Figure II-19).

La couture affecte la trame en divisant les fils pour les rassembler sous les points de couture. Pour des pas de dépose petits (inférieurs à 5 mm), la probabilité qu'un fil de trame soit aligné dans le sens de la couture est plus élevée (A). De manière similaire, l'utilisation d'un tex de fil élevé accroît la taille des mailles des réseaux, réduisant la probabilité d'interaction de la couture sur la trame (C). Par conséquent, la longueur de couture permet de contrôler l'anisotropie de l'orientation de trame des renforts NCF quasi-UD. Le motif de couture (B) ne semble pas avoir d'influence majeure sur ces orientations. Cependant, une direction préférentielle à environ 83° est observée. La propriété lâche de la couture asymétrique est à l'origine de cette modification.

#### II.2.4 Analyse en 3D du renfort NCF sec : épaisseur de la trame

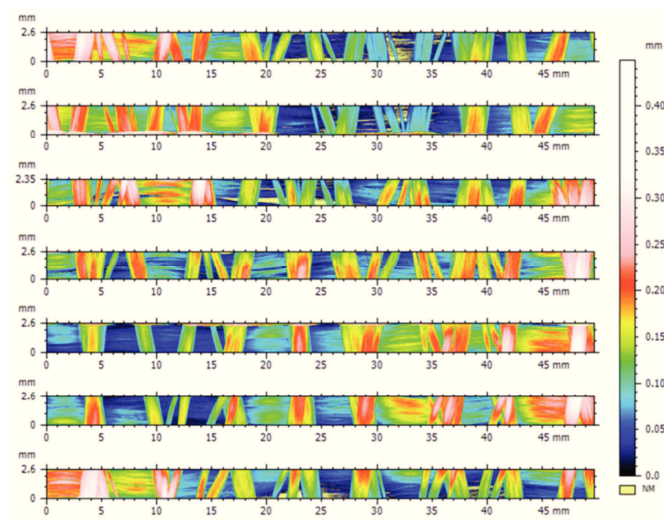
L'analyse en deux dimensions de l'organisation du réseau fibreux de la trame a permis de décrire différentes morphologies de trame. Cependant, l'information dans l'épaisseur n'étant pas accessible avec ce type de support, une analyse des surfaces de la trame est nécessaire pour déterminer la relation entre la dispersion des fils par la couture et leurs épaisseurs.

#### II.2.4.1 Acquisition des images 3D de la trame

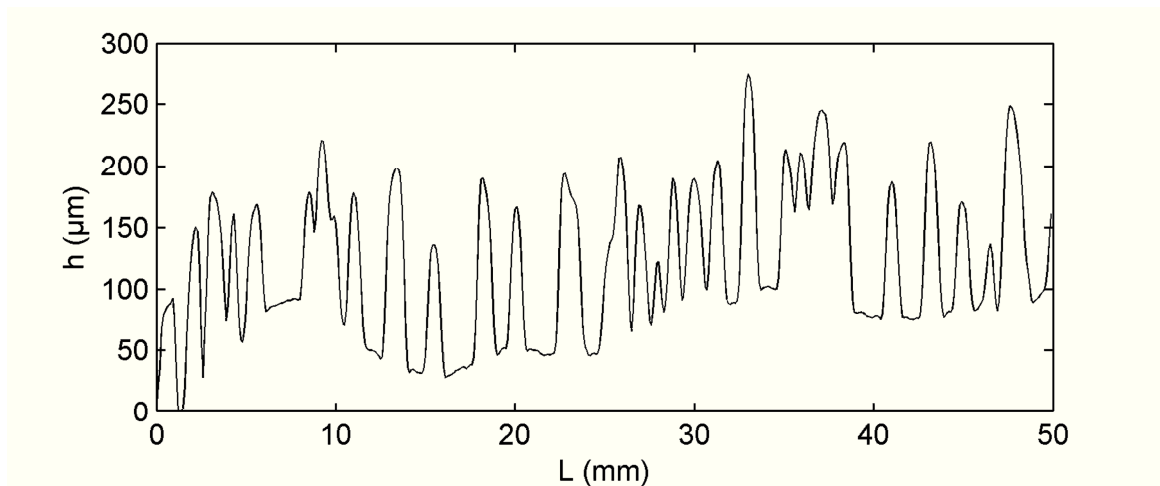
La mesure des profils de surface de la trame à l'aide du scanner 3 permet de déterminer la distribution des épaisseurs des fils de la trame. Le crayon choisi pour l'analyse propose une résolution latérale de 14  $\mu\text{m}$  pour une résolution verticale de 130 nm. La gamme de mesure verticale est de 4 mm. Des surfaces de 25 x 50 mm<sup>2</sup> sont analysées et les positions dans l'espace sont exportées sous format matriciel. La Figure II-6 présente un exemple de résultat obtenu. A l'arrière-plan, la chaîne possède une épaisseur irrégulière. Au premier-plan, la partie sous-jacente du fil de couture est visible. La trame à étudier correspond aux profils entre ces deux composants de l'architecture.

La Figure II-6 propose une représentation de la surface obtenue par le système de mesure STIL. Le fils de couture ne pouvant pas être omis en appliquant la même méthode que pour les images planes, les surfaces entre les fils de couture sont extraites (Figure II-22).

La Figure II-22 présente la surface 3D de la Figure II-6 découpée en régions entre les fils de couture. A présent, les fils de trame sont caractérisés par les valeurs hautes de l'échelle de couleur. La Figure II-23 présente un exemple de profil d'épaisseur moyen pour une région. Les profils d'épaisseur des fils de trame moyen de chaque région permettent d'observer l'ordre de grandeur de l'ondulation hors plan provoquée par l'irrégularité des mèches UD. Un filtre passe haut est utilisé pour minimiser cet effet. Cependant, une incertitude de 20  $\mu\text{m}$  reste observable. Par la suite, les distributions cumulées d'épaisseur de la trame sont établies pour chaque renfort.



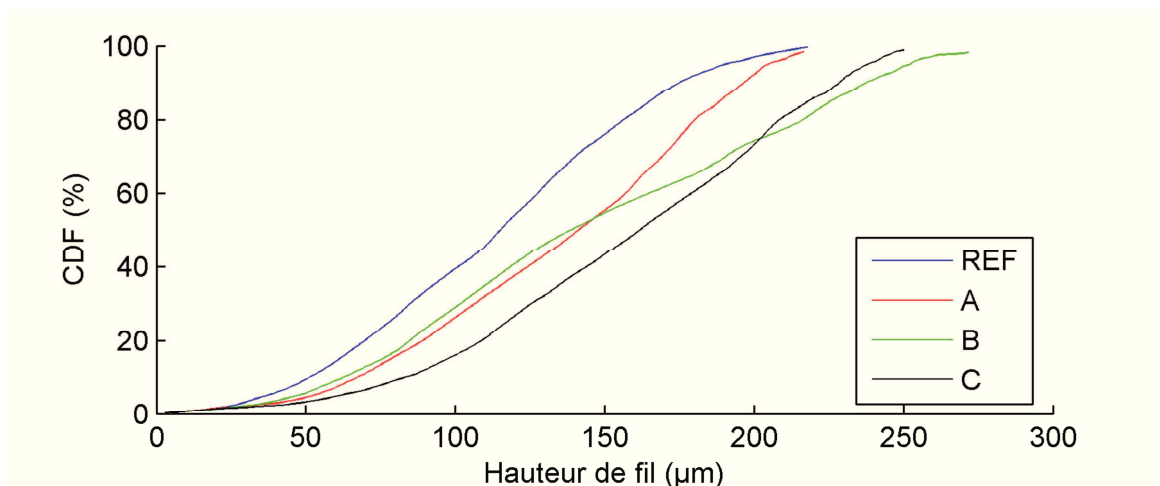
**Figure II-22 : Surface 3D découpée en plusieurs régions pour l'analyse des profils de l'épaisseur. L'échelle de couleur retranscrit l'épaisseur  $h$  mesurée.**



**Figure II-23 : Exemple type de profil moyen d'épaisseur extrait d'une région de la Figure II-22.**

#### *II.2.4.2 Résultats de l'analyse de surface*

Suite à l'analyse 2D de la trame effectuée en II.2.3.1, des surfaces 3D ( $25 \times 50 \text{ mm}^2$ ) supérieure à celle des surfaces élémentaires représentatives, en termes de distribution d'orientation et de fraction de fils, ont été choisies. Une unique surface pour chaque renfort est donc analysée.



**Figure II-24 : Courbe de distribution cumulée de l'épaisseur des fils de la trame pour chaque renfort.**

La Figure II-24 présente la courbe de distribution cumulée des épaisseurs de fils de trame pour chaque renfort. Une augmentation de l'épaisseur des renforts A, B et C, comparée au

matériau de référence, est observable. Afin de conclure sur l'épaisseur moyenne de la trame, les résultats déterminés lors de l'analyse 2D sont rappelés dans le Tableau II-4. La dispersion des valeurs d'épaisseur moyenne démontre la forte irrégularité de ce réseau.

Comme exprimée auparavant, la comparaison de la fraction surfacique de fil avec la largeur de ce dernier permet d'extrapoler son épaisseur (les renforts ont la même masse surfacique de trame).

$$h_t^{sec} \text{ estimée} = \frac{A_w^{trame}}{F_t} \times \frac{1}{0.4\rho} \quad (\text{II.11})$$

avec  $A_w^{trame}$  la masse surfacique de la trame,  $F_t$  la fraction surfacique de fils de trame et  $\rho$  la masse volumique du verre de la trame. Une fraction volumique naturelle des mèches de la trame de 40% est supposée. Il apparaît que la comparaison des épaisseurs suivant les deux méthodes est consistante, exceptée pour le renfort *B*.

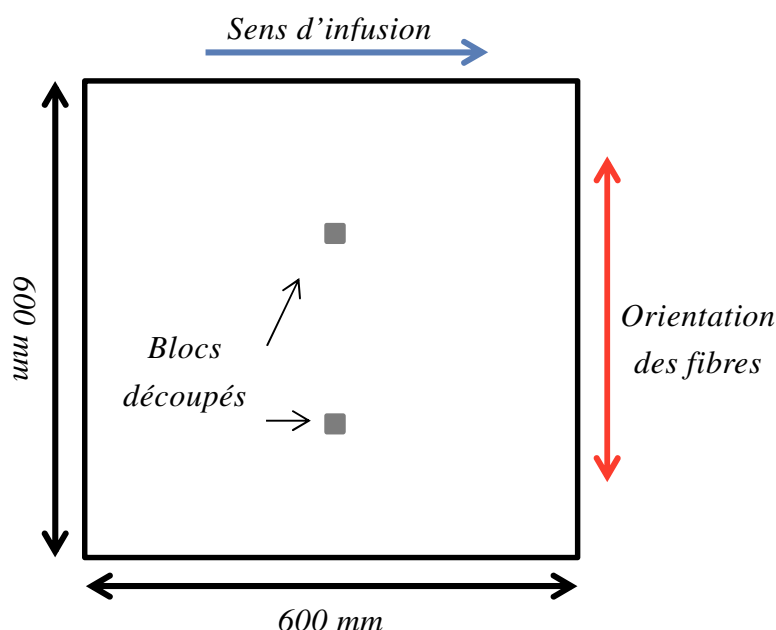
Des fils fins associés à une faible fraction tendent à ouvrir le réseau défini par la trame. Le renfort *A* a des fils moins larges mais plus épais que la référence. Les grandes dimensions des fils du renfort *C* sont cohérentes avec la valeur de tex élevée. Tripler le tex de la trame tend à augmenter d'environ 25% la largeur et l'épaisseur des fils. Enfin, la couture asymétrique et lâche semble influencer le niveau de compaction des mèches transverses. Le maintien faible de la couture se répercute donc sur la morphologie des fils de la trame.

**Tableau II-4 : Tableau récapitulatif des grandeurs géométriques moyennes de la trame pour les quatre renforts.**

	2D			3D
	$F_t$ (%)	$l_t$ (mm)	$h_t^{sec}$ estimée ( $\mu m$ )	$h_t^{sec}$ ( $\mu m$ )
<b>REF</b>	55.9 ( $\pm 1.3$ )	1.19 ( $\pm 0.74$ )	106	113 ( $\pm 47$ )
<b>A</b>	46.9 ( $\pm 1.9$ )	1.08 ( $\pm 0.69$ )	126	134 ( $\pm 48$ )
<b>B</b>	60.8 ( $\pm 1.2$ )	1.23 ( $\pm 0.84$ )	97	144 ( $\pm 64$ )
<b>C</b>	42.9 ( $\pm 0.4$ )	1.57 ( $\pm 1.11$ )	138	157 ( $\pm 55$ )

### II.3 Géométrie des mèches UD, fraction volumique de fibre et réseau poreux

Les images des composites sont obtenues sur des échantillons provenant d'empilements monolithiques de 20 plis, pour chaque version du composite. Deux blocs de volume de  $2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$  environ sont découpés à deux endroits distincts d'un laminé de dimension  $60 \text{ cm} \times 60 \text{ cm}$  de surface (Figure II-25). L'épaisseur des composites étant dépendante de la rigidité hors plan de l'empilement fibreux lors du procédé de mise en forme. Ces blocs sont enrobés dans une résine opaque pour être polis mécaniquement.



**Figure II-25 : Plan de découpe des blocs composites pour l'analyse d'image.**

L'observation multi-échelle des blocs composites permet de déterminer des propriétés macroscopiques à partir d'informations mésoscopiques. Ici, l'intérêt se porte sur la détermination de la répartition de la fraction volumique de verre au sein du composite. Le Tableau II-5 illustre une telle démarche.

**Tableau II-5 : Calcul des données macroscopiques à partir de mesures mésoscopiques.**

<i>Echelle</i>	<i>Données d'entrées</i>	<i>Données calculées</i>
<i>Mésoscopique</i>	$A_m$	$f v f_m$
<i>Macroscopique</i>	$F_m$	$V_f = f v f_m \times F_m$

La précision de l'estimation de ces valeurs dépend donc de la qualité des images extraites à partir des blocs composites.

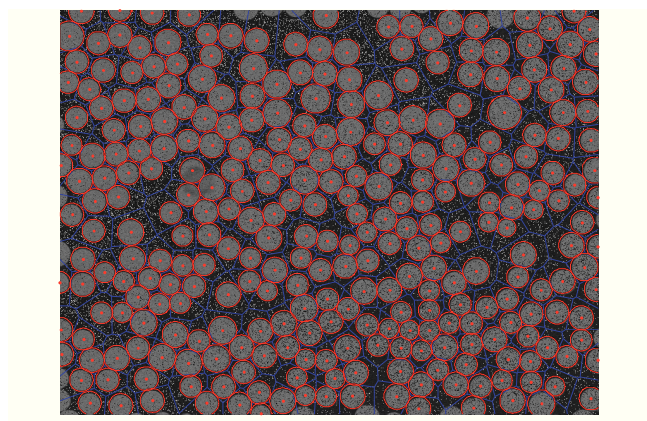


### II.3.1 Acquisition de données

L'analyse d'images, appliquée à des coupes de composites, requiert un fort contraste entre la phase fibreuse et la phase polymère. Les instruments optiques (appareil photo, microscope optique, etc...) ne produisent pas des rendus assez contrastés (Figure II-7). L'analyse de ces images s'effectue manuellement. Quinze surfaces de mèches UD sont acquises par bloc pour un renfort. Les données se présentent donc sous forme d'une population de 30 mèches. Une valeur d'aire des mèches  $A_m$  moyenne est obtenue par renfort.

Les outils d'acquisition d'image utilisant des champs magnétiques ou des rayons X sont plus appropriés. Ils sollicitent une réponse physique de chaque phase, résultant sur des contrastes plus appropriés au traitement numérique. Parmi ces techniques, le MEB et le micro-tomographe sont adaptés pour obtenir des images binaires des deux phases du composite.

Le MEB permet d'obtenir des images de très bonne qualité à l'échelle mésoscopique. Les images nécessitent peu de traitement avant d'être analysées. L'inconvénient mineur de cette méthode réside dans le temps pour établir une banque d'images. Les images mésoscopiques (Figure II-26) sont utilisées pour déterminer la fraction volumique de fibre intra-mèche ainsi que la répartition de résine autour des filaments de la mèche. Pour cette étude, 5 images d'une mèche UD, au grossissement  $\times 330$ , sont acquises pour chaque renfort. Ces images permettent, au travers d'un traitement numérique, de remonter directement à la valeur de  $fvf_m$  et sa distribution au sein d'une mèche.

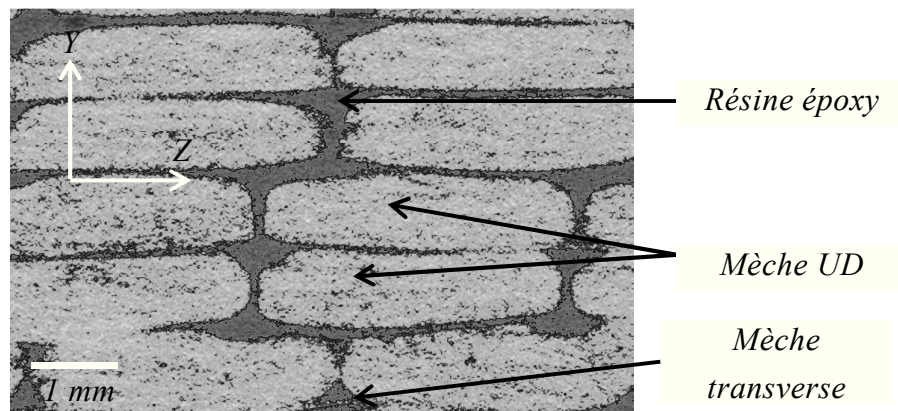


**Figure II-26 : Exemple d'application de la transformée de Hough suivi d'une décomposition de Voronoi à une image micrographique obtenue par MEB. Matériau de référence. Rayon des filaments 17 $\mu$ m. Dimensions : 410  $\mu$ m  $\times$  310  $\mu$ m**

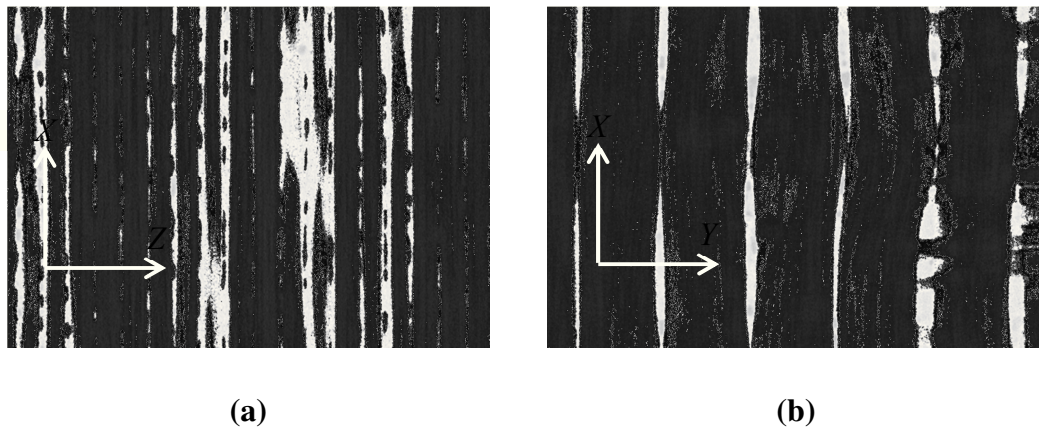
La micro-tomographie est employée pour analyser un volume de composite. Ce volume est par la suite découpé numériquement en coupes de composites suivant les trois plans  $(x, y)$ ,  $(x, z)$  et  $(y, z)$ . La résolution de l'acquisition définit l'échelle de précision observable. Afin d'obtenir de l'information sur un empilement des plusieurs plis, l'acquisition se focalise à l'échelle



macroscopique, moyennant ainsi les phases fibreuses et résineuses dans la mèche. Le volume permet d'extraire la fraction de mèches macroscopique  $F_m$ . La séquence d'images suivant le plan  $(y, z)$  (Figure II-27) permet d'extraire les dimensions moyennes des mèches UD ( $l_m, h_m, A_m$ ). Le plan  $(x, y)$  (Figure II-28(b)) est employé pour déterminer la dimension moyenne des rectangles encadrant les mèches UD ( $l_{VER}, h_{VER}$ ). Enfin, les images du plan  $(x, z)$  (Figure II-28(a)) permettent d'estimer l'épaisseur de la trame ( $h_t$ ). Dans chaque plan, des informations sur la proportion du réseau poreux macroscopique est aussi fourni. Les volumes analysés utilisent une taille de voxel carré de  $17\ \mu\text{m}$  de côté. L'analyse totale est effectuée sur un volume de dimension  $1200 \times 1050 \times 821$  voxels.



**Figure II-27 : Coupe perpendiculaire aux mèches UD obtenue par micro-tomographie (plan  $y, z$ ). Matériau de référence. Voxel de  $17\mu\text{m} \times 17\mu\text{m} \times 17\mu\text{m}$ .**

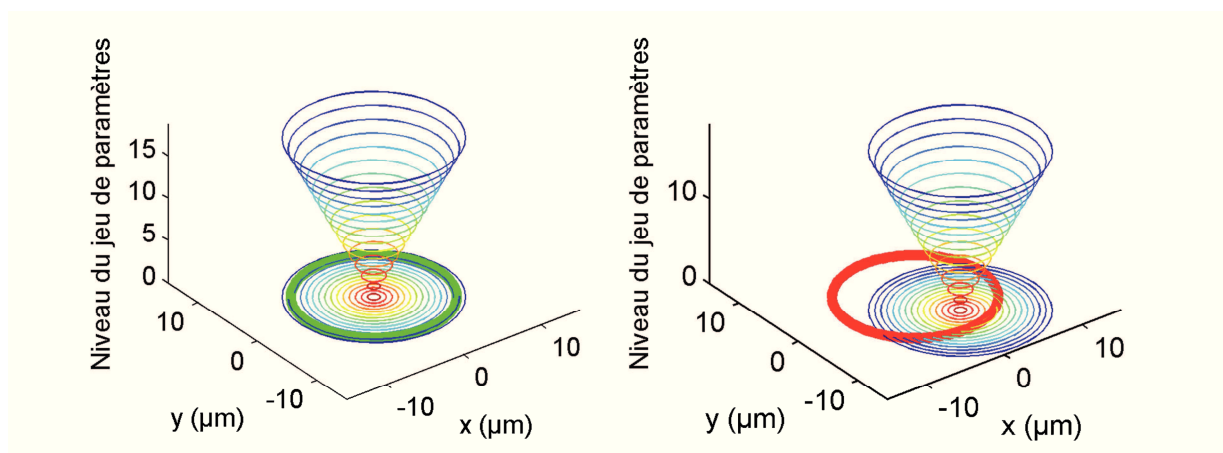


**Figure II-28 : (a) Coupe suivant le plan  $(x, z)$  obtenue par micro-tomographie. (b) Coupe suivant  $(x, y)$  obtenue par micro-tomographie. Matériau de référence. Voxel de  $17\mu\text{m}^3$  de dimension. Dimensions :  $20\text{ mm} \times 16\text{ mm}$**

### II.3.2 Analyse d'image à l'échelle mésoscopique

Sur des images à l'échelle mésoscopique, représentant l'intérieur des mèches UD (Figure II-8), une simple binarisation permet d'obtenir le rapport surfacique entre le verre et la résine époxy. Une telle image peut être exploitée en appliquant la méthode des diagrammes de Voronoi [16] ou la triangulation de Delaunay pour maximiser la quantité d'information [17].

Afin de pouvoir appliquer des diagrammes de Voronoi sur les filaments, il faut auparavant déterminer les paramètres des cercles les décrivant. La transformée de Hough est une technique permettant la détection de forme sur des images. Son principe consiste dans un premier temps à détecter les contours des formes à caractériser dans l'image binarisée, par l'analyse des gradients de l'image. En pratique, chaque pixel du contour de la région de pixels est testé dans l'espace tridimensionnel de Hough, comprenant trois paramètres : les coordonnées du centre du cercle et le rayon. Cet espace prend la forme d'un cône dont la hauteur est un paramètre d'entrée de la transformée de Hough. Chaque position dans le plan et dans la hauteur du cône présente donc des paramètres de cercle unique (Figure II-29). Le principe de détection est basé sur un système de vote. Pour chaque pixel du contour testé dans l'espace de Hough, chaque paramètre présentant le plus grand nombre de vote détermine les paramètres du cercle.



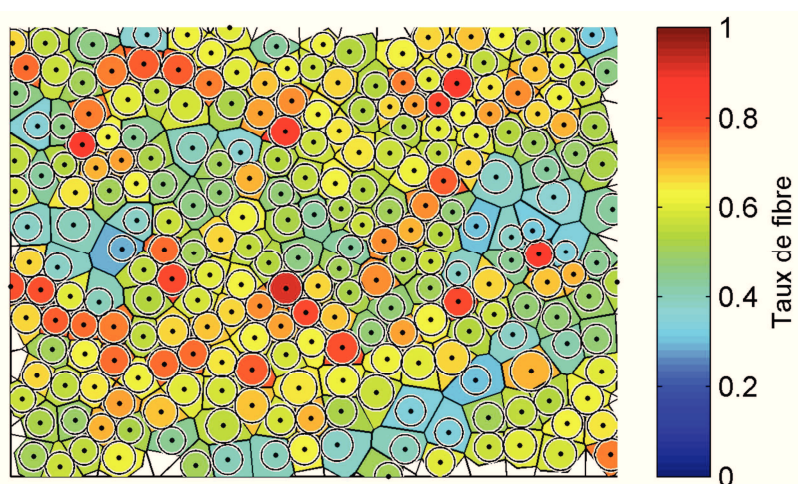
*Cercle superposé : chaque pixel du cercle vote en faveur des paramètres de ce cercle*

*Cercle non-superposé : seul les pixels appartenant à l'intersection avec un cercle testé vote en faveur du jeu de paramètre de ce cercle*

**Figure II-29 : Détection des paramètres du cercle par la transformée de Hough appliquée à un filament.**

Ainsi, pour chaque image traitée, la position des filaments dans l'image ainsi que leur rayon sont déterminés [16]. A partir de la position des centres des filaments, la décomposition de

Voronoi est appliquée. Elle consiste à rechercher l'ensemble des pixels les plus proches du centre d'un filament. La recherche des frontières de chaque région délimite les cellules de Voronoi. Ainsi, la proportion de filaments dans chaque cellule de Voronoi permet de remonter à la fraction volumique de verre locale dans les mèches UD (Figure II-30). Il convient de noter que les cellules appartenant à la frontière de l'image sont omises.



**Figure II-30 : Diagramme de Voronoi pour déterminer la fraction volumique de verre au voisinage des filaments.**

### II.3.3 Analyse d'image à l'échelle macroscopique

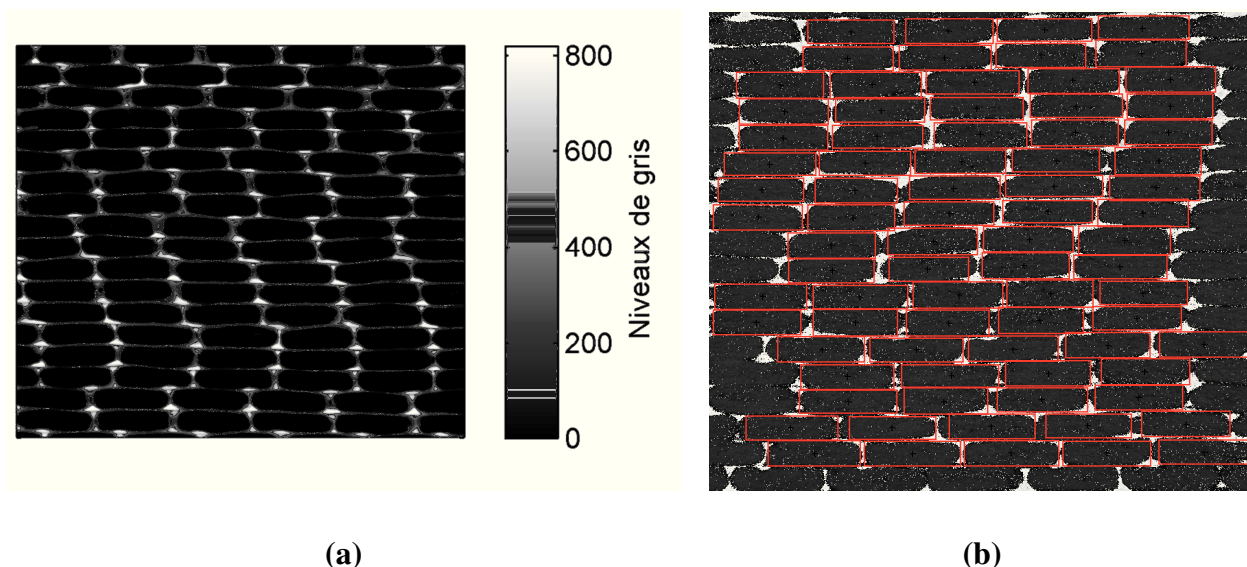
A l'échelle macroscopique, des méthodes permettant de déterminer la géométrie des mèches UD, sur des images à l'échelle macroscopique, sont proposées. La fraction de mèches UD dans le composite est également étudiée. Enfin, la connectivité du milieu poreux entre les mèches de verre est estimée.

#### II.3.3.1 Paramètres géométriques des mèches UD

La technique à l'origine de la détermination des paramètres géométriques des mèches UD est basée sur la segmentation d'image binaire. Le principe consiste à isoler une région de pixels pour en déterminer ses caractéristiques géométriques. Le contraste des images extraites des volumes acquis par le micro-tomographe permet une détection optimale des régions fibreuses. Cependant, les contacts entre les mèches (contact UD - UD ou contact UD – mèche transverse) empêchent l'obtention des données recherchées. De ce fait, la séparation des mèches UD nécessite de renforcer le contraste entre les deux phases. C'est ici que l'intérêt d'additionner les images d'un volume intervient.

Afin de renforcer le contraste, toutes les images du volume du plan (y, z) sont additionnées.

Les mouvements plans des mèches sont supposés négligeables et identiques pour tous les types de renforts. Avant d'effectuer l'addition des images, ces dernières sont binarisées. L'idée est d'ajouter 1 pour les zones résineuses et 0 pour les zones fibreuses à chaque nouvelle tranche. Le volume étant composé de 821 images, le contraste ainsi créé permet une segmentation parfaite des mèches UD. Les mèches connectées aux bords de l'image sont supprimées. Le principe de connectivité des pixels, permettant de détecter des ensembles connectés de pixels, permet ensuite d'isoler chaque mèche UD. La surface, la longueur et la largeur des mèches UD sont ensuite calculées.



**Figure II-31 : Détection des mèches UD sur le matériau de référence. (a) Résultat de l'addition des 821 images. (b) Superposition des rectangles équivalents estimés sur une image du volume. Dimensions : 20 mm × 20 mm**

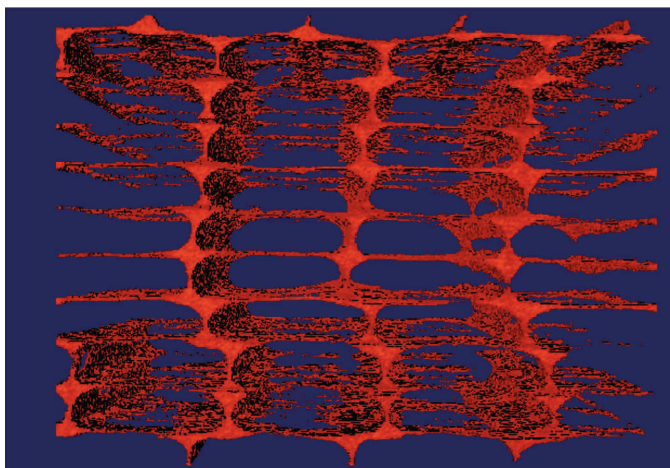
Enfin, le traitement des volumes entiers permet d'obtenir la fraction de mèches. Le principe consiste à seuiller le volume par analyse de l'histogramme des voxels. Cette action permet d'isoler le milieu poreux du milieu fibreux. La fraction volumique de mèches UD s'obtient en calculant le rapport de voxel appartenant aux deux phases. A partir de ces valeurs, la fraction volumique de fibre dans le volume peut être estimée par la connaissance des taux de verre des mèches UD. Ici, chaque volume possède les mêmes dimensions, permettant une approche comparative directe.

### **II.3.3.2 Détermination du réseau poreux**

Lors de l'observation de pièces composites, il est difficile de déterminer avec exactitude les canaux interstitiels permettant l'écoulement inter-mèches. L'observation du renfort sec

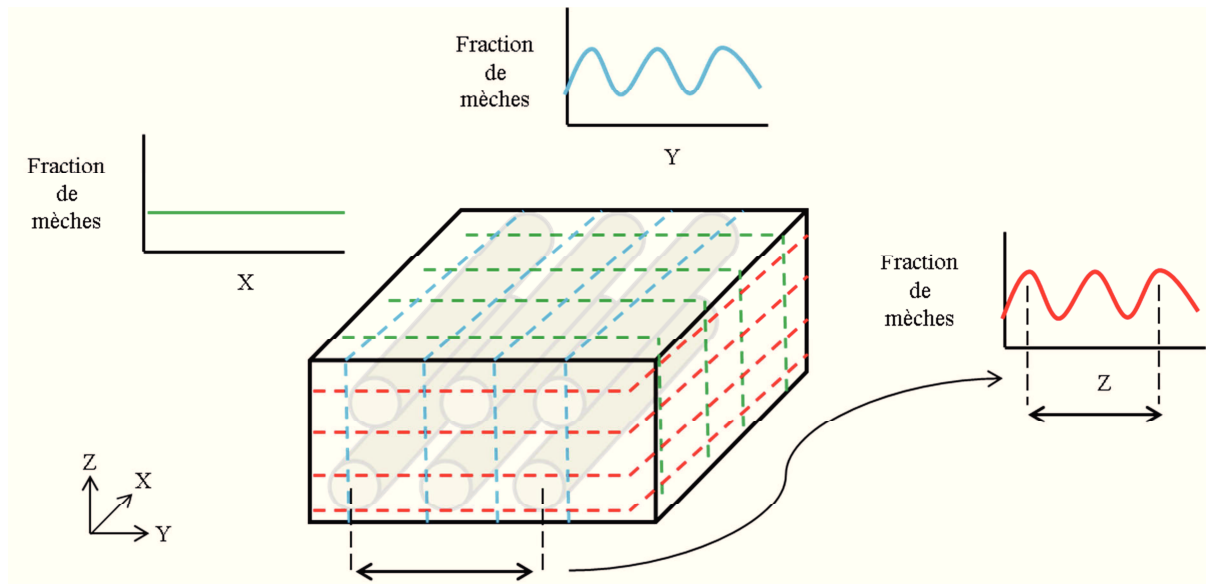


permet d'émettre des hypothèses sur les écarts entre les mèches UD, mais une telle observation peut également être erronée tant la déformation de la préforme au cours de la mise sous vide est inconnue. Pour tenter de déterminer les propriétés liées à l'écoulement macroscopique, l'étude se concentre sur la détermination de la répartition de la résine dans le volume. La Figure II-32 présente un exemple de réseau poreux inter-mèche présent dans ces composites.



**Figure II-32 : Représentation 3D typique du milieu poreux mesoscopique pour les composites NCF. Matériaux A. Dimensions : 20 mm × 20 mm × 16 mm**

Les séquences d'images issues du volume obtenu par micro-tomographie sont traitées suivant chaque orientation. Pour les orientations perpendiculaires aux mèches UD, les quantités mesurées auront un caractère périodique induit par la présence des mèches (Figure II-33). A partir de ces signaux, des analyses fréquentielles permettent d'extraire des propriétés géométriques de VER autour des mèches UD et l'épaisseur de la trame dans le composite. De plus, l'observation du volume renseigne sur la morphologie du réseau poreux contenant la résine réticulée.



**Figure II-33 : Schéma représentatif de l'obtention de l'évolution de la fraction de fibres suivant les directions principales à partir de séquences d'images extraites du volume.**

## II.3.4 Résultats

### II.3.4.1 Echelle mésoscopique

A cette échelle, le but est de comprendre l'organisation des filaments à l'intérieur des mèches UD. La connaissance du taux de fibre intra-mèches permet de calculer le taux de fibre global du composite en l'associant à la fraction de mèche UD. Par ailleurs, la connaissance des propriétés géométriques des mèches autorise l'estimation de la fraction volumique de verre intra-mèches en utilisant la masse linéique de ces dernières. L'aire totale occupée par les filaments  $A_{\text{filaments}}$  dans une mèche s'estime suivant l'équation :

$$A_{\text{filaments}} = \frac{\text{tex}}{\rho_{\text{filaments}}} \quad (\text{II.12})$$

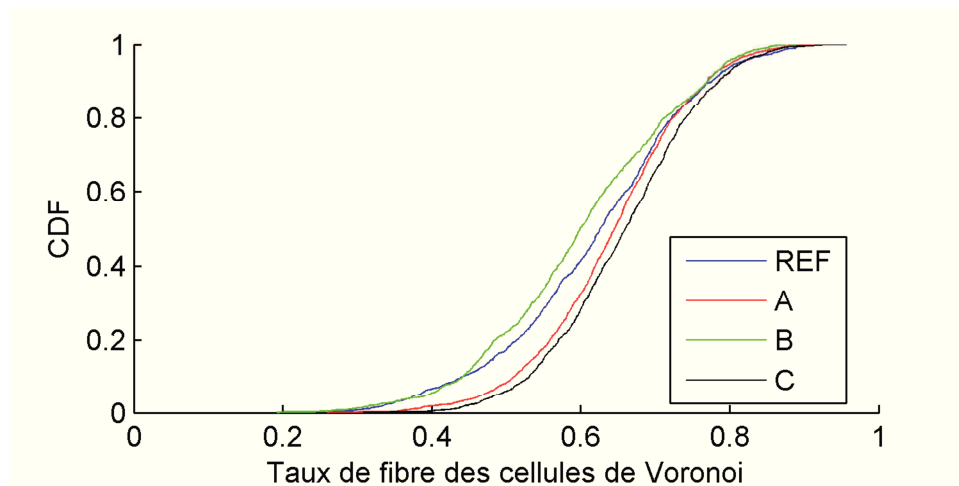
avec  $\text{tex}$  la masse linéique des fils et  $\rho_{\text{filaments}}$  la masse volumique du verre. Pour les mèches UD considérées ici, l'aire totale des 8000 filaments supposés être présents dans une mèche est de  $1.83 \text{ mm}^2$ . La validité de cette valeur est vérifiée du fait qu'elle permet de retrouver le diamètre des filaments, soit  $17 \mu\text{m}$ .

**Tableau II-6 : Fraction volumique moyenne intra-mèches UD pour une mèche de chaque renfort.**

	<i>REF</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>
$fvf_m$ MEB (%)	58.3 ( $\pm 4.2$ )	63.1 ( $\pm 1.2$ )	57.4 ( $\pm 2.1$ )	64.6 ( $\pm 1.5$ )

Le Tableau II-6 présente la valeur moyenne et l'écart type de la fraction volumique de fibre intra-mèches pour une mèche dans chaque renfort de l'étude. Il apparaît que la densité de couture du renfort *A* augmente la fraction volumique intra-mèche du renfort. La couture asymétrique et lâche du renfort *B* semble diminuer le niveau de compaction des mèches. En comparant le résultat du renfort *C* avec celui de référence, la forte différence entre les valeurs devrait être le résultat de la trame. En effet, l'épaisseur de cette dernière peut augmenter localement la compaction des mèches UD.

Les résultats obtenus à partir des images MEB apportent une première information sur la morphologie des mèches UD. Bien que les tendances d'un renfort à l'autre s'accordent avec leur structure, ces valeurs de taux de fibre paraissent élevées pour le procédé d'infusion. L'hypothèse expliquant cette surestimation est liée aux limites géométriques des mèches UD. L'organisation des filaments proche du contour des mèches est susceptible de ne pas présenter le même niveau de compaction qu'au cœur des mèches.



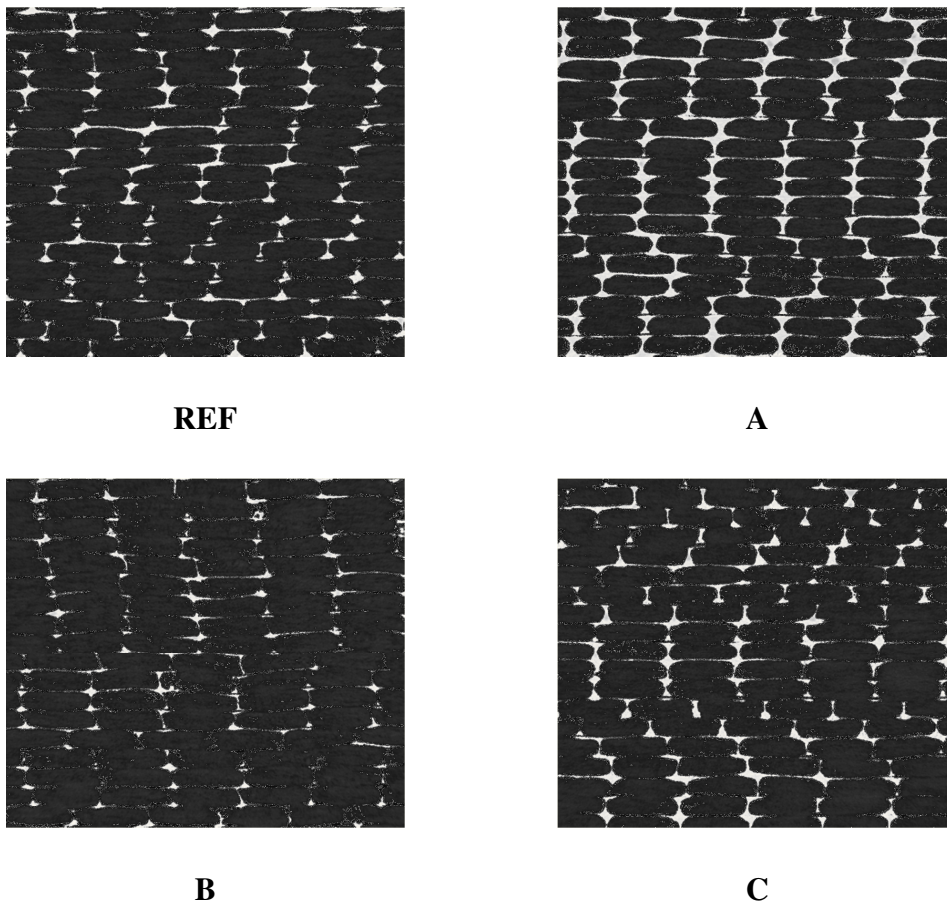
**Figure II-34 : Influence des paramètres de fabrication sur la distribution des filaments dans les mèches UD déterminée à partir de la décomposition de Voronoi.**

La Figure II-34 propose une vue de la distribution du taux de fibre pour une mèche UD de chaque renfort. Des différences de distribution de la fraction volumique sont notables. En

corrélant ce résultat avec ceux présentés dans le Tableau II-6, plus le taux de fibre de la mèche est élevé plus la probabilité de trouver des zones riches en résine au sein de celle-ci diminue. La tendance du renfort *B* est différente de celles des renforts à couture symétrique. En étudiant les pentes, le renfort *B* a un plus fort gradient pour une fraction volumique comprise entre 0.4 et 0.6. Ce phénomène est présent pour une fraction volumique plus élevée dans le cas des autres renforts ( $>0.55$ ). Par conséquent, le type de couture influence l'organisation des filaments au sein des mèches, c'est-à-dire, la fraction volumique de fibre intra-mèche.

#### **II.3.4.2 Echelle des mèches UD**

Dans l'analyse de l'organisation du point de vue mésoscopique, l'intérêt est porté sur les paramètres géométriques des mèches. Les différentes morphologies présentées par les quatre composites sont illustrées par la Figure II-7.



**Figure II-35 : Coupe des quatre composites selon le plan (Y, Z) extraite à partir de volumes acquis par le micro-tomographe. Surface : 20 mm × 20 mm**

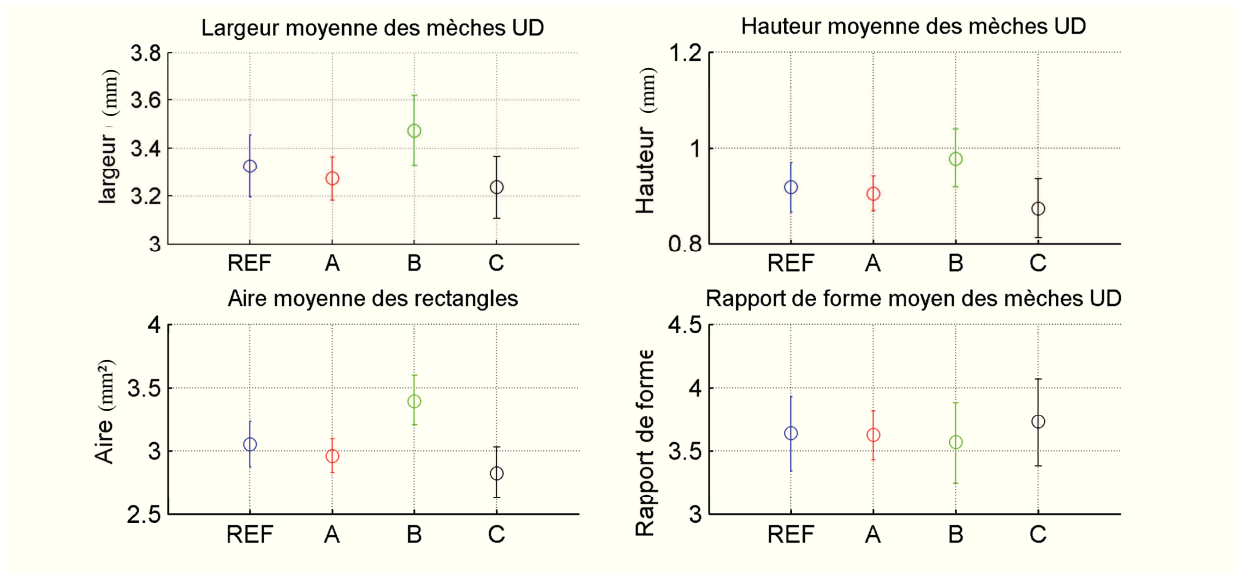


Le Tableau II-7 propose de visualiser la différence de fractions volumiques intra-mèches UD déterminée par une analyse manuelle des images avec celles obtenues par un traitement numérique d'image. Le traitement numérique représente les mèches UD par des rectangles équivalents en surface, possédant le même centre de gravité (Figure II-31 (b)). Les tendances d'un matériau à l'autre se conservent contrairement à l'écart type des résultats. Il semblerait donc que le traitement numérique d'images moyennées ait une efficacité moindre que le traitement réalisé manuellement. Cependant, les deux approches donnent des tendances identiques.

**Tableau II-7 : Tableau comparatif de la fraction volumique des mèches UD entre des données obtenues numériquement et des résultats issus d'une analyse manuelle.**

	<i>REF</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>
<i><math>fvf_m</math> (%) – Approche numérique</i>	60.5 (±7.0)	62.3 (±5.5)	54.5 (±6.4)	65.5 (±9.4)
<i><math>fvf_m</math> (%) – Approche manuelle</i>	61.7 (±2.0)	61.7 (±1.2)	57.2 (±0.9)	61.9 (±1.9)

La Figure II-36 présente les données géométriques moyennes et les écarts types des rectangles utilisés pour caractériser les formes des mèches. Ces données permettent également de remonter aux fractions volumiques de verre intra-mèches. Ces résultats ont davantage une valeur qualitative que quantitative, les taux de fibre estimés sont élevés pour le procédé d'infusion. Sur ces graphiques, il apparaît que la réduction de la longueur de couture tend à réduire de façon homogène la surface des mèches UD. Le fil de couture contraignant plus régulièrement la mèche, cette dernière n'a pas la possibilité de se déformer. A l'inverse, le fil de couture asymétrique (plus lâche) (*B*) va permettre à la mèche de se déformer pendant le procédé d'infusion. Ses dimensions sont plus grandes. Enfin, il existe un effet de l'augmentation du tex de la trame sur les mèches UD (*C*). L'influence de la couche transverse s'observe notamment sur l'épaisseur des mèches. Lorsque ces dernières reposent sur une mèche de trame, elles s'écrasent davantage. Les rapports de forme d'un renfort à l'autre évoluent faiblement. Seul le renfort *C* présente une différence notable. Ceci implique que des fils épais de trame sont susceptibles de modifier la forme des mèches UD, résultat d'une compaction transverse locale élevée.



**Figure II-36 : Moyenne et déviation des paramètres géométriques des mèches.**

Une autre approche permet de remonter à la fraction volumique des mèches UD. Elle se base sur l'analyse des images successives dans les plans perpendiculaires aux mèches UD (XZ et XY) du volume. A partir de l'évolution de la fraction de mèche dans le volume (Figure II-33), l'analyse fréquentielle du signal selon Z (Figure II-39) renseigne sur la position de la trame. Les pics de fraction de résine vont correspondre à l'emplacement de la trame tandis que les vallées se situent aux alentours du centre de la mèche UD (selon l'axe Z). La distance entre deux pics correspond à la distance entre deux plis, ici notée  $h_{VER}$ . A partir des coupes du plan (x, y) situées dans les vallées, il est possible de déterminer la largeur ( $l_{VER}$ ) moyenne entre deux canaux interstitiels du plan (x, y) à partir d'image analogue à la Figure II-28(b). En supposant que  $h_{VER}$  et  $l_{VER}$  définissent les dimensions d'un volume élémentaire encadrant la mèche UD sur la fraction volumique, la fraction volumique intra-mèches UD est obtenue par la connaissance de la fraction de mèche ( $F_m$ ) (Tableau II-9) dans un VER.

$$fvf_m = \frac{A_{filaments}}{h_{VER}l_{VER}F_m} \quad (II.13)$$

Le Tableau II-8 répertorie ces résultats.

**Tableau II-8 : Estimation des dimensions des VER pour les quatre renforts.**

	<i>REF</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>
$l_{VER} (mm)$	3.55	3.52	3.57	3.54
$h_{VER} (mm)$	1.04	1.06	1.03	1.04
$fvf_m (\%)$	53.4	57.0	52.2	54.1

En comparant la fraction volumique dans les mèches UD obtenue par les différentes approches (mésoscopique ou macroscopique, manuelle ou automatisée), des différences apparaissent. L'approche mésoscopique, la méthode de détection des mèches et l'analyse manuelle tendent à sous-estimer les dimensions des mèches. En ce qui concerne les tendances d'un renfort par rapport à celui de référence, les quatre méthodes aboutissent à des tendances similaires. La méthode à préférer est donc celle impliquant l'analyse des vecteurs de pixels de l'image car elle fournit une information volumique tenant compte de la présence des fils de trame.

#### II.3.4.3 Echelle du composite

Les échelles inférieures ont permis de déterminer avec précision la valeur moyenne dans le volume de la fraction volumique intra-mèches UD. En exploitant l'information volumique obtenue par micro-tomographie, la fraction de mèches UD dans le volume est déterminées. Cette information permet de finaliser l'analyse de la répartition de la fraction volumique de verre au sein des composites.

Le Tableau II-9 présente les données relatives à la fraction volumique de fibre dans le composite. L'hétérogénéité dans le matériau est estimée par la différence entre la fraction volumique de fibre totale et celle de la mèche UD. La fraction de mèche UD dans le volume informe sur la proportion de méso-canaux inter-mèches. Sur cet aspect, le renfort A possède la structure la plus ouverte. Cependant, la conséquence de cette proportion poreuse se traduit par une fraction volumique de fibre ( $V_f$ ) légèrement plus faible et une forte hétérogénéité du composite. Les mèches UD du renfort B occupent le plus d'espace. Leur fraction de mèche est élevée. De plus la fraction volumique de fibre moyen intra-mèches est faible. Ainsi, les composites produits à partir de ce renfort sont les plus homogènes. Le renfort C possèdent un taux de fibre très similaire à son homologue (*REF*) possédant une trame plus fine. L'unique différence observable provient de son hétérogénéité légèrement supérieure.

**Tableau II-9 : Fraction volumique moyenne de fibre des composites et hétérogénéité.**

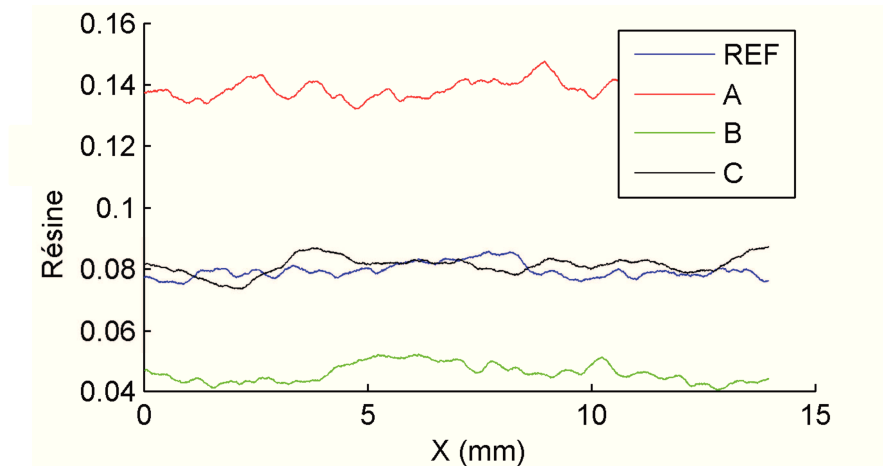
	<i>REF</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>
$F_m$ (%)	92.1	86.1	95.4	91.9
$fvf_m$ (%)	53.4	57.0	52.2	54.1
$V_f$ (%)	49.2	49.1	49.8	49.8
<i>Hétérogénéité</i> (%)	4.2	7.9	2.4	4.4
<i>FVF via la densité mesurée par double pesée</i> (%)	50.8	49.9	51.3	51.3

Une réduction de la longueur de couture influence donc l'hétérogénéité du composite. Ceci est le résultat d'une structure fibreuse maintenue par le fil de couture. Une couture asymétrique et lâche montre un effet inverse. Enfin, l'augmentation de la maille semble augmenter légèrement le niveau de compaction des mèches UD. Ceci entraîne un taux de verre plus élevé tout en augmentant légèrement l'hétérogénéité du composite.

La comparaison des fractions volumiques de fibre déterminées par l'analyse d'image et celles déterminées par la méthode de double pesée donnent une excellente corrélation entre les deux types de mesures.

#### **II.3.4.4 Morphologie du réseau poreux**

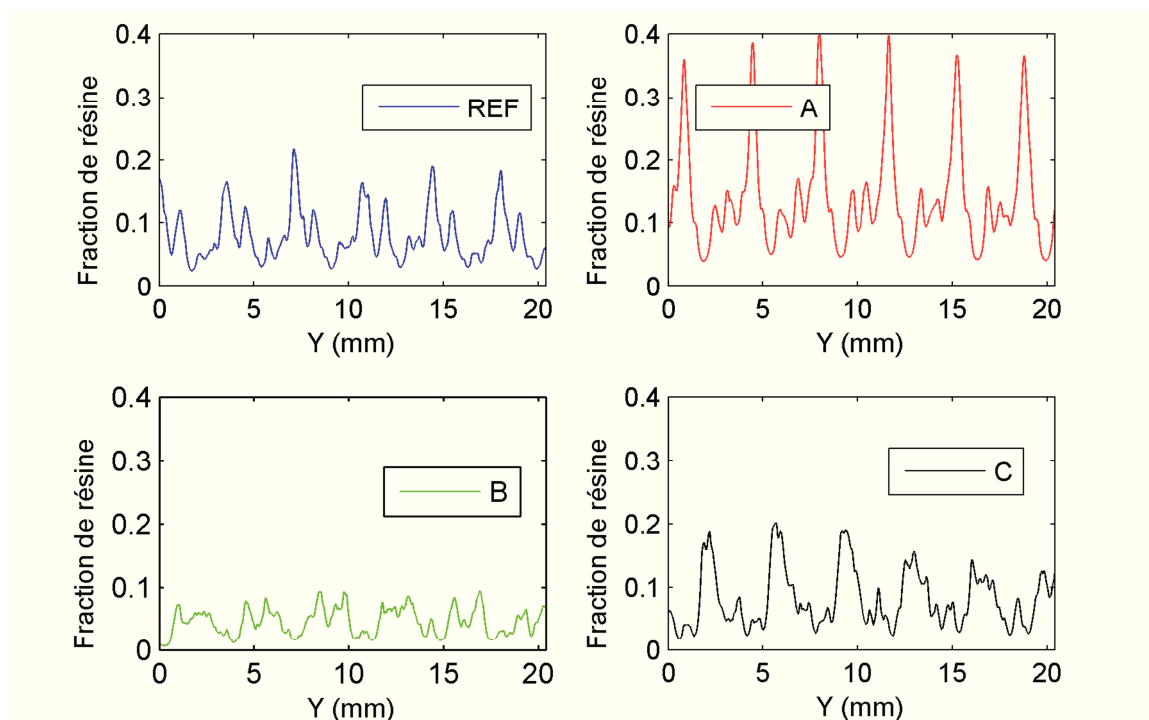
L'observation du réseau poreux macroscopique de chaque renfort présente des différences de morphologie. L'analyse de l'évolution de la fraction volumique suivant les trois orientations de l'espace informe sur la répartition des canaux interstitiels. Cette répartition se présente sous forme de signal de la fraction de résine en fonction de la position selon une direction du volume (Figure II-37, Figure II-38 et Figure II-39).



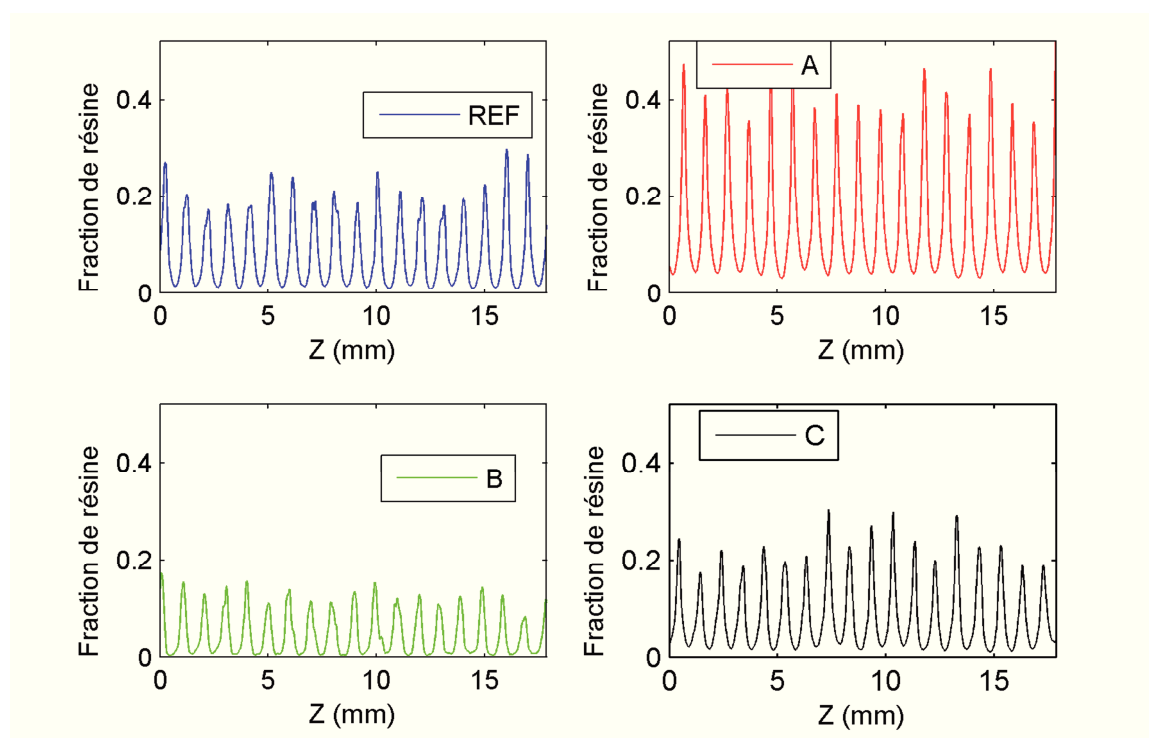
**Figure II-37 : Evolution de la fraction de résine dans le volume selon X.**

Figure II-37 présente l'évolution de la fraction de résine le long des mèches UD. Les tendances sont relativement constantes. Ceci démontre une faible variation du réseau poreux inter-mèches selon cette orientation. Par contre, la proportion de ce réseau varie fortement d'un matériau à l'autre. Ainsi, une réduction du pas de couture permet une ouverture de ce réseau. A l'inverse, un dessin de couture asymétrique et lâche réduit fortement la possibilité d'un écoulement entre les mèches. Enfin, un changement de masse linéique dans la trame n'a pas d'effet significatif sur cette propriété.

La proportion de résine suivant les orientations perpendiculaires au plan des mèches UD possède un aspect périodique (Figure II-38 et Figure II-39). Selon les deux orientations, les amplitudes sont démarquées pour les renforts possédant une couture symétrique. Les pics renseignent sur la proportion de résine entre les mèches. Le renfort A possède des canaux interstitiels très ouverts entre les mèches UD, presque deux fois plus larges que ceux du renfort de référence. Le renfort C présente une tendance similaire à REF. Le renfort B présente une plus faible amplitude de fraction de résine, résultat d'une structure fermée. De plus, la faible démarcation des pics de la fraction de résine selon Y pour ce renfort indique une faible connectivité des canaux interstitiels dans le plan (x, z). Les paramètres de couture influencent donc la morphologie du réseau poreux. Ces différences d'organisation devraient influencer la perméabilité des renforts.



**Figure II-38 : Evolution de la fraction de résine dans le volume selon Y.**

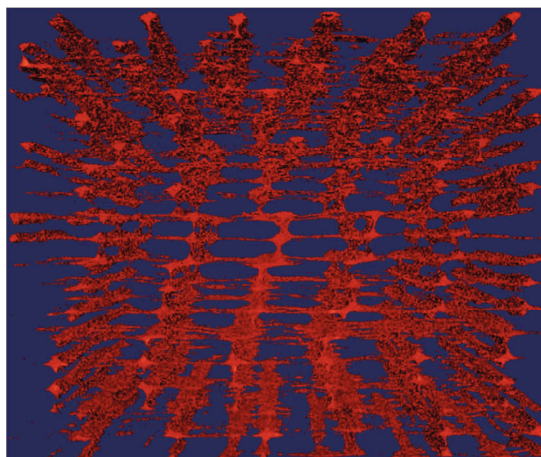


**Figure II-39 : Evolution de la fraction de résine dans le volume selon Z.**

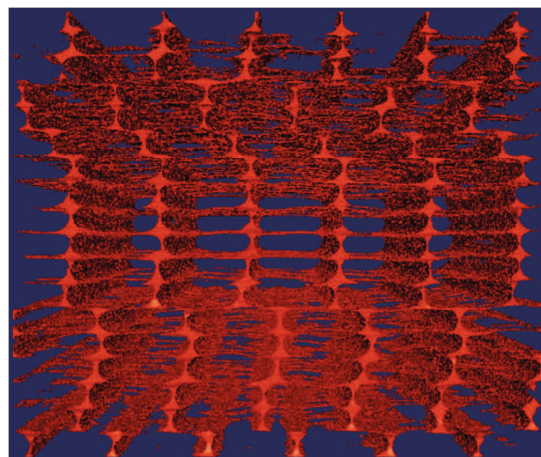


#### II.3.4.5 Morphologie du réseau poreux: épaisseur de la trame

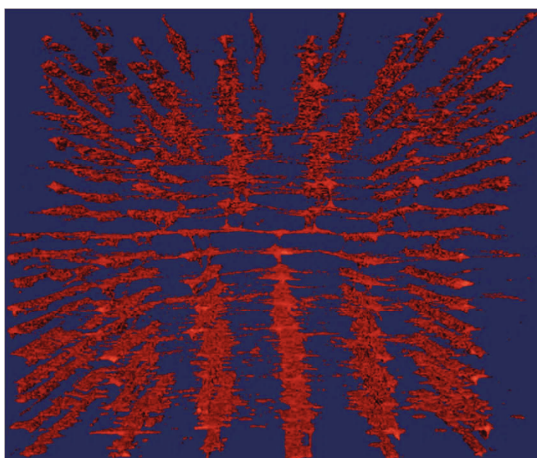
Pour finir, l'épaisseur ainsi que de la fraction de résine dans la trame est calculée pour le composite. En comparant ces données à l'organisation de la trame à l'état sec, il est possible d'estimer la proportion d'imbrication des mèches UD dans la trame.



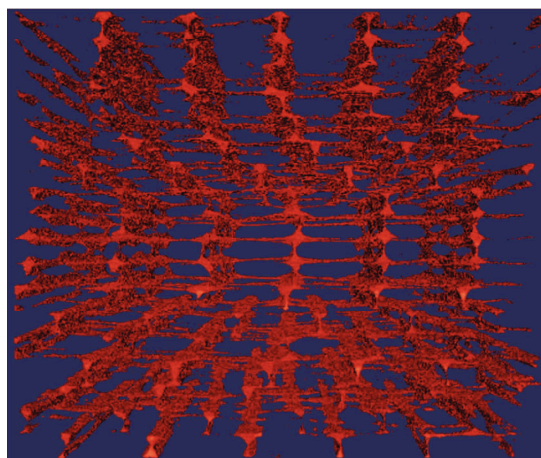
**REF**



**A**



**B**

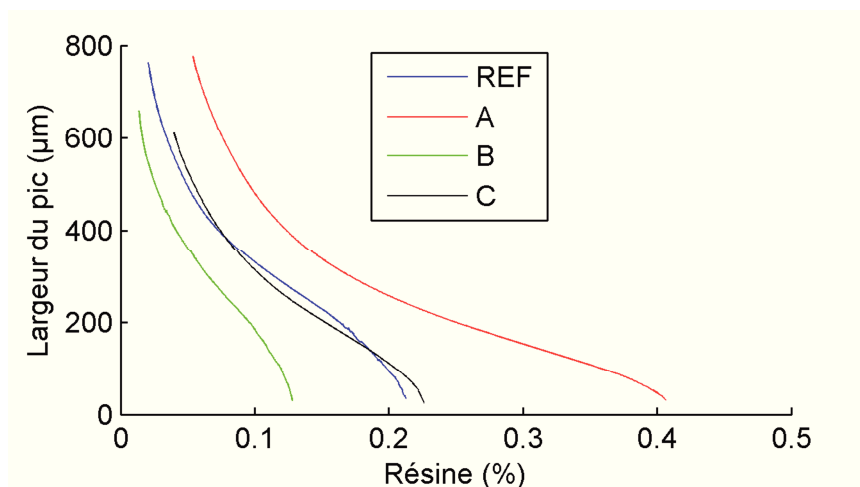


**C**

**Figure II-40 : Réseaux poreux des renforts issus des volumes analysés par micro-tomographie. Volume : 20 mm × 20 mm × 16 mm**

La Figure II-40 présente l'espace occupé par la résine dans le composite. La taille de voxel cubique étant de 17 $\mu$ m de côté, la présence de la résine dans les mèches n'est pas visible. Ces images démontrent la prédominance des canaux interstitiels le long des mèches UD. L'influence de la couture asymétrique se répercute sur les canaux suivant la direction Z, qui apparaissent très minces en comparaison des renforts à couture symétrique. Enfin, il apparaît une faible couche de résine selon l'axe Y des renforts. Cette direction du réseau poreux est liée à la trame du renfort.

L'information géométrique de la trame se fait par l'analyse des signaux extraits selon l'empilement (direction Z) du composite (Figure II-39).



**Figure II-41 : Evolution moyenne de la fraction de résine pour des tranches du volume comprises aux alentours des pics de la Figure II-39.**

La Figure II-41 présente l'épaisseur du réseau formé par la trame. Les tendances proposées correspondent à l'évolution de la fraction de résine en fonction de l'épaisseur considérée autour du centre de la trame, en prenant l'hypothèse que les pics de la Figure II-39 correspondent à ces zones du composite. L'information intéressante donnée par ces courbes provient de la possibilité d'estimer l'épaisseur de la trame. La limite de cette couche dans le composite est supposée être le point d'inflexion de ces tendances. Ce choix est basé sur le principe suivant. Le plus faible accroissement de fraction de résine correspond à la limite de l'entrée dans la couche UD. L'épaisseur de la trame ainsi déterminée présente des valeurs supérieures à celles déterminées dans l'état sec du renfort (II.2.4.2). Elle doit donc impliquer une épaisseur induite par l'ondulation hors plan des plis. Les valeurs des épaisseurs de la trame sont répertoriées dans le Tableau II-10. En plus des épaisseurs, la Figure II-41 permet d'estimer la fraction de mèches dans l'épaisseur de la trame considérée. En supposant que la fraction de mèches établie dans la section II.2.3.2 peut être extrapolée au volume, une estimation de l'imbrication dans le composite est donnée. Il correspond à la différence des deux fractions de mèches déterminées dans l'état sec et dans le composite.



**Tableau II-10 : Estimation de l'épaisseur de la trame.**

	<i>REF</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>
<i>Epaisseur de la trame (<math>\mu\text{m}</math>)</i>	224	126	214	144
<i>F<sub>t</sub> (%)</i>	84.8	67.11	90.8	81.7
<i>Imbrication Im<sub>t</sub> (%)</i>	29	20	30	39

Les épaisseurs de trame dans le composite varient d'un composite à l'autre. Comparé au renfort de référence, une diminution de la longueur de couture tend à réduire cette épaisseur. Par contre, la proportion de résine dans la trame est environ le double pour le renfort A. Ainsi, bien que la réduction du pas de couture affine la trame, une quantité plus importante de résine s'y loge. La maille de la trame étant fine comparé à *REF*, la rigidité des mèches UD réduit la probabilité qu'elles puissent se loger dans les porosités de la trame. Le dessin de couture semble n'avoir qu'une très faible influence sur l'épaisseur de la trame. La fraction de mèche est cependant augmentée, conséquence d'une plus grande surface de trame et d'une imbrication plus importante. Enfin, le renfort *C* et son tex élevé possède une faible épaisseur moyenne de la trame pour une fraction de résine supérieure à la référence. Un tel résultat est expliqué par l'imbrication des mèches UD dans les espaces plus grands de la trame.

Une réduction du pas de couture permet donc d'augmenter la délimitation des couches UD du composite en dispersant la trame et limitant l'imbrication de la couche UD. L'augmentation du tex ouvre la maille de la trame, augmentant la proportion d'imbrication de la couche UD. Le dessin de couture plus lâche ne parvient pas à maintenir la structure qui va se déformer fortement lors de la mise en forme, réduisant ainsi les espaces disponibles.

## II.4 Bilan sur l'influence de l'architecture des composites NCF quasi-UD sur leurs morphologies

Cette partie est consacrée à résumer l'influence de chaque paramètre de fabrication sur la morphologie de la trame à l'état sec et du composite.

### II.4.1 Longueur de couture

La longueur de couture est le paramètre décrivant l'espacement entre les lignes de couture, perpendiculairement aux mèches UD. Ce paramètre est lié à la densité de couture, plus il est

faible et plus la quantité de fil sera élevée. Le Tableau II-11 récapitule les données du renfort A déterminées dans ce chapitre.

Ce fil de couture est lié au maintien de la structure fibreuse. En ce qui concerne la trame, une longueur de couture réduite implique une plus grande probabilité que la couture vienne impacter cette couche du renfort. L'effet sur la trame est une réduction de la largeur des fils transverses, résultat de la séparation des mèches par l'aiguille de couture. Cette réduction de la largeur se traduit par une réduction de la fraction surfacique de trame. La maille de la trame est donc plus ouverte, entraînant une plus forte épaisseur des fils transverses. Cette morphologie se retrouve dans le composite. En effet, plus de résine est contenue dans la trame, résultat d'une trame séparant clairement les couches de mèches UD. Cet aspect est accentué par la plus faible proportion d'imbrication. Les valeurs d'épaisseurs de trame  $h_t$  à l'état sec et dans le composite ne se corrélaient pas. La raison de ce résultat provient du calcul de l'épaisseur de la trame dans le composite, qui implique l'ondulation hors plan des plis. Par conséquent, le maintien accentué par la faible longueur de couture réduit aussi l'ondulation hors plan.

Le maintien de la structure fibreuse se répercute également sur l'arrangement des mèches UD. La plus forte contrainte du fil de couture sur les mèches UD implique une réduction de leur largeur. Cette réduction libère de l'espace entre les mèches UD entraînant une forte hétérogénéité du composite.

La réduction du pas de couture tend donc à rigidifier l'arrangement fibreux.

**Tableau II-11 : Tableau récapitulatif des données géométriques déterminées sur le renfort A. Valeurs comparées au renfort de référence.**

	<i>Sec</i>			<i>Composite</i>						
	<i>Trame</i>			<i>Chaine</i>			<i>Trame</i>		<i>Volume</i>	
	$l_t$ (mm)	$h_t^{sec}$ (μm)	$F_t$ (%)	$l_{VER}$ (mm)	$h_{VER}$ (mm)	$fvf_m$ (%)	$h_t^{comp}$ (μm)	$Im_t$ (%)	$F_m$ (%)	Hétérogénéité (%)
<b>REF</b>	1.19 (±0.74)	113 (±46.5)	55.9 (±1.3)	3.55	1.04	53.4	224	28.9	92.1	4.2
<b>A</b>	1.08 (±0.69)	134 (±48)	46.9 (±1.9)	3.52	1.06	57.0	126	20.2	86.1	7.9

## II.4.2 Motif de couture

Le motif de couture est le paramètre lié au chemin emprunté par le fil lors de la couture. Il a été observé que ce motif de couture est lâche. En effet, comparé au motif symétrique, le fil est capable de glisser dans les nœuds. Par conséquent, la pression exercée par le fil va s'équilibrer dans le renfort. Les données morphologiques du renfort *B* sont comparées au renfort de référence dans le Tableau II-12.

L'influence de cette variation de motif de couture sur la trame à l'état sec est faible. Les valeurs restent proches du renfort de référence. Cependant, la supériorité de chaque paramètre implique une fraction volumique de la trame plus faible, résultat de la contrainte moindre du fil de couture. Une fois mise en forme, l'épaisseur de la trame apparaît plus faible que celle de *REF*, résultat de la compaction d'un renfort moins contraint par le fil de couture. L'estimation de l'imbrication donne une valeur supérieure au renfort de référence. La cause de ce surcroît d'imbrication vient de la facilité du renfort à se déformer car son architecture fibreuse est moins contrainte par la couture.

Les effets du faible maintien de la structure fibreuse se retrouvent également dans la couche UD. La section du fil est plus grande entraînant une fraction volumique intra-mèche plus faible. L'aspect déformable de la préforme permet à la phase fibreuse de se répartir plus homogènement dans le volume, réduisant ainsi la taille des canaux interstitiels.

Les caractéristiques de ce motif de couture permettent à l'arrangement fibreux de s'adapter aux contraintes auxquelles il est soumis lors de la mise en forme.

**Tableau II-12 : Tableau récapitulatif des données géométriques déterminées sur le renfort *B*. Valeurs comparées au renfort de référence.**

	<i>Sec</i>			<i>Composite</i>						
	<i>Trame</i>			<i>Chaine</i>			<i>Trame</i>		<i>Volume</i>	
	$l_t$ (mm)	$h_t^{sec}$ (μm)	$F_t$ (%)	$l_{VER}$ (mm)	$h_{VER}$ (mm)	$fvf_m$ (%)	$h_t^{comp}$ (μm)	$Im_t$ (%)	$F_m$ (%)	Hétérogénéité (%)
<b>REF</b>	1.19 (±0.74)	113 (±47)	55.9 (±1.3)	3.55	1.04	53.4	224	28.9	92.1	4.2
<b>B</b>	1.23 (±0.84)	144 (±64)	60.8 (±1.2)	3.57	1.03	52.2	214	30.0	95.4	2.4

### II.4.3 Masse linéique de la trame

Le choix du tex de la trame pour une masse surfacique de trame donnée va modifier, en plus de la taille des fils, le nombre et l'espacement entre les mèches. Ce type de modification des paramètres de fabrication modifie donc directement la morphologie de la trame, mais perturber également la chaîne des renforts. Les données morphologiques du renfort *C* sont comparées au renfort de référence dans le Tableau II-13.

**Tableau II-13 : Tableau récapitulatif des données géométriques déterminées sur le renfort *C*. Valeurs comparées au renfort de référence.**

	<i>Sec</i>			<i>Composite</i>						
	<i>Trame</i>			<i>Chaîne</i>			<i>Trame</i>		<i>Volume</i>	
	$l_t$ (mm)	$h_t^{sec}$ (μm)	$F_t$ (%)	$l_{VER}$ (mm)	$h_{VER}$ (mm)	$fvf_m$ (%)	$h_t^{comp}$ (μm)	$Im_t$ (%)	$F_v$ (%)	<i>Hétérogénéité</i> (%)
<b><i>REF</i></b>	1.19 (±0.74)	113 (±47)	55.9 (±1.3)	3.55	1.04	53.4	224	28.9	92.1	4.2
<b><i>C</i></b>	1.57 (±1.11)	157 (±55)	42.9 (±0.4)	3.54	1.04	54.1	144	38.8	91.9	4.4

Un tex plus élevé va augmenter les dimensions moyennes des mèches transverses, tout en réduisant l'aire surfacique de la trame. Cette réduction de surface réduit la probabilité que le fil de couture affecte les mèches transverses. Ainsi, les orientations définies lors de la fabrication sont plus facilement conservées. Dans le composite, l'épaisseur de la trame apparaît plus faible, résultat de l'augmentation de l'imbrication. Cependant, la proportion de résine dans la trame est très similaire. L'écoulement dans cette couche sera, lors de la mise en forme, à priori favorisé par la plus faible proportion de mèches transverses à traverser.

Les effets de l'augmentation du tex de la trame sur la couche UD est faible. La fraction volumique de verre intra-mèches UD légèrement supérieure comparée à *REF* est la conséquence de la plus forte compaction des mèches entourées de fils de trame épais. Cet effet se répercute sur l'hétérogénéité du composite.

L'augmentation du tex de la trame pour une masse surfacique de trame fixée modifie majoritairement sur la morphologie de la trame.

#### II.4.4 Conclusion

L'influence des paramètres de fabrication des renforts NCF quasi-UD sur le renfort sec et dans le composite a été évaluée. Les paramètres de couture permettent de modifier la morphologie du composite à travers leur influence sur la tenue de l'architecture fibreuse. Ils influencent également la morphologie de la trame à travers l'orientation des mèches transverses et la capacité à se distinguer de la couche UD. La morphologie de la trame peut également être contrôlée par le choix du tex des fils utilisés.

L'étude de la morphologie a révélé des différences du milieu poreux dans le composite. Ces variations sont à l'origine des différents comportements observables lors de la transformation de la préforme fibreuse en un composite.

## Chapitre III: Influence de l'architecture des NCF sur la mise en forme des composites

*L'étude de la morphologie des composites NCF quasi-UD a permis de démontrer qu'il existe une influence des paramètres de fabrication des renforts sur l'organisation entre le milieu fibreux et la résine. Les différences observées sont le résultat des réponses mécaniques aux sollicitations variées présentes lors de la mise en forme. Afin de quantifier ces différences de comportement en infusion, l'expérimentation est adoptée pour déterminer les propriétés macroscopiques servant à la description de l'écoulement de la résine dans la préforme. La loi de Darcy, établie en 1856 afin de modéliser l'écoulement de l'eau dans des lits de sable, définit un coefficient appelé perméabilité [18]. Ce dernier permet de quantifier la facilité avec laquelle le fluide s'écoule au sein d'un milieu poreux. Un protocole expérimental est mis en place, afin de déterminer les coefficients de perméabilité des renforts fibreux. La corrélation de ces coefficients avec la morphologie permet de comprendre l'influence de la microstructure du renfort NCF sur le procédé de mise en forme.*

*Après une introduction sur l'enjeu de ce chapitre (III.1), le protocole expérimental pour les mesures de perméabilité et les résultats obtenus sont présentés (III.3). Enfin, les effets des paramètres de fabrication sur le procédé d'infusion sont expliqués. Une perspective sur l'optimisation du procédé d'infusion à travers le contrôle de la méso-structure est également proposée (III.4).*

### Sommaire :

---

<b>III.1</b>	<b>Introduction sur l'influence de l'architecture sur la mise en forme du composite .....</b>	<b>68</b>
III.1.1	Etat de l'art .....	68
<b>III.2</b>	<b>Essais de compression transverse .....</b>	<b>71</b>
III.2.1	Essais sur préformes sèches .....	71
III.2.2	Essais sur préformes lubrifiées.....	73
III.2.3	Influence des paramètres de conception sur les contacts fibreux.....	74
<b>III.3</b>	<b>Estimation des perméabilités à partir de données expérimentales .....</b>	<b>75</b>
III.3.1	Descriptif de la méthode .....	76
III.3.2	Identification de la perméabilité transverse.....	78
III.3.3	Identification de la perméabilité dans le plan .....	83
III.3.4	Précautions expérimentales.....	91
III.3.5	Compaction des renforts imprégnés par une huile de haute viscosité .....	94
III.3.6	Résultats des mesures de perméabilités .....	96
III.3.7	Rapport des perméabilités et évolution du réseau poreux.....	99
III.3.8	Mesures de perméabilité à l'air : validation sur le renfort A.....	102
<b>III.4</b>	<b>Bilan sur l'influence de l'architecture des composites NCF quasi-UD sur leur comportement en infusion .....</b>	<b>104</b>
III.4.1	Longueur de couture .....	105
III.4.2	Motif de couture.....	106
III.4.3	Masse linéique de la trame.....	108

---

### III.1 Introduction sur l'influence de l'architecture sur la mise en forme du composite

Il existe un grand nombre de procédé de mise en forme des composites, ainsi que de nombreux types de Les renforts fibreux. Dans le contexte éolien, le procédé de mise en forme, l'infusion, est ancien et relativement bien connu. Toutefois, une difficulté de son utilisation vient des pièces à produire inhabituellement longues. L'optimisation du procédé est donc à la fois difficile et nécessaire.

L'analyse de la morphologie des composites dans leur forme finale a permis d'observer des différences dans les réseaux d'écoulement ainsi que dans les taux de fibres aux échelles mésoscopiques et macroscopiques. La corrélation de ces variations d'architecture interne avec les paramètres de conception a conduit à des corrélations entre les paramètres de conception et l'arrangement interne du composite. Par conséquent, ces derniers peuvent être responsables des différences dans les réponses mécaniques de la préforme fibreuse. Afin de comprendre comment une architecture influence le comportement en infusion, une démarche expérimentale est adoptée. Dans un premier temps, des essais de compression transverse sur préforme sèche sont mis en place. Ils permettent d'évaluer l'effet des paramètres de fabrication sur la mise sous vide initiale du procédé d'infusion. Par la suite, des essais de compaction sur des préformes imprégnées par des huiles silicones calibrées renseignent sur la réponse de la préforme lubrifiée et l'écoulement fluide. En comparant cette réponse avec le résultat d'une simulation de l'essai selon la loi de Darcy et de la conservation de la masse, une analyse inverse est entreprise pour estimer les valeurs de perméabilité. Plusieurs montages expérimentaux sont utilisés selon la composante du tenseur recherchée. Les valeurs de perméabilité en fonction du taux de fibre permettent ainsi d'étudier l'influence de l'architecture fibreuse sur l'évolution de l'écoulement dans la préforme. Les mesures continues de perméabilité sont validées par des mesures discrètes acquises sur un banc de mesure reposant sur le principe d'injection de gaz par différentiel de pression.

#### III.1.1 Etat de l'art

Le procédé d'infusion utilisé pour mettre en forme les composites met en jeu deux mécanismes important. D'une part, la réponse en compression transverse de la préforme fibreuse qui résulte de la compaction induite par la mise sous vide avant l'injection. D'autre part, l'écoulement du fluide au sein du matériau poreux (à double échelle, intra et inter-mèches) qui est contrôlé par le tenseur de perméabilité  $K$ . Ce tenseur traduit la facilité d'écoulement du fluide dans l'espace disponible dans le volume fibreux. Il est donc intimement lié au niveau de compaction de l'empilement fibreux.

La réponse en compaction d'une préforme peut être caractérisée des essais de compaction transverse. Ces derniers consistent à comprimer une préforme fibreuse entre deux plateaux.



L'attrait pour ce type d'essai s'est manifesté dans les années 90. Kim et McCarthy [19] explorent le sujet de manière expérimentale et analytique sur différents types d'architectures fibreuses tissées en verre. Ils concluent que la réponse, de la force en fonction de la déformation, est liée au type d'architecture fibreuse. Ils observent également la présence de relaxation lors d'essai interrompu à un déplacement fixe. Ce phénomène apparaît dépendant de l'orientation des mèches. Plus celles-ci sont alignées et plus la relaxation est faible. Robitaille et Gauvin [20,21] s'intéressent également à la compaction de renfort fibreux en verre. Ils étudient notamment l'influence du nombre de plis sur la réponse en compaction. Ainsi, ils notent que la rigidité dans l'épaisseur est proportionnelle au nombre de plis. Ces derniers détectent par ailleurs un effet du nombre de plis sur la fraction volumique de fibre naturelle de l'empilement. Plus le nombre de plis est élevé, plus cette dernière diminue. Cette étude s'intéresse également à l'influence de cycles de compaction sur le comportement de la préforme. Il apparaît que la fraction volumique de fibre augmente après quelques cycles pour ensuite se stabiliser, résultat de la réorganisation du milieu fibreux. Il semblerait donc que la multiplication des contacts fibre / fibre au sein de la préforme augmentent la résistance à la compaction. Cette influence se retrouve également lors de l'analyse de l'influence de la vitesse de compaction. Bickerton et al. [22] étudient, entre autre la relaxation, l'influence de la vitesse de déformation lors d'essai de compaction sur différents renforts de verre (fils coupés et renfort tissé). Ils observent qu'une augmentation de la vitesse de compression, pour une fraction volumique à atteindre, induit une augmentation de la contrainte. Dans le cas du renfort tissé, ils remarquent une inconsistance des tendances qu'ils attribuent au caractère aléatoire de l'enchevêtrement des plis. Plus tard, Comas-Cardona et al. [23] s'intéressent à la réponse en compression de renforts secs et imprégnés. Ils notent une diminution de module de compression des renforts lors d'essai où les renforts sont préalablement imprégnés par une huile silicone de faible viscosité. La faible viscosité de l'huile permet de lubrifier les contacts fibreux sans générer de pression fluide. Pour résumer, le vide initial définit l'état du réseau poreux de la préforme qui va être injectée. L'arrangement des vides dans la préforme dépend de l'architecture fibreuse du renfort. Le volume et la morphologie de l'espace libre va influencer directement la perméabilité des renforts.

La perméabilité retranscrit à l'échelle macroscopique le comportement d'un fluide s'écoulant dans un milieu poreux. La connaissance du tenseur de perméabilité est nécessaire pour aider les ingénieurs dans la modélisation des procédés de mise en forme des composites. A ce sujet, des « benchmark » engageant un grand nombre de laboratoires s'efforcent d'établir des protocoles et des bancs de mesure permettant des déterminations consistantes de ces coefficients [24–26]. Aucune norme n'a été établie à ce jour. Cependant, plusieurs méthodes fiables ont été développées. Ici, l'étude se base sur des comparaisons par rapport à un référentiel. La précision de la mesure n'est donc pas un frein à la compréhension des effets de l'architecture sur le tenseur de perméabilité, tant qu'elle est consistante. Ainsi, le choix de l'approche expérimentale va se baser sur les atouts que peut présenter une méthode. Idéalement, la méthode choisie doit être capable de déterminer les coefficients de perméabilité selon les trois axes principaux du matériau

(X, Y et Z). Elle sera préférentiellement capable d'effectuer des acquisitions continues afin de pouvoir suivre l'évolution des coefficients en fonction de la fraction volumique de fibre.

D'après Sharma et al. [27], les méthodes de mesure de perméabilité pour des milieux anisotropes peuvent être classées selon trois considérations. D'une part, l'écoulement peut être soit radial, soit linéaire. D'autre part, les conditions aux limites de l'injection peuvent impliquer soit une pression constante, soit un débit constant. Enfin, l'état initial d'imprégnation du renfort peut être saturé ou non. A partir de ces considérations, différentes méthodes de mesures de perméabilité ont été mises en place. Elles se distinguent également par la possibilité de suivre l'écoulement selon 1, 2 ou 3 dimensions. La mesure peut être soit discrète, soit continue. En 1D, il existe les méthodes de flux linéaire, impliquant un liquide ou un gaz. La détermination du coefficient de perméabilité se fait par le suivi de l'avancement du flux ou par différentiel de pression. Ces mesures discrètes se caractérisent par une bonne reproductibilité. En 2D, les méthodes de flux radial, impliquant une vitesse ou une pression de fluide constante, se limitent à la détermination des coefficients de perméabilités plans (2D) de manière discrète pour une fraction volumique donnée. L'injection se fait depuis un seuil cylindrique. L'avancement du front d'imprégnation, présentant la forme d'une ellipse, peut être suivi par imagerie. Les coefficients de perméabilité sont déterminés à partir des images. Une alternative consiste au suivi de l'avancement du front par des capteurs électriques ou basés sur d'autres physiques. Dans les deux cas, la valeur de perméabilité correspond à un état non-saturé de la préforme fibreuse. La détermination complète du tenseur de perméabilité se fait par la mesure de la perméabilité hors plan des milieux poreux. Une adaptation des méthodes précédemment citées est alors nécessaire pour permettre le suivi de l'écoulement dans l'épaisseur des préformes fibreuses. Les mesures continues de perméabilité s'effectuent généralement en régime saturé. La compaction de la préforme est mesurée en parallèle de la pression fluide.

Afin de déterminer le banc de mesure le plus apte à estimer précisément le tenseur de perméabilité, un « benchmark » [24,25] impliquant plusieurs méthodes, laboratoires et matériaux a été engagé. Il s'est consacré à caractériser le coefficient dans le plan de deux renforts, un en carbone et l'autre en fibre de verre. Ce « benchmark » démontre une dispersion notable des valeurs de perméabilité pour les matériaux testés. Par contre, l'analyse des rapports des perméabilités s'est montrée plus fiable. Par conséquent, l'utilisation de telles méthodes est valable pour déterminer les influences des microstructures de renforts sur ce tenseur.

Une de ces méthodes, répondant aux critères spécifiés dans ces travaux, est basée sur des essais de compaction de préformes fibreuses imprégnées au préalable ou en cours d'essai. L'avantage d'une telle approche provient de l'absence d'effet de bords ou de déformation de moule souvent présents dans les méthodes d'injection. Initialement développée par Buntain et al. en 2003 [28], la méthode était limitée à la mesure de la perméabilité plane pour des matériaux isotropes. La préforme, initialement positionnée entre les plateaux de compression était injectée par un liquide. L'acquisition des données est effectuée au cours de la compression par un capteur de pression placé au centre de la préforme. Les résultats pour de faible taux de verre étaient en

accord avec ceux obtenues par une méthode basée sur de l'injection fluide. La dispersion observée pour des taux de fibre élevés était due à la déformation du montage en aluminium utilisé. Dans la même période, Ait si Ahmad et al. [29] proposent un montage expérimental plus simple, où la pression fluide est mesurée par la cellule de force de la machine d'essai. En 2007, Comas-Cardona et al. [30] reprennent cette technique en la modifiant et l'adaptent également pour des mesures de perméabilité hors plan. L'expérience se basait sur une méthode inverse pour déterminer ce coefficient. Les essais sont effectués sur une préforme préalablement imprégnée. La force en fonction du déplacement de la traverse est mesurée. Pour le cas plan, la détermination de la perméabilité plane est directe. La conservation de la masse et la loi de Darcy sont résolues en utilisant les conditions aux limites de l'essai. Pour la mesure hors plan, une courbe maitresse est calculée. Cette courbe est issue de la résolution de l'équation 3D de consolidation adimensionnée [31]. Elle permet, par une analyse inverse de l'essai de compression transverse, de remonter au coefficient de perméabilité. Les détails spécifiques concernant la méthode sont décrits dans la section III.3.2.

Dans le cas des matériaux de l'étude, la perméabilité plane est anisotrope. La littérature ne répertorie aucune adaptation des mesures de perméabilités par compression transverse à la détermination du ratio d'anisotropie plan. Afin de l'obtenir, une adaptation de la méthode est développée ci-après.

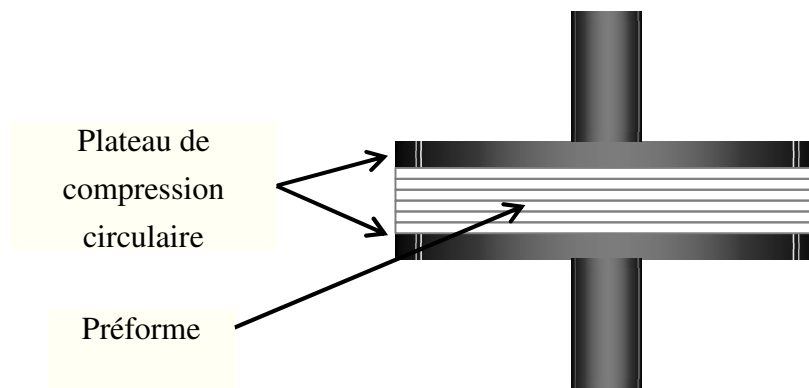
## III.2 Essais de compression transverse

### III.2.1 Essais sur préformes sèches

Les essais sur préforme sèche permettent de simuler la réponse de l'empilement fibreux lors du pré-vidé appliqué lors du procédé d'infusion. Ils sont effectués à température ambiante sur une machine Instron 5584 munie d'une cellule de force 150 kN. La préforme fibreuse est disposée entre deux plateaux : le plateau supérieur équipé de la cellule de force et le plateau inférieur fixe. Avant de démarrer l'essai, les plateaux sont mis en contact avec la préforme, sans contraindre cette dernière. L'essai consiste en un déplacement du plateau supérieur qui vient compacter l'empilement fibreux sur le plateau inférieur. Le montage expérimental est schématisé en Figure III-1. Les informations concernant le montage et les conditions d'essai sont données dans le Tableau III-1.

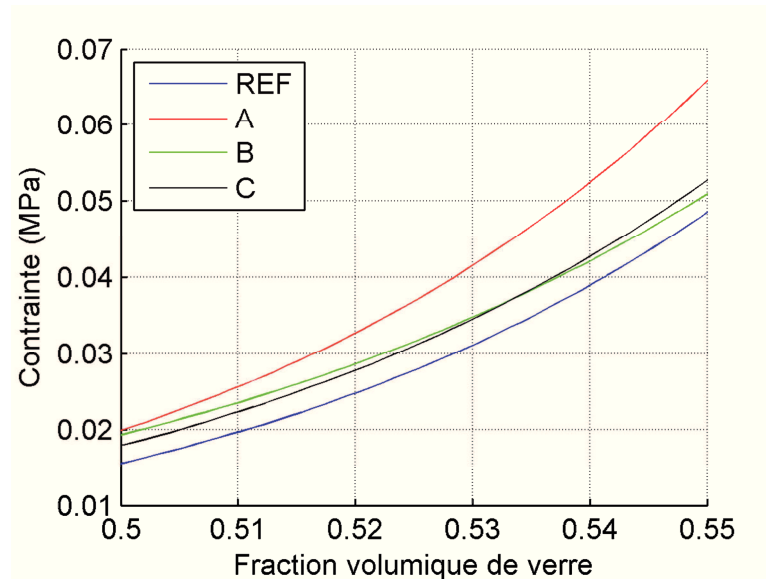
**Tableau III-1 : Conditions expérimentales des essais secs.**

<i>Vitesse de compaction</i>	<i>Surface de compaction</i>	<i>Dimension (mm)</i>	<i>Nombre de plis</i>
2mm.min <sup>-1</sup>	Circulaire	$\phi = 150$	15



**Figure III-1 : Schéma descriptif du montage expérimental de l'essai sec.**

La Figure III-2 présente les résultats des essais de compression transverse sur des empilements fibreux non-imprégnés. La contrainte de compression transverse  $\sigma_{zz}$  est déterminée à partir de la force  $f_{zz}$  sur l'aire du plateau  $S$ . Le choix de cibler la gamme du taux de fibre entre 50% et 55% permet de comparer ces résultats à l'application des renforts. L'architecture de référence est la plus facile à compacter sur la gamme de taux de verre observée. Le renfort A avec sa longueur de couture divisée par deux, se montre le plus rigide. B diffère des tendances des autres renforts par sa plus faible rigidité transverse. Enfin, C montre une tendance similaire à celle de la référence, pour une résistance plus élevée.



**Figure III-2 : Evolution de la contrainte de compression en fonction de la fraction volumique de verre sur une préforme sèche pour les renforts de l'étude.**

A travers ces évolutions, l'influence des paramètres de conception sur la mise en forme peut déjà s'observer. La longueur de couture influence la rigidité de l'empilement à travers le maintien des mèches UD. Elles sont plus contraintes, ce qui minimise la déformation de

l'empilement fibreux au cours de la compaction des renforts. Le motif de couture asymétrique semble avoir un effet inverse. Le renfort se compacte plus rapidement sous l'effet d'une contrainte, résultat d'une couture plus lâche. Enfin, augmenter la taille des mèches de la trame ne change pas le comportement du matériau, mais ajoute une épaisseur liée à celle des fils transverses.

### III.2.2 Essais sur préformes lubrifiées

Les essais sur préformes préalablement imprégnées par une huile de faible viscosité renseignent sur la réponse de l'empilement fibreux lorsque les contacts fibres / fibres sont lubrifiés. Le montage expérimental est modifié afin de permettre à l'huile de s'évacuer dans l'épaisseur, condition nécessaire afin de ne pas générer de pression due à l'écoulement fluide. Cette modification est possible par l'utilisation d'un plateau perforé (Figure III-3) en remplacement du plateau inférieur. Le nouveau montage est décrit dans la Figure III-4. Les conditions d'essai sont données dans le Tableau III-2.

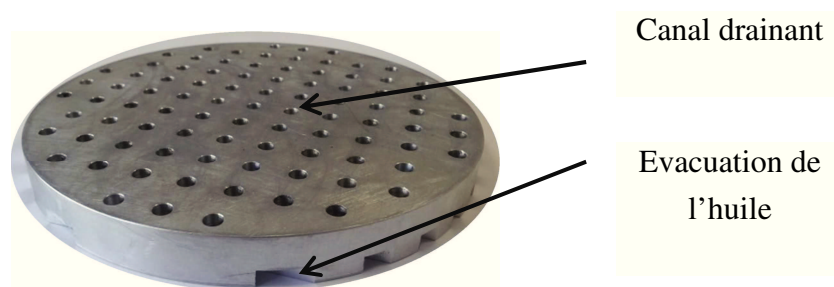


Figure III-3 : Plateau de compression perforé.

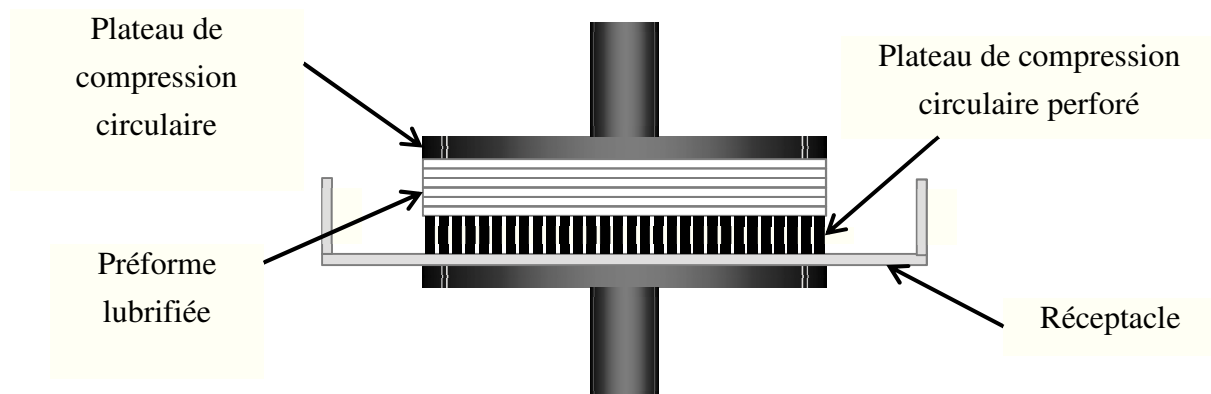
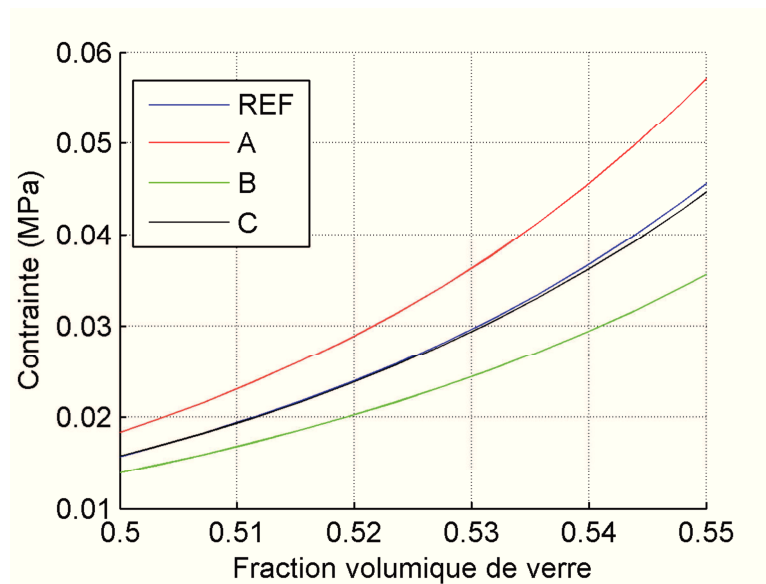


Figure III-4 : Schéma descriptif du montage expérimental permettant une évacuation de l'huile en Z.

**Tableau III-2 : Conditions expérimentales des essais lubrifiés.**

<i>Vitesse de compaction</i>	<i>Surface de compaction</i>	<i>Dimension (mm)</i>	<i>Nombre de plis</i>	<i>Huile</i>
2mm.min <sup>-1</sup>	Circulaire	$\phi = 135$	15	Roth Siliconoil 0.2 Pa.s

La Figure III-5 présente les résultats des essais de compression transverse sur des empilements fibreux imprégnés par une huile de faible viscosité. La contrainte effective  $\sigma_{zz}^0$  est calculée par le ratio de la force  $f_{zz}^0$  sur l'aire du plateau  $S$ . En comparaison à la Figure III-2, des différences notables s'observent pour les renforts *B* et *C*. Ils sont plus affectés par la lubrification des contacts que le renfort de référence. Une réduction de l'écart s'observe également entre les renforts *A* et *REF*. Afin de qualifier l'importance des contacts fibreux, la comparaison des essais secs et lubrifiés est entreprise.



**Figure III-5 : Evolution de la contrainte en fonction de la fraction volumique de fibre sur une préforme lubrifiée pour les renforts de l'étude.**

### III.2.3 Influence des paramètres de conception sur les contacts fibreux

Les données extraites des compressions transverses sur préformes sèches informent sur le comportement des renforts lors du pré-vidé initiale utilisé pour compacter les empilements fibreux pendant le procédé d'infusion. Afin de rapprocher ces résultats aux conditions de mise en forme des renforts dans leur application, les taux de fibre de chaque renfort pour une pression de 0.9 bar sont analysés. En les comparant à leur équivalent sur préforme lubrifiée, une information

qualitative de l'importance des phénomènes de frottement dans les empilements fibreux peut être estimée.

**Tableau III-3 : Influence de la lubrification des contacts sur la fraction volumique de fibres lors de la compaction pour une contrainte de 0.09 MPa.**

<i>Renforts</i>	<i>Compression Sec</i> $V_f$	<i>Compression Lubrifiée</i> $V_f$	<i>Rapport Lubrifiée</i> <i>sur Sec (%)</i>
<b>REF</b>	0.579	0.591	2.08
<b>A</b>	0.564	0.579	2.68
<b>B</b>	0.580	0.607	4.48
<b>C</b>	0.576	0.593	2.88

Le Tableau III-3 rapporte les taux de fibre des renforts secs et lubrifiés pour une contrainte équivalente à celle induite par le vide lors de l'infusion. Le rapport des deux valeurs renseigne sur l'augmentation de la fraction volumique de fibre lorsque la préforme est libérée des frottements. L'effet de la longueur de couture dans ce cas peut être associé au relâchement d'un plus grand nombre de contacts, conséquence du plus grand nombre d'éléments présents dans le renfort. Le motif de couture (lâche) permet un gain double comparé au dessin symétrique. Ce dernier entraîne une plus grande déformation des mèches une fois lubrifiée. Elles peuvent donc occuper plus facilement l'espace disponible dans leur voisinage. Enfin, la trame plus ouverte de C est susceptible de permettre aux mèches UD de subir de l'imbrication.

Les analyses initiales s'intéressant uniquement au comportement lors de compressions transverses des renforts ont révélé de grandes différences induites par les paramètres de fabrications des renforts. Ainsi, le contrôle de ces paramètres permet notamment de jouer sur le taux de fibre de la pièce finale lorsque les conditions de vide de l'infusion sont fixes. Il est important de noter que le phénomène de lubrification lors de l'infusion s'effectue une fois la préforme compactée à sec. Lors de l'infusion, le taux de fibre de la préforme devrait se situer entre la courbe de l'état sec et celle de l'état lubrifié.

### III.3 Estimation des perméabilités à partir de données expérimentales

Cette partie est consacrée à la détermination des coefficients du tenseur de perméabilité  $K$  pour les renforts de l'étude. Dans ses directions principales (X,Y,Z), ce tenseur est diagonal et s'exprime ainsi :



$$K = \begin{bmatrix} K_X & 0 & 0 \\ 0 & K_Y & 0 \\ 0 & 0 & K_Z \end{bmatrix} \quad (\text{III-1})$$

La méthode de mesure de perméabilité repose sur une campagne expérimentale de compression de renforts fibreux. Dans un premier temps, les données expérimentales nécessaires à l'obtention du tenseur de perméabilité  $K$  sont présentées, puis, l'algorithme permettant d'obtenir le coefficient hors plan est rappelé. Ensuite, l'adaptation de la méthode à des mesures de perméabilités planes découplées est proposée. Enfin, la méthode est appliquée aux renforts de l'étude afin de déterminer les tenseurs de perméabilité.

### III.3.1 Descriptif de la méthode

La méthode choisie pour déterminer les perméabilités des renforts de l'étude est basée sur des essais de compaction. La force exercée par l'empilement fibreux ainsi que la pression de fluide générée par la résine sont mesurées au cours de la compression. L'avantage notable de cette technique réside dans la capacité d'estimer les coefficients du tenseur de perméabilité pour une large gamme de taux de verre et en continue.

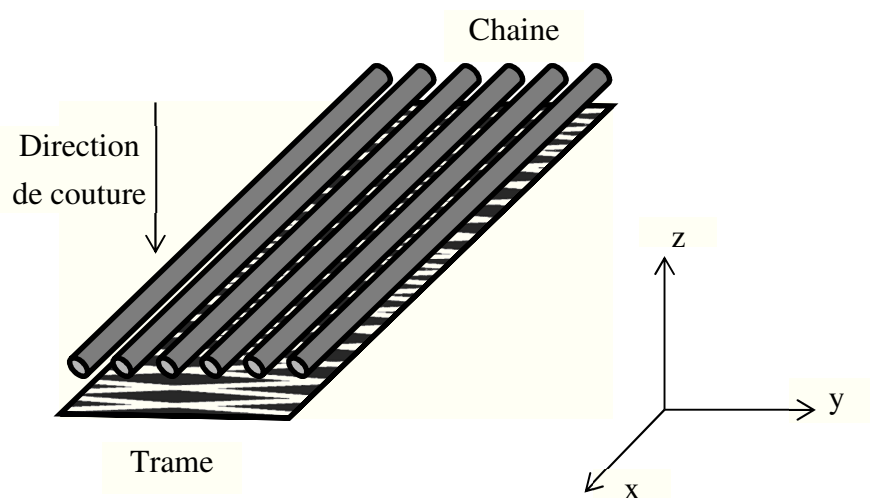
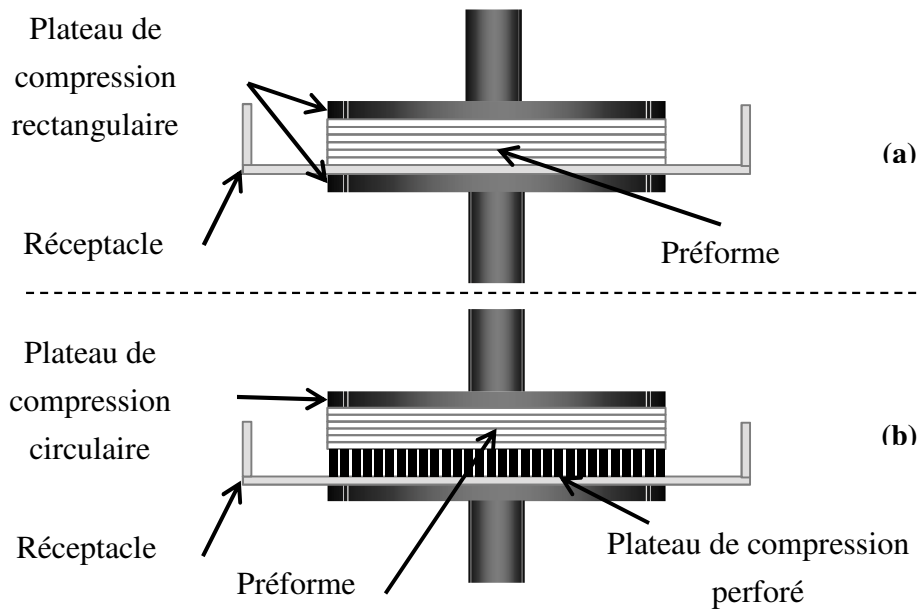


Figure III-6 : Référentiel du matériau

La campagne expérimentale consiste en quatre essais de compaction transverse sur renforts préalablement imprégnés. A travers ces essais, la contrainte effective totale  $\sigma_{zz}$ , résultant de la combinaison de la réponse effective de l'empilement fibreux  $\sigma_{zz}^0$  et de la pression du fluide expulsé  $\sigma_{fluide}$  est mesurée. En appliquant l'hypothèse de Terzaghi, le coefficient de Biot ( $b = 1$ ) est fixé. Ce dernier permet de considérer l'effet de la pression fluide sur le réseau poreux. Cette hypothèse est due au fait que la rigidité du matériau fibreux est très inférieure à celle du verre le constituant [32]. La contrainte effective d'un matériau poreux saturé s'écrit donc

$$\sigma_{zz} = \sigma_{zz}^0 + \sigma_{fluide} \quad (III-2)$$

Le premier essai consiste à déterminer la réponse du squelette fibreux lubrifié  $\sigma_{zz}^0$ . Cet essai, qualifié par la suite d'essai de *référence*, est effectué sur une préforme imprégnée par une huile silicone ROTH Siliconöil M20 de faible viscosité (0.2 Pa.s) avec un plateau de compression perforé (cf. III.2.2). Lors de l'essai, la faible viscosité de l'huile ne génère pas de pression fluide ( $f_{zz} = 0$ ) mais va lubrifier les contacts fibres / fibres, permettant la mesure de  $\sigma_{zz}^0$  uniquement. Les autres essais imprégnés, impliquant une huile silicone ROTH Siliconöil de plus forte viscosité (1 Pa.s), vont permettre de générer une pression fluide lors de l'écoulement de l'huile dans le milieu poreux. Trois essais de ce type sont effectués, différenciés par la direction principale empruntée par le fluide. Deux essais permettent d'extraire les coefficients dans le plan du tenseur de perméabilités ( $K_X, K_Y$ ), et un essai détermine le coefficient hors plan ( $K_Z$ ). Sur chacun de ces trois essais,  $\sigma_{zz}$  la contrainte calculée à partir de la cellule de force, est obtenue pour chaque direction selon le référentiel du matériau (Figure III-7).



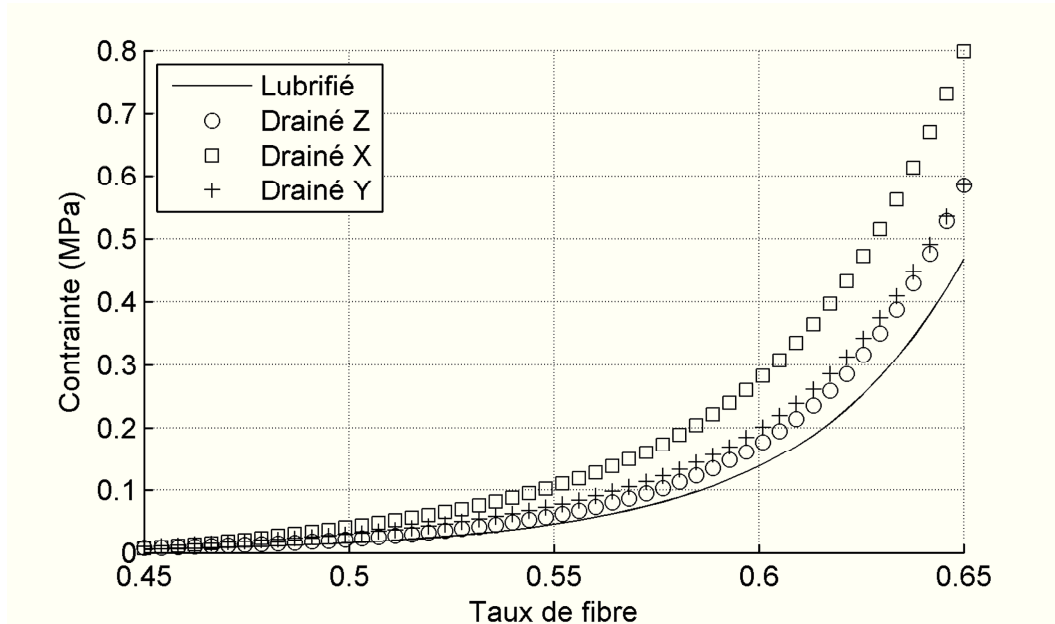
**Figure III-7 : Montage pour les essais de compaction sur renforts préalablement imprégnés par un fluide de forte viscosité. (a) Cas plan. (b) Cas transverse.**

Les résultats extraits de ces essais sont présentés sous forme d'évolution de la contrainte en fonction de la fraction volumique de verre. Les valeurs de contraintes sont déterminées à partir de la force et de la surface de l'échantillon tandis que le taux de fibre est estimé selon la relation suivante :

$$V_f = \frac{NA_w}{\rho h} \quad (III-3)$$

Où  $N$  est le nombre de plis,  $A_w$  la masse surfacique du renfort,  $\rho$  la masse volumique des fibres ( $2.62 \text{ Kg.cm}^{-3}$ ) et  $h$  l'épaisseur de la préforme.

Figure III-8 présente le type de tendance retrouvé lors de la superposition des résultats des différents essais. Il apparaît que les différences de contraintes pour un taux de fibre donné sont intuitivement liées au tenseur de perméabilité  $K$  du renfort.



**Figure III-8 : Résultats types d'une campagne expérimentale pour des mesures de coefficients de perméabilité. Matériau de référence.**

Pour chaque essai drainé, la différence entre la contrainte de l'essai  $\sigma_{zz}$  et la contrainte de l'essai de référence  $\sigma_{zz}^0$  donne la valeur de la pression fluide  $\sigma_{fluide}$  s'écoulant dans le réseau poreux pour chaque taux de fibre du matériau. Cette valeur est à la base de l'analyse inverse permettant la détermination des coefficients du tenseur de perméabilité.

### III.3.2 Identification de la perméabilité transverse

#### III.3.2.1 Formulation du problème

Dans le cas transverse, l'essai permettant le calcul de la perméabilité transverse est effectué sur un montage comprenant un plateau circulaire perforé. L'équation de la conservation de la masse couplée à la loi de Darcy permet de modéliser le phénomène de consolidation en reliant la pression du liquide aux perméabilités du milieu poreux. Les fibres sont supposées immobiles dans le plan et le fluide peut évoluer selon les trois dimensions de l'espace. La loi de Darcy doit être applicable avec les perméabilités uniquement fonction de la fraction volumique de fibre [31]. L'équation de consolidation en coordonnées cartésiennes (III-4) est formulée ; pour

l'application sur un plateau circulaire, elle est réduite dans le système de coordonnées cylindriques (III-5).

$$K_x \frac{\partial^2 P}{\partial x^2} + K_y \frac{\partial^2 P}{\partial y^2} + K_z \left( \frac{V_f}{V_f^0} \right)^2 \frac{\partial^2 P}{\partial z^2} = -\mu \frac{\dot{V}_f}{V_f} \quad (\text{III-4})$$

$$\frac{K_p}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial P}{\partial r} \right) + K_z \left( \frac{V_f}{V_f^0} \right)^2 \frac{\partial^2 P}{\partial z^2} = -\mu \frac{\dot{V}_f}{V_f} \quad (\text{III-5})$$

où  $P$  est la pression fluide, et  $V_f$  le taux de fibre correspondant à une épaisseur de renfort  $h$ .  $V_f^0$  est le taux de verre naturel du matériau, correspondant à une épaisseur  $h_0$  du renfort non contraint.  $\dot{V}_f$  est analogue à la vitesse de compression transverse  $\dot{h}$ .  $r$  est un point du rayon  $R$  et  $K_p$  s'écrit :

$$K_p = \sqrt{K_x K_y} \quad (\text{III-6})$$

En choisissant les paramètres adimensionnels

$$\hat{r} = \frac{r}{R}, \hat{z} = \frac{z}{h}, \hat{p} = \frac{p}{p_c}$$

avec  $p_c$  est la pression fluide adimensionnée. Et

$$\frac{V_f}{V_f^0} = \frac{h_0}{h} \text{ et } \frac{\dot{V}_f}{V_f} = -\frac{\dot{h}}{h}$$

L'adimensionnalisation de l'équation (III-5) s'écrit :

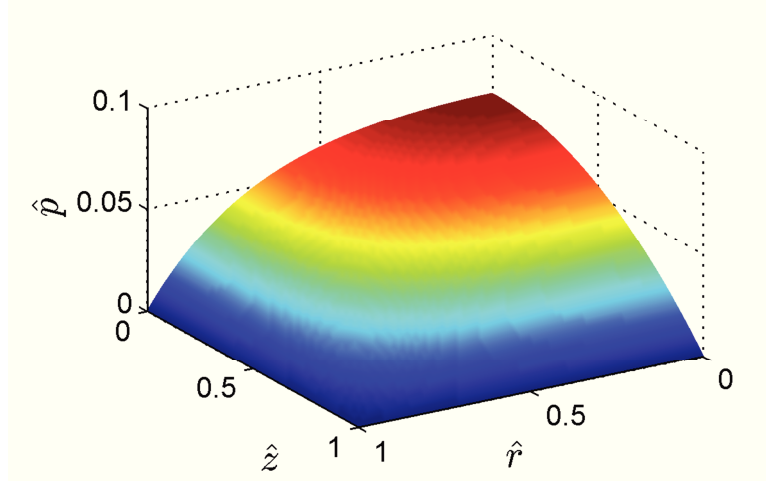
$$\frac{1}{\hat{r}} \frac{\partial}{\partial \hat{r}} \left( \hat{r} \frac{\partial \hat{p}}{\partial \hat{r}} \right) + m \frac{\partial^2 \hat{p}}{\partial \hat{z}^2} = -1 \quad (\text{III-7})$$

avec les coefficients adimensionnels suivant [32] :

$$m = \frac{K_z R^2 h_0^2}{K_p h^4} \text{ et } p_c = -\frac{\mu \dot{h} R^2}{h K_p} \quad (\text{III-8})$$

Dans un tel cas, l'écoulement à la base de la préforme est permis. Les pressions aux bords et à la base du disque sont nulles. Le gradient de pression à la limite du plateau supérieur est également nul. Il convient de noter que  $\dot{h}$  (ou  $\dot{V}_f$ ) est négatif pendant un essai de compression.

A présent, la résolution de l'équation (III-7) pour une valeur de  $\mathbf{m}$  est réalisée sur un maillage cylindrique par la méthode des différences finies. Elle permet la détermination du champ de pression  $\hat{p}(\mathbf{r}, \mathbf{z})$  appliqué sur le plateau supérieur (Figure III-9). La solution de l'équation correspond au champ de pression fluide lors d'un essai dont les dimensions du plateau de compression et les perméabilités planes combinées valent  $\mathbf{m}$ .

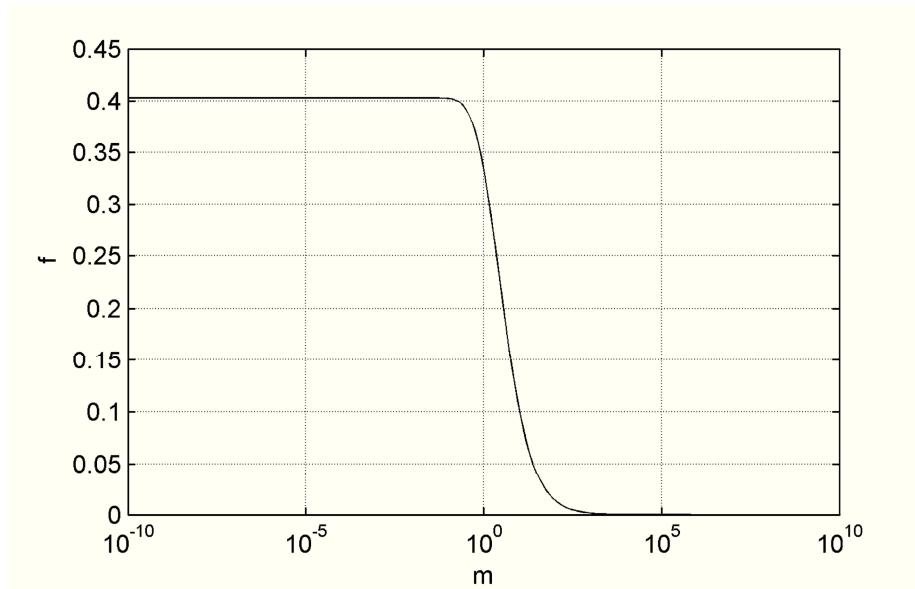


**Figure III-9 : Champ de pression adimensionalisé sur plateau circulaire perforé issu de la résolution de l'équation (II.4) pour un jeu de paramètre défini.**

En intégrant  $\hat{p}$  sur la surface, la force adimensionalisée

$$\hat{f} = 2\pi \int \hat{p} r dr \quad (\text{III-9})$$

est obtenue. En répétant l'opération pour une large gamme de valeur  $\mathbf{m}$ , la courbe maitresse englobant tous les couples possibles de matériaux et perméabilités est établie (Figure III-10).



**Figure III-10 : Courbe maîtresse pour la détermination de la perméabilité transverse.**

La force redimensionnalisée s'écrit :

$$f = \hat{f} p_c R^2 \quad (\text{III-10})$$

La contrainte fluide est ainsi :

$$\sigma_{fluide} = \frac{f}{S} = \frac{\hat{f} p_c R^2}{S} \quad (\text{III-11})$$

Expérimentalement, la différence de contrainte de l'essai transverse avec l'essai de référence permet d'écrire selon (III-2):

$$\sigma_{fluide} = \sigma_{zz} - \sigma_{zz}^0 = \frac{f_{zz}}{S} - \frac{f_{zz}^0}{S} = \frac{f_{exp}}{S} \quad (\text{III-12})$$

où  $f_{exp}$  est la différence de force  $f_{zz} - f_{zz}^0$ . Ainsi, pour toutes valeurs  $f_{exp}$  mesurée expérimentalement, la valeur correspondant de  $\hat{f}$  est telle que :

$$\hat{f} = \frac{f_{exp}}{p_c R^2} \quad (\text{III-13})$$

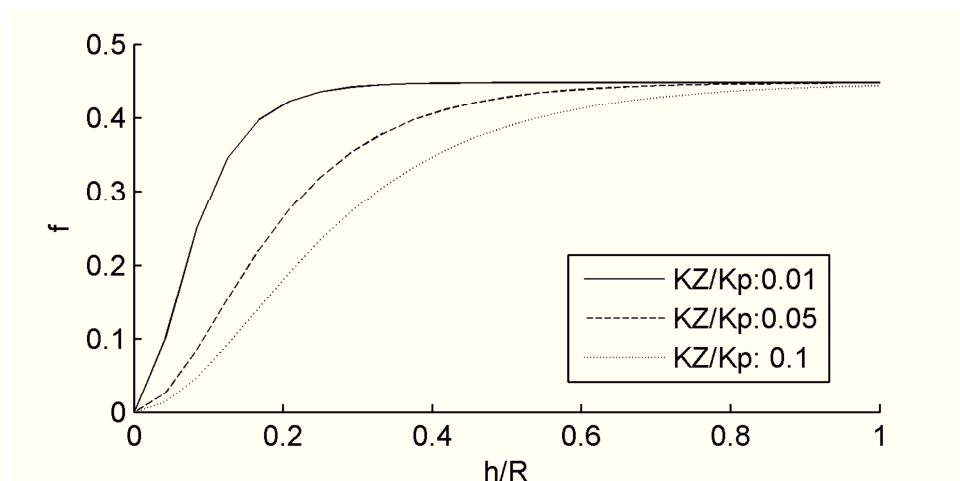
La valeur de perméabilité  $K_z$  est obtenue grâce à la courbe maîtresse (Figure III-10) telle que :

$$K_z = m \frac{K_p h^4}{R^2 h_0^2} \text{ et } \hat{f}(m) = \frac{f_{exp}}{p_c R^2} \quad (\text{III-14})$$

### III.3.2.2 Dimensionnement de l'essai transverse

Afin de définir les conditions expérimentales des essais de compressions transverses utilisées pour déterminer la perméabilité selon Z (Figure III-7(b)), une étude de la sensibilité de la méthode aux paramètres de l'expérience a été réalisée. Les aspects étudiés concernent en particulier le nombre de plis ainsi que le rayon du plateau de compression à utiliser pour avoir une bonne sensibilité de mesure.

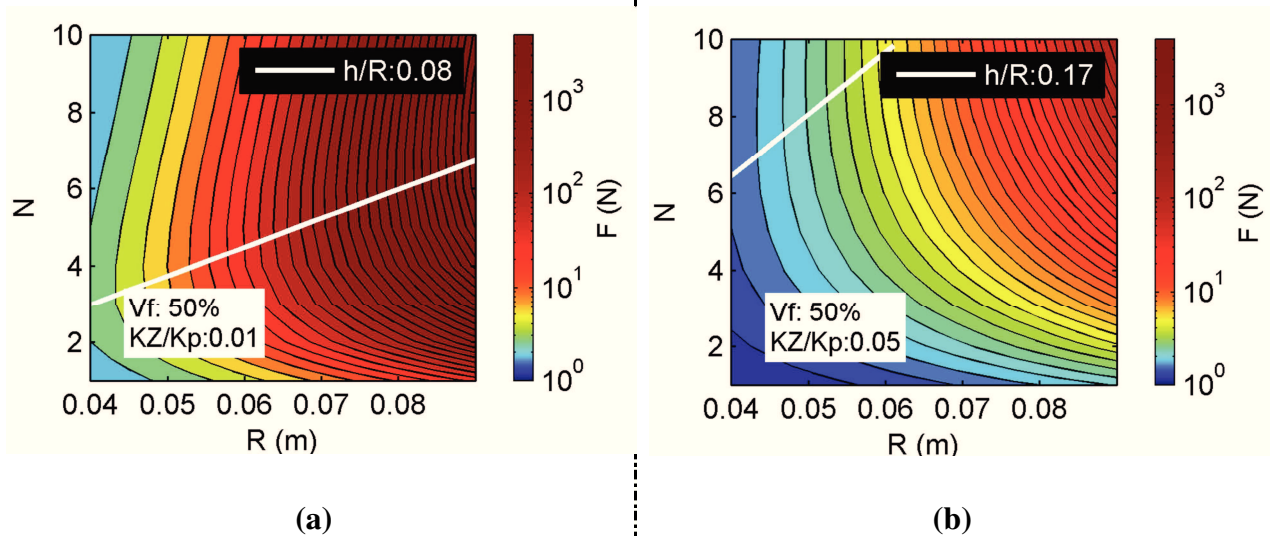
L'analyse du rapport de l'épaisseur de l'empilement  $h$  sur le rayon de plateau  $R$  pour différents couples de perméabilité plan et hors plan ( $K_p/K_z$ ) permet de cibler les rapports de forme propices à la génération d'une pression de fluide suffisante selon Z.



**Figure III-11 : Influence du rapport de forme sur la pression du fluide adimensionnée pour trois rapports de perméabilité, à une fraction volumique de 50 %.**

La Figure III-11 présente la force adimensionnée issue de simulations en fonction du rapport de forme pour 3 rapports de perméabilité. Il convient de noter que la méthode sera plus sensible pour des valeurs de  $\hat{f}$  proches de 0.3. L'action de compression tend à diminuer le rapport de forme au cours de l'essai, et donc  $\hat{f}$ . Les tendances illustrées ci-dessus démontrent que plus la perméabilité  $K_z$  est élevée comparée à la perméabilité plane équivalente, plus un faible nombre de couches est nécessaire. Ceci s'explique par le fait que sur un empilement d'épaisseur  $h$ , la contribution de l'écoulement plan est proportionnel au nombre de plis, contrairement à l'écoulement transverse. La perméabilité dans le plan étant généralement plus élevée, augmenter  $N$  (i.e. augmenter  $h$ ) induit un écoulement majoritaire dans le plan, rendant l'écoulement hors plan négligeable et donc réduit la sensibilité à la mesure de  $K_z$ .





**Figure III-12 : Estimation de la force générée par la pression du fluide lors d'un essai de compaction transverse pour deux rapports de perméabilité plan-hors plan. Les paramètres matériaux utilisés sont ceux des renforts de l'étude.**

Une fois le rapport de forme défini, il convient de déterminer les dimensions de  $h$  et  $R$ .  $h$  s'apparente au nombre de plis  $N$  de l'empilement pour une fraction volumique de verre définie. La Figure III-12 présente une estimation de la force générée par la pression du fluide pour différents rapports de perméabilité, en fonction du rayon des plateaux de compression et du nombre de plis utilisés dans l'empilement. Il apparaît que plus le rapport de perméabilité est proche de 1, plus la pression fluide générée sera faible sur la gamme de dimensions prises en compte. Afin de déterminer le rayon du plateau de compression et le nombre de plis à utiliser, il est nécessaire de tenir compte des dimensions de la machine d'essai ainsi que de la capacité de sa cellule de force. D'après la littérature [32], un rapport de perméabilité  $K_Z/K_p$  de 0.01 est usuel sur les renforts NCF UD. A partir de la Figure III-12(a), un rayon de 67.5 mm pour le plateau circulaire perforée et un empilement de 7 plis sont choisis.

### III.3.3 Identification de la perméabilité dans le plan

#### III.3.3.1 Formulation du problème

L'équation de consolidation 3D en coordonnée cartésienne (III-4) fait apparaître les coefficients des perméabilités planes. Une approche analogue à celle décrite pour déterminer la perméabilité transverse doit donc être applicable. Cependant, il est nécessaire de développer un montage expérimental permettant d'annuler l'écoulement hors plan dans la préforme. Il suffit donc d'empêcher l'évacuation de l'huile selon  $Z$ , par l'utilisation de plateaux non-perforés. Les plateaux circulaires ne permettent pas de différencier les deux orientations principales planes. Par

conséquent, des plateaux de compressions non-perforés et rectangulaires sont utilisés. En alignant précisément l'orientation du plateau avec un des deux axes du plan (x,y), les différences des champs de pression fluide sont mises en évidence, conséquences des différentes valeurs des coefficients de perméabilités planes. L'étape suivante consiste à adimensionnaliser l'équation (III-4), afin de rendre la méthode applicable à différents matériaux et différents rapport de forme du plateau rectangulaire. Les coefficients adimensionnels sont :

$$\hat{x} = \frac{x}{L_x}, \hat{y} = \frac{y}{L_y}, \hat{z} = \frac{z}{h}, \hat{p} = \frac{p}{p_c}$$

De plus,

$$\frac{V_f}{V_f^0} = \frac{h_0}{h} \quad \text{et} \quad \frac{\dot{V}_f}{V_f} = -\frac{\dot{h}}{h}$$

$L_x$  et  $L_y$  sont les dimensions du plateau dans le plan (x, y). En appliquant ces substitutions à l'équation (III-4), la formulation suivante est obtenue :

$$\left\{ \frac{K_x}{L_x^2} \right\} \frac{\partial^2 \hat{p}}{\partial \hat{x}^2} + \left\{ \frac{K_y}{L_y^2} \right\} \frac{\partial^2 \hat{p}}{\partial \hat{y}^2} + K_z \left\{ \frac{V_f^2}{V_0^2} \right\} \frac{\partial^2 \hat{p}}{\partial \hat{z}^2} = \mu \frac{h}{h p_c} \quad (\text{III-15})$$

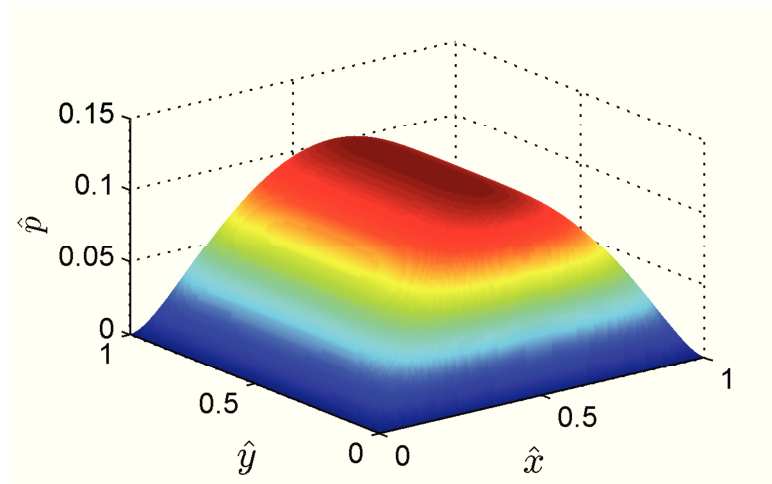
Dans le cadre d'un essai plan, où le flux hors plan est contraint à la base de la préforme par un plateau non perforé, le gradient de pression selon  $z$  est nul. En réarrangeant l'équation (III-15), l'expression finale suivante est développée :

$$m \frac{\partial^2 \hat{p}}{\partial \hat{x}^2} + \frac{\partial^2 \hat{p}}{\partial \hat{y}^2} = -1 \quad (\text{III-16})$$

Avec

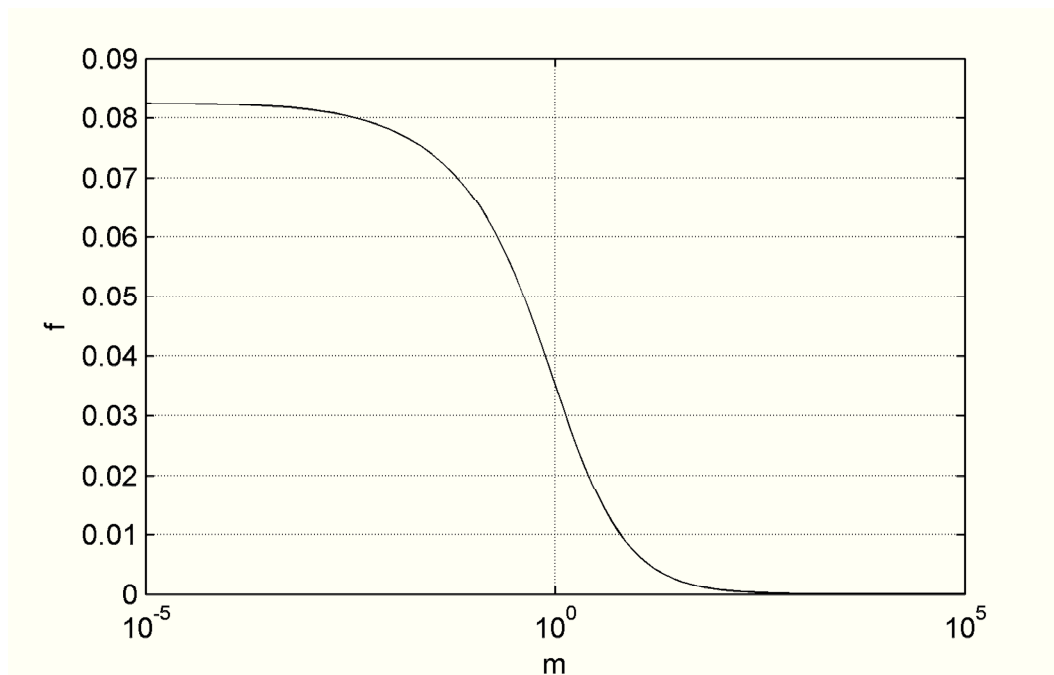
$$m = \frac{L_y^2 K_x}{L_x^2 K_y} \quad \text{et} \quad p_c = -\frac{\mu \dot{h} L_x^2}{h K_x} \quad (\text{III-17})$$

La résolution de l'équation (III-16) permet de simuler le champ de pression fluide lors d'un essai. De la même manière que pour le problème hors plan, cette équation est résolue par différences finies sur un maillage rectangulaire, pour une large gamme de valeur  $m$ . Une nouvelle courbe maitresse est générée (Figure III-14). D'après les équations (III-17), les dimensions du plateau de compression rectangulaire doivent être définies en tenant compte du rapport des perméabilités planes du renfort. Sans cette condition, le calcul de la valeur  $m$  peut tendre vers l'infini.



**Figure III-13 : Champ de pression adimensionné sur plateau rectangulaire non-perforé issu de la résolution de l'équation (III-16) pour un jeu de paramètres définis.**

Dans le cas d'un matériau poreux anisotrope, l'équation (III-16) ne permet pas la détermination des deux perméabilités planes  $K_x$  ou  $K_y$  avec un seul essai plan. Deux essais plans sont alors intégrés dans la méthode. La préforme est orientée différemment sous le plateau rectangulaire dans les deux cas (suivant les axes principaux du matériau). Le problème consiste donc à résoudre deux équations à deux inconnues. Pour la première équation, l'équation (III-16) est utilisée tandis que la seconde équation est analogue à la première suivant l'orientation secondaire. Ceci implique différentes expressions des coefficients  $m$  et  $p_c$ , définis alors  $m_\alpha$  et  $p_{c\alpha}$  avec  $\alpha \in \{x, y\}$  selon le référentiel du matériau. Elles sont exprimées dans le Tableau III-4.

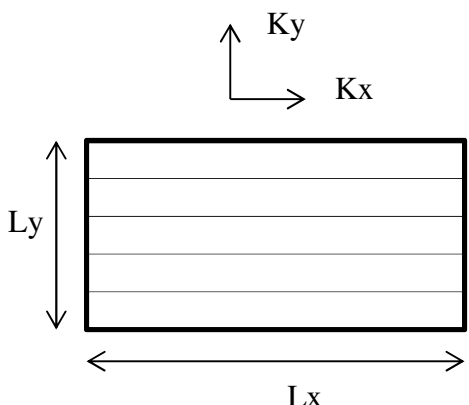
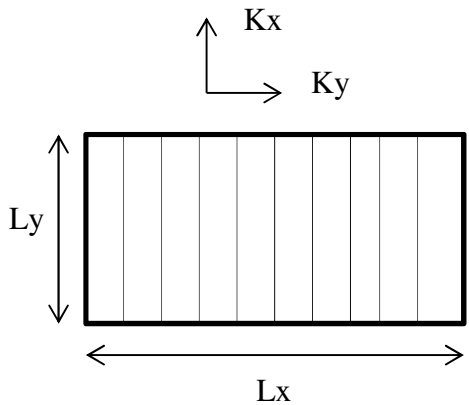


**Figure III-14 : Courbe maitresse dans le cas d'essais plans.**

La résolution du problème requiert la détermination d'un unique couple  $(m_x, m_y)$ . L'unicité de la solution est assurée en appliquant une condition liant les coefficients  $m_\alpha$ . Le rapport des perméabilités planes  $K_X/K_Y$  est égal indépendamment des deux essais plans. D'après l'expression des coefficients  $m_\alpha$  présenté dans le Tableau III-4, la condition d'unicité suivante est déterminée :

$$m_x - \frac{L_x^4}{L_y^4} m_y = 0 \quad (\text{III-18})$$

**Tableau III-4 : Paramètres adimensionnels en fonction de l'orientation du matériau lors de l'essai.**

<i>Orientation</i>	$m_\alpha$	$p_{c\alpha}$	<i>Schéma du renfort sur le plateau rectangulaire</i>
$\alpha = x$	$m_x = \frac{L_x^2 K_x}{L_y^2 K_y}$	$p_{cx} = -\frac{\mu h L_x^2}{h K_x}$	
$\alpha = y$	$m_y = \frac{L_y^2 K_x}{L_x^2 K_y}$	$p_{cy} = -\frac{\mu h L_y^2}{h K_x}$	

De plus, le rapport des coefficients  $p_{c\alpha}$  (Tableau III-4), permet de parvenir à l'égalité suivante :

$$\frac{p_{cx}}{p_{cy}} = \frac{L_x^2}{L_y^2} \quad (\text{III-19})$$

Les forces mesurées lors des essais sont adimensionalisées pour chaque orientation :

$$\widehat{f}_\alpha = \frac{f_\alpha}{p_{c\alpha} L_x L_y} \quad (\text{III-20})$$

Leur redimensionnalisation s'effectue suivant :

$$f_\alpha = \widehat{f}_\alpha p_{c\alpha} L_x L_y \quad (\text{III-21})$$

La contrainte fluide s'obtient suivant :

$$\sigma_{fluide \alpha} = \frac{f_\alpha}{L_x L_y} = \widehat{f}_\alpha p_{c\alpha} \quad (\text{III-22})$$

D'après (III-12), pour tout couple de valeurs  $f_{exp \alpha}$  obtenues expérimentalement, la valeur correspondant  $\widehat{f}_\alpha$  s'écrit :

$$\widehat{f}_\alpha = \frac{f_{exp \alpha}}{p_{c\alpha} L_x L_y} \quad (\text{III-23})$$

En appliquant la relation (III-23) aux coefficients  $p_{c\alpha}$  dans l'égalité (III-19), le problème à minimiser est défini par l'équation (III-24). La minimisation implique une interpolation des valeurs  $f_{exp \alpha}$  sur la courbe maîtresse Figure III-14. Elle doit simultanément satisfaire la condition (III-18). Le problème est résolu à l'aide du logiciel Matlab<sup>®</sup> et de la fonction *fmincon*. Cette dernière permet de déterminer les variables d'un problème possédant plusieurs inconnues reliées par une contrainte.

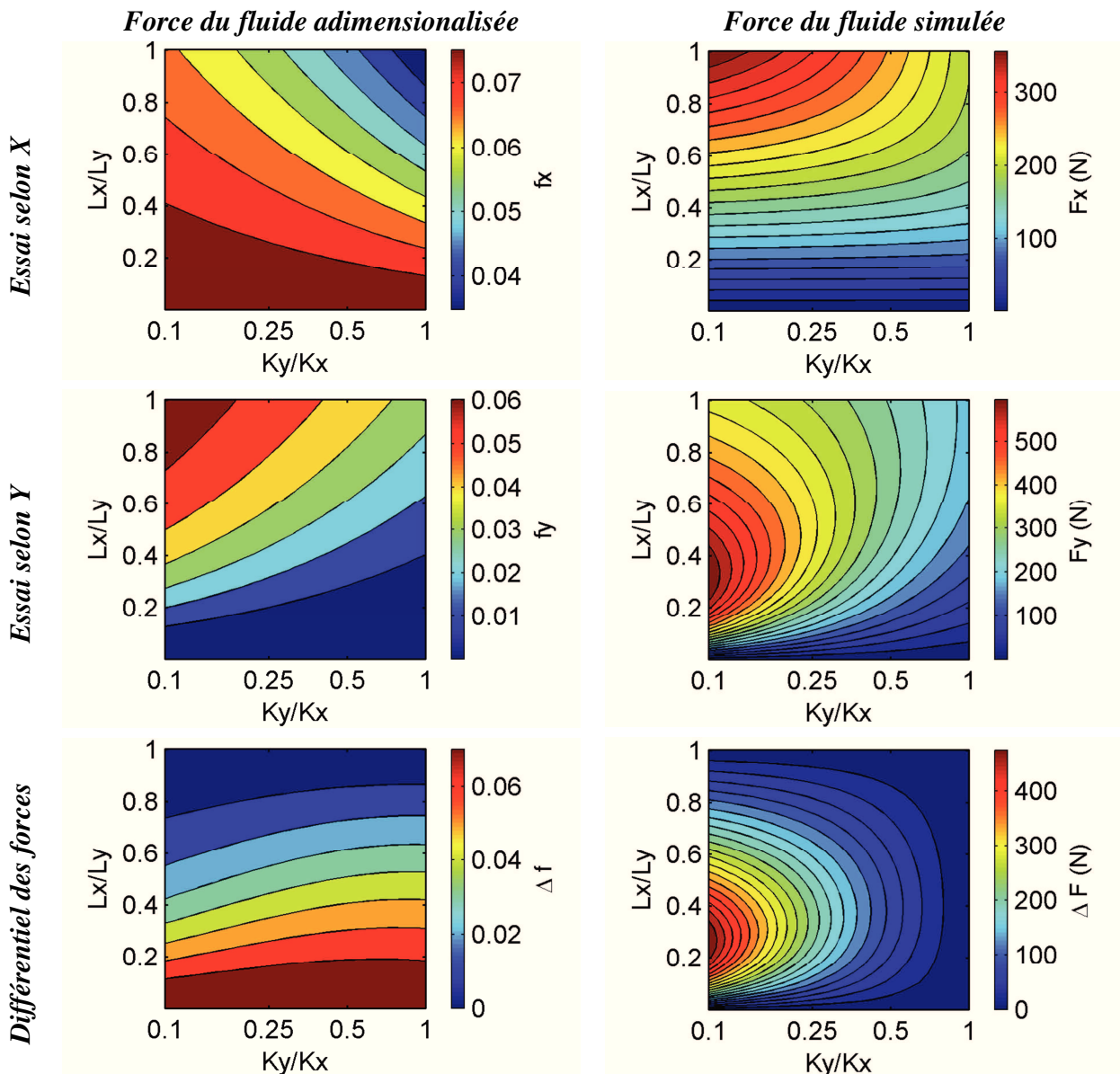
$$\frac{\widehat{f}(m_x)}{\widehat{f}(m_y)} - \frac{f_{exp x} L_x^2}{f_{exp y} L_y^2} = 0 \quad (\text{III-24})$$

### III.3.3.2 Dimensionnement des essais plans

En suivant la même approche que celle développée dans au paragraphe III.3.2.2, une analyse de la sensibilité de la méthode est utilisée afin de déterminer les dimensions du plateau rectangulaire à utiliser. Cette méthode impliquant deux essais, la sensibilité de la mesure des

perméabilités planes  $K_x$  et  $K_y$  doit être dépendante de la force adimensionalisée du fluide de chaque essais (notée  $f_x$  et  $f_y$ ) mais aussi de leur différence (notée  $\Delta f$ ).

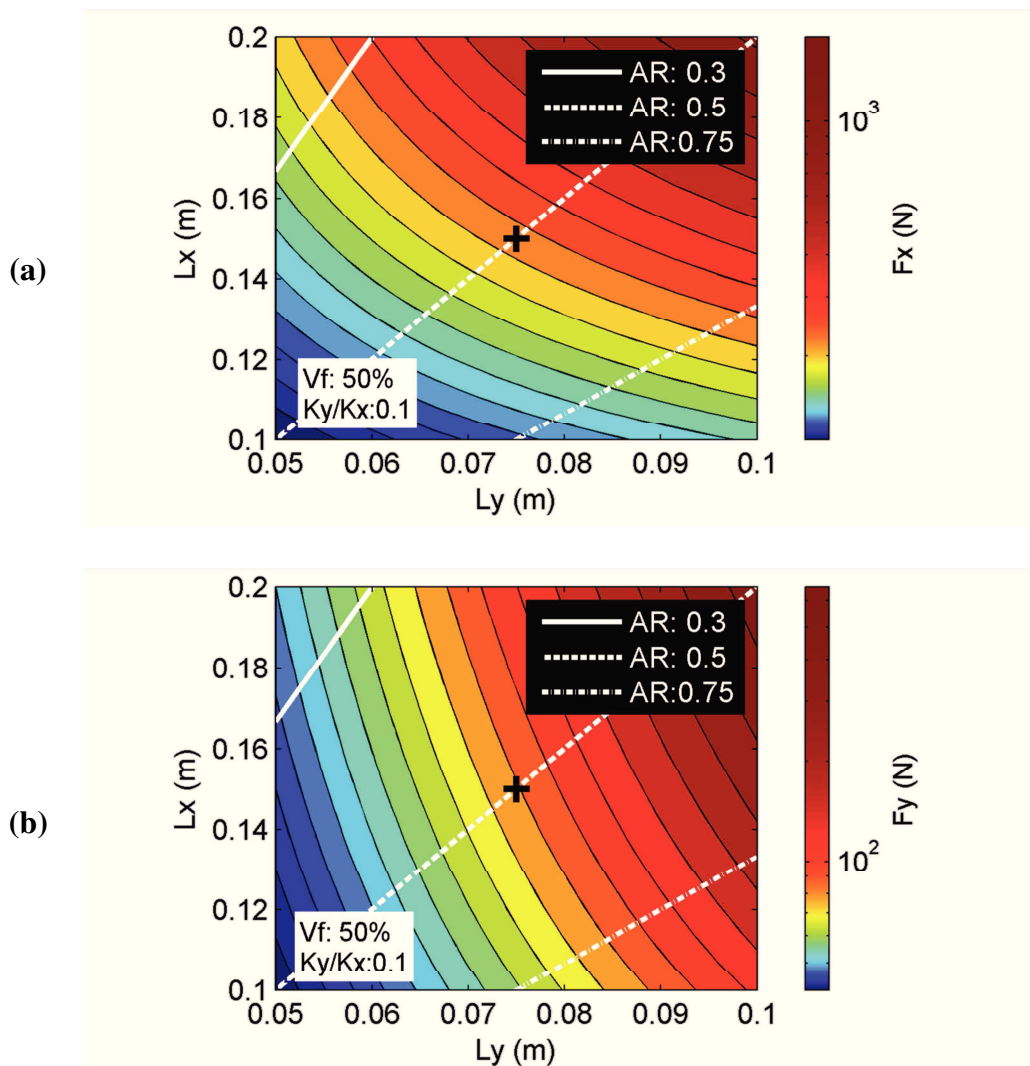
Le premier point à déterminer est le rapport de forme du plateau rectangulaire. Ce ratio doit permettre de générer une différence notable entre les essais selon X ou Y. La Figure III-15 présente les valeurs de force fluide simulée et adimensionalisée en fonction du rapport de forme et du rapport des perméabilités planes. Sur ces graphiques, l'intérêt est de déterminer, pour un rapport de perméabilité plane donné, le rapport de forme  $L_x/L_y$  permettant de générer des pressions du fluide dans la gamme de précision de la courbe maitresse et mesurable par la machine d'essai. Ainsi, des rapports de forme du plateau rectangulaire entre 0.4 et 0.6 offrent une bonne précision de mesure de par leur capacité à générer un écart suffisant des forces adimensionalisées tout en restant sur la zone de sensibilité de la courbe maitresse. D'un point de vue expérimental, des rapports de forme entre 0.2 et 0.5 apparaissent plus adaptés pour générer un différentiel de pression conséquent entre les essais selon X et Y. Cet aspect reste cependant dépendant de la capacité de la cellule de force. Par ailleurs, des rapports de forme petits ( $<0.25$ ) introduisent des problèmes géométriques vis-à-vis de la petite dimension du plateau. En effet, il est possible que suivant cette direction, le matériau ne possède pas de cellule périodique. L'adaptation de la petite dimension à la taille de la cellule périodique nécessiterait un plateau trop long.



**Figure III-15 : Influence du rapport de forme et du rapport de perméabilités planes sur les forces du fluide adimensionnalisées et simulées pour des essais selon X et Y.**

La gamme de rapport de forme du plateau rectangulaire pertinente en adaptée se situe entre 0.4 et 0.5. Une fois le choix du rapport défini, les dimensions du plateau sont déterminées à partir de la figure III-16. Cette dernière présente, pour les essais selon X et Y, la force de fluide simulée en fonction des dimensions du plateau, pour un rapport de perméabilité plan et une fraction volumique de verre fixés. Pour cette campagne expérimentale, un plateau de 150 x 75 mm<sup>2</sup> (rapport de forme de 0.5) est choisi.





**figure III-16 : Force du fluide simulée de l'essai X (a) et Y (b) en fonction des dimensions du plateau rectangulaire.**

A partir des quatre essais de compaction et des deux méthodes d'identification, le tenseur de perméabilité est déterminé pour la gamme de taux de fibre balayée par les essais de compressions transverses. Cependant, une imprécision sur la valeur du coefficient hors plan estimé avec la méthode décrite ci-dessus persiste. En effet, la modélisation du problème transverse suppose une pression nulle à la base de la préforme, condition non satisfaite avec le montage expérimental existant. Bien que la tendance en fonction du taux de fibre reste correcte, la valeur de perméabilité est donc légèrement sous-estimée. La validité des coefficients plans déterminés sera, quant à elle, discutée lors de leurs comparaisons avec les mêmes coefficients mesurés par une méthode de mesure de perméabilité à l'air. Cependant, cette dernière technique ne permet pas la mesure de la composante  $K_z$ .

### III.3.4 Précautions expérimentales

Le dimensionnement des montages expérimentaux a été effectué au moyen de l'équation de pression utilisée pour identifier le tenseur de perméabilité par des essais de compaction. Néanmoins, deux paramètres, la vitesse de compaction et la viscosité de l'huile, influençant la pression fluide générée, n'ont pas été fixés. Dans le cas d'une mauvaise calibration de ces paramètres, la pression générée peut déformer latéralement la préforme fibreuse. Une campagne préliminaire est alors engagée afin de déterminer les valeurs de ces deux paramètres.

#### III.3.4.1 Influence de la viscosité et de la vitesse de compaction

Les essais de compaction à l'origine des mesures de perméabilités doivent être capable de générer une pression fluide sans provoquer de déplacements de mèches (condition nécessaire à l'application de la loi de Darcy). Cette condition est satisfaite en calibrant le couple vitesse de compaction / viscosité de l'huile. Dans cette étude, la calibration de la viscosité pour la vitesse de compaction définie est réalisée en modifiant la vitesse pour une viscosité donnée sur un essai de type plan selon X, générant généralement la plus forte pression du fluide.

La Figure III-17 présente l'état de deux renforts après avoir été soumis à un essai de compaction. La viscosité de l'huile utilisée est la même pour les deux essais. Un facteur 4 différencie la vitesse de compaction  $v_1$  de la vitesse de compaction  $v_2$ . A gauche, le renfort n'a pas subi de déplacement des fils dans le plan, impliquant que la pression mesurée au cours de cet essai est bien représentative d'une pression générée par l'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux latéralement incompressible. A droite, la pression du fluide trop élevée provoque un déplacement latéral des mèches.

Ces essais préliminaires permettent de mettre en avant deux aspects intéressants. D'une part, il y aurait un intérêt à définir une relation associant la perméabilité plane  $K_p$ , la viscosité  $\mu$  et la vitesse de compaction  $\dot{h}$ . La démarche consisterait à déterminer à partir de cette relation si un couple de vitesse et viscosité entrainera un déplacement des mèches. D'autre part, un tel essai pourrait être utilisé pour déterminer à partir de quelle pression le déplacement des mèches est amorcé. L'analyse de la pression du fluide  $\sigma_{fluide}$  en fonction du taux de fibre renseigne sur la valeur de la pression à partir de laquelle les forces de trainée visqueuse sont supérieures aux forces de friction maintenant les mèches en place. La Figure III-18 démontre la faisabilité d'une telle approche. Pour les conditions d'essai impliquant le couple  $\mu_1 v_1$ , une très faible évolution du gradient de pression est mesurée, comparé à l'essai impliquant le couple  $\mu_1 v_2$ , qui conduit au déplacement des mèches. La croissance de pression quasiment constante renseigne donc sur l'ouverture des canaux inter-mèches UD provoquée par le déplacement des mèches.

*Essai sans déformation latérale*

*Couple  $\{\mu_1 v_1\}$*

$$\mu_1 = 1 \text{ Pa.s}$$

$$v_1 = 0.5 \text{ mm/min}$$

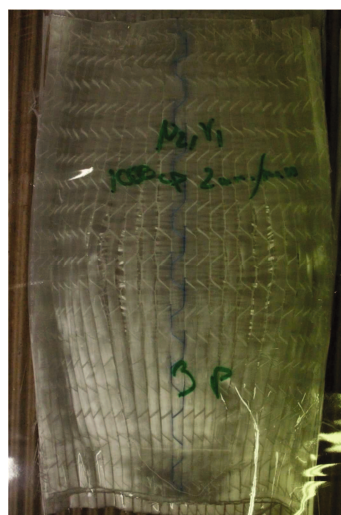


*Essai avec déformation latérale*

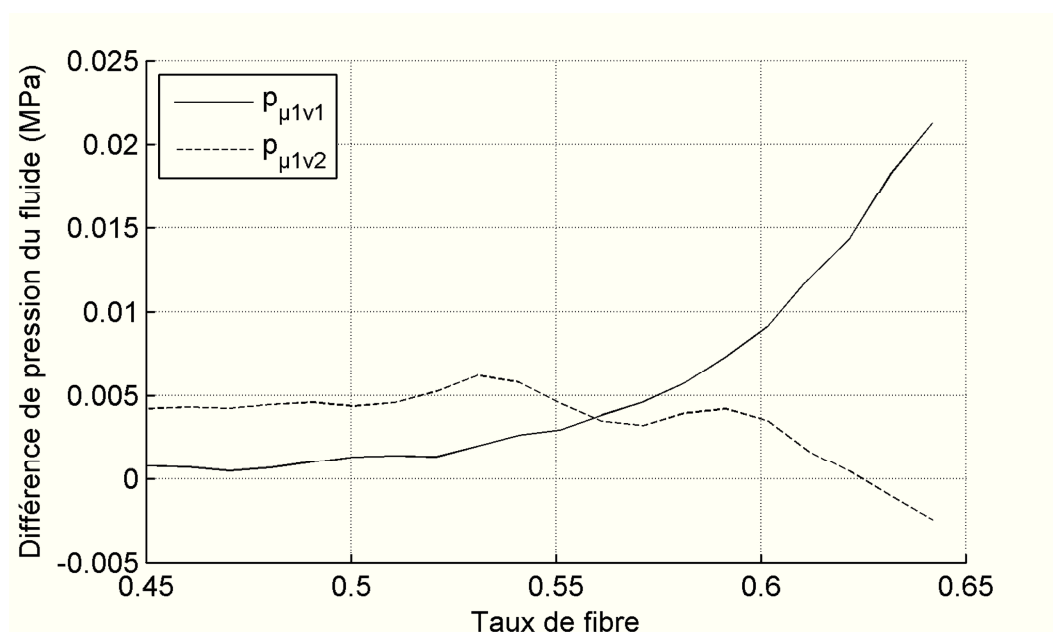
*Couple  $\{\mu_1 v_2\}$*

$$\mu_1 = 1 \text{ Pa.s}$$

$$v_2 = 2 \text{ mm/min}$$



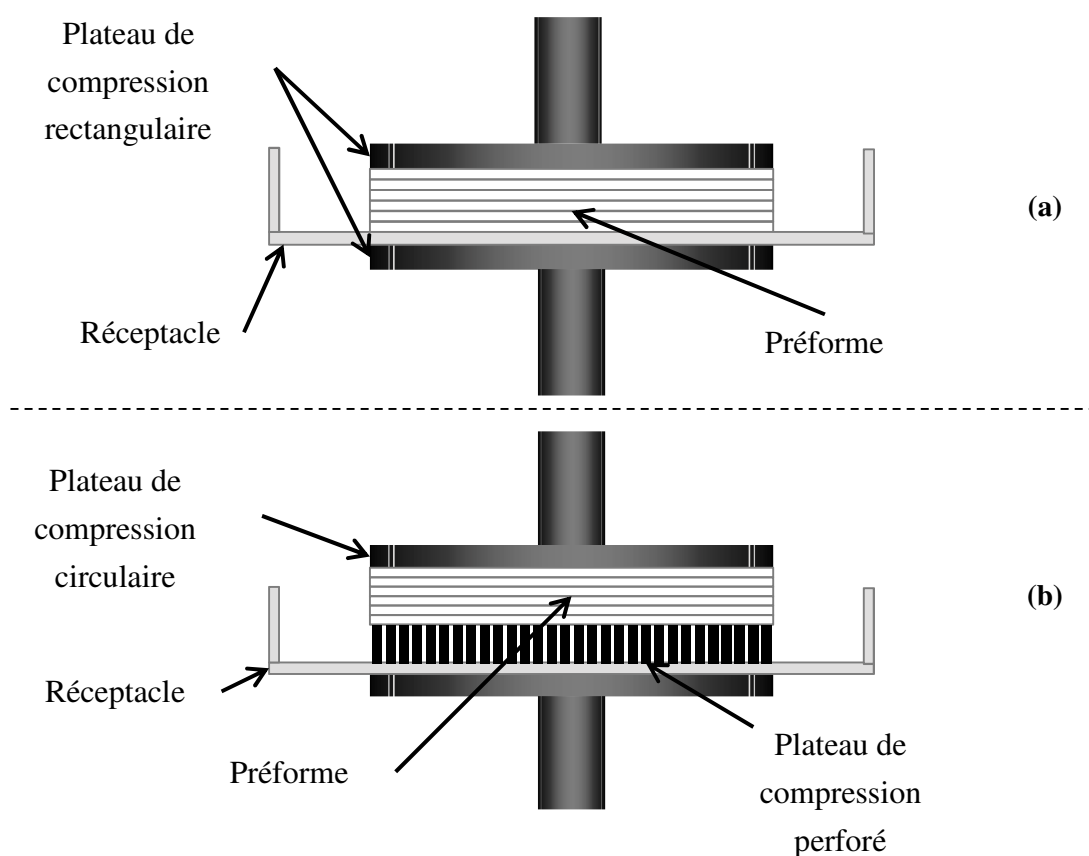
**Figure III-17 : Influence du couple vitesse de compaction / viscosité sur le déplacement latéral des mèches lors d'un essai de compaction.**



**Figure III-18 : Evolution de la différence de pression du fluide lors d'essai de compaction pour des vitesses de compaction et des viscosités d'huile différentes.**

### III.3.4.2 Protocole expérimental

Grace à tous les résultats présentés précédemment concernant la sensibilité de la méthode, un protocole d'essai robuste est défini. Les essais de compression transverse sont effectués à température ambiante sur une machine Instron 5584 munie d'une cellule de force 150 kN. Lors de la campagne expérimentale préliminaire, la faible dispersion des données permet de limiter la répétition des mesures à trois essais. Les quatre types d'essai décrits auparavant sont effectués. Ils consistent tous en un chargement monotone contrôlé en déplacement sans pré-charge initiale. Dans un chaque cas, un essai effectué sur le montage sans la préforme fibreuse permet d'établir la courbe de complaisance de l'essai afin de tenir compte de la déformation de la machine. Les paramètres expérimentaux sont regroupés dans le Tableau III-5 et les montages rappelés dans la Figure III-19.



**Figure III-19 : Schéma descriptif des montages expérimentaux pour les essais de compression transverse. (a) Essai *plan*. (b) Essai de *référence et transverse*.**

Les échantillons utilisés pour ces essais consistent en des empilements de 7 plis. Ils sont découpés avec précision suivant un gabarit de surface supérieure à celle du plateau de compression. Les tailles et formes des spécimens sont adaptées au type d'essai. Dans les sections qui suivent, les données présentées sont le résultat de la moyenne de 3 essais.

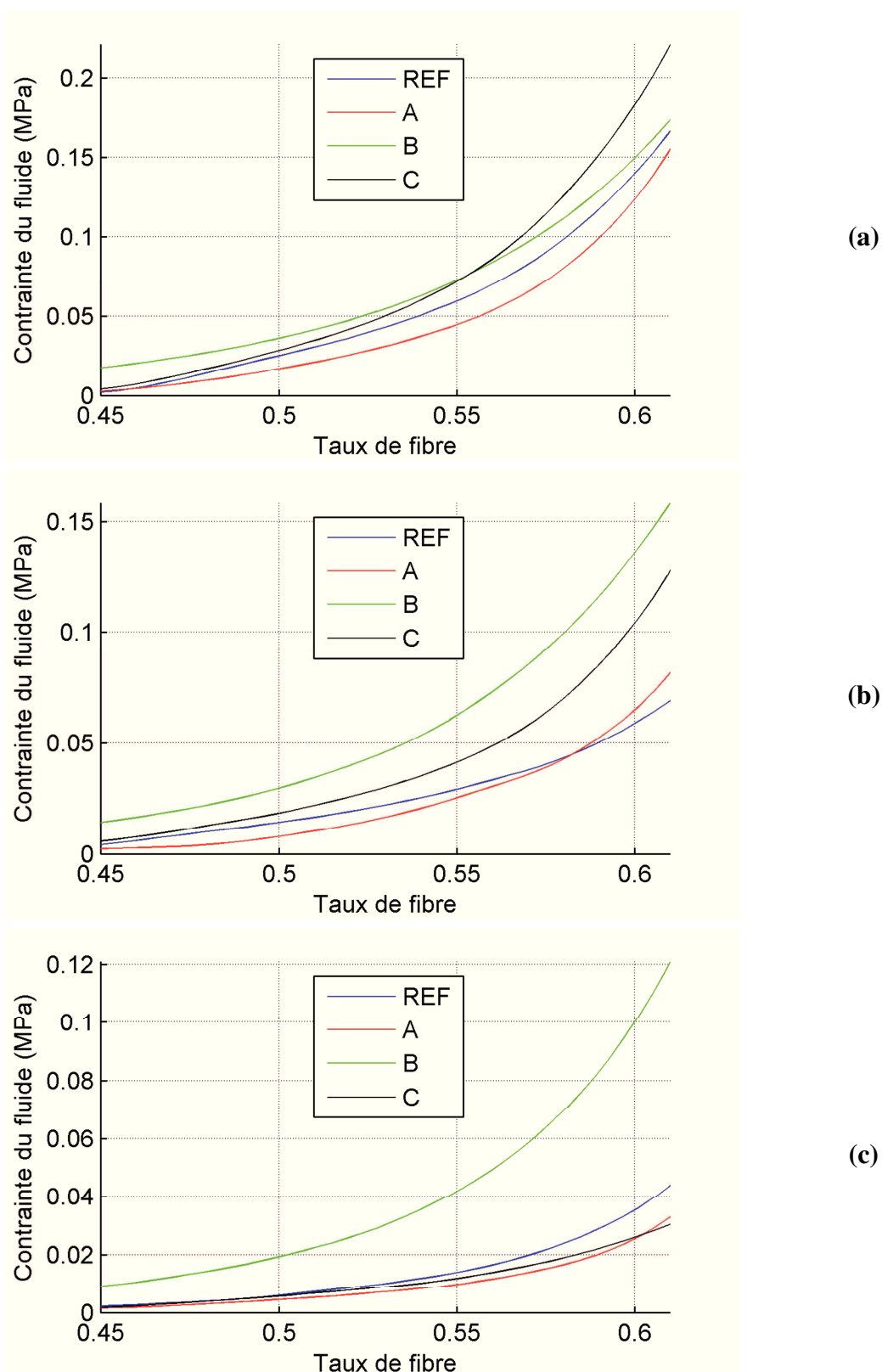
**Tableau III-5 : Paramètres du protocole expérimental pour les essais de compression transverse.**

	<i>Référence</i>	<i>Plan</i>	<i>Transverse</i>
<i>Vitesse de compaction</i>	1 mm.min <sup>-1</sup>	1 mm.min <sup>-1</sup>	1 mm.min <sup>-1</sup>
<i>Surface de compaction</i>	Circulaire (diamètre $\phi$ )	Rectangulaire (diamètre $L_x, L_y$ )	Circulaire (diamètre $\phi$ )
<i>Dimensions (mm)</i>	$\phi = 135$	$L_x = 150$ $L_y = 75$	$\phi = 135$
<i>Nombre de plis</i>	7	7	7
<i>Viscosité du fluide (Pa.s)</i>	0.2	1	1

### III.3.5 Compaction des renforts imprégnés par une huile de haute viscosité

La compaction des renforts imprégnés par une huile silicone de forte viscosité est à la base des mesures de perméabilité. Pour ne tenir compte que de l'écoulement de fluide, les contraintes des essais sur préformes imprégnées sont recalées en enlevant la composante de la préforme lubrifiée. Ainsi, une pression fluide faible témoigne d'une facilité d'écoulement.

La Figure III-20 présente les résultats des compactations transverses générant des écoulements de fluide servant à la mesure de perméabilité. Les différences observées proviennent de la capacité des renforts imprégnés à laisser s'écouler un fluide en leur sein. Ces données semblent fournir une information sur l'évolution de la microstructure en fonction du niveau de compaction. Cependant, ces tendances proviennent de l'intégration d'une pression 2D (Figure III-20 : a et b) ou 3D (Figure III-20 : c). Les seules conclusions accessibles par ces évolutions concernent un comportement global des préformes. Ainsi, le renfort *A* semble offrir un arrangement favorable à l'écoulement. A l'inverse, le renfort *B* démontre une plus grande résistance à l'écoulement dans tous les cas. Le renfort *C* est proche du matériau de référence et semble offrir un meilleur écoulement transverse au dépit des écoulements plans. L'extraction des perméabilités et leur analyse va permettre d'affiner ces premières tendances en spécifiant les bénéfices des paramètres de construction suivant les orientations principales des matériaux.



**Figure III-20 : Evolution de la contrainte générée par le fluide en fonction du taux de fibre lors d'essais de compaction. (a) Ecoulement prédominant selon X. (b) Ecoulement prédominant selon Y. (c) Ecoulement prédominant selon Z.**

### III.3.6 Résultats des mesures de perméabilités

L'utilisation des données représentées en Figure III-20 dans l'algorithme présenté dans les paragraphes III.3.1, 2 et 3 fournissent les coefficients du tenseur de perméabilité  $K$ . Ces mesures ne tiennent pas compte des phénomènes pouvant avoir lieu au front de résine lors de l'infusion.

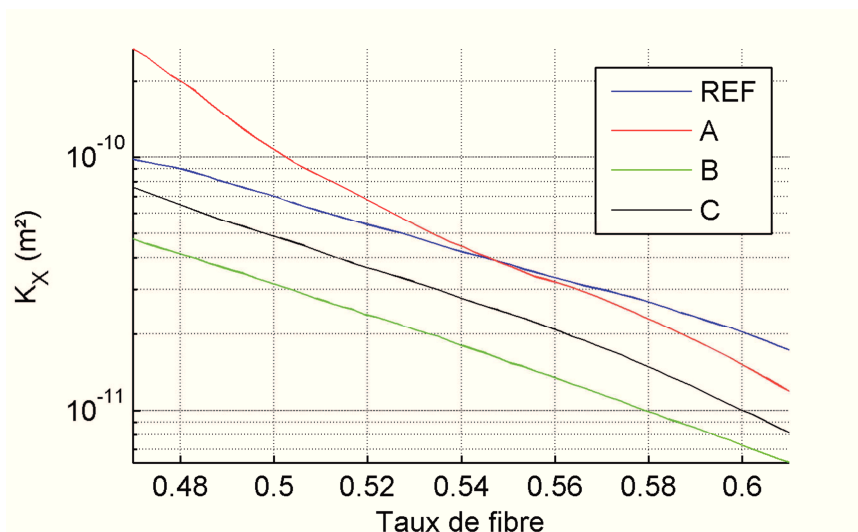
#### III.3.6.1 Perméabilité selon $X$

L'évolution de la perméabilité selon  $X$  sous compaction est une indication qui va permettre de comprendre l'évolution de la morphologie le long des mèches unidirectionnelles.

La Figure III-21 présente les résultats du coefficient de perméabilité  $K_X$  pour une gamme de taux de fibre allant de 47% à 61%. Le renfort de référence ainsi que  $A$  présentent les perméabilités les plus élevées selon  $X$  mais des évolutions différentes. Les renforts  $B$  et  $C$  sont moins perméables et présentent des pentes similaires. Pour tous les renforts, excepté  $A$ , les tendances en échelle logarithmique sont quasi-linéaires. Dans le cas du renfort  $A$ , une faible inflexion pour un taux de verre proche de 55% apparaît. Ce type d'évolution démontre un changement soudain dans la microstructure du renfort. Ce phénomène pourrait être lié à une déformation soudaine de la préforme. Ce renfort étant fortement contraint par la couture, une force de compaction élevée est nécessaire pour s'opposer au maintien de la couture.

La réduction du pas de couture (renfort  $A$ ) améliore la définition du réseau poreux tant que la pression de compaction ne perturbe pas cet arrangement. Le renfort  $B$  présente une perméabilité environ deux fois plus faible que la référence. Sa tendance est similaire à celle d'une nappe, où la perméabilité est dépendante de l'écoulement intra-mèche. Par conséquent, le motif de couture asymétrique et lâche ne permet pas de maintenir un réseau poreux favorable à l'écoulement. L'influence de l'augmentation du tex de la trame implique une réduction de la perméabilité selon  $X$ . En supposant que la délimitation des méso-canaux selon  $X$  est similaire à celle du renfort *référence*, cette baisse de performance devrait être liée à la capacité drainante de la trame. Dans ce cas, l'arrangement de la trame du renfort de *référence* serait favorable à l'écoulement dans l'axe des mèches UD

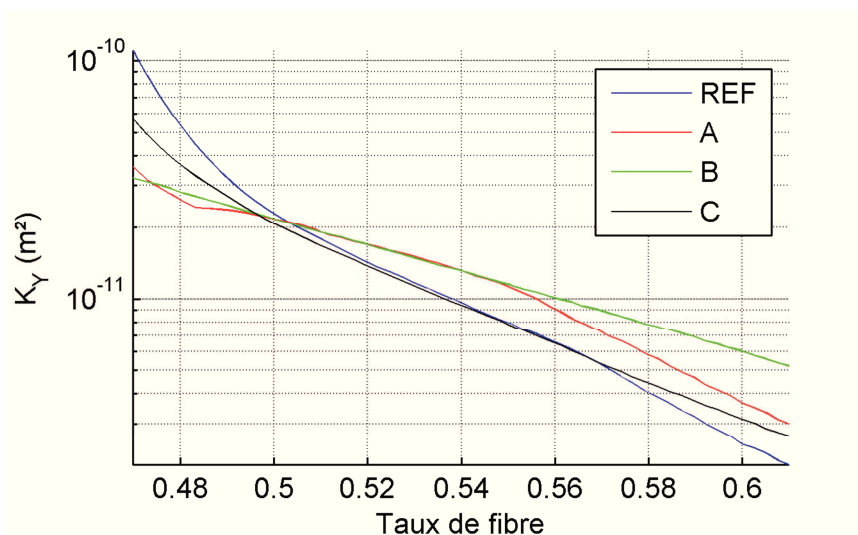




**Figure III-21 : Evolution de la perméabilité selon X en fonction du taux de fibre pour les quatre renforts.**

### III.3.6.2 Perméabilité selon Y

L'évolution de la perméabilité selon Y sous compaction est une indication qui va permettre de comprendre l'évolution de la morphologie perpendiculairement aux mèches unidirectionnelles.



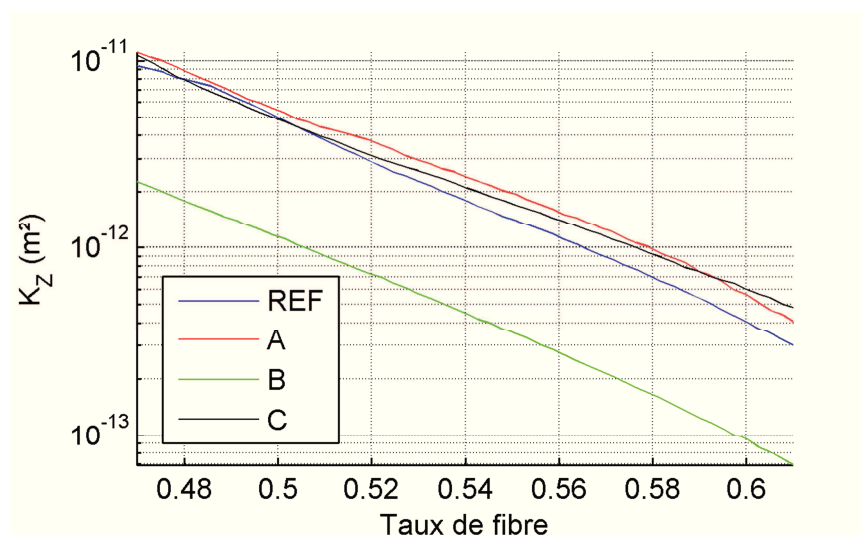
**Figure III-22 : Evolution de la perméabilité selon Y en fonction du taux de fibre pour les quatre renforts.**

La Figure III-22 présente l'évolution des perméabilités en fonction du taux de fibre selon l'orientation de la trame des renforts. La perméabilité dans cette direction évolue plus fortement

que pour l'axe X (entre  $10^{-10} \text{ m}^2$  et  $10^{-12} \text{ m}^2$ ). Les quatre renforts présentent une perméabilité identique pour un taux de fibre de 51%. La réduction du pas de couture favorise la perméabilité selon Y à partir de 51% de taux de fibre. De la même manière que pour la perméabilité selon X, un changement brusque de pente intervient pour un taux de fibre supérieur à 55%. Le même phénomène est visible pour le matériau de référence. Cette variation de pente est liée à une fermeture partielle du réseau poreux. Le renfort *B* présente de nouveau une tendance linéaire. Cependant, il montre la perméabilité en Y la plus élevée. L'arrangement de sa microstructure est donc plus favorable à un écoulement selon Y que selon X. De manière générale, les renforts de référence et *C* ont un comportement similaire. L'influence du tex de la trame est significative pour les faibles et forts taux de verre. En dessous de 52%, une trame plus épaisse ralentit l'écoulement tandis qu'au-dessus de 57%, elle le favorise.

### III.3.6.3 Perméabilité selon Z

L'évolution de la perméabilité selon Z sous compaction est une indication qui va permettre de comprendre l'évolution de la morphologie selon l'empilement des plis.



**Figure III-23 : Evolution de la perméabilité selon Z en fonction du taux de fibre pour les quatre renforts.**

La Figure III-23 présente l'évolution des perméabilités pour un écoulement dans l'épaisseur de l'empilement. Les tendances linéaires pour tous les renforts démontrent une fermeture du réseau poreux suivant cette orientation. La réduction du pas de couture favorise la perméabilité hors plan tandis qu'une couture asymétrique et lâche la défavorise. Le renfort *B* présente de nouveau une tendance similaire à celle d'une nappe fibreuse. Une augmentation du tex de la trame est favorable à l'écoulement transverse pour de fortes fractions volumiques de fibres.

L'analyse de perméabilité selon les trois orientations principales montre que l'écoulement prédominant se fait le long des mèches UD. Du point de vue de la fabrication des renforts, la réduction du pas de couture est le paramètre clé pour améliorer les performances d'un renfort pour des procédés d'infusion. Les effets des autres paramètres sont moins clairs et nécessitent une analyse approfondie. Bien que ces informations apportent un ressenti de l'évolution de la microstructure des préformes au cours de la compaction, il est nécessaire d'étendre cette compréhension par l'analyse des rapports de perméabilité.

### **III.3.7 Rapport des perméabilités et évolution du réseau poreux**

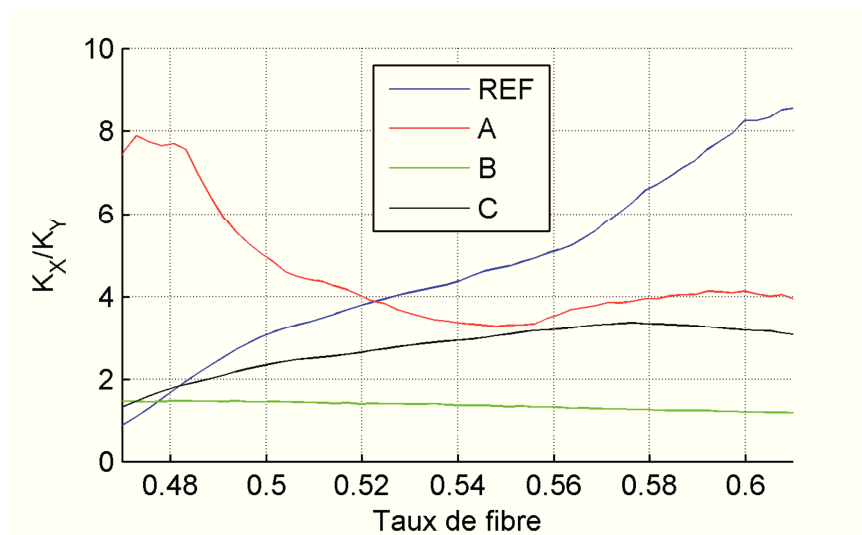
L'évolution des rapports de perméabilité sous compaction renseignent sur l'évolution de la microstructure selon un plan de coupe du composite. Ils renseignent également sur la forme du front de résine lors d'une infusion.

#### **III.3.7.1 Rapport plan : anisotropie de l'écoulement $X,Y$**

Le rapport de perméabilité plan ( $x,y$ ) renseigne sur l'anisotropie de la perméabilité plane.

La Figure III-24 présente le rapport  $K_x/K_y$ . Chaque renfort conduit à une évolution spécifique. Sur ces courbes, une pente importante signifie un déséquilibre de la fermeture des canaux selon les deux orientations. Plus la pente est forte, plus le procédé d'infusion sera sensible au vide appliqué. Ceci démontre l'influence des paramètres de fabrication sur le ratio d'anisotropie.

En comparant le renfort référence au renfort A, il apparaît que ces renforts évoluent de façon opposée. Avec le renfort de référence, la perméabilité selon Y diminue plus fortement que celle selon X. L'explication du ralentissement de l'écoulement dans l'orientation de la trame peut être due à une imbrication des mèches UD dans la trame. Le renfort A avec sa trame plus dispersée semble être moins soumis à ce phénomène, qui intervient pour des taux de fibre supérieurs à 55%. Le renfort B présente un rapport de perméabilité plan quasi-constant. La faible décroissance observée peut être liée à une réduction du réseau poreux dans les mèches. Enfin, C montre une tendance similaire à la référence mais moins prononcée. La maille de sa trame étant plus ouverte, ce renfort subit également de l'imbrication, réduisant l'écoulement selon X. Cependant, ses mèches de trame plus épaisses permettent de conserver une plus grande partie des canaux préférentiels dans celle-ci pour des hauts niveaux de compaction.



**Figure III-24 : Evolution du facteur d'anisotropie (x, y) de la perméabilité en fonction du taux de fibre.**

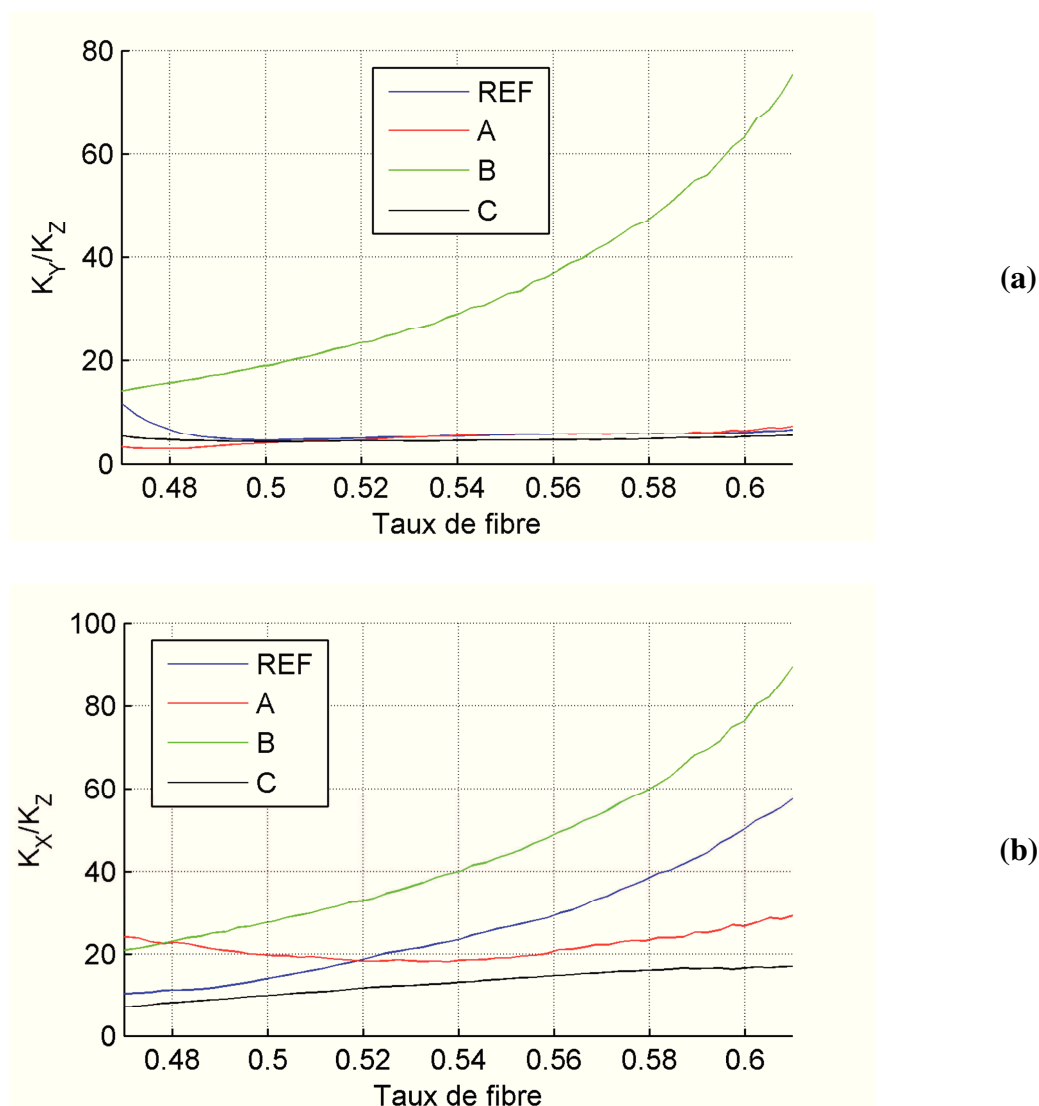
Pour conclure, la réduction du pas de couture tend à favoriser l'écoulement selon X pour les faibles taux de fibre, et le réduit pour des niveaux de compaction supérieurs à 52%. Un motif de couture asymétrique et lâche aura pour effet de diminuer l'anisotropie, du fait de la déformation des mèches sous pression de compaction. Enfin, une augmentation du tex de la trame réduit l'anisotropie pour des taux de fibre élevés.

### III.3.7.2 Rapports hors plan X, Z et Y, Z

Les évolutions des rapports de perméabilité hors plan renseignent sur l'évolution de la microstructure perpendiculaire au plan des mèches UD.

La Figure III-25(a) présente l'évolution des rapports de perméabilité dans le plan (y, z). Ce rapport évolue de manière similaire sur des taux de fibre supérieurs à 50% pour les renforts avec la couture symétrique. Ceci démontre sans doute que les canaux préférentiels des deux orientations sont connectés. Pour des taux de verre inférieurs à 50%, la réduction du pas de couture réduit l'anisotropie dans ce plan. Une même conclusion est valable pour l'augmentation du tex de la trame. L'augmentation du tex réduit globalement l'anisotropie pour toute la gamme de taux de fibre étudiée. L'organisation de la trame de ce renfort influence la forme du front de résine selon ce plan. Le renfort B, par contre, montre une tendance unique. L'augmentation continue du rapport peut être analysée à l'aide des formules analytiques de Gebart [8]. Selon Z, l'écoulement est constamment perpendiculaire aux filaments de verre du renfort. Selon Y, le fluide évolue parallèlement aux filaments dans la trame et perpendiculairement dans la couche UD. D'après Gebart, la perméabilité perpendiculairement aux filaments est nettement inférieure à celle parallèlement aux filaments. Ainsi, dans le renfort B, l'écart entre les deux perméabilités

directionnelles de ce plan augmente avec la compaction de la préforme.



**Figure III-25 : Rapports de perméabilités hors plan. (a) Plan perpendiculaire aux mèches UD (Y,Z). (b) Plan parallèle aux mèches UD (X,Z).**

La Figure III-25(b) présente l'évolution des rapports de perméabilité hors plan parallèlement aux mèches UD. En comparant le renfort de référence à A, des tendances différentes apparaissent. La référence présente une augmentation continue de l'anisotropie. Sa perméabilité selon Z diminue plus fortement que celle selon X. Le rapport est indépendant de la compression dans le renfort A. Par conséquent, réduire le pas de couture conduit à un couplage des deux coefficients en autorisant des canaux interstitiels permettant un écoulement selon les deux orientations. L'évolution semblable dans *REF* et *B* démontre qu'il n'y a pas d'effet du motif de couture sur la vitesse de fermeture du réseau poreux suivant les deux orientations. Le décalage des courbes informe sur la taille relative des méso-canaux dans l'épaisseur (en Z). La comparaison de la *référence* avec *C* montre qu'une augmentation du tex de la trame permet de

coupler les réseaux des deux orientations, mais aussi de réduire l'anisotropie de l'écoulement sur ce plan.

Pour conclure, un taux de verre fibre de 50% (valeur commune en infusion), un plus fort maintien de la structure fibreuse tend à augmenter l'anisotropie plane des renforts perpendiculaires à la direction de couture. Dans la direction de l'empilement, elle va permettre de coupler les canaux préférentiels hors plan. Signalons également que plus la structure est maintenue, moins l'anisotropie des fronts sera affectée par des variations de compaction de la préforme. Un motif de couture lâche, ne maintenant pas la structure, va réduire l'anisotropie dans le plan tout en l'augmentant dans la direction de l'empilement. Enfin, une augmentation du tex de la trame permet de réduire l'anisotropie des fronts dans les 3 plans du volume.

### **III.3.8 Mesures de perméabilité à l'air : validation sur le renfort A**

Afin de valider les mesures de perméabilité par la méthode de compression transverse, des mesures discrètes de perméabilité sur un banc de mesure 1D à l'air sont effectuées. La campagne expérimentale consiste à déterminer, pour plusieurs fractions volumiques de fibre, la perméabilité selon X et Y.

Le montage expérimental permettant la mesure de perméabilité par un écoulement 1D utilise un moule fermé, une pompe à vide et des capteurs de pression absolue (0-2 bars). Le moule se compose d'une base métallique et d'une plaque en PMMA, fermées par un joint en caoutchouc. Le contrôle de la fraction volumique se fait par des clinquants d'épaisseurs calibrées. Le flux d'air est contrôlé entre deux entrées disposés de part et d'autre de la préforme. Ces entrées sont connectées à la pompe à vide et à l'atmosphère. La mesure du différentiel de pression entre la zone d'aspiration et l'autre extrémité permet, par identification avec la loi de Darcy et la conservation de la masse d'un fluide compressible, de déterminer les coefficients de perméabilité recherchés. Le banc de mesure utilisé a été développé par Y. Hou et al. [33]. Une représentation du banc est proposée dans la Figure III-26.

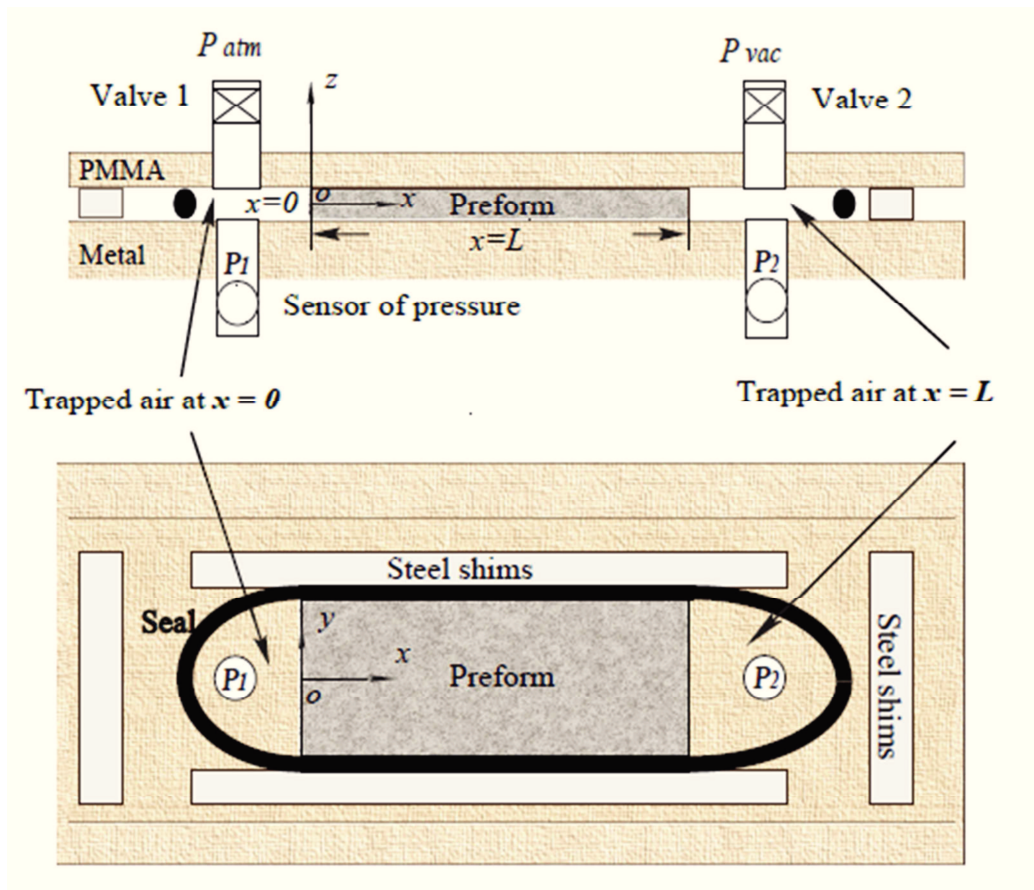
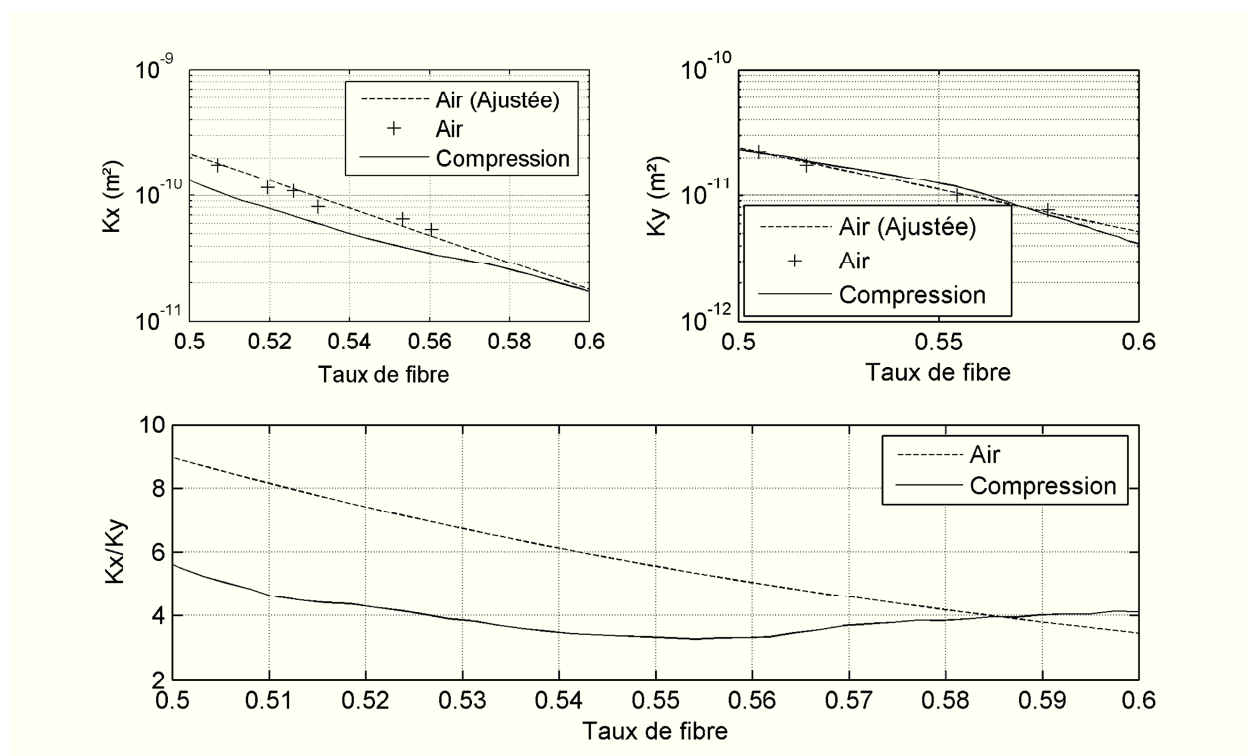


Figure III-26 : Schéma du banc de mesure par écoulement d'air 1D [33].

Figure III-27 présente les perméabilités planes du renfort A obtenues selon les deux méthodes abordées dans cette étude. Les deux types de mesures présentent globalement les mêmes tendances et ordres de grandeur. Un écart est cependant observable sur la perméabilité selon X, qui affecte également le rapport des perméabilités. Cet écart peut-être d'une part lié au faible nombre de points utilisés pour décrire la tendance de la mesure à l'air. D'autre part, dans ce dernier, le renfort n'est pas lubrifié par un fluide. Ceci pourrait avoir une influence sur la morphologie et donc le réseau poreux. Néanmoins cette mesure permet de valider les mesures de perméabilité à partir d'essais de compaction.





**Figure III-27 : Comparaison entre les mesures de perméabilité continues par compression transverse et les mesures discrètes par écoulement 1D.**

#### III.4 Bilan sur l'influence de l'architecture des composites NCF quasi-UD sur leur comportement en infusion

Cette partie résume l'influence de chaque paramètre de conception sur la réponse de la préforme lors de sa mise en forme. Dans ce but, les résultats décrivant la morphologie des composites, mesurés dans le chapitre II, sont mis en relation avec les données mesurées dans ce chapitre. Les fractions volumiques de fibre des composites infusés étant d'environ 50%, cette valeur est utilisée pour l'analyse des résultats.

Il est important de rappeler les conditions de mise en forme des longerons dans le cadre éolien. Il est commun dans cette industrie d'avoir une stratégie d'infusion impliquant plusieurs sections avec des arrivées de résine perpendiculaires aux mèches UD. Le tissu drainant déposé entre la bêche à vide et la préforme permet d'accélérer le passage du fluide perpendiculairement aux mèches. L'infusion est donc majoritairement dépendante des perméabilités selon Y et Z. La perméabilité selon X va définir le nombre et la distance entre chaque point d'entrée de la résine.

Afin d'appuyer les conclusions, les valeurs normalisées de perméabilité directionnelles (X, Y et Z) et les perméabilités équivalentes planes (XY, ZX et ZY) pour deux taux de fibre sont présentées (50% et 55%). La variation de ces valeurs entre les deux taux de fibre renseigne sur le gain ou la perte de performance d'écoulement par rapport au renfort de référence. Cette évolution de performance est le résultat de l'évolution de la morphologie de la préforme fibreuse.

### III.4.1 Longueur de couture

Le chapitre précédent a permis de démontrer que la réduction du pas de couture tend à figer l'architecture fibreuse paramétrée lors de la fabrication des renforts. Ainsi, le composite A présente un milieu poral plus volumineux que celui du renfort de référence.

Dans ce chapitre, il a été vu que la réduction du pas de couture augmente globalement la perméabilité. Le Tableau III-6 présente les caractéristiques de perméabilité du renfort A comparées à *REF*. Des informations sur la morphologie du réseau poreux dans le composite sont également données sous forme d'écart au renfort de référence.

Pour une fraction volumique de fibre de 50%, le gain de perméabilité selon X peut être directement relié à la plus faible fraction de mèches UD dans le volume. Le volume poreux plus important du renfort A a été observé notamment entre les mèches UD. De plus, en se basant sur la formule analytique de Gebart permettant d'estimer la perméabilité intra-mèche, il apparaît que la FVF intra-mèche de A tend à ralentir l'écoulement dans les mèches. Les canaux interstitiels de ce renfort contrôlent donc la perméabilité selon cette orientation. A 55% de fraction volumique de verre, les deux renforts ont une même valeur de perméabilité en X. La plus faible proportion d'imbrication de la couche de mèches UD dans la trame du renfort A impliquerait que la couche UD de ce renfort est contrainte entre les couches de trame. Les canaux interstitiels autour des mèches UD ainsi que la FVF intra-mèches sera donc a priori plus grand comparé à *REF*. Par contre, la trame de A plus poreuse facilite l'écoulement du fluide selon X. La réduction du pas de couture influence donc la perméabilité selon X autant par sa capacité à créer des canaux interstitiels le long des mèches que par son action positive sur la morphologie de la trame.

Selon Y, la perméabilité est similaire à 50% de FVF. Au niveau du composite, la trame du renfort A est plus ouverte avec une proportion d'imbrication de la couche de mèches UD dans la trame moindre. Elle permet un écoulement plus aisé du fluide entre les couches UD. L'équivalence de  $K_y$  pour les deux renforts peut alors être liée au niveau de compaction des mèches UD. Pour le renfort de référence, la FVF intra-mèche UD ( $f_{vf_m}$ ) plus faible faciliterait l'écoulement dans la couche UD. A 55% de FVF, le renfort A a un  $K_y$  supérieur de 41% au renfort de référence. Ici encore, le gain serait dû à la plus grande capacité de la trame de A à drainer le fluide selon l'orientation de la trame.

En ce qui concerne la perméabilité en Z, un gain du renfort A est observable pour les deux valeurs de FVF proposées. Pour un FVF de 50%, l'écoulement en Z se fait au travers des canaux interstitiels parallèles aux mèches UD, il est donc partiellement couplé à la perméabilité en X. A 55% de FVF, la perméabilité en X des deux renforts étant équivalente, par conséquent, le gain potentiel offert par la trame de A est compensé par la plus forte compaction de ses mèches UD.

**Tableau III-6 : Caractéristiques du renfort A par rapport au renfort de référence pour deux fractions volumiques de fibre. Les tendances sont données sous forme de gain ou perte.**

<i>FVF (%)</i>	<i>50</i>	<i>55</i>	<i>Composite à FVF≈50%</i>		
<i>K<sub>x</sub> (%)</i>	+53	-1	<i>Fraction surfacique (%)</i>	-20.9	<i>Trame</i>
<i>K<sub>y</sub> (%)</i>	-5	+41	<i>Épaisseur (%)</i>	-43.8	
<i>K<sub>z</sub> (%)</i>	+9	+38	<i>Imbrication (%)</i>	-30.0	
<i>K<sub>xy</sub> (%)</i>	+21	+18	<i>Fraction de mèche UD (%)</i>	-6.5	<i>Volume</i>
<i>K<sub>xz</sub> (%)</i>	+29	+17	<i>fvf<sub>m</sub> (%)</i>	+6.7	
<i>K<sub>yz</sub> (%)</i>	+2	+39	<i>Hétérogénéité (%)</i>	+88.1	

La réduction du pas de couture est favorable à l'infusion pour des FVF inférieurs à 55%. Le maintien de la structure fibreuse par le fil de couture permet de conserver un volume poreux entre les mèches et entre les couches UD. Dans l'application éolienne, l'utilisation de ce renfort permettrait d'espacer et de réduire le nombre de sections à infuser, réduisant ainsi le nombre de consommables associés. Sa plus forte perméabilité en Z pourrait également accélérer l'infusion permettant de réduire le temps mise en forme de la pâle. La faible épaisseur de la trame permet d'envisager une plus faible proportion d'ondulation hors plan des plis, réduisant ainsi les défauts de mise en forme. Le grand écart de perméabilité entre des FVF de 50% et 55% laisse craindre à une grande sensibilité du renfort au niveau de compaction. Ainsi, le renfort A permet d'améliorer le procédé de mise en forme, sous réserve de bien contrôler le vide de l'infusion.

### III.4.2 Motif de couture

Précédemment, il a été vu que le motif de couture asymétrique et lâche maintenait moins la structure fibreuse que le renfort de référence. Au niveau du composite, la fraction volumique de mèches UD est supérieure, réduisant ainsi le volume poreux. La déformabilité de cet arrangement fibreux fait que le renfort B s'apparente à une nappe. Cette caractéristique a également été démontrée par l'analyse du tenseur de perméabilité pour différentes fractions volumiques de verre. En effet, le caractère linéaire (en échelle logarithmique) de l'évolution des coefficients de perméabilité est usuel pour les nappes fibreuses.

**Tableau III-7 : Caractéristiques du renfort *B* par rapport au renfort de référence pour deux fractions volumiques de fibre. Les tendances sont données sous forme de gain ou perte.**

<i>FVF (%)</i>	<i>50</i>	<i>55</i>	<i>Composite à FVF≈50%</i>		
<i>K<sub>x</sub> (%)</i>	-55	-59	<i>Fraction surfacique (%)</i>	+7.1	<i>Trame</i>
<i>K<sub>y</sub> (%)</i>	-5	+44	<i>Epaisseur (%)</i>	-4.5	
<i>K<sub>z</sub> (%)</i>	-77	-75	<i>Imbrication (%)</i>	+3.92	
<i>K<sub>xy</sub> (%)</i>	-35	-23	<i>Fraction de mèche UD (%)</i>	+3.6	<i>Volume</i>
<i>K<sub>xz</sub> (%)</i>	-68	-68	<i>fvf<sub>m</sub> (%)</i>	-2.25	
<i>K<sub>yz</sub> (%)</i>	-53	-40	<i>Hétérogénéité (%)</i>	-42.9	

Le Tableau III-7 présente les caractéristiques du renfort *B* comparé à *REF*. Des informations sur la morphologie du réseau poreux dans le composite sont également rappelées sous forme d'écart au renfort de référence.

La faible perméabilité selon X, comparée au renfort de référence, est le résultat de la grande déformabilité du renfort *B*. La majorité de l'écoulement se faisant dans les mèches du renfort. La réduction des canaux interstitiels ne permet plus la prédominance d'un écoulement mésoscopique. Cette description est valable pour toute la gamme des FVF étudiés.

Selon Y, la perméabilité est équivalente pour un FVF de 50%. A 55%, le renfort *B* se montre plus perméable que son homologue. La raison de ce gain est le résultat de la déformabilité du renfort *B*. En effet, à ce niveau de compaction, le renfort *B* présente un volume poreux mésoscopique plus réduit, ce qui permet aux mèches d'occuper plus d'espace, réduisant ainsi leur fraction volumique de fibre intra-mèche. Cette dernière étant un des paramètres contrôlant la perméabilité en Y, l'architecture fibreuse plus maintenue du renfort *REF* réduit la facilité de l'écoulement intra-mèche, responsable de la réduction de perméabilité.

Dans la direction Z, un écart de perméabilité est également noté sur la gamme de fraction volumique. La faible perméabilité en Z du renfort *B* est le résultat d'une réduction des canaux interstitiels le long des mèches UD.

Le motif de couture lâche et asymétrique n'est pas favorable à l'infusion. Ceci provient majoritairement de l'aspect lâche de la couture, entraînant un manque de canaux interstitiels. L'écoulement se fait donc majoritairement dans les mèches du renfort, du fait de la plus faible

fraction volumique de fibre intra-mèches UD. Cette caractéristique semble favorable à l'écoulement selon Y pour des FVF supérieures à 50%. Il apparaît donc que le contrôle de la fraction volumique intra-mèches UD se fasse par la modification de la longueur de couture mais aussi par la pression que le fil applique sur les mèches UD.

### III.4.3 Masse linéique de la trame

L'augmentation de la masse linéique de la trame pour une masse surfacique donnée de renfort modifie majoritairement l'organisation des mèches transverses. Il a été démontré lors de l'analyse morphologique que la trame conserve mieux l'arrangement paramétré lors de la conception des renforts. Ainsi, la faible fraction surfacique de la trame du renfort *C*, entraîne une plus grande proportion d'imbrication des couches dans le composite. Au niveau de la couche des mèches UD, l'influence de cette morphologie de la trame se traduit par une hétérogénéité légèrement plus élevée comparée au renfort de référence.

Le Tableau III-8 présente une comparaison des caractéristiques du renfort *C* par rapport au renfort *REF*, au travers des valeurs de perméabilité pour les deux fractions volumiques de fibre.

Selon X, le renfort *C* apparaît moins perméable que le renfort de référence pour les deux taux de fibre considérés, avec une variation similaire entre les deux FVF. La comparaison des deux morphologies des couches UD à un FVF de 50% présente des valeurs très similaires. Par conséquent, les 30% de réduction de performance sont attribuables à la différente morphologie de trame. La trame du composite *C* apparaît en moyenne moins épaisse avec 30% d'imbrication en plus. Ceci prouve que dans le renfort de référence, la trame contribue à l'écoulement selon X. Une forte proportion d'imbrication n'est donc pas favorable à cette direction d'écoulement.

**Tableau III-8 : Va Caractéristiques du renfort C par rapport au renfort de référence pour deux fractions volumiques de fibre. Les tendances sont données sous forme de gain ou perte.**

<i>FVF (%)</i>	<i>50</i>	<i>55</i>	<i>Composite à FVF≈50%</i>		
<i>K<sub>x</sub> (%)</i>	-31	-36	<i>Fraction surfacique (%)</i>	-3.6	<i>Trame</i>
<i>K<sub>y</sub> (%)</i>	-9	-2	<i>Epaisseur (%)</i>	-35.7	
<i>K<sub>z</sub> (%)</i>	-2	+21	<i>Imbrication (%)</i>	+34.3	
<i>K<sub>xy</sub> (%)</i>	-20	-21	<i>Fraction de mèche UD (%)</i>	-0.2	<i>Volume</i>
<i>K<sub>xz</sub> (%)</i>	-18	-12	<i>fvf<sub>m</sub> (%)</i>	+1.31	
<i>K<sub>yz</sub> (%)</i>	-6	+9	<i>Hétérogénéité (%)</i>	+4.76	

Sur la gamme de FVF considérée ici, la perméabilité selon Y du renfort *C* et *REF* sont similaire. Par conséquent, même si la trame de *C* est moins favorable à l'écoulement selon X, elle est équivalent à celle de *REF* selon Y. L'imbrication de la couche UD dans la trame influencerait donc moins la perméabilité selon Y. La fraction de porosité dans la trame serait le paramètre contrôlant la perméabilité selon Y pour des morphologies de couche UD équivalentes.

La perméabilité selon Z du renfort *C* est équivalente à un FVF de 50% et présente un gain de 23% à un FVF de 55%. Ce résultat est attendu pour le FVF à 50% du fait de la morphologie de la couche UD similaires et du faible écart de la porosité de la trame. Le gain du renfort *C*, observable à un FVF de 55%, suggère que l'augmentation du tex de la trame permet de conserver des espaces dans cette dernière même pour des hauts niveaux de compaction. Ces porosités sont susceptibles d'être aux alentours des fils transverses épais.

La modification de la masse linéique des fils de trame pour une masse surfacique fixe influence les propriétés en infusion des renforts. La trame participe de manière non négligeable à l'organisation du milieu poreux. Ainsi, un maillage grossier ne favorise pas l'écoulement selon X car il induit trop d'imbrication des mèches UD. A l'inverse, un maillage fin réduisant l'imbrication améliore la capacité drainante de la trame selon X. Selon Y et Z, la perméabilité semble être proportionnelle à la quantité de porosité présente dans la trame.

La trame du renfort *C* n'améliore pas les performances en infusion (comparé au renfort de référence) par sa trop grande proportion d'imbrication. L'augmentation de la masse linéique de la trame semblerait cependant être bénéfique, à condition de limiter la taille de la maille.

Cependant, ceci impliquerait une augmentation de la masse surfacique de la couche de trame.



## Chapitre IV: Influence de l'architecture des NCF sur leurs performances mécaniques

Au cours des chapitres précédents, il a été observé que les paramètres de conception ont un effet sur la morphologie du renfort sec, modifiant les propriétés de transport des renforts, générant donc des morphologies différentes de composites. Des hétérogénéités de répartition des phases résine et fibre sont le résultat de ces différentes d'architecture en fin de fabrication. Dans ce chapitre, l'influence des paramètres de conception sur les propriétés mécaniques du composite est étudiée. Des essais mécaniques réalisés à l'aide de mesure de champs de déformation par corrélation d'image et de température avec une caméra infrarouge, permettront également d'éclairer l'effet de ces hétérogénéités. La corrélation des propriétés mécaniques, des champs de déformation et des caractéristiques morphologiques permet de mettre en évidence les éléments du composite contrôlant les comportements de ce dernier. La base expérimentale comprend des essais en traction-traction cyclique, statique et en fatigue, pour des orientations entre le chargement et l'axe des mèches de  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ .

Dans un premier temps, les essais quasi-statiques uni-axiaux mettent en évidence les particularités mécaniques liées aux paramètres de conception (IV.2). Dans un second temps, les essais de fatigue ont été réalisés afin de suivre l'évolution de l'endommagement dans le composite (IV.3). Enfin, un bilan sur l'influence des paramètres de conception des renforts sur les performances mécaniques sera fourni (IV.4).

### Sommaire :

<b>IV.1</b>	<b>Motivation.....</b>	<b>112</b>
<b>IV.2</b>	<b>Approche statique : influence des paramètres de conception sur la matrice d'élasticité plane.....</b>	<b>112</b>
IV.2.1	Etat de l'art .....	112
IV.2.2	Analyse mécanique dynamique : DMA.....	114
IV.2.3	Matrice d'élasticité.....	117
IV.2.4	Géométrie et découpe des éprouvettes .....	118
IV.2.5	Chargement .....	120
IV.2.6	Métrologie .....	122
IV.2.7	Essais préliminaires sur la matrice époxy.....	123
IV.2.8	Essais de traction pour une orientation de $0^\circ$ .....	128
IV.2.9	Essais de traction pour une orientation de $90^\circ$ .....	132
IV.2.10	Essais de traction pour une orientation de $45^\circ$ .....	138
<b>IV.3</b>	<b>Approche cyclée : localisation en fatigue.....</b>	<b>143</b>
IV.3.1	Protocole expérimental .....	143
IV.3.2	Résultats et analyse des essais.....	145
<b>IV.4</b>	<b>Bilan sur l'influence de l'architecture des composite NCF sur leurs comportements mécaniques dans le plan.....</b>	<b>153</b>
IV.4.1	Longueur de couture .....	153
IV.4.2	Motif de couture.....	155
IV.4.3	Masse linéique de la trame.....	156

## IV.1 Motivation

L'arrangement fibreux des différentes architectures de renforts étudiés induisent une évolution des coefficients de la matrice d'élasticité et de la tenue en fatigue avec les paramètres de conception des renforts NCF. Les premiers coefficients permettent le dimensionnement de la structure. La deuxième propriété contrôle la durée de vie de la structure. Tous doivent donc être caractérisés lors d'essais de laboratoire. Le type de sollicitations mécaniques appliqué doit être en accord avec le chargement subi par les longerons. Ce dernier est supposé fortement marqué par la traction, la compression et la flexion. Dans un premier temps, l'étude porte sur l'élongation. Trois orientations des mèches par rapport au chargement sont considérées: suivant l'axe d'anisotropie (axe des fibres unidirectionnelles), perpendiculaire à l'axe d'anisotropie et à 45° de l'axe anisotropie. Cette dernière orientation permet d'approcher les grandeurs élastiques en cisaillement. La mise en évidence de l'influence de paramètres architecturaux au travers d'un comportement mécanique macroscopique n'est pas suffisante. Ici, l'étude est portée sur la détermination de variations locales de la réponse mécanique des composites.

L'approche pour les essais de fatigue ne cherche pas à classiquement identifier un nombre de cycles à rupture (trop grand pour la durée de l'étude), mais consiste à identifier les zones de localisation de déformation et à les confronter à la description morphologique des composites.

Dans les deux cas, il est nécessaire de mettre en place un protocole expérimental spécifique permettant d'observer localement les déformations des échantillons. L'utilisation d'extensomètre n'est pas une solution car il est difficile de les adapter à la microstructure. C'est, par conséquent, la technique de mesure de champs qui a été préférée. L'utilisation de la corrélation d'image permet d'avoir une représentation précise du champ local de la déformation. La mise en place du protocole expérimental a permis de déceler des artefacts liés à la forme des éprouvettes qui doit tenir compte de la structure UD des composites.

## IV.2 Approche statique : influence des paramètres de conception sur la matrice d'élasticité plane

### IV.2.1 Etat de l'art

Les influences entre les paramètres de conception des renforts composites et certains aspects de leur comportement mécanique statique et lors de la fatigue sont référencés dans la littérature à partir de la fin des années 90. L'introduction du verre et du carbone dans les structures navales, puis aéronautiques, a permis de développer ce champ de recherche. Deux cas ont été particulièrement étudiés : les comportements plans (en statique et en fatigue) [34] et le comportement à l'impact [35]. Plus récemment, quelques études se sont concentrées sur les renforts en verre de l'éolien, à la recherche de liens entre la morphologie des renforts (à l'échelle microscopique et mésoscopique) et les propriétés en fatigue [4].

A l'origine, les renforts cousus étaient des superpositions de renforts tissés ou de fils coupés (CSM : chopped strand mat). D'un point de vue mécanique, coudre les renforts dans l'épaisseur avait pour but d'améliorer les propriétés hors plan des composites. En effet, la rigidité (perpendiculairement aux fibres) qui était contrôlée par la rigidité intrinsèque de la matrice et la qualité de l'interface fibre / matrice assurée par l'ensimage n'était pas suffisante. Ainsi, des coutures à base de Kevlar étaient employées pour réduire et ralentir la délamination des composites en fatigue [36]. Ce renforcement se faisait au détriment des propriétés dans le plan : traction, compression et flexion. La raison de la réduction des propriétés planes est l'endommagement des filaments de verre par l'aiguille de couture. S. Khan et Mouritz [37], dans leur étude de comparaison d'empilements cousus et non cousus de renforts tissés lors d'essais de fatigue cyclé, n'ont pas déterminé de baisse de rigidité statique significative induite par la présence de couture. Cependant, ils démontrent une réduction de la tenue en fatigue des renforts cousus. Peu après, Mouritz [38], dans sa bibliographie sur les effets de la couture sur les propriétés en traction, rend compte du caractère aléatoire de l'effet de la couture sur le module de Young. Il conclut que l'influence de la couture sur la rigidité plane dépend du motif de couture et de la morphologie du renfort. Plus tard, Asp et al. [39] tentent d'effacer cette ambiguïté par de nombreux essais quasi-statique impliquant différents types de couture sur dix composites NCF. Ils en déduisent une insensibilité de la rigidité statique à la couture, en traction comme en compression. Seul le coefficient de Poisson semble affecté, avec une réduction de cette valeur proportionnelle à l'augmentation de la densité de couture, de telle sorte que la durée de vie en fatigue d'un renfort à haute densité de couture est considérablement réduite. Récemment, Vallons et al. [7] comparent deux matériaux ayant pour seule différence le dessin de couture. Ils rendent compte d'une différence de rigidité seulement attribuable à la différence de couture.

La nécessité d'associer des mesures mécaniques expérimentales à la morphologie des composites pour comprendre en quoi les modifications de l'architecture interne de ces derniers affectent le comportement mécanique de ces matériaux devient évidente. Ainsi, Mattsson et al. [40] proposent une méthodologie de caractérisation de la structure interne des composites NCF basée sur des méthodes d'image, afin de relier la morphologie aux performances du composite. Depuis, les recherches axées sur la fatigue des composites NCF s'efforcent d'associer l'observation à la mesure mécanique. Y. Aono et al. [41] remarquent, sur des NCF en verre quasi-unidirectionnel, que l'endommagement en fatigue, lors d'essais cyclés en traction-traction, s'observe principalement dans les zones riches en résine, près du fil de couture et des fils transverses. Ces zones sont responsables de la rupture par délamination. Le travail de thèse de Zangenberg [4] reprend aussi cette méthodologie pour déterminer l'amorçage de l'endommagement dans des renforts très proches de ceux de cette étude. Il remarque que l'endommagement en fatigue débute dans les mèches de la couche transverse.

Il est donc clair qu'il existe une influence des paramètres de construction des renforts sur leur tenue mécanique, et que la détermination de ces relations architecture-propriétés requiert d'associer les résultats d'essais mécaniques à leur analyse locale et à celle de la morphologie du

composite. La recherche des coefficients de la matrice d'élasticité est la voie privilégiée dans cette étude pour comprendre l'influence des paramètres de conception sur les propriétés mécaniques. Les mesures mécaniques se feront, suivant l'essai, sur des empilements symétriques de deux ou quatre plis.

#### IV.2.2 Analyse mécanique dynamique : DMA

Avant de fixer les conditions de la campagne d'essai de traction, un travail préliminaire est requis. Il consiste à analyser la présence ou non de viscoélasticité dans les composites NCF unidirectionnels. Cette viscoélasticité serait due à la propriété intrinsèque de la résine époxy EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135 et / ou à des effets d'interface. Un autre point intéressant concerne la réponse du matériau quant à la reprise en humidité. Un système DMA (Dynamical Mechanical Analyser) utilisé en flexion trois points permet de répondre à ces deux points. Les éprouvettes sont des barreaux de  $5 \times 8 \times 2 \text{ mm}^3$  coupées parallèlement aux mèches UD dans une plaque stratifiée par deux plis de renforts disposés symétriquement par rapport à la couche de trame.

L'analyse DMA permet de mettre en évidence l'anélasticité de matériaux en petites déformations sinusoïdales de pulsation  $\omega$  à travers le décalage entre le déplacement imposé et la force mesurée. Les modules réel  $E'(\omega)$  et de perte  $E''(\omega)$  sont calculés suivant :

$$E'(\omega) = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \sin \delta \quad (\text{IV.1})$$

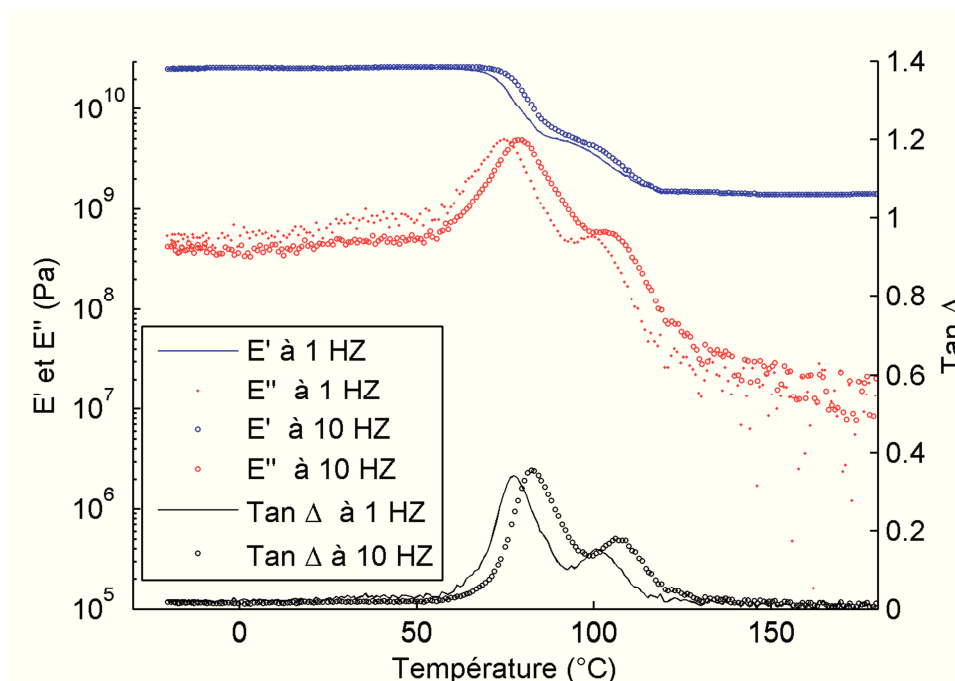
$$E''(\omega) = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos \delta \quad (\text{IV.2})$$

avec  $\omega = 2\pi f$  et  $f$  la fréquence de sollicitation imposée.  $\varepsilon_0$  et  $\sigma_0$  sont respectivement la déformation maximale et la contrainte maximale.  $\delta$  est le déphasage entre les signaux d'entrée et de sortie. La tangente de cet angle de perte est donc :

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (\text{IV.3})$$

Pour déterminer la part anélastique (viscoélastique par abus de langage) dans les composites NCF, un essai de balayage en température multi-fréquences est réalisé. Le matériau est sollicité successivement sous trois fréquences 0,1 Hz, 1 Hz puis 10 Hz lors d'une rampe de  $1^\circ/\text{min}$  de  $-20^\circ$  jusqu'à  $180^\circ\text{C}$  (Figure IV-1). Les essais sont répétés deux fois par condition pour des échantillons provenant de deux plaques stratifiées différentes afin de s'assurer des tendances observées.

A travers la Figure IV-1, de faibles mécanismes de viscoélasticité s'expriment de 70°C à 120°C. Dans la zone d'usage, la part non élastique du comportement est négligeable ( $E''$  faible) de même que la sensibilité aux vitesses et températures. Le matériau ne présente donc pas de viscoélasticité à température ambiante, ce qui permettra de mettre en place une analyse élastique de la campagne expérimentale. Il conviendra toutefois de rester prudent quant aux essais de fatigue et les réflexions sur l'endommagement.



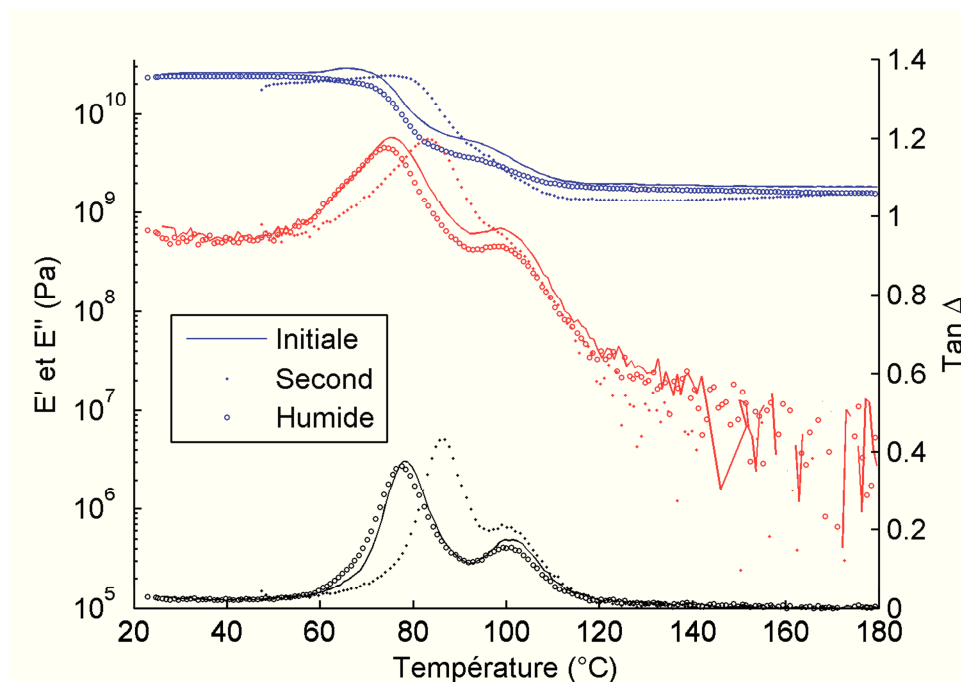
**Figure IV-1 : Analyse dynamique en fréquence associée à un balayage en température d'un composite NCF. La vitesse de chauffage est 1 °/min. Les échantillons sont utilisés tels que réticulés.**

Deux maxima de la tangente de l'angle de perte semblent exister, respectivement vers 80°C et 100°C. Leur proximité avec d'une part la température de réticulation (80°C) et l'ébullition de l'eau (100 °C) incitent à la prudence.

Ainsi la comparaison des résultats obtenus sur le matériau à l'issue de la réticulation et après un premier chauffage jusqu'à 180 °C dans les conditions d'essais (Figure IV-2) confirme les doutes. Ces deux pics évoluent laissant supposer que la réticulation n'est pas menée à son terme et que le composite pourrait reprendre un peu d'humidité.

L'influence de l'humidité sur le composite est accessible, qualitativement, en comparant les résultats de la DMA pour des éprouvettes présentant différents niveaux d'humidité. Un troisième essai est donc réalisé après humidification dans de l'eau à 20°C pendant 12 heures. Le Tableau IV-1 présente l'évolution de la masse selon les essais. Ces données sont disponibles pour des éprouvettes en composite mais aussi pour des éprouvettes de résine seule. D'un point de

vue massique, la prise d'humidité est plus importante lors de la présence de fibre dans la matrice. La présence de fibre doit donc faciliter l'infiltration des molécules d'eau dans le composite.



**Figure IV-2 : Influence du passé thermique sur le comportement viscoélastique du composite pour une fréquence de 1 Hz. Comparaison entre le diagramme initial (trait plein), le même échantillon après un premier chauffage à 1°/min jusqu'à 180 °C (symboles pleins) et un échantillon saturés d'humidité (symboles creux). En bleu sont représentés les modules de conservation, en rouge les modules de perte, et en noir le déphasage. La vitesse de chauffage est 1°/min.**

Les effets de la reprise en humidité sont décrits dans la Figure IV-2. L'état initial possède les valeurs de modules les plus élevés. Le surplus d'humidité n'a qu'une faible influence sur les modules.

**Tableau IV-1 : Evolution de la masse induite par le niveau d'humidité.**

	<i>Initial</i>	<i>Humide</i>	<i>Second</i>
<b>Composite NCF</b>	1.5775 g	1.5783 g	1.5715 g
<b>Différence de masse du composite par rapport à l'état initial</b>	-	0.175 %	-1.329 %
<b>EPIKOTE™ Résine MGS® RIM 135</b>	1.5724 g	1.5740 g	1.5577 g
<b>Différence de masse de la résine par rapport à l'état initial</b>	-	0.102 %	-0.935 %

### IV.2.3 Matrice d'élasticité.

Dans cette étude, les différentes matrices d'élasticité obtenues pour les différents renforts NCF sont utilisées afin de relier les propriétés mécaniques des composites à leurs architectures.

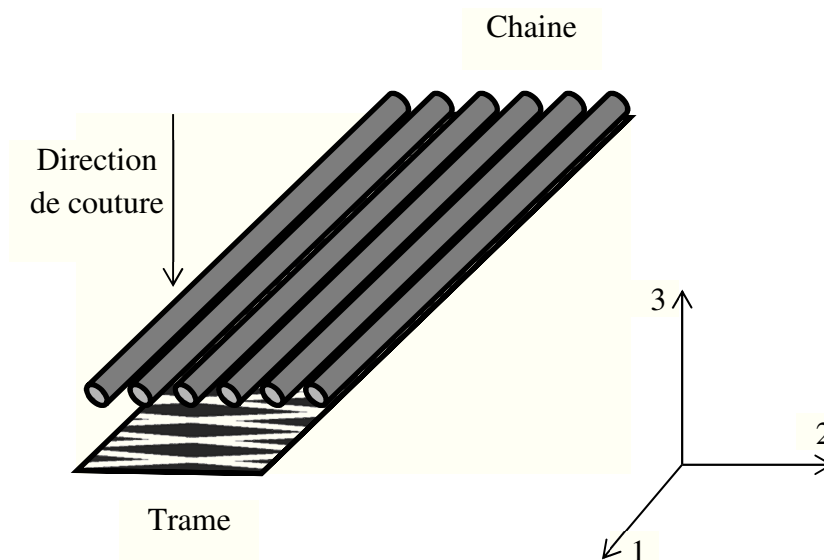
L'analyse DMA a montré que les phénomènes viscoélastiques peuvent être négligés à température ambiante. Le matériau est donc élastique mais anisotrope. Le verre de la fibre ainsi que la résine étant tout deux isotropes, l'anisotropie est le résultat de l'architecture des renforts. Les composites utilisés sont donc orthotropes d'axe l'axe les mèches [42].

La faible épaisseur des échantillons (4 plis) ne permet pas de vérifier si le plan transverse est raisonnablement isotrope. Les observations au microscope laissent craindre que non. En effet les mèches définissent deux axes différents : parallèle et perpendiculaire à l'épaisseur. Les solutions choisies consistent à réduire l'analyse à une analyse 2D, dans le plan des mèches, en faisant une hypothèse supplémentaire qui consiste à considérer le composite comme orthotrope de révolution (plan transverse isotrope). Dans ce dernier cas, la matrice d'élasticité caractérisant le matériau est donnée dans l'équation. IV.4.

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{23} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{13} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{12}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{12}}{E_1} & \frac{-\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1+\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{2G_{12}} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \\ \sqrt{2}\sigma_{13} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (\text{IV.4})$$

avec  $\varepsilon_{ij}$  la déformation,  $\sigma_{ij}$  la contrainte,  $E_{ij}$  les modules élastiques,  $\nu_{ij}$  les coefficient de Poisson et  $G_{ij}$  le module de cisaillement ;  $(i,j) \in \{1,2,3\}$  selon le repère du matériau représenté ci-dessous [42].





**Figure IV-3 : Référentiel du matériau**

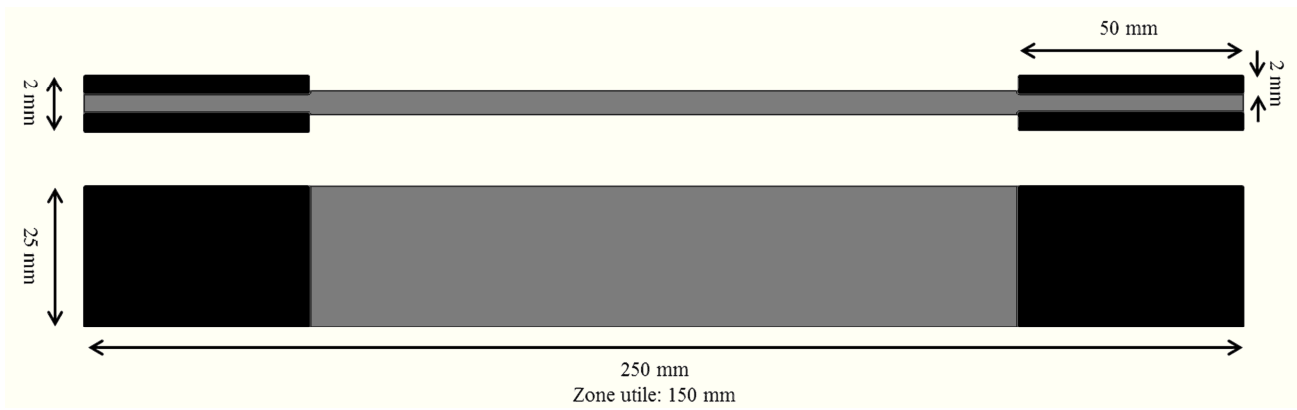
Les coefficients élastiques de la matrice d'élasticité sont obtenus à partir des différents essais de traction uni-axiaux sur éprouvettes rectangulaires talonnées réalisées pour différentes orientations d'éprouvette.

#### IV.2.4 Géométrie et découpe des éprouvettes

Les composites NCF quasi-UD sont utilisés dans les longerons sous forme de longues pièces monolithiques épaisses. Il est nécessaire de choisir comment reproduire au mieux le comportement de cette pièce en laboratoire, où des restrictions en terme de dimensions et du nombre de plis sont nécessaires afin de s'adapter aux machines d'essais disponibles.

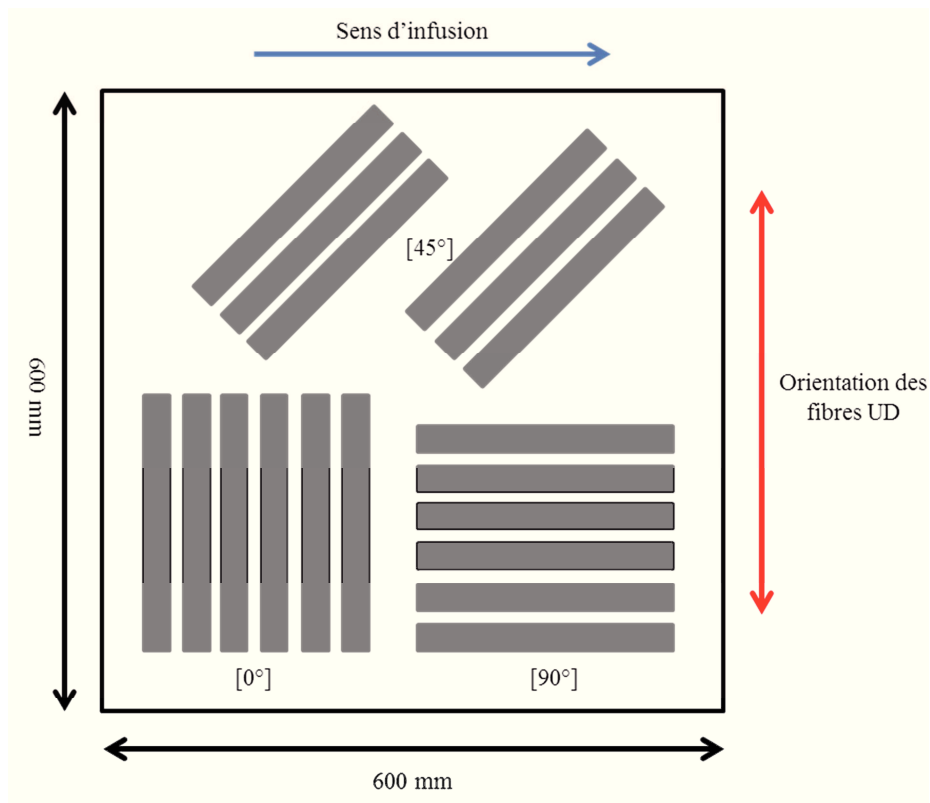
Les éprouvettes utilisées pour tester mécaniquement ce type de renfort répondent à la norme ISO 527 qui préconise des empilements de deux plis symétriques. Cela représente moins de 10% de l'épaisseur des longerons. De plus, l'obtention d'un stratifié plat requiert une symétrie de l'empilement pour éviter toute déformation de la plaque induite par les contraintes résiduelles issues de la mise en forme. Ainsi, ces empilements ne présentent pas la même interaction inter-plis que les empilements présents dans les éoliennes. Le choix s'est donc porté sur des éprouvettes issues de plaques stratifiées de 4 plis symétriques, avec les couches UD sur les faces extérieures. Ce choix permet de doubler le nombre d'interactions entre plis tel que ceux présents dans les longerons.

La zone utile des éprouvettes correspond à un parallélépipède d'une longueur de 250 mm pour une zone utile de 150 mm par 25 mm de large. L'épaisseur est contrôlée par le nombre de plis dans le stratifié. Des talons sont disposés aux extrémités, comme le montre la Figure IV-4.



**Figure IV-4 : Géométrie d'une éprouvette suivant les recommandations de la norme ISO 527.**

Une considération apparaît déjà quant à la largeur de ces éprouvettes. En effet, les résultats sur l'organisation (chapitre II) de la trame ont démontré que les tailles de VER du point de vue de la morphologie de la trame peuvent excéder cette dimension. La largeur est cependant conservée pour rester proche des conditions expérimentales de la norme ISO.



**Figure IV-5 : Schéma de découpe des éprouvettes sur les plaques composites.**

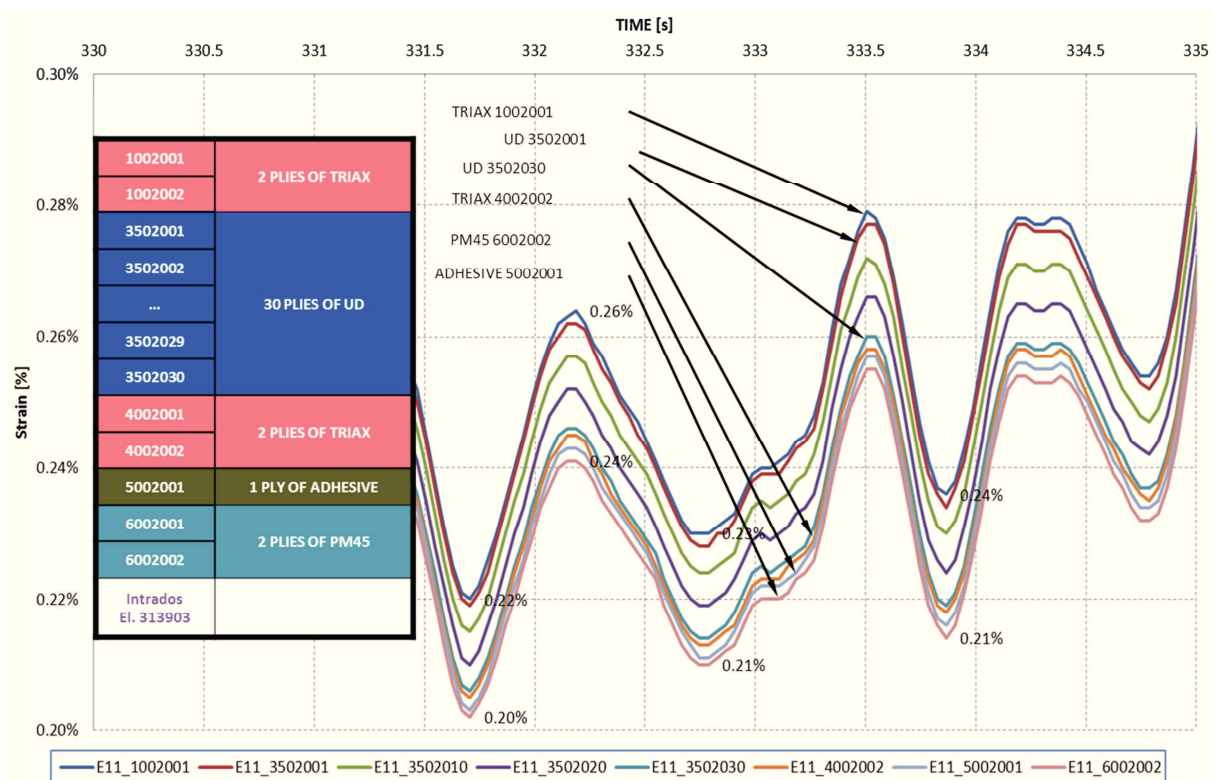
Les échantillons sont prélevés sur une seule plaque de 600 mm par 600 mm (Figure IV-5).

Les écarts types obtenus lors de l'estimation des coefficients rendront compte de la variabilité des propriétés de la plaque.

#### IV.2.5 Chargement

Une machine d'essai hydraulique MTS Landmark 370.25 munie d'une cellule de force de 250 kN est utilisée. Les éprouvettes  $[0^\circ]$  autorisent la détermination de  $E_1$  et  $\nu_{12}$ .  $E_2$  est estimé par des essais de traction sur des éprouvettes orientées à  $90^\circ$  de l'axe d'anisotropie.  $G_{12}$  est obtenu à partir d'essai de traction sur des éprouvettes orientées à  $45^\circ$  de l'axe d'anisotropie.

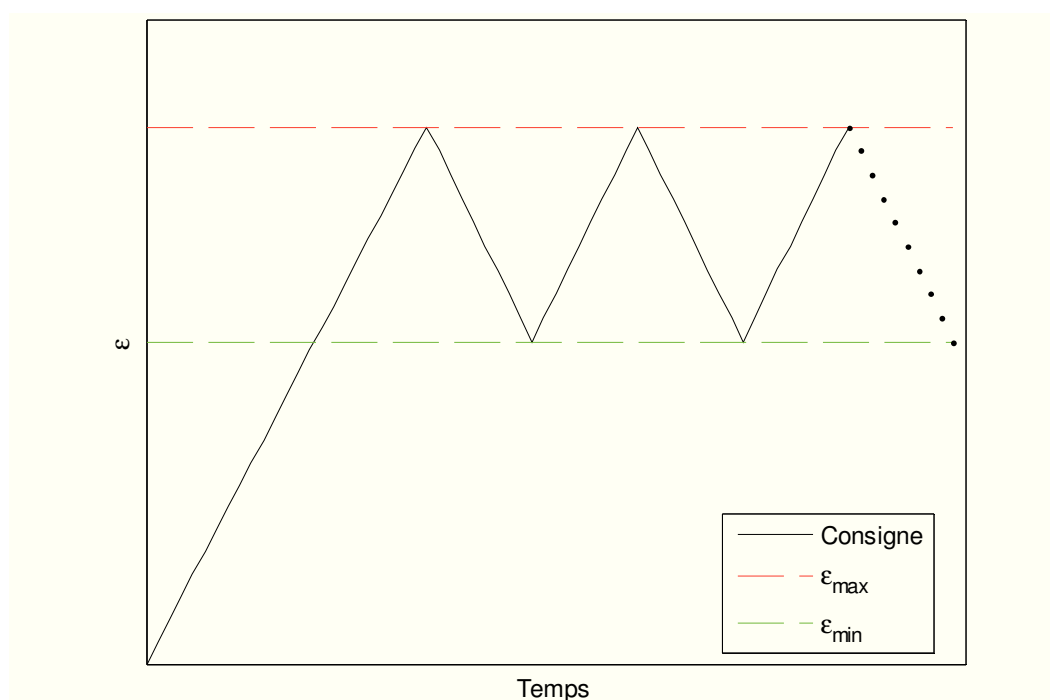
Les chargements des essais de traction sont choisis afin de solliciter le composite dans des conditions proches des sollicitations vues par le longeron des pâles. A partir de simulation éléments finis réalisé par Samtech® pour le partenaire industriel, la condition de chargement à imposer est déterminée. Ainsi le spectre de chargement présenté sur la Figure IV-6 suggère le choix d'un chargement cyclique en traction-traction. Pour l'analyse quasi-statique, les essais sont limités à vingt cycles afin de pouvoir observer ou non la présence d'un endommagement initial.



**Figure IV-6 : Réponse en déformation d'un longeron d'une structure d'une pale d'éolienne sollicitée par une condition de chargement de vent turbulent de 13m/s.**

Une consigne de contrôle en déplacement est préférée afin d'analyser les différences entre le déplacement appliqué et la réponse locale en déformation de l'éprouvette. La

comparaison de la consigne avec les déformations mesurées par corrélation d'image va permettre de rendre compte des effets de la géométrie de l'échantillon sur le champ de déformation obtenu. En effet, la géométrie rectangulaire des éprouvettes entraîne des concentrations de déplacement proches des mors. Ces effets sont à dé-corréler des localisations de déformation induites par des variations de microstructures [4]. En raison de la faible viscoélasticité du composite à température ambiante, une unique vitesse de déformation de  $6.7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  sera considérée. Elle est fixée en se basant sur une fréquence plus faible que celle du signal de la Figure IV-6, qui représente un cas extrême. La consigne de déformation est présentée sur la Figure IV-7.



**Figure IV-7 : Consigne type appliquée aux essais statiques.**

**Tableau IV-2 : Conditions de chargement pour les essais de traction quasi-statique**

<i>Orientation</i>	$\varepsilon_{max}$ (%)	$\varepsilon_{min}$ (%)	$\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	<i>Signal</i>	<i>Nombre de cycles</i>	<i>Répétition</i>
<b>0° - 1</b>	1.33	1	6.7 10 <sup>-3</sup>	Rampe	20	2
<b>0° - 2</b>	0.83	0.5	6.7 10 <sup>-3</sup>	Rampe	20	2
<b>0° - 3</b>	0.05	0.01	6.7 10 <sup>-3</sup>	Rampe	20	2
<b>45°</b>	0.83	0.5	6.7 10 <sup>-3</sup>	Rampe	20	4
<b>90°</b>	0.83	0.5	6.7 10 <sup>-3</sup>	Rampe	20	4

Le Tableau IV-2 présente les conditions de chargement exactes. La limite d'élasticité apparente des composites NCF suivant l'orientation des fibres unidirectionnelles est supposée proche des 0,7% de déformation (d'après le partenaire industriel). L'endommagement devrait donc être principalement amorcé au-delà de cette limite. Les chargements réalisés à 0° à différents niveaux de déformation (0°-1, 0°-2 et 0°-3) devraient permettre de révéler différents états d'endommagement.

#### IV.2.6 Métrologie

La technique de mesure de champ par corrélation d'image est apparue aux USA dans les années 80. Elle permet de mesurer des champs de déplacement sur la surface observée. Lorsqu'elle est utilisée dans le cadre d'essais mécaniques, cette méthode permet de calculer les champs de déformations locaux de l'éprouvette. Des mesures en deux ou trois dimensions sont possibles.

La démarche consiste à déposer un mouchetis aléatoire sur la surface à observer. Ce mouchetis se déforme en même temps que la surface de l'échantillon. Des images sont acquises pendant l'essai à une fréquence définie. La première image de l'essai sert de référence à la corrélation d'image. Elle traduit l'état non-déformé du matériau. Les images suivantes sont comparées à l'image initiale afin de déterminer les champs de déplacement puis le gradient de ce dernier qui va permettre d'estimer les champs de déformation locale de l'éprouvette sollicitée. Le lecteur pourra se référer à [43] pour toute description détaillée du traitement mathématique de la méthode de corrélation d'image.

Différents logiciels commerciaux, tels que VIC<sup>®</sup>, Aramis ou Correl<sup>i</sup><sup>stc</sup>, peuvent être utilisés

afin d'analyser les données d'essais. Ces derniers permettent de faire l'acquisition d'images et leur traitement. Ces algorithmes peuvent être également utilisés pour pratiquer de la stéréocorrélation d'image, impliquant deux caméras calibrées sur une mire, et offrant ainsi des mesures hors plan du déplacement [44].

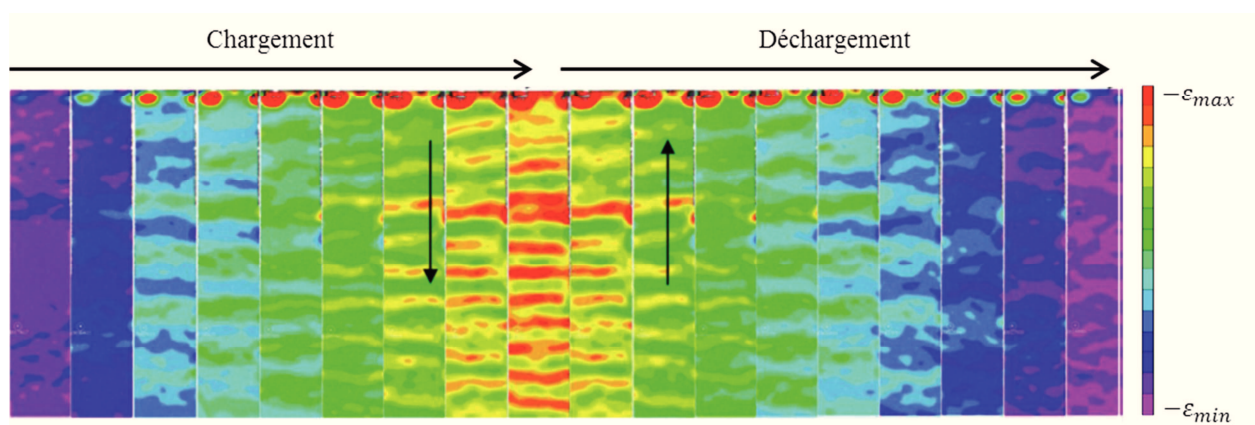
Dans ce travail de thèse, le logiciel commercial VIC dans un cas 2D est utilisé. Aucun effet hors plan détectable n'a été déterminé lors d'essais préliminaires utilisant la stéréocorrélation d'image (3D). La caméra utilisée est une Redlakes Megaplug II ES4020, de résolution 2048 x 2048 pixels, avec une fréquence d'acquisition maximale de 15 Hz.

#### IV.2.7 Essais préliminaires sur la matrice époxy

Des essais préliminaires, réalisés pour ajuster le protocole expérimental, ont mis en évidence des artefacts liés à la corrélation d'image et à la géométrie des éprouvettes. Afin de mieux appréhender l'origine de ces artefacts, le choix a été de simplifier le problème en réalisant des essais sur un matériau isotrope. Deux éprouvettes de résine EPIKOTE™ MGS® RIM 135 ont ainsi été produites, suivant le schéma de la Figure IV 4 et la condition [0°-3]. Ces essais ont permis également de caractériser la matrice.

##### IV.2.7.1 Interférence de Moiré

Lors des essais préliminaires, les déformations calculées par corrélation d'image présentaient des oscillations de faibles fréquences, suggérant des décharges locales lors de la phase de chargement, et inversement lors de la décharge (Figure IV-8). Un champ de déformation hétérogène était alors obtenu dans le cas d'un matériau homogène isotrope. Ce type de résultat est également observable dans la littérature ([45–47]). Ces hétérogénéités sont en réalité un artefact de la corrélation d'image, semblable à l'interférence de Moiré. Il apparaît pour des mouchetis très fins, dans le cas de faibles déformations, et pour une fenêtre d'analyse petite comparée à la résolution de la caméra. Les faibles déplacements observés d'une image à une autre ne permettent pas le suivi précis d'un point du mouchetis, car les valeurs de gris au sein de l'élément sont trop proches de celle de son voisinage. L'algorithme de corrélation considère l'image de référence et la discrétisation spatiale établie sur elle comme fixe. Les images déformées possèdent un pas de discrétisation spatiale supérieur, résultat de la déformation de l'échantillon. Lors de la comparaison de la discrétisation de référence avec la discrétisation déformée, la régularité des deux discrétisations entraîne une interférence de Moiré.



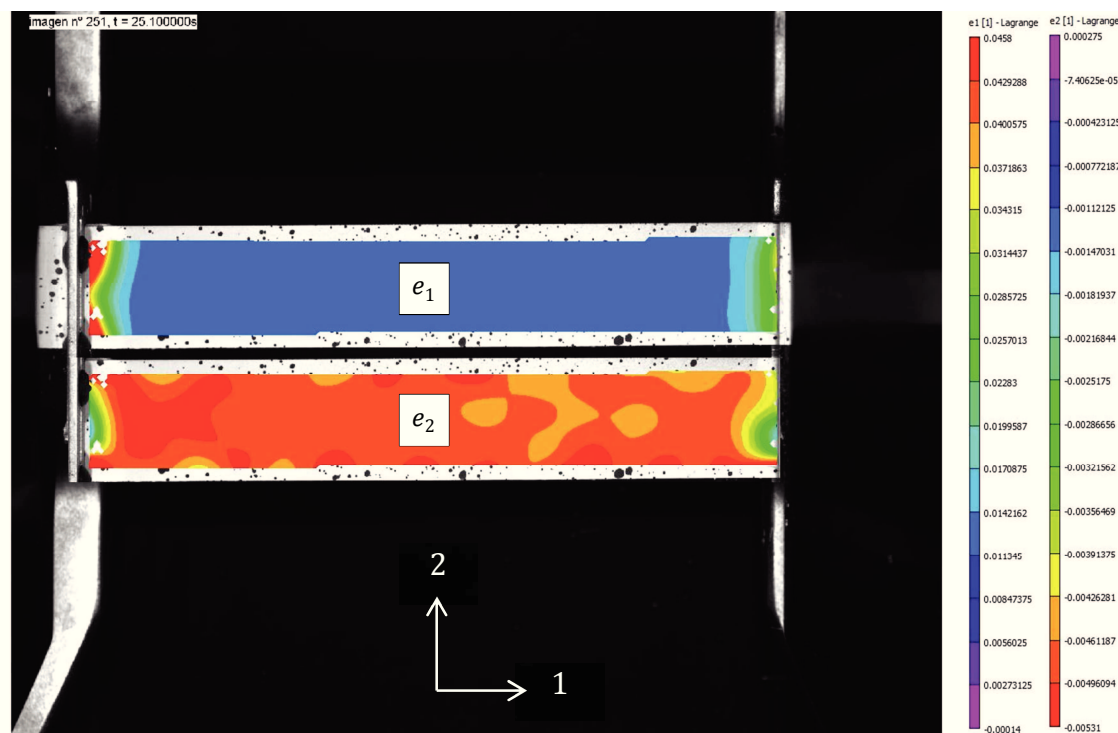
**Figure IV-8 : Champs de déformation longitudinale acquis lors d'un cycle. Les flèches verticales indiquent le déplacement des bandes lors de la charge et de la décharge.**

Les solutions pour s'affranchir de cet artefact consistent à grossir le mouchetis, et augmenter la fenêtre d'analyse ou augmenter la résolution de la caméra. Pour les essais de traction, l'unique option consiste à grossir la taille du mouchetis. Cependant, une telle action implique perte de précision, non compatible avec des mesures de champ dont le but est de mettre en évidence les effets de la morphologie du composite. Pour minimiser cette perte de précision, le choix de diminuer la distance caméra / éprouvette a été faite. Cependant, ceci implique une diminution du champ d'observation, rendant impossible le suivi de l'échantillon dans sa totalité. La zone d'analyse est donc axée sur la zone centrale de l'éprouvette. La résolution des déplacements mesurés est de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$ . La configuration initiale sera conservée pour les essais transverses et à 45°. En effet, l'artefact d'interférence de Moiré n'a pas été observable pour ces orientations du fait de la forte hétérogénéité des déformations. La résolution des déplacements ainsi mesurés est de l'ordre de 170  $\mu\text{m}$ .

#### *IV.2.7.2 Localisation des déformations induites par la géométrie de l'éprouvette*

Les essais préliminaires ont également permis d'observer que le déplacement appliqué par la machine d'essai n'est pas celui mesuré par la corrélation d'image dans la zone centrale de l'éprouvette. La diminution de déformation observée dans la zone centrale de l'éprouvette n'est pas seulement due à la complaisance de la machine, mais est le résultat de la géométrie rectangulaire des éprouvettes. Ces dernières n'ont pas une zone utile dédiée à la localisation des déformations comme les éprouvettes en 'os de chien', dont les congés ont pour but de localiser la déformation au niveau de la zone utile de l'éprouvette. Les localisations en déformation obtenues sur les éprouvettes de l'étude sont principalement situées au niveau des mors de serrage de la machine qui compriment les talons et interdisent les déplacements latéraux.





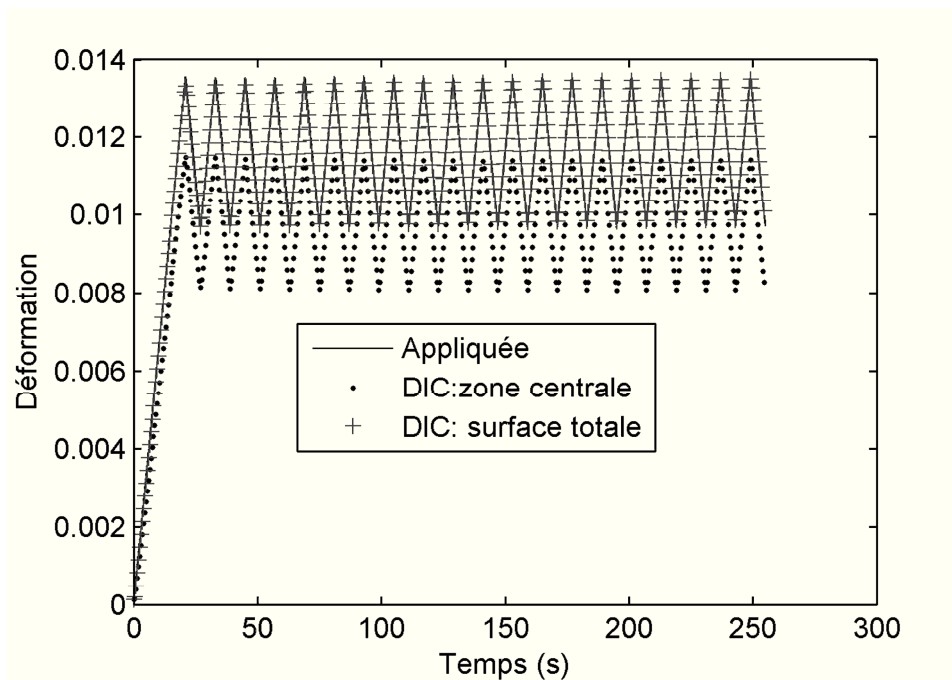
**Figure IV-9 : Phénomène de localisation de déformation aux extrémités de l'éprouvette. (a) Schéma représentatif de la localisation des déformations longitudinales lors d'une traction quasi-statique. Champ de déformation  $e_1$  et  $e_2$  d'une éprouvette en résine. Une déformation supérieure du matériau au voisinage des mors de la machine est observable.**

La Figure IV-9 présente le champ de déformation de la résine dans les deux directions principales, au premier pic de chargement. Le gradient de déformation au voisinage des mors pour les deux composantes est observé. La déformation transverse  $e_1$  proche des mors est environ la moitié de celle retrouvée dans le centre de l'éprouvette. La raison de cette diminution provient de la compétition entre la déformation induite par le chargement et celle induite par le blocage latéral des talons.

Les courbes suivantes (Figure IV-10 et Figure IV-11) proviennent du calcul de la déformation issue d'un suivi de la moyenne du champ sur le mouchetis qui englobe : d'une part la zone centrale, et d'autre part la totalité de l'éprouvette, afin de mettre en évidence les effets des conditions limites de l'essai. La Figure IV-10 présente une comparaison entre la déformation mesurée sur la zone centrale et la déformation mesurée dans la totalité de l'éprouvette. La figure IV-11 représente, quant à elle, une comparaison des courbes contrainte – déformation.

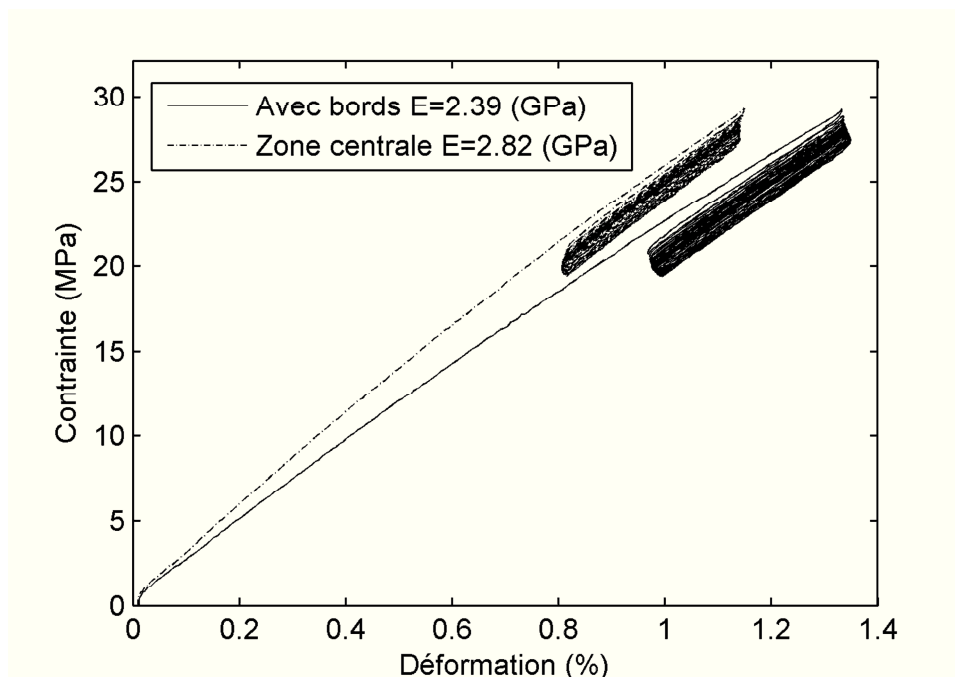
Il apparaît que la localisation au niveau des mors n'est pas une constante mais évolue également au cours des cycles. Ceci explique pourquoi lors d'essais de fatigue sur ces géométries, la rupture des éprouvettes s'amorce au voisinage des mors ([4,48]). Par ailleurs, la géométrie rectangulaire a pour effet de sous-estimer la durée de vie d'un composite sollicité dans

des conditions de fatigue [49].



**Figure IV-10 : Comparaison de la déformation appliquée, mesurée en tenant compte des zones au voisinage des mors et mesurée sur la zone centrale de l'éprouvette.**

La question de la pertinence de la géométrie de ces éprouvettes se pose donc. Des études sur ce sujet ont démontré la difficulté de mettre en place des congés sur ce type de matériaux. La découpe de formes courbes entrainerait des micro-défauts susceptibles de modifier le comportement du matériau. L'analyse des courbes de la contrainte en fonction de la déformation permet d'observer la différence entre les modules de Young  $E$  apparents identifiés sur la zone centrale de l'éprouvette et sur l'éprouvette totale (Figure IV-11). Ce dernier apparaît plus élevé dans la zone centrale. Les hystérèses des cycles sont également plus compactes, signe de mécanismes de dissipation moindres dans la zone centrale par rapport à la zone proche des mors. Toutefois, ces localisations aux bords ne remettent pas en cause le calcul des propriétés élastiques locales. Les mesures de déformation ne doivent pas englober la totalité de l'éprouvette pour ne pas tenir compte de l'effet de bord.



**Figure IV-11 : Effet de la déformation au voisinage des mors sur la réponse en contrainte vraie en fonction de la déformation vraie.**

Dans la suite du document et sauf avis contraire, les contraintes et déformations moyennes mesurées sur la partie de la zone utile dégagée des effets de tête sont rapportés. Le dépouillement se fera sous hypothèse d'isotropie transverse et tiendra compte des deux déformations principales dans le plan. Les modules seront les modules moyens en dessous de 0,005 de déformation rapportés aux taux volumique de fibres. Les contraintes seront normalisées par la contrainte maximale du renfort de référence.

#### **IV.2.7.3 Coefficients d'élasticité de la résine**

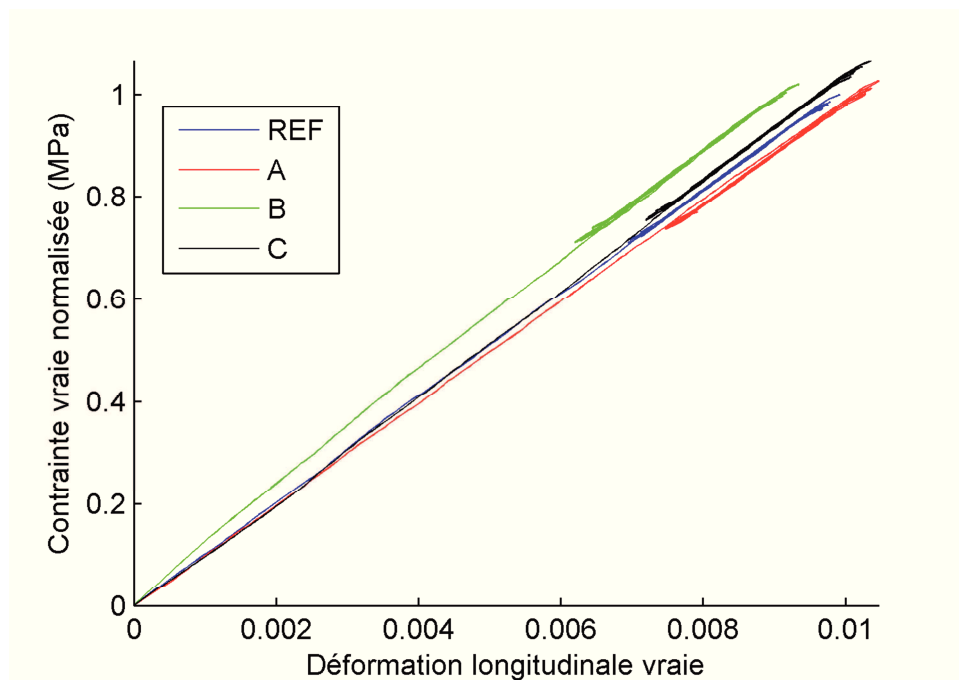
Les propriétés élastiques de la résine dans les conditions d'essai décrites en introduction de cette section sont déterminées afin de comprendre l'influence mécanique de la résine sur le comportement des composites NCF. Les valeurs de ces coefficients sont regroupées dans le Tableau IV-3 et comparées avec celles proposées par le fabricant [50] et validées dans la littérature [51]. Le module de Young est sous-estimé tandis que le coefficient de Poisson est surestimé. Cette différence pourrait s'expliquer par une déformation transverse plus faible avec les éprouvettes rectangulaires, conséquence des effets de bords. Par ailleurs, l'analyse de la courbe contrainte déformation de la zone centrale telle qu'illustrée en Figure IV-11 permet d'estimer la limite d'inélasticité aux alentours des 0.7% de déformation.

**Tableau IV-3 : Comparaison des propriétés élastiques mesurées et données disponibles de la résine.**

<i>EPIKOTE™ Resin MGS® RIM 135</i>	<i>Fiche technique</i>	<i>Résultat essai</i>
<i>Module d'Young E (GPa)</i>	3.2	2.8
<i>Coefficient de Poisson <math>\nu</math></i>	0.35	0.38
<i>Module de cisaillement G (GPa)</i>	1.185	-

#### IV.2.8 Essais de traction pour une orientation de 0°

La Figure IV-12 montre le comportement en traction parallèlement aux fibres pour nos quatre architectures normalisé par la contrainte maximale observée. Les échantillons possèdent une quantité similaire de fibres orientées selon la même orientation. La rigidité des composites selon cette orientation est donc susceptible d'être équivalente pour les quatre renforts. Les différences quantifiables ici, entre les différents renforts, sont le résultat des différences de morphologies, telles que les variations de taux de fibre locaux (c.-à-d. l'hétérogénéité).



**Figure IV-13 : Réponses type de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour un matériau sollicitée selon l'orientation de la trame. Réponse pour le chargement initial suivi des 20 premiers cycles. Contraintes normalisées par rapport à la contrainte maximale au renfort REF.**

A partir de ces essais le module élastique et le coefficient de Poisson sont calculés. Le premier est extrait pour des déformations vraies inférieures à 0.35%. Ces résultats sont regroupés dans le Tableau IV-4. Les données sont normalisées pour une fraction volumique de fibre de 50% afin de permettre une comparaison à iso-taux de fibre. Les résultats sont une moyenne sur les 6 essais.

Les valeurs de modules élastiques présentées dans le Tableau IV-4 démontrent la faible variation des modules pour les quatre renforts. En ce qui concerne les écarts types des modules, l'architecture du renfort *A* semble permettre de réduire la dispersion des coefficients calculés. A l'inverse, la structure du renfort *B* augmente légèrement la dispersion, conséquence du faible maintien de la structure fibreuse par la couture. Les renforts *REF* et *C* présentent un module équivalent et une même dispersion. Ainsi, il semblerait que la réduction de la longueur de couture soit favorable à la reproductibilité du module longitudinal du composite qu'une couture lâche et asymétrique augmente la dispersion des résultats. L'augmentation de la masse linéique du fil de trame n'a pas d'effet sur la valeur du module longitudinal ou de sa reproductibilité.

Les valeurs des coefficients de Poisson présentées dans le Tableau IV-4 illustrent des comportements différents dépendant des paramètres de conception des renforts. Dans le cadre d'une traction uniaxiale, le coefficient de Poisson traduit la sensibilité du composite à une contraction transverse, induite par une déformation longitudinale. Plus la valeur du coefficient est élevée, plus la déformation transverse est importante. Sur ce point, le renfort *REF* est le moins sensible à l'effet de Poisson. Les renforts *A*, *B* et *C* présentent un coefficient plus élevé. Deux hypothèses sont possibles pour ces résultats. D'une part, la majorité de la déformation transverse, induite par la traction, s'effectuerait dans la résine (espace inter-filaments et inter-mèches), du fait de sa faible rigidité comparée au verre. D'autre part, la trame participerait directement à la rigidité transverse. Cette dernière serait dépendante de l'alignement des mèches transverses par rapport à la direction des contraintes induites par l'effet de Poisson, mais aussi de la taille moyenne des mèches. Dans le cas du renfort *A*, la plus forte proportion de résine dans la trame ainsi que les petites dimensions des mèches transverses pourrait expliquer l'augmentation de la déformation transverse. Dans le cas du renfort *B*, l'homogénéité de la morphologie augmente les espaces inter-filaments où prendrait place la déformation transverse. En ce qui concerne le renfort *C*, l'orientation des mèches transverses (proche de  $+80^\circ$  et  $-80^\circ$ ) ne serait pas optimale pour contenir l'effet de Poisson.

La réalisation d'essais cyclés suivant la sollicitation décrite Figure IV-7 permet de mettre en évidence l'absence d'endommagement prématuré du composite. La courbe de contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour les quatre renforts présente des hystérèses induites par les cycles qui restent négligeables. Par conséquent, il n'existe pas d'endommagement prématuré dans les premiers cycles de chargement du stratifié pour les niveaux de déformation testés.

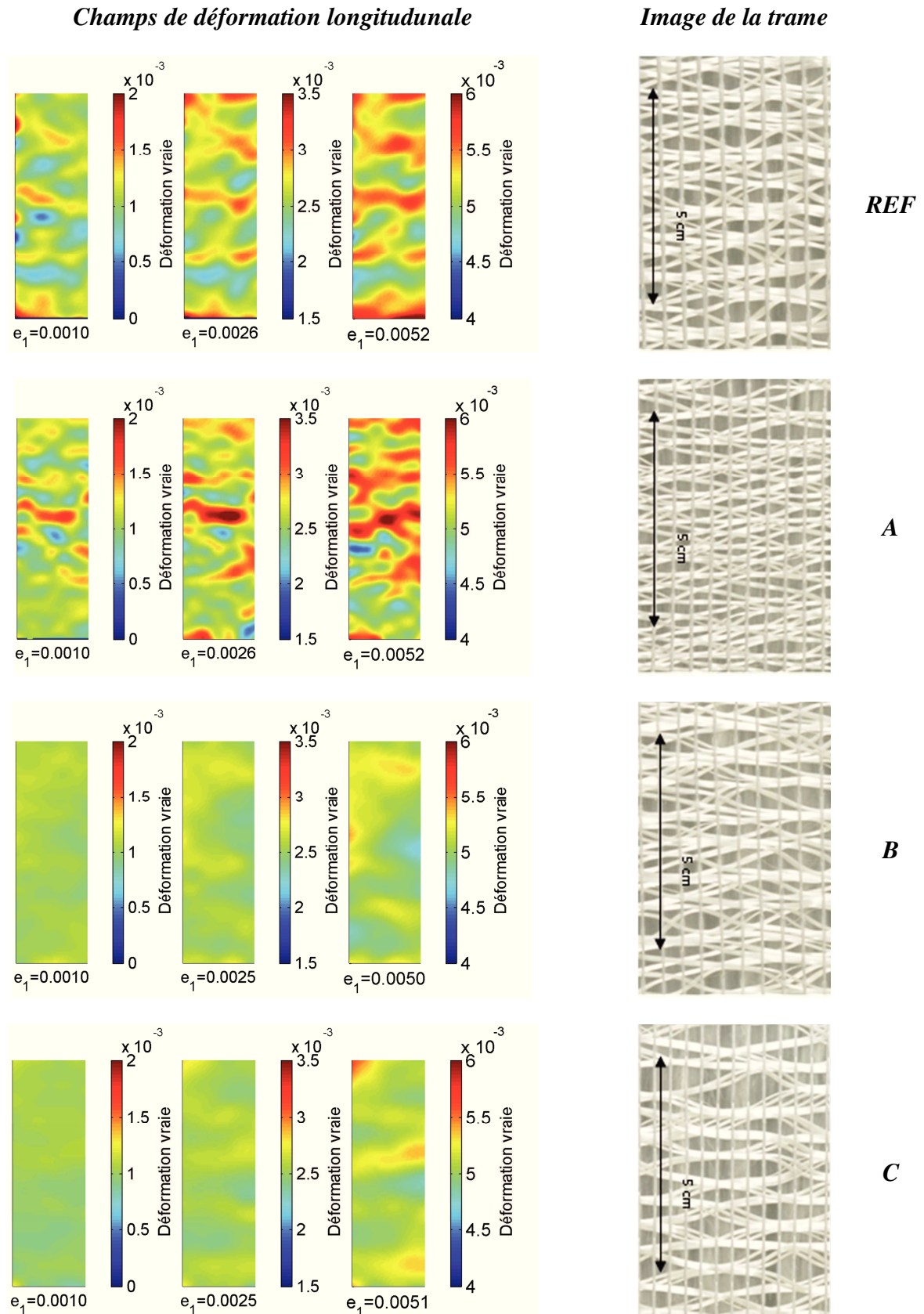
**Tableau IV-4 : Moyennes et écarts types normalisés des propriétés élastiques selon l'axe des mèches UD.**

<i>Renforts</i>	<i>E<sub>1</sub>(GPa)</i>	<i>ν<sub>12</sub></i>
<i>REF</i>	39.6 (±2.2)	0.26 (±0.05)
<i>A</i>	40.3 (±1.0)	0.31 (±0.04)
<i>B</i>	41.4 (±2.4)	0.38 (±0.06)
<i>C</i>	40.4 (±2.2)	0.30 (±0.06)

L'analyse des champs de déformation permet de mettre en évidence l'hétérogénéité des déformations lors de ce chargement initial. La Figure IV-14 présente les champs de déformation longitudinaux pour des niveaux de déformation longitudinale apparente de 0.1%, 0.25% et 0.5%). Les renforts *REF* et *A* présentent des champs similaires. L'hétérogénéité des déformations est présente dès 0.1% de déformation, avec des variations d'un point à l'autre de l'éprouvette pouvant atteindre 0.07% de déformation. A 0.5% de déformation globale apparente, le renfort *A* se montre légèrement plus hétérogène que le renfort de référence. A l'inverse, les renforts *B* et *C* présentent des champs bien plus homogènes. L'hétérogénéité s'intensifie à 0.5% de déformation pour ces renforts.

Les formes et directions des localisations rappellent l'organisation de la trame. Bien qu'il soit impossible d'être affirmatif car les trames ne sont plus visibles sur les éprouvettes, quelques hypothèses sont posées. Pour les renforts *REF* et *A*, les localisations pourraient se situer dans les zones riches en résine de la trame. Pour le renfort *B*, la faible hétérogénéité des déformations semblerait être la conséquence de l'homogénéité du composite. Dans le cas du renfort *C*, l'imbrication de la couche UD dans la trame permet de combler les espaces vides les plus volumineux. De plus, la trame contient moins de mèches, résultats de l'augmentation de la masse linéique. Ces deux aspects réduisent donc la quantité de zones riches en résine dans la trame, réduisant par conséquent l'hétérogénéité des déformations.





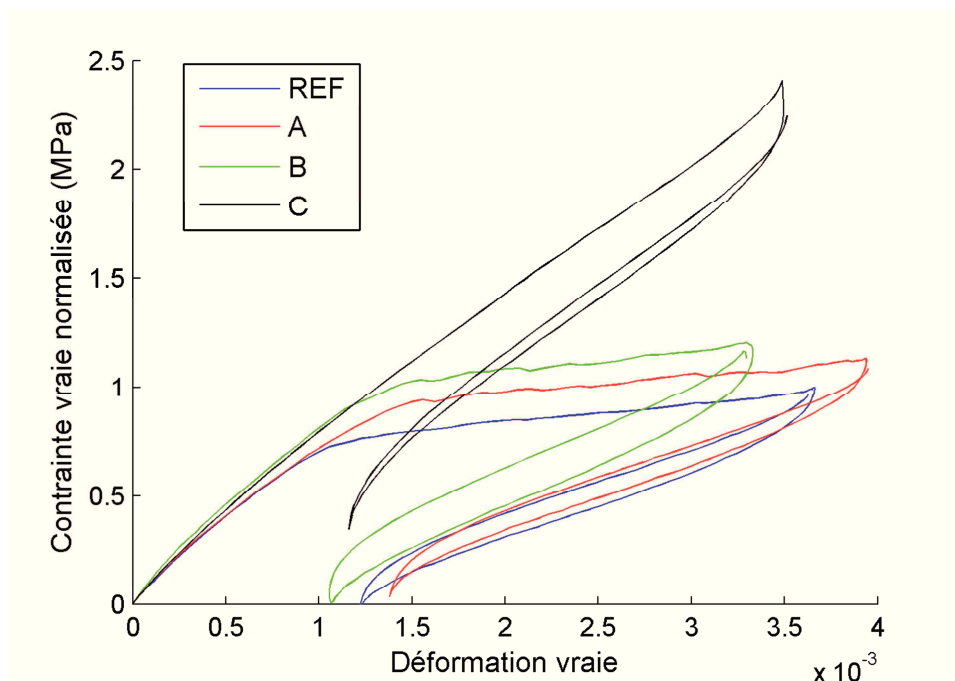
**Figure IV-14 : Champs de déformation longitudinale en trois points lors du chargement initial. Observation des champs des quatre composites sur une zone de 80 x 20 mm<sup>2</sup>. L'échelle de couleur définit les niveaux de déformation tandis que les légendes des images présentent la valeur de déformation moyenne.**



Pour conclure, dans le sens longitudinal l'influence des paramètres de conceptions se retrouve dans trois aspects : la reproductibilité de module global apparent, le coefficient de Poisson et les hétérogénéités de déformation. Le maintien de la structure fibreuse par la couture permettrait de contrôler la reproductibilité du composite. En ce qui concerne le coefficient de Poisson, il semblerait qu'il y ait une compétition entre les zones riches en résine, les espaces inter-filaments des mèches UD et la trame. Enfin, l'influence des paramètres de conception se retrouve dans l'hétérogénéité des déformations. Dans ce contexte, le maintien de la structure fibreuse tend à augmenter l'hétérogénéité des déformations. Inversement, un composite homogène du point de vue de la fraction volumique de fibre se déformera de façon plus homogène. Une augmentation de la masse linéique des mèches transverses pour une masse surfacique de trame donnée réduit les hétérogénéités. Il semblerait donc que les localisations de déformation (supposées être des points de faiblesses à long terme) seraient guidées par la couche de trame. Enfin, les hystérèses quasi-nulles démontrent l'absence d'endommagement lors des premiers cycles de chargement.

#### **IV.2.9 Essais de traction pour une orientation de 90°**

Les essais de traction pour une orientation de 90°, soit perpendiculairement aux fibres unidirectionnelles sollicitent plus particulièrement la trame mais aussi la résine et l'interaction fibre / matrice des filaments des mèches UD. La morphologie des composites (la maille dessinée par la trame et les espaces riches en résine) peut contrôler directement les performances transverses. Le niveau de compaction des mèches UD influence le taux de verre intra-mèche, influençant l'intensité du cisaillement entre les filaments. Ces variations d'agencement vont avoir une influence sur le comportement mécanique du composite. C'est cette influence qui est étudiée dans cette partie.



**Figure IV-15 : Réponses type de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour un matériau sollicité selon l'orientation de la trame. Réponse du chargement initial suivi du premier cycle. Contraintes normalisées par rapport à la contrainte maximale au renfort *REF*.**

La Figure IV-15 présente les courbes de contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour les quatre renforts de l'étude obtenues lors d'essais de traction cyclés. Ces courbes peuvent se décomposer en trois parties dans le cas des renforts *REF*, *A* et *B*. Premièrement, les composites présentent une réponse linéaire (sans doute élastique), jusqu'à une déformation de 0.12% environ. Ensuite, une fois un seuil dépassé, la contrainte augmente moins vite jusqu'à la déformation maximale appliquée. Enfin, lors de la phase cyclique, des hystérèses s'établissent. Dans le cas du renfort *C*, aucun seuil n'est visible dans la gamme de déformation explorée. Le composite apparaît rigide jusqu'à la fin du premier chargement. De plus, l'aire de la première hystérèse de la phase cyclique présente une surface moindre comparée aux autres renforts. Ainsi, il semblerait que l'augmentation de la masse linéique de la trame pour une masse surfacique donnée influence la rigidité transverse ( $E_2$ ) ainsi que la contrainte maximale.

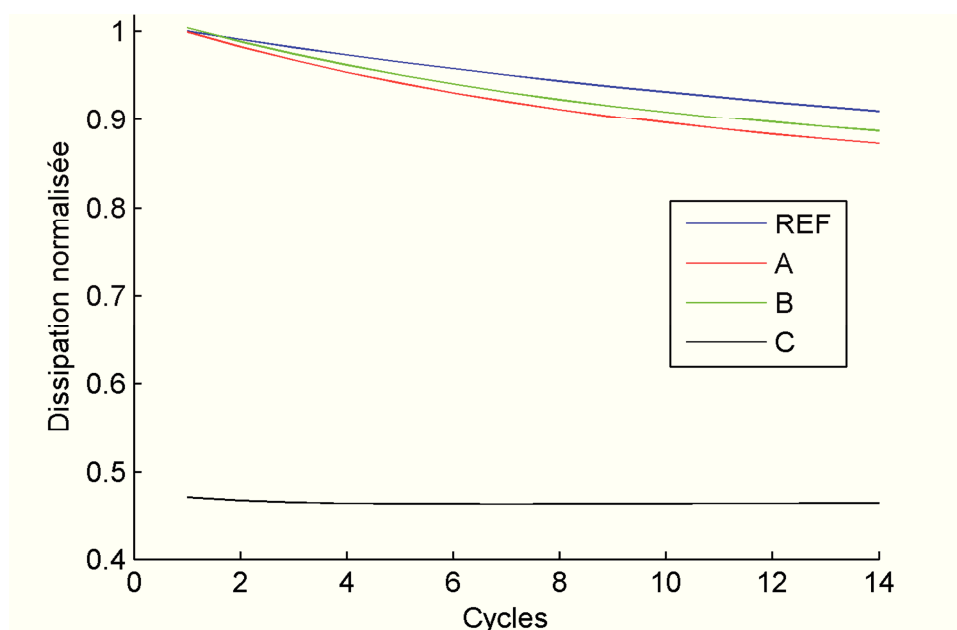
A partir de ces courbes, le module transverse de chacun des renforts est extrait et répertorié dans le Tableau IV-5. Les valeurs présentées correspondent à la moyenne et l'écart type obtenues pour 4 échantillons testés pour chaque renfort.

**Tableau IV-5: Moyennes et écarts types normalisés du module élastique selon l'axe perpendiculaire aux mèches UD.**

<i>Renforts</i>	<i>E<sub>2</sub> (GPa)</i>
<i>REF</i>	8.0 (± 0.5)
<i>A</i>	9.7 (± 0.4)
<i>B</i>	10.6 (± 0.4)
<i>C</i>	13.0 (± 0.2)

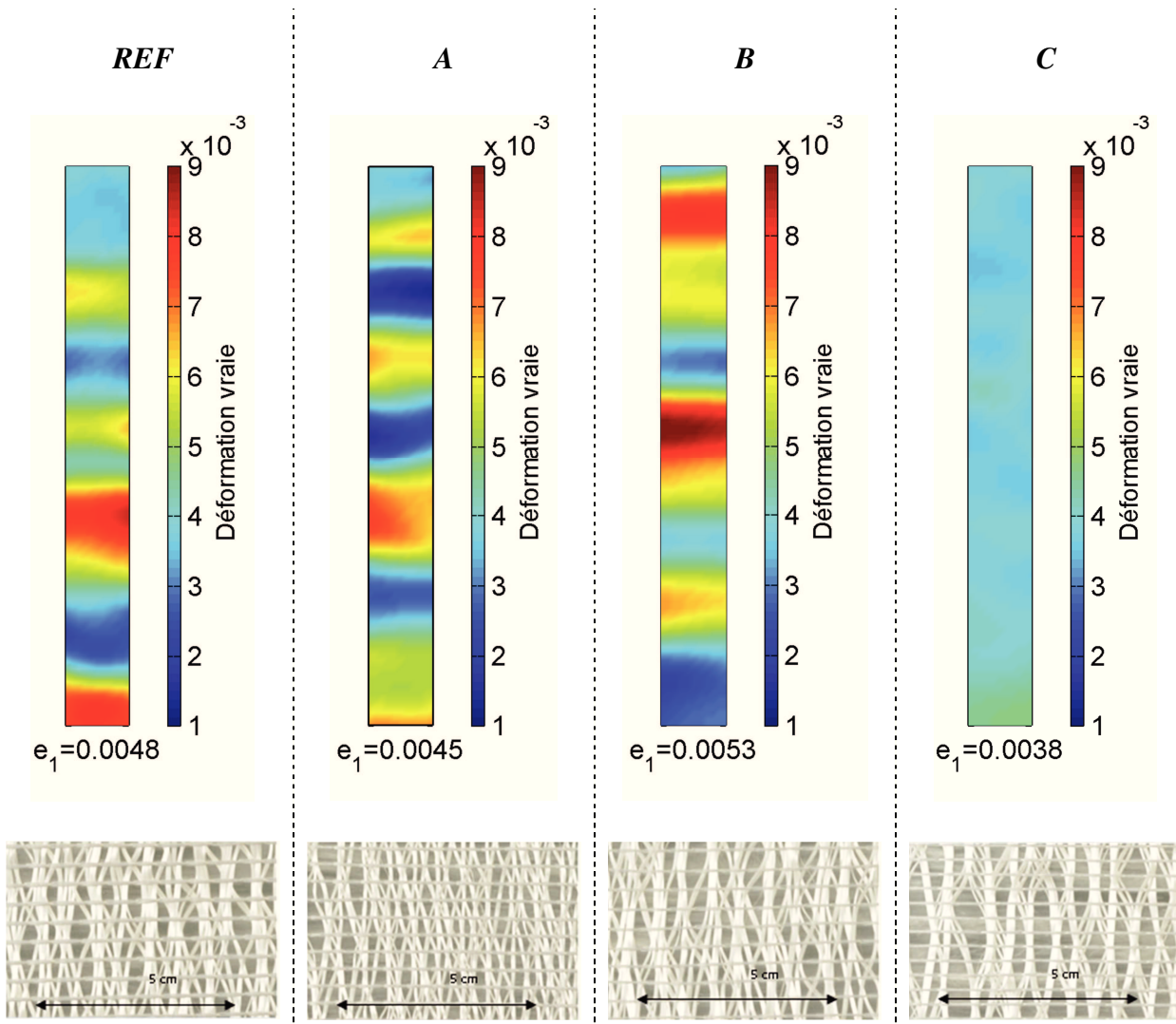
Les différences sur le module transverse  $E_2$  démontrent une influence plus marquée de la morphologie des composites sur les propriétés élastiques comparés aux essais selon l'axe des mèches UD. Le coefficient de Poisson selon cette orientation est nul. Ceci s'explique par la rigidité des mèches UD qui ne peuvent pas se déformer sous l'effet de la contraction transverse.

Le renfort *C* est le plus rigide grâce à ces mèches transverses plus épaisses. Le renfort *B* se classe second. La différence morphologique majeure qu'il présente par rapport au renfort de référence provient de la fraction volumique intra-mèches UD plus faible. Le renfort *A* est le troisième en termes de module. Comparé à *REF*, il présente une trame avec une plus grande proportion des mèches orientées à 90° et il possède des espaces inter-mèches UD plus volumineux. Une étude plus approfondie est nécessaire pour déterminer quelles caractéristiques morphologiques des composites expliquent ce classement.



**Figure IV-16 : Evolution de l'énergie de dissipation moyenne pour chaque type de renfort en fonction du nombre de cycles. Essais à 90°. Valeur normalisée par rapport au renfort *REF*.**

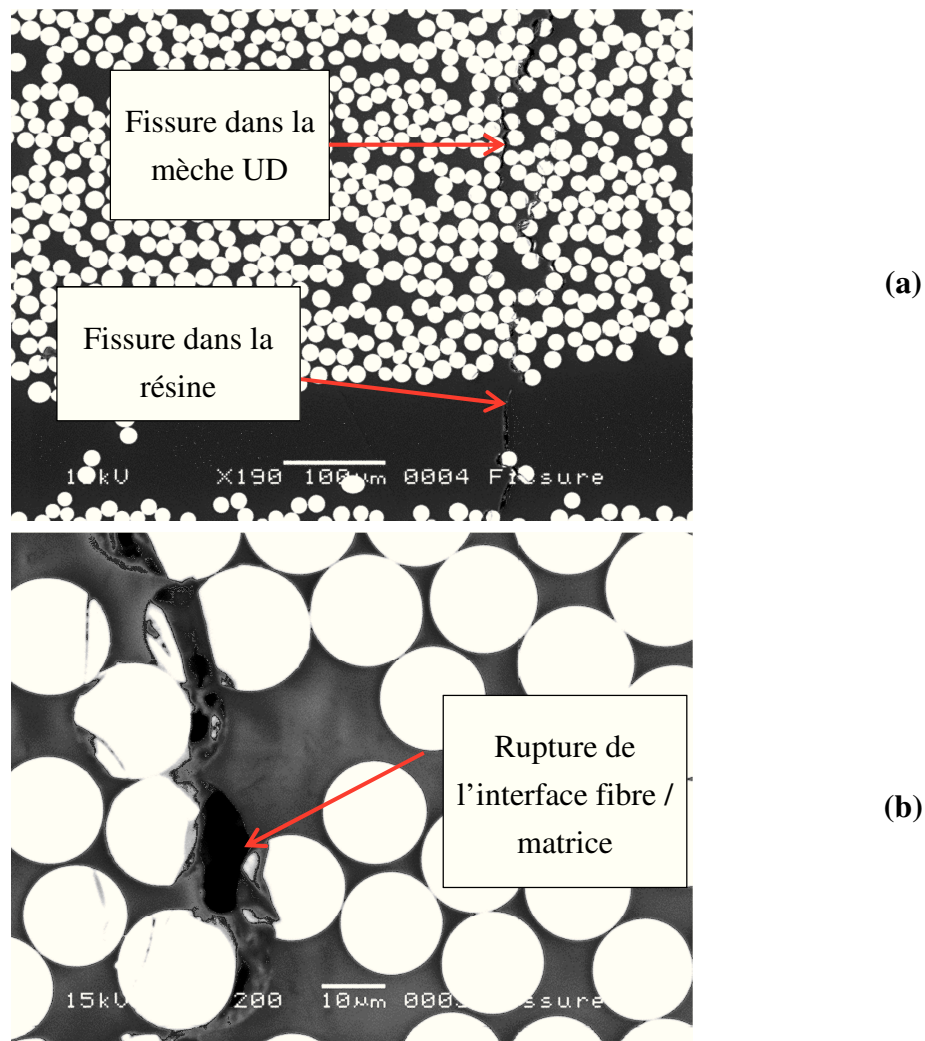
La Figure IV-16 présente l'évolution de l'énergie dissipée par cycle en fonction du nombre de cycles pour les différents renforts. Dans le cas des matériaux composites, la dissipation d'énergie est principalement liée à la viscoélasticité et à l'endommagement dans la résine et aux interfaces fibre / matrice [52]. Le renfort *C* dissipe peu au cours des premiers cycles. Il semblerait donc que la taille des fils de la trame soit le composant architectural régissant le comportement transverse des renforts NCF quasi-UD. Ainsi, plus les fils transverses possèdent de filaments, plus la sensibilité à l'endommagement sera réduite. Dans le cas des renforts possédant les fils fins (68 tex), la trame n'est pas assez résistante pour porter la contrainte. Les mécanismes d'endommagement (vraisemblablement) s'amorcent une fois le seuil de dépassé. Les renforts *REF*, *A* et *B* se différencient donc par la quantité d'endommagement qu'ils subissent aux cours des premiers cycles.



**Figure IV-17 : Champ de déformation longitudinal au pic du chargement initial de l'essai. L'échelle de couleur traduit les intensités de déformation longitudinale. La flèche indique l'orientation de la sollicitation. Les dimensions de la zone d'analyse sont 130 x 25 mm<sup>2</sup>.**

La Figure IV-17 présente les champs de déformation locaux obtenus pour les quatre renforts au maximum du chargement initial. Ces informations, complémentaires à celles obtenues pour l'énergie de dissipation, permettent de mieux appréhender les cinétiques d'endommagement. De fortes localisations sont observables sur les renforts *REF*, *A*, et *B* dès le premier chargement. Ces localisations sont perpendiculaires à l'axe de chargement. L'observation des zones localisées au microscope électronique à balayage (MEB) permet d'observer des fissures dans l'épaisseur du composite pour ces trois renforts. Par contre, les fils de la trame restent intègres et continuent à participer au maintien de l'échantillon. La Figure IV-18 présente une coupe réalisée sur le composite *A* au niveau d'une localisation, à deux échelles différentes. Les filaments de verre apparaissent en blanc tandis que la résine est représentée en gris. Une fissure verticale marque la présence d'endommagement dans la zone localisée. Sur la Figure IV-18(a), l'endommagement est présent aussi bien dans les mèches UD (haut de l'image) que dans la résine présente entre deux plis (bas de l'image). Sur la Figure IV-18(b), il apparaît que la fissure dans la mèche est issue d'une rupture à l'interface fibre / matrice. Cette décohésion est peut être due au trop fort cisaillement de la résine entre les filaments des mèches UD lorsque la déformation locale devient élevée. Il est alors nécessaire de comprendre l'origine de ces localisations. Puisque la rigidité de la trame de ces renforts permet de porter la contrainte, la déformation va se localiser dans les zones où la fraction volumique de fibre est plus faible. La forte déformation dans ces zones se répercute sur le cisaillement de la résine entre les filaments des mèches UD. Le renfort *A* possède de grandes zones riches en résine et une fraction volumique de fibre intra mèches élevée. Cette morphologie apparaît moins sensible à l'endommagement que la morphologie plus homogène du renfort *B*. Le renfort *REF* possède une morphologie qui pourrait se situer entre le renfort *A* et *B*. Ce renfort est le plus sensible à l'endommagement car les zones riches en résine ne sont pas assez importantes pour supporter la déformation (comme celle du renfort *A*) et la fraction volumique intra-mèche de ces renforts ne permet pas de contenir un taux de cisaillement aussi élevé que celui du renfort *B*.

Le renfort *C* ne montre pas le même schéma de déformation. La Figure IV-17 présente un champ de déformation longitudinal plus homogène où la déformation dans les zones de localisation reste faible et des fissures n'ont pas été observées sur l'éprouvette. Il se déforme de manière pratiquement homogène, peut-être simplement jusqu'à des contraintes plus élevées (non testé ici), impliquant un travail majoritaire de la résine. Dans ce cas, la trame permet d'empêcher la casse de l'interface fibre / matrice en minimisant la déformation des localisations.

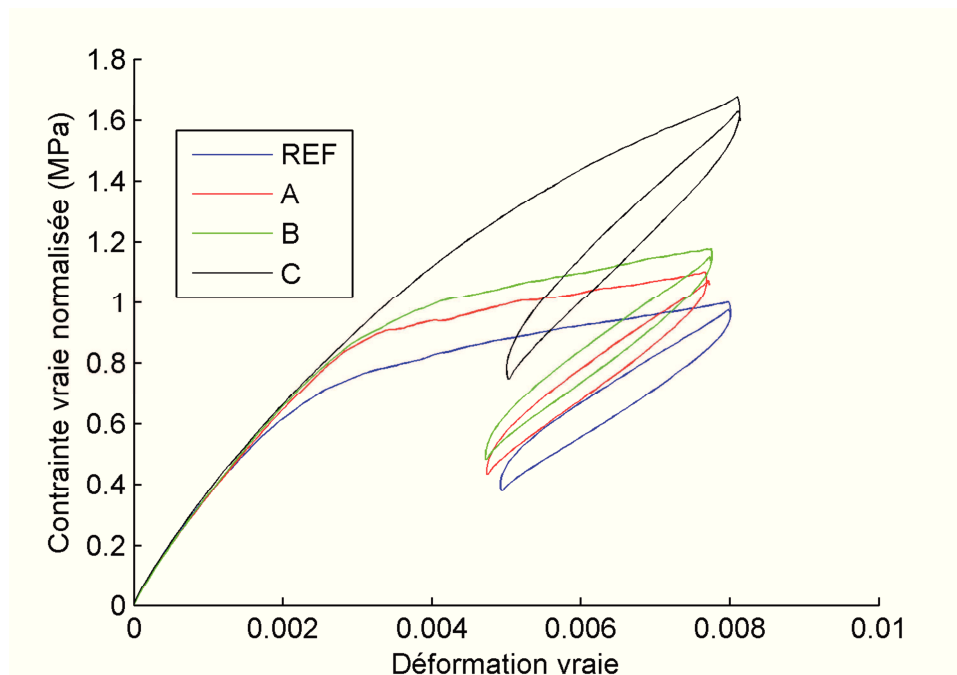


**Figure IV-18 : Observation au MEB de fissures présentes au niveau des interfaces fibre-matrice dans le cas d'un matériau prélevé dans une zone de localisation de la déformation. Coupe extraite du renfort A. (a) Vue au grossissement x190. (b) Vue au grossissement x200.**

Pour conclure, les paramètres de la trame (orientation, distribution, épaisseur, fraction de fil) pour une masse surfacique donnée contrôlent la rigidité transverse du composite. Il a été démontré que la rigidité est notamment dépendante de la taille des fils transverses. D'autre part, l'endommagement une fois un seuil dépassé, s'effectue au niveau de l'interface fibre / matrice, lorsque la déformation induit un cisaillement important dans les mèches UD. Il semblerait alors que la performance du composite endommagé soit dépendant d'un compromis entre la taille des zones riches en résine et la fraction volumique intra-mèche des mèches UD. Par ailleurs, le coefficient de Poisson est nul selon cette orientation.

#### IV.2.10 Essais de traction pour une orientation de 45°

Les essais de traction réalisés pour une orientation de chargement à 45° de l'axe des mèches UD ont pour but d'induire un chargement de type cisaillement dans le composite. Ce type de sollicitation va solliciter plus particulièrement la résine et l'interface fibre / matrice.



**Figure IV-19 : Réponses type de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour un matériau sollicitée selon l'orientation à 45° de l'axe d'anisotropie. Réponse du chargement initial suivi du premier cycle. Contraintes normalisées par rapport à la contrainte maximale au renfort *REF*.**

Figure IV-19 présente les courbes de contrainte vraie en fonction de la déformation vraie obtenues par des essais de traction cyclés à 45° de l'axe d'anisotropie pour les quatre renforts de l'étude. Ces courbes peuvent se décomposer en trois parties : une réponse linéaire jusqu'à environ 0.2% de déformation vraie puis une croissance plus lente de la contrainte et des hystérèses lors de la phase cyclique du chargement. La réponse initiale montre que les quatre renforts ont une rigidité équivalente. Des différences apparaissent ensuite quant au seuil et à la pente de croissance de la contrainte. Le classement observé pour les essais à 90° se retrouve ici. Pour ces essais, le renfort *C* apparaît plus résistant que les autres, résultat de nouveau attribuable aux paramètres de conception de la trame qui sont différents (masse linéique plus grande). Les différences entre les renforts *REF*, *A* et *B* s'expliqueront dans ce qui suit par une analyse approfondie des essais.

Le Tableau IV-6 présente le module de cisaillement  $G_{12}$  ainsi que le rapport des déformations principales de la part « élastique » des courbes de la Figure IV-19. Pour cette orientation de sollicitation, le rapport des déformations principales dans le plan renseigne sur la



proportion de compression transverse induite par un chargement uniaxial (analogue au coefficient de Poisson). Les valeurs des modules de cisaillement pour les quatre renforts sont très proches. Le chargement doit donc induire un cisaillement sur un composant commun aux quatre renforts, tel que l'interface fibre / matrice. Le rapport des déformations principales présente également des valeurs proches pour les quatre renforts.

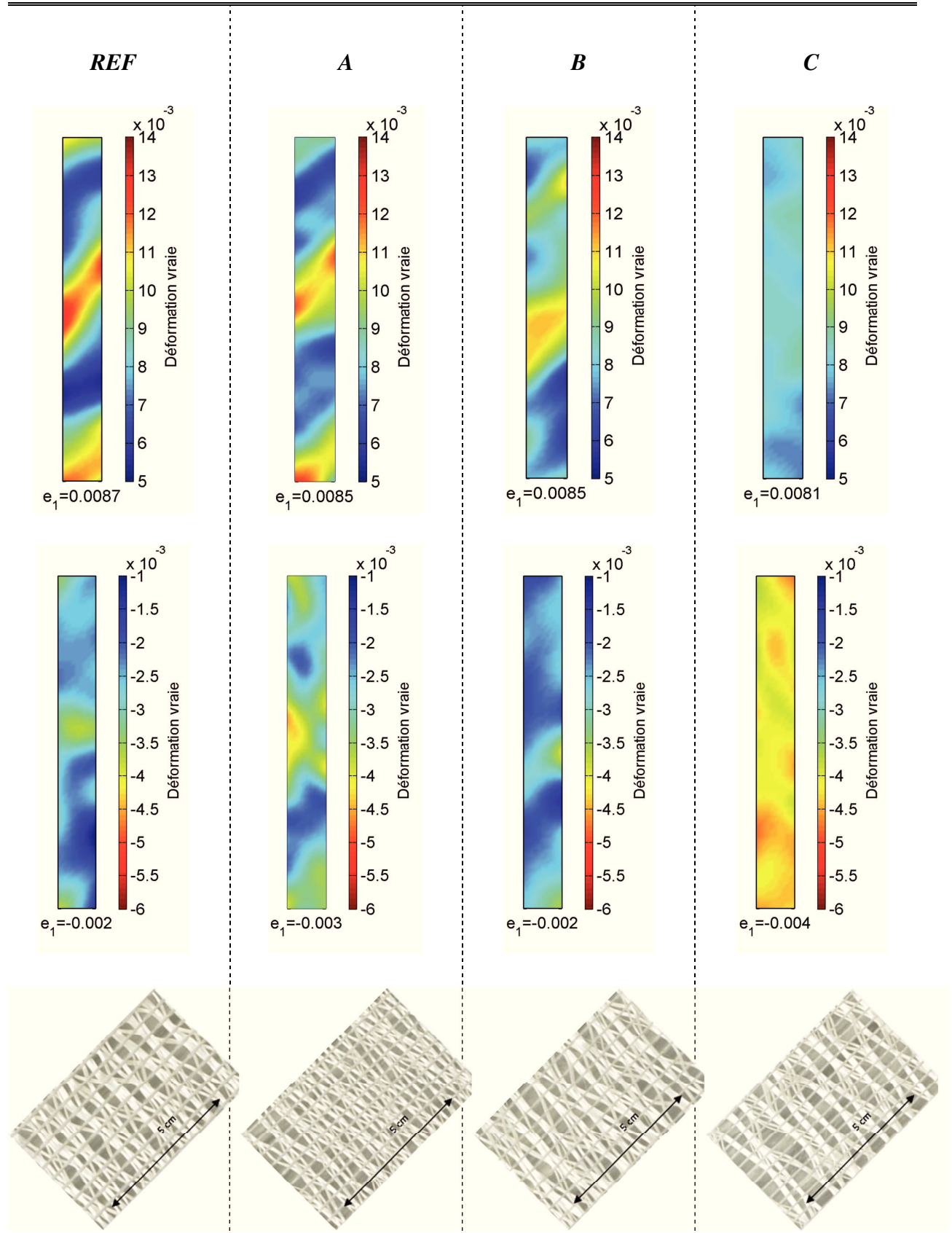
**Tableau IV-6: Moyennes et écarts types normalisés des propriétés élastiques selon l'axe orienté à 45° des mèches UD.**

<i>Renforts</i>	$G_{12}$ (GPa)	$-\varepsilon_2/\varepsilon_1$
<i>REF</i>	10.8 ( $\pm 0.3$ )	0.39 ( $\pm 0.05$ )
<i>A</i>	11.2 ( $\pm 0.4$ )	0.44 ( $\pm 0.05$ )
<i>B</i>	11.4 ( $\pm 0.2$ )	0.41 ( $\pm 0.04$ )
<i>C</i>	11.2 ( $\pm 0.3$ )	0.46 ( $\pm 0.03$ )

La Figure IV-20(a) présente le champ de déformation longitudinale au pic de charge du chargement initial pour les quatre renforts. Comme pour les essais à 90°, il apparaît des localisations de la déformation pour les renforts *REF*, *A*, et *B*. Le renfort *C* présente un champ plus homogène.

La Figure IV-20(b) présente un champ de déformation transverse au pic de charge du chargement initial pour les quatre renforts. Pour les renforts *REF*, *A*, et *B*, il apparaît que la déformation transverse se localise au même endroit que la déformation longitudinale. Le renfort *C* présente de nouveau un champ plus homogène.

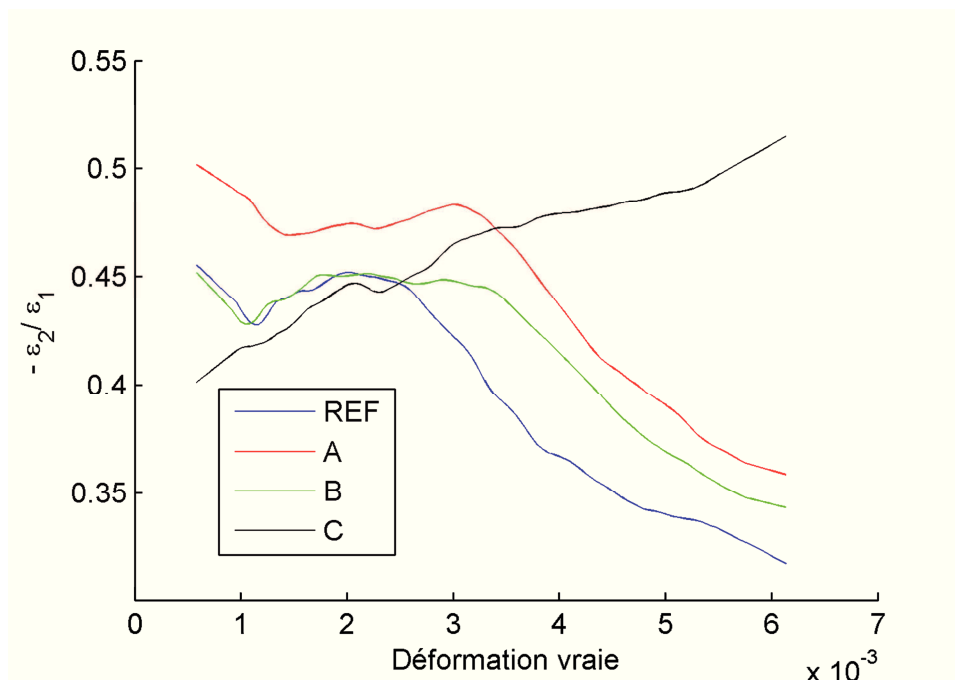
L'observation des échantillons après essais montre le même type d'endommagement que les échantillons testés à 90° (Figure IV-18). L'endommagement s'exprime majoritairement par des fissures situées au niveau de l'interface fibre / matrice.



**Figure IV-20 : Champ de déformation longitudinale (haut) et transverse (bas) au pic du chargement initial. L'échelle de couleur traduit les intensités de déformation. Les dimensions de la zone d'analyse sont  $130 \times 25 \text{ mm}^2$ .**

Le comportement mécanique des composites soumis à un cisaillement diffère par leurs seuils d'endommagement, plus bas pour les *REF*, *A* et *B*, plus haut pour *C*. La Figure IV-21 présente l'évolution du rapport des déformations principales lors de la charge initiale. Ces tendances représentent la tendance moyenne calculée à partir de tous les échantillons testés pour chaque matériau. Pour le renfort *REF*, ce rapport diminue une fois le seuil atteint. L'endommagement produit lors du dépassement de ce seuil augmente la part de déformation longitudinale. La déformation est de nouveau susceptible de s'être localisée dans les zones faibles en fraction volumique de fibre du composite. En comparaison de ce renfort, le seuil du renfort *A* apparaît pour une déformation longitudinale plus élevée. Notez également que la valeur du rapport des déformations est plus élevée, impliquant une plus grande proportion de déformations transverses dans ce composite dans cette direction. Le renfort *B* montre un rapport de déformations équivalent à celui de référence. Son seuil est cependant décalé vers des déformations et des contraintes plus grandes. Enfin, le renfort *C* ne montre pas de décroissance de ce rapport.

Le choix de la masse linéique semble contrôler la rigidité aux effets transverses dans le composite. Une masse linéique élevée pour une masse surfacique de trame fixée empêche le composite de se déformer transversalement grâce aux mèches de la trame plus épaisses. Les niveaux différents du seuil pour les composites *REF*, *A*, et *B* semblent de nouveau liés à leur morphologie.

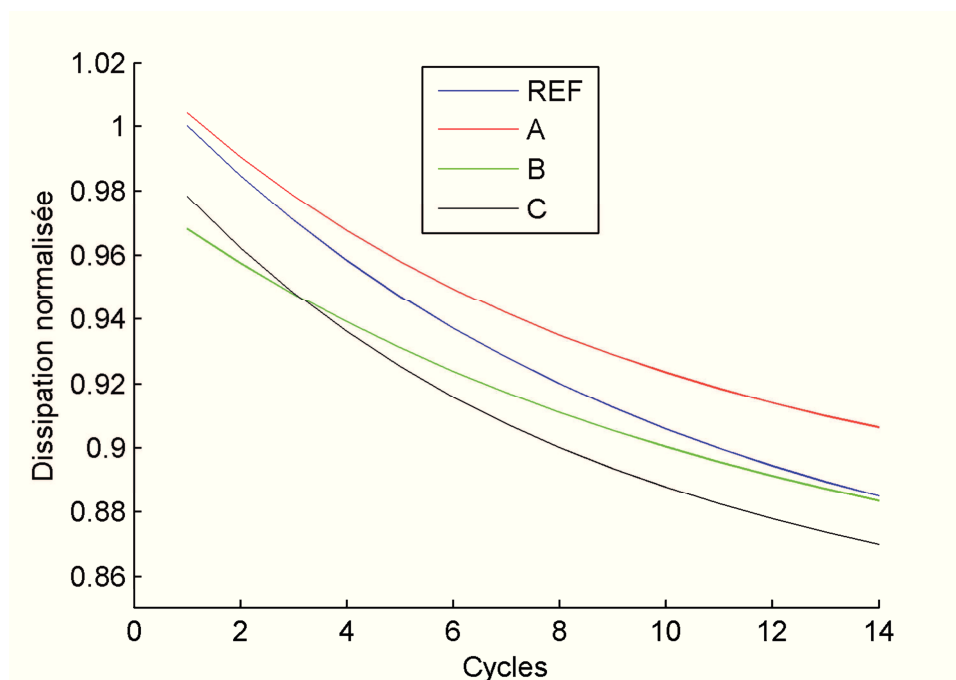


**Figure IV-21 : Evolution du rapport des déformations vraies en fonction de la déformation longitudinale vraie lors du chargement initial.**

La dernière étape de l'analyse des courbes contrainte-déformation est réalisée au travers de

l'étude des hystérèses présentes dans la partie cyclique du chargement. La Figure IV-22 présente l'évolution de l'énergie de dissipation au cours des cycles. Sur cette propriété, le classement des matériaux diffère de celui observé pour le module de cisaillement. Le renfort *A* dissipe le plus d'énergie, suivi du renfort *REF*. Le renfort *C* présente une tendance similaire au renfort de référence, pour une énergie de dissipation moindre. Enfin, le renfort *B* dissipe le moins d'énergie initialement, mais la réduction de cette dissipation au cours des cycles est moins marquée que pour les autres renforts.

Tout d'abord, le fait que le renfort *C* dissipe quasiment autant d'énergie que les autres renforts, sans présenter d'endommagement, traduit un travail de la résine et non des zones endommagées comme dans le cas des essais à  $90^\circ$ . Par conséquent, pour les renforts *REF*, *A*, et *B*, la dissipation d'énergie est une combinaison du travail de la résine et du travail des interfaces endommagées. Le renfort *A* dissipe le plus d'énergie car sa morphologie présente une forte hétérogénéité, donc de nombreuses zones riches en résine et de nombreuses fissures dans les mèches UD, résultat de leur forte fraction volumique intra-mèche. Le renfort *B* présente une morphologie plus homogène, donc un travail plus faible de la résine. Le cisaillement au sein des mèches devrait être initialement plus faible du fait de la plus faible fraction volumique intra-mèche. Le renfort *REF*, présentant une morphologie dont l'hétérogénéité se placerait entre les renforts *A* et *B*, se place logiquement entre ces deux renforts en termes de dissipation d'énergie.



**Figure IV-22 : Evolution de l'énergie de dissipation moyenne, pour chaque type de renfort, en fonction du nombre de cycles. Essais à  $45^\circ$ . Valeur normalisée par rapport au renfort référence.**

Les essais à  $45^\circ$  de l'axe d'anisotropie ont donc permis de mettre en évidence l'influence de l'architecture sur la résistance au cisaillement du composite. Il apparaît que la trame des

renforts influence le comportement en cisaillement. L'utilisation de fils épais (200 tex) permet de contenir les effets transverses lors du chargement, empêchant l'endommagement prématuré du composite. La majorité de la dissipation dans le composite s'effectue alors dans la résine. Dans le cas de fils fin (68 tex), les effets transverses induisent un endommagement dans le composite. Ce dernier se situe à l'interface fibre / matrice. La dissipation dans le composite est alors une combinaison de processus propres à la résine et d'endommagements. Plus le maintien de la structure fibreuse par la couture est élevé et plus la quantité d'énergie dissipée sera importante.

### **IV.3 Approche cyclée : localisation en fatigue.**

Les essais quasi-statiques ont permis de démontrer une influence des paramètres de conception sur l'hétérogénéité des déformations pour les essais réalisés sous chargement statique. Dans le cas des essais réalisés suivant l'axe des mèches UD, ces hétérogénéités n'entraînent pas d'endommagement lors des premiers cycles. De plus, elles n'influent pas sévèrement sur la rigidité longitudinale. Cependant, ces hétérogénéités et les différences observées sur les coefficients de Poisson sont susceptibles d'avoir un impact sur la tenue en fatigue des pièces composites. Une campagne expérimentale classique d'essais de fatigue cherchant à déterminer le nombre de cycle à rupture apporte une information macroscopique sur la performance du composite. Dans ce travail, une approche originale a été mise en place afin de réaliser des essais de fatigue instrumentés par corrélation d'image et suivi de champs thermiques. Le but est de détecter et de suivre des localisations de la déformation et ce jusqu'à un nombre de cycles maximum de 1 million, afin de caractériser l'expression de l'endommagement par l'observation. En effet, ces zones sont susceptibles d'être le point de rupture du composite.

#### **IV.3.1 Protocole expérimental**

##### **IV.3.1.1 Principe**

L'utilisation des techniques de suivi de champs lors d'essais de fatigue devient de plus en plus populaire dans les laboratoires, car elles permettent d'étudier en détails les phénomènes d'endommagement. Par exemple, Sisodia et al. [53] utilisent la technique de corrélation d'image à travers le système Aramis® et une acquisition d'images par caméra rapide pour détecter la propagation de fissures sur des éprouvettes en fibre de carbone avec une matrice époxy. Ils introduisent des défauts dans ces éprouvettes, tel que des fibres coupées ou des membranes PTFE. Ainsi, leur méthode permet d'identifier à quel instant de l'essai de fatigue la fissure apparaît, et sa cinétique de propagation. Giancane et al. [54] adoptent également une approche d'essai semblable pour déterminer la rigidité et l'énergie dissipée lors d'essais de fatigue cycliques en traction sur des éprouvettes en fibre de verre avec une matrice époxy. Ils démontrent que ces deux propriétés sont liées et valident leur méthodologie d'essai.

Dans notre campagne expérimentale, des essais allant jusqu'à un million de cycles sont considérés. Ces essais sont réalisés pour des sollicitations selon l'orientation des mèches UD. La technique de corrélation d'image est appliquée afin d'observer les champs de déformation locaux et les phénomènes de localisation sur les éprouvettes sollicitées. Une caméra infra-rouge (IR) est également utilisée pour suivre l'auto-échauffement de l'éprouvette. L'étude porte sur le suivi de l'hétérogénéité des champs de déformations longitudinaux et transverses en fonction du nombre de cycles.

#### IV.3.1.2 Conditions d'essai et montage expérimental

Les conditions d'essai sont regroupées dans le Tableau IV-7. Les essais sont contrôlés en déplacement. Le rapport de déformation a été choisi égal à 0,5 ce qui est légèrement inférieur au rapport de charge vu par le longeron (Figure IV.4) mais correspond à des sollicitations de fatigue en régime de traction-traction. La déformation moyenne est choisie supérieure à celle perçue par la structure afin d'exacerber les phénomènes de localisation des déformations. Une fréquence de 10 Hz a été choisie afin de minimiser le temps de l'essai (environ 28 heures). A cette vitesse, des phénomènes d'auto-échauffement peuvent apparaître. L'utilisation d'une caméra thermique permettra de mesurer l'intensité de ce phénomène.

**Tableau IV-7 : Condition d'essai des essais de fatigue**

	<i>Nombre de cycles</i>		<i>Rapport de déformation</i>		<i>Déformation moyenne (%)</i>				<i>Fréquence (Hz)</i>	
	10 <sup>6</sup>		0.5		0.5				10	
<i>Cycles étudiés</i>	1	5 × 10 <sup>2</sup>	5 × 10 <sup>3</sup>	1 × 10 <sup>4</sup>	5 × 10 <sup>4</sup>	1 × 10 <sup>5</sup>	2.5 × 10 <sup>5</sup>	5 × 10 <sup>5</sup>	7.5 × 10 <sup>5</sup>	1 × 10 <sup>6</sup>

Le montage expérimental illustré dans la Figure IV-23 utilise le même bâti que précédemment et est équipé d'une caméra optique et d'une caméra infra-rouge synchronisées. La machine d'essai est définie comme système maître et permet le déclenchement des systèmes d'acquisition d'images et d'acquisition thermique.

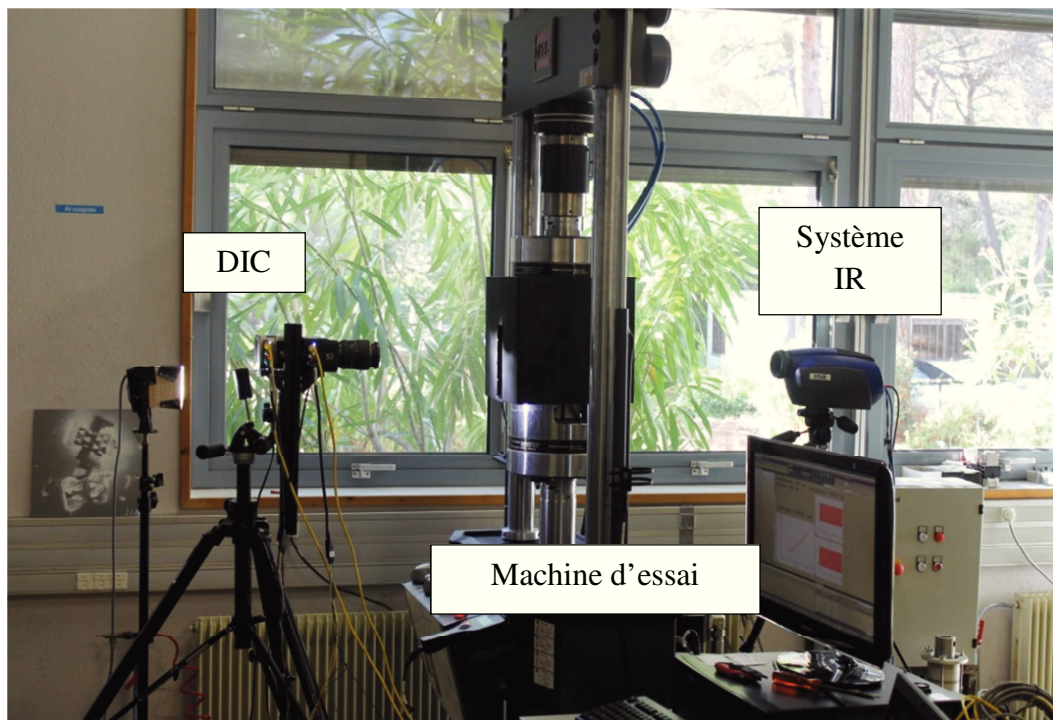
La fréquence de sollicitation imposée implique l'utilisation d'une caméra rapide Phantom Miro, offrant une résolution de 800×600 pixels, afin de capturer l'évolution des champs de déformation locale lors des cycles par corrélation d'image. Une fréquence de 500 Hz est alors choisie afin d'obtenir 50 images pour la description d'un cycle. Le temps d'acquisition est limité



à 1 seconde permettant l'enregistrement de 10 cycles successifs. L'acquisition d'image est déclenchée 10 fois pendant l'essai (Tableau IV-7). La technique de la corrélation d'image permet d'obtenir des champs de déplacement locaux à une résolution de 300  $\mu\text{m}$ .

L'acquisition des images thermiques est obtenue grâce à une caméra IR FLIR SC5000. Elle propose une résolution maximum de 320×256 pixels et une fréquence d'acquisition maximum de 380 Hz. L'acquisition des images thermiques se fait à une fréquence de 380 Hz et sur la même base de temps que la caméra rapide. La scène thermique de l'essai est isolée par une boîte disposée autour de l'échantillon.

Ce protocole expérimental développé dans le cadre de cette étude restitue donc pour les mêmes instants de mesure, la force exercée, le déplacement du vérin, une image du champ de déformation et une image du champ de température. Une fois validé, les essais sur les différents types de renfort ont été répétés deux fois.



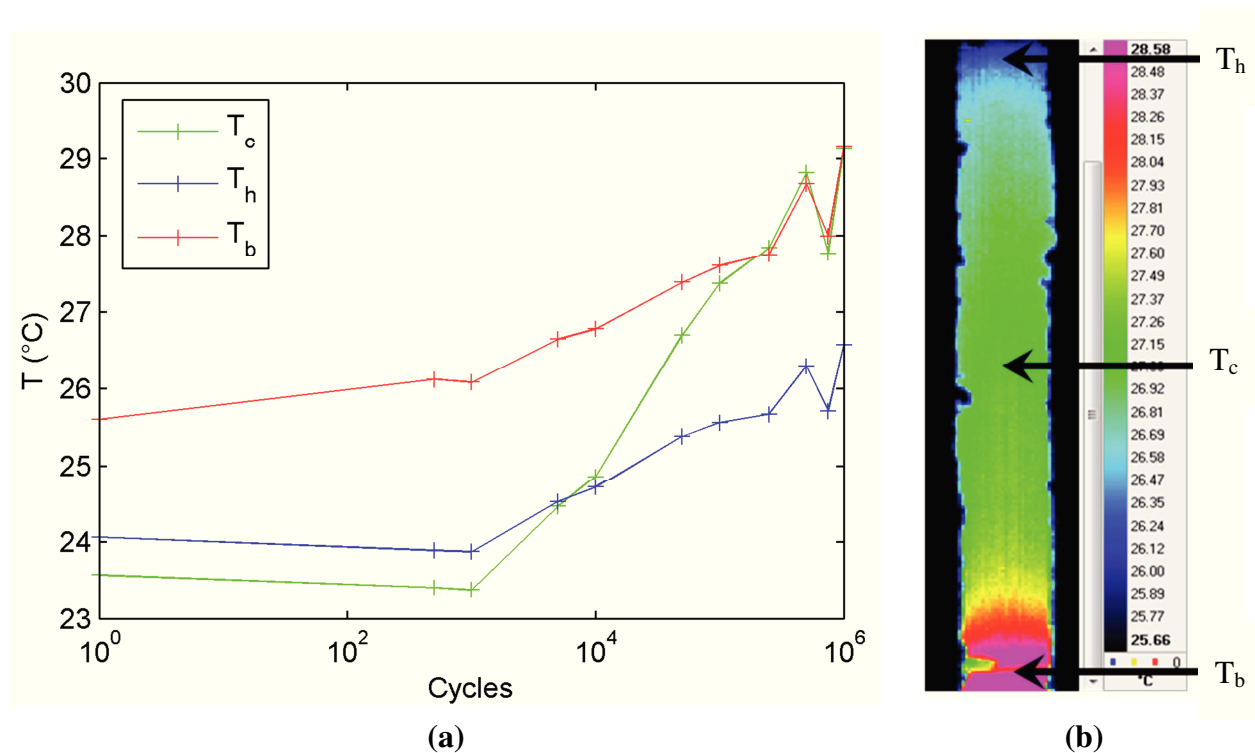
**Figure IV-23 : Dispositif expérimental des essais de fatigue.**

## **IV.3.2 Résultats et analyse des essais**

### ***IV.3.2.1 Analyse thermique***

L'étude des champs thermiques a deux intérêts. Dans un premier temps, la quantification de l'intensité de l'auto-échauffement est effectuée. Dans un second temps, l'analyse est portée sur la capacité d'observer les localisations par l'analyse thermique.





**Figure IV-24 : Evolution de la température sur la surface de l'échantillon en fatigue. (a) Courbes de température pour les trois zones de l'échantillon. (b) Illustration d'un champ thermique. Les flèches indiquent le champ de température du mors du bas ( $T_b$ ), de la zone centrale ( $T_c$ ) et du mors du haut ( $T_h$ ). Renfort REF.**

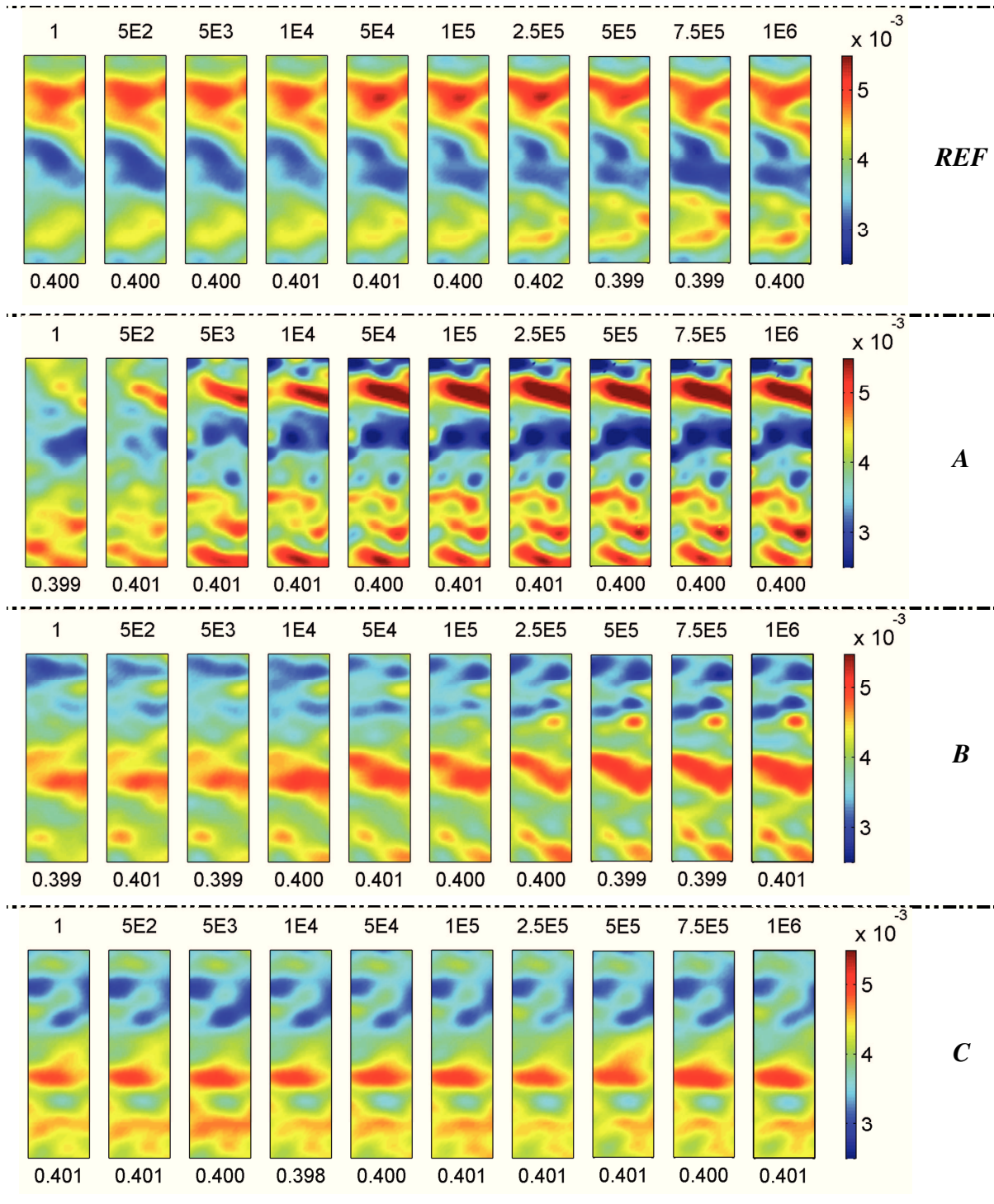
La Figure IV-24(a) présente l'évolution de la température à la surface de l'échantillon en fonction du nombre de cycles ainsi que le champ de température observé sur l'éprouvette à l'issue du million de cycles (Figure IV-24 (b)). Sur la figure, il apparaît que la température n'est pas uniforme. Le mors du bas, solidaire du vérin hydraulique, chauffe le matériau sur une certaine hauteur. Le mors du haut, isolé, le refroidit légèrement.

Un auto-échauffement du matériau n'excédant pas les 2.5°C a été observé. Les essais à 10 Hz sont donc relativement isothermes. La similitude entre les champs de déformation locaux (Figure IV-9) et les champs thermiques pourrait laisser craindre qu'une dissipation mécanique aurait lieu en bout d'éprouvette (cf. IV.2.4). La dissymétrie toutefois plaide pour un effet thermique lié au mors.

#### IV.3.2.2 Analyse de l'endommagement après 1 million de cycles

L'analyse des essais de pseudo-fatigue se limite à l'observation des localisations sur les échantillons testés. L'étude se consacre à d'une part comparer les champs de déformation pour chaque renfort de l'étude et d'autre part, analyser par microscopie optique des zones localisées après 1 million de cycles.

Les Figures IV-25 et IV-26 présentent les différents champs de déformation locaux longitudinaux et transverses obtenus sur les différents renforts à différents nombre de cycles. Les champs de déformation présentés ont été moyennés sur les 10 cycles acquis après chaque déclenchement. Les champs de déformation longitudinale ont été obtenus pour un niveau de déformation de 0.4%.



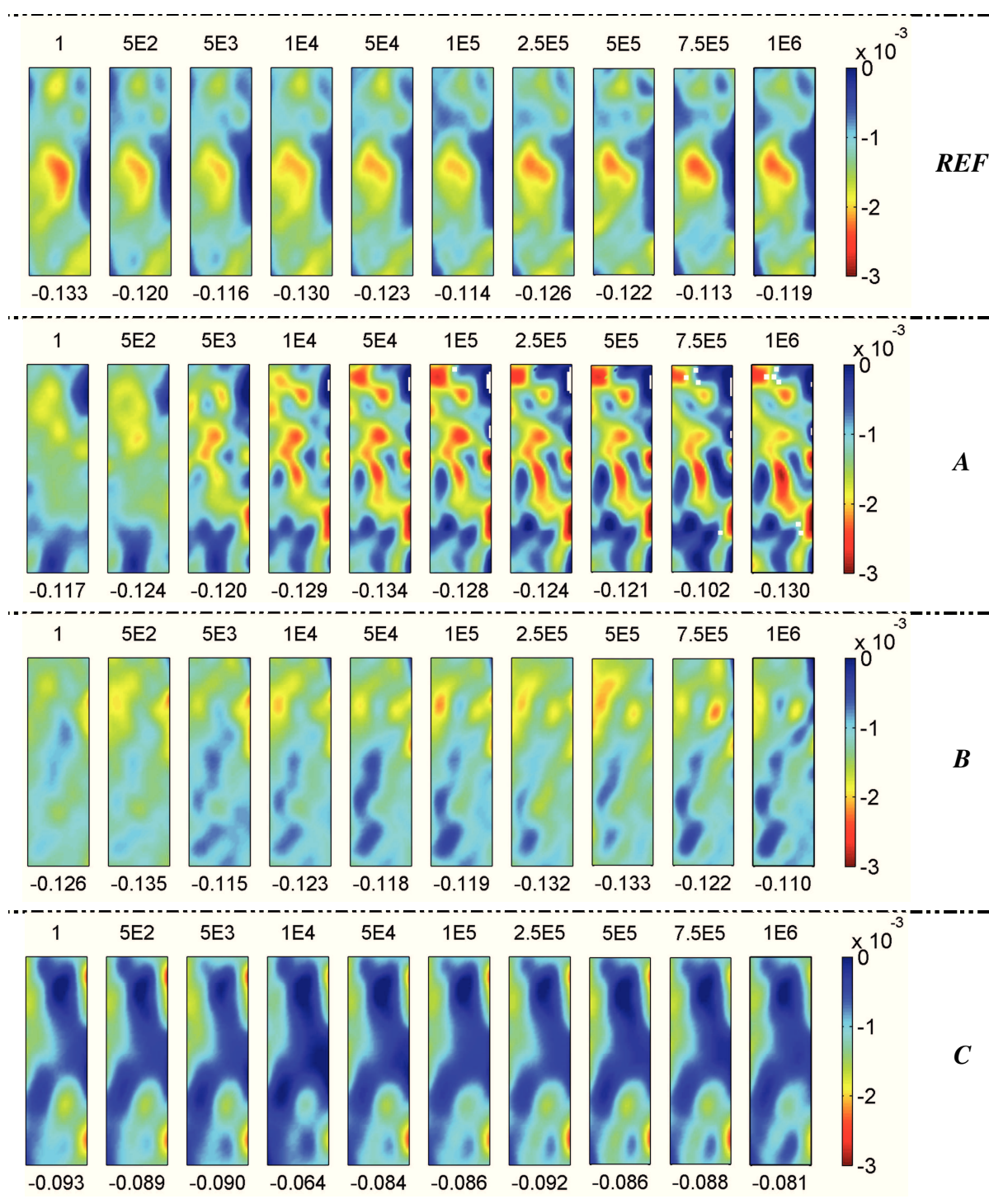
**Figure IV-25 : Champs de déformation longitudinale moyens à 0.4% de déformation longitudinale. Au-dessus des champs est indiqué le nombre de cycles correspondant à la section d'image acquise. En dessous du champ est présentée la déformation moyenne calculée sur le champ.**

Pour le renfort de référence, une hétérogénéité du champ de déformation longitudinale apparaît dès les premiers cycles accompagnée d'une légère intensification des localisations de la déformation avec l'évolution du nombre de cycles. Le renfort *C* présente une tendance assez similaire avec une localisation qui apparaît principalement durant les premiers cycles mais l'intensité reste stable au fur et à mesure des cycles. Concernant le renfort *B*, une petite zone de localisation apparaît vers les 250 000 cycles. Elle va ensuite s'intensifier avec le chargement. Le renfort *A*, quant à lui, présente une zone de localisation qui apparaît à partir de 5000 cycles. Cette localisation va s'intensifier au cours des cycles.

La Figure IV-26 présente les champs de déformation. Concernant les localisations, les mêmes conclusions que pour les champs de déformation longitudinaux peuvent être établies. L'aspect intéressant concerne les déformations transverses moyennes. Le renfort *C* se déforme le moins sous l'effet de Poisson et le niveau de déformation reste plutôt stable au cours des cycles. Les renforts *REF*, *A* et *B* présentent environ le même niveau de déformation transverse. Une fois de plus donc, la trame participe au comportement du composite. En fatigue, une masse linéique de fils transverse plus élevée dans un composite permet de réduire la sensibilité de ce dernier à l'effet de Poisson.

De manière générale, l'observation des champs de déformation longitudinaux et transverses démontrent que pour tous les renforts, des hétérogénéités des déformations apparaissent dès les premiers cycles. Le nombre de cycles amenant à une localisation de la déformation est par contre dépendante de la morphologie des composites et donc des paramètres de conception. D'après l'étude statique (IV.2), ces phénomènes de localisation sont dépendants de l'hétérogénéité de la fraction volumique de fibre de la trame (IV.2.8).

La réduction de la longueur de couture entraîne une localisation intense de la déformation assez tôt dans la vie du composite. Le renfort *A* avec sa maille de trame fine renfermant une plus grande quantité de résine que les autres renforts (Chapitre II) est plus susceptible de subir de l'endommagement, résultat du travail d'une zone fortement hétérogène en terme de fraction volumique de fibres. Les autres renforts ont montré des différences plus faibles. De plus, lorsque la déformation transverse reste faible, comme dans le cas du renfort *C*, l'absence d'intensification de localisation de la déformation longitudinale est observée. Les renforts *REF* et *B* présentent des champs de déformation similaires, avec une intensification des localisations progressive au cours des cycles. La morphologie du renfort *B* ne modifie donc pas le mécanisme de localisation.



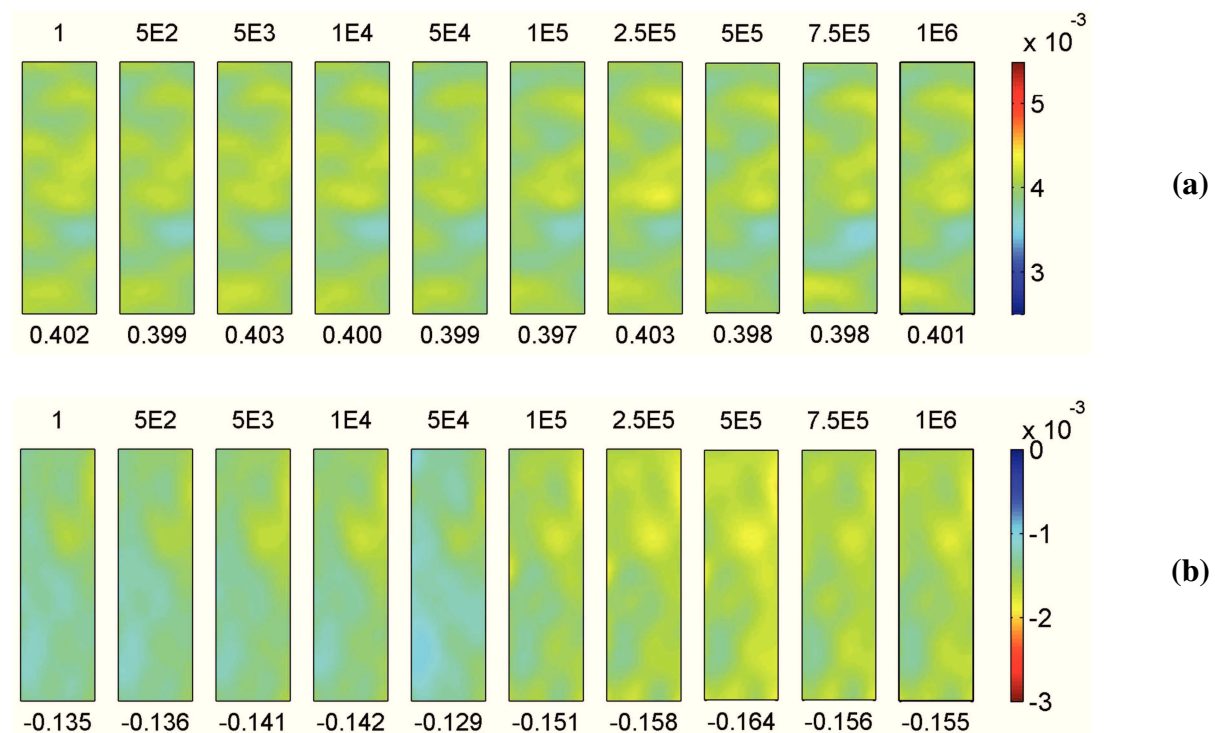
**Figure IV-26 : Champs de déformation transverse moyenne à 0.4% de déformation longitudinale. Au-dessus des champs est indiqué le nombre de cycle correspondant à la section d'image acquise. En dessous du champ est présentée la déformation moyenne calculée sur le champ.**

Afin de mettre en évidence l'influence de la trame, un composite unidirectionnel issu d'enroulement filamentaire (c.-à-d. possédant uniquement des mèches UD) de fil de 2400 tex, est testé sous les mêmes conditions d'essai. Le composite se présente sous la forme d'une nappe



imprégnée de résine réticulée. La Figure IV-27 présente les champs de déformation longitudinaux et transverses obtenus en fatigue. Le premier aspect concerne l'homogénéité des champs, démontrant que l'hétérogénéité des déformations est liée à la couture et / ou à la trame des renforts. Ici, la faible hétérogénéité des déformations de cet échantillon est probablement le résultat de variation de fraction volumique de fibre locale. L'autre aspect intéressant concerne l'évolution des hétérogénéités. En effet, la déformation longitudinale évolue peu avec le nombre de cycles, tandis que la déformation transverse s'intensifie avec le nombre de cycles et devient de plus en plus hétérogène. En comparaison de la Figure IV-26, il semble que la trame remplisse bien un rôle quant à la résistance à l'effet de Poisson.

La valeur de la déformation transverse du composite sans trame lors des premiers cycles est proche de celle observée sur les renforts *REF*, *A* et *B*. Par conséquent, lorsque les fils de la trame ont une masse linéique faible (68 tex), la trame n'apporte qu'une faible part de la rigidité à l'effet de Poisson initial. Par contre, elle est nécessaire en fatigue afin de contenir les effets transverses au cours des cycles.



**Figure IV-27 : Champs de déformation moyenne longitudinale (a) et transverse (b) pour un composite UD issu d'enroulement filamentaire (c.-à-d. sans trame).**

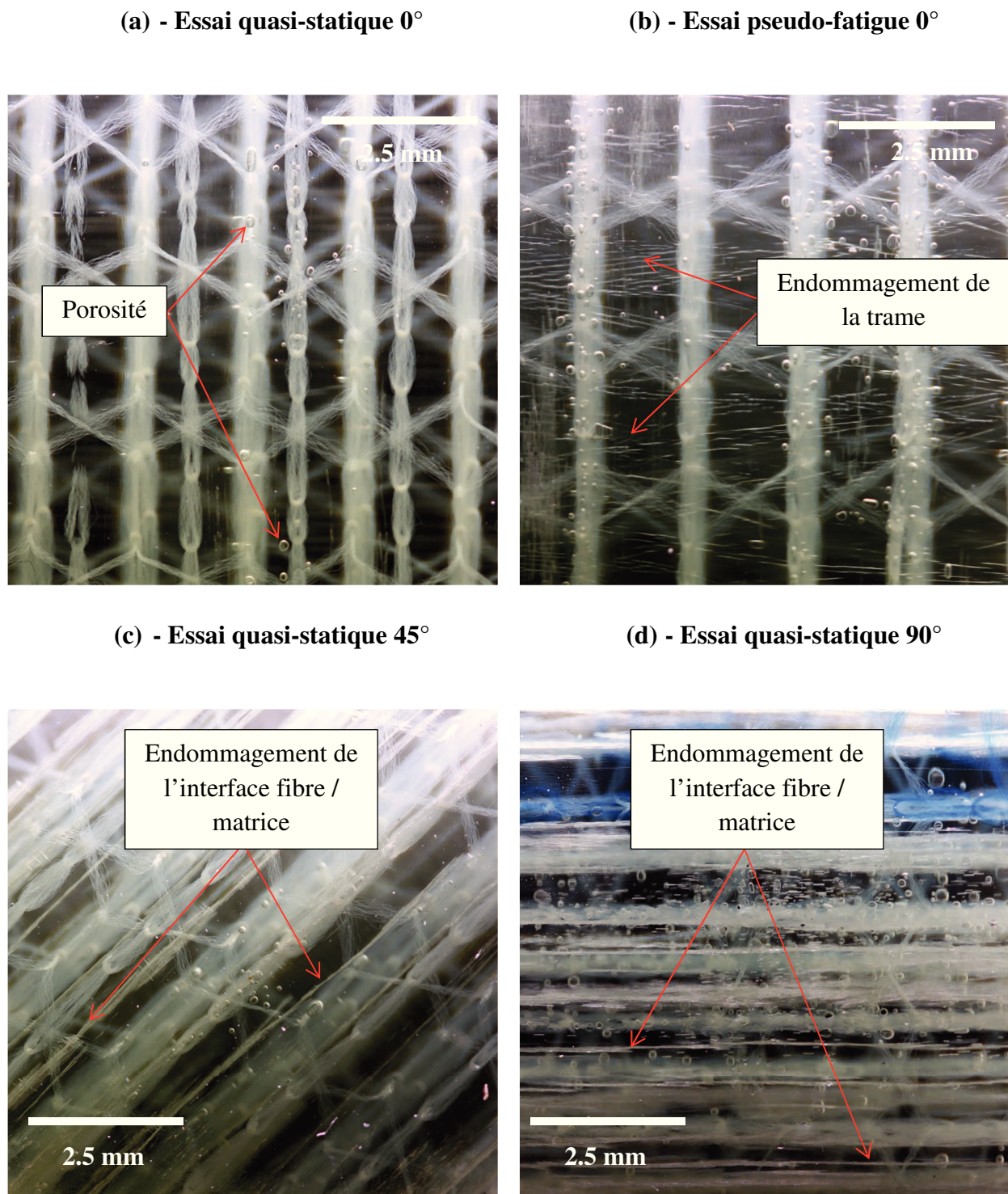
L'analyse des localisations lors des essais de fatigue a permis de mettre en évidence l'influence de la trame sur l'évolution des hétérogénéités des déformations longitudinales et transverses. La trame donne aux composites la capacité à résister à l'effet de Poisson qui résulte d'une sollicitation uniaxiale selon l'axe des mèches UD. La rigidité de la trame semble être liée à la taille des mèches transverses, agissant comme des poutres transverses au sein du composite.

Ainsi, plus la masse linéique des fils est élevée, plus l'apport de la trame en terme de rigidité est important. L'influence de la couture sur la tenue en fatigue est liée à la morphologie des composites. Une forte hétérogénéité de la fraction volumique de fibre au sein du composite tend à accélérer les phénomènes de localisation.

#### *IV.3.2.3 Endommagement après 1 million de cycles*

Les champs de déformation présentés dans la partie précédente (Figure IV-25 et Figure IV-26) permettent de déterminer les zones de localisation. Ces zones ont été observées optiquement afin de mieux comprendre les phénomènes d'endommagement actifs. Des images prises par un appareil Canon 70D muni d'un objectif macroscopique Canon EF-S 60mm permettent d'observer l'endommagement local du composite. Dans le but de déterminer quel type d'endommagement est présent, des images des échantillons testés lors de la campagne d'essai quasi-statique sont comparées à celles prises lors de la campagne de pseudo-fatigue. D'une part, une comparaison de l'état du composite après 20 cycles et 1 million de cycles est réalisée. D'autre part, l'endommagement des essais réalisés à 90° et à 45° est comparé à celui présent dans les échantillons provenant d'essais de fatigue.

La Figure IV-28 présente des images des zones de localisation des échantillons pour les différents types d'essais réalisés dans cette étude. Le renfort observé est le renfort A, dû à sa tendance à présenter des localisations intenses. Cependant, les mêmes observations ont été effectuées sur les autres renforts. La photo (a) est issue de la zone centrale d'une éprouvette testée suivant la condition 0°-2 (cf. Figure IV-28). Sur cette image, aucune fissure n'apparaît. Seule la présence de porosité est observée. La photo (b) est issue d'une zone localisée sur un échantillon testé en fatigue. En plus des porosités, des « micro-fissures » sont observées perpendiculaires à la direction de la sollicitation. Leur orientation correspond à celui des fils de trame. Elles pourraient correspondre soit à des fissures de la résine, soit à la décohésion de l'interface fibre / matrice de la trame. Les photos (c) et (d) sont extraites d'échantillons testés à 45° et à 90° de l'axe des mèches UD. L'endommagement sous forme de perte d'adhésion de l'interface fibre / matrice des mèches UD a été démontré dans la section IV.2.9. Les fissures observées sont similaires à celles observées sur les échantillons de fatigue, excepté qu'elles affectent les mèches UD. Par conséquent, l'endommagement en fatigue s'amorce dans la trame à travers la rupture de l'interface fibre / matrice. Aucun endommagement n'apparaît dans les mèches UD et les porosités ne semblent pas intervenir dans l'endommagement.



**Figure IV-28 : Photographie des échantillons des différentes campagnes expérimentales. Observation des différents types d'endommagement. Les mèches de verre apparaissent transparentes dans la résine époxy. Matériau A.**

Les essais de fatigue réalisés dans cette étude ont donc permis de montrer que la trame influence aussi les phénomènes initiaux de localisation en régime de fatigue. Il semblerait également que les premiers signes d'endommagement soient amorcés dans les mèches de la



trame. Cet endommagement est le résultat de l'effet de Poisson qui vient contraindre les mèches transverses en compression. Ces dernières ne sont pas toutes colinéaires à cette direction de la contrainte. En supposant qu'elles se comportent comme des poutres rigides au sein du composite, plus elles sont épaisses, et plus elles pourront, d'après la théorie des poutres, tenir la charge induite par l'effet de Poisson.

Après 1 million de cycles, des signes de fatigue de la résine n'ont pas été observés. Cependant, ces essais ont permis de montrer l'influence de l'hétérogénéité de la fraction volumique de fibres au sein des composites sur les localisations en fatigue. Ainsi, il semblerait qu'une forte hétérogénéité du composite accélère les phénomènes de localisation. Il a été vu dans le chapitre II que de telles hétérogénéités apparaissent lorsque que la couture procure un maintien rigide de la structure fibreuse (comme la réduction de la longueur de couture).

#### **IV.4 Bilan sur l'influence de l'architecture des composite NCF sur leurs comportements mécaniques dans le plan**

Cette partie résume l'influence de chacun des paramètres de conception sur les propriétés mécaniques étudiées. L'influence des paramètres de conception sur le comportement mécanique est mise en avant en rapprochant les analyses effectuées sur ce dernier à la morphologie des composites.

##### **IV.4.1 Longueur de couture**

La morphologie du composite A a montré que la réduction de la longueur de couture a pour effet de rigidifier la structure fibreuse. Ceci se répercute sur l'hétérogénéité du composite. Ce dernier présente un plus grand volume de résine entre les mèches de verre tandis que la fraction volumique des fibres dans les mèches est plus élevée. Sa morphologie présente donc des espaces inter-mèches UD chargé en résine. Sa trame sépare plus efficacement deux couches UD consécutives. Les fils de la trame sont moins épais car plus dispersés par la couture, offrant ainsi beaucoup d'espace à la résine pour se loger. Notons également que l'analyse des orientations des mèches de la trame a montré une plus grande proportion de fils orientés à 90° comparé au renfort *REF*.

**Tableau IV-8 : Propriétés mécaniques et caractéristiques morphologiques du renfort A normalisées sur le renfort REF.**

<i>Propriétés élastiques normalisées à un taux de fibre de 50% (%)</i>		<i>Composite à FVF≈50%</i>		
<i>E1</i>	+ 2	<i>Fraction surfacique (%)</i>	-20.9	<i>Trame</i>
<i>ν12</i>	+10	<i>Epaisseur (%)</i>	-43.8	
<i>E2</i>	+19	<i>Imbrication (%)</i>	-30.0	
<i>G12</i>	+4	<i>Fraction de mèche UD (%)</i>	-6.5	<i>Volume</i>
$-\varepsilon_2/\varepsilon_1$	+23	<i>Taux de fibre intra-mèche (%)</i>	+6.7	
<i>à 45°</i>		<i>Hétérogénéité (%)</i>	+88.1	

Le Tableau IV-8 résume les performances mécaniques du renfort A comparées à celles du renfort de référence ainsi que les données morphologiques. Pour les modules déterminés, le renfort A se montre plus performant.

Pour une sollicitation selon l'axe des mèches UD, la réduction de la longueur de couture se manifeste de deux façons. D'une part, le maintien de la structure fibreuse apporté par la réduction de la longueur de couture permet de réduire la dispersion du module élastique dans une plaque stratifiée. D'autre part, la sensibilité au phénomène de contraction transverse induite par le chargement uniaxial est accentuée. Cette sensibilité semble liée à l'hétérogénéité du composite qui génère une plus grande proportion de zones riches en résine.

A 90° de l'axe d'anisotropie, le renfort A se montre plus rigide. Selon cette orientation, la trame se retrouve contrainte en traction. L'orientation de cette dernière dans le renfort A est plus concentrée à 90° et donc plus efficace. Pendant un chargement cyclique, la morphologie du renfort A apparaît moins sensible à l'endommagement que le renfort REF. Cette caractéristique pourrait être due aux zones riches en résine plus nombreuses dans le renfort A et dans lesquelles la déformation longitudinale se localise.

A 45° de l'axe d'anisotropie, la rigidité est fonction des propriétés de l'interface filaments de verre / matrice. Un endommagement apparaît une fois un seuil dépassé car la morphologie de la trame ne peut porter les effets transverses. L'énergie dissipée lors d'un

chargement cyclique est importante car elle traduit le travail de zones riches en résine et de l'endommagement dans les mèches UD.

La tenue en fatigue pour un chargement en traction-traction est susceptible d'être réduite comparé au renfort de référence à cause de l'hétérogénéité de la morphologie du renfort A. Cette hétérogénéité favorise et accélère les phénomènes de localisation.

La réduction du pas de couture ne se présente donc pas comme une solution performante en ce qui concerne la tenue en fatigue des composites.

#### IV.4.2 Motif de couture

Dans le composite B, le motif de couture lâche et asymétrique n'apporte pas un maintien efficace de la structure fibreuse. Cette dernière se déforme fortement lors de la mise en forme. La conséquence de ce faible maintien se répercute sur la fraction volumique intra-mèche. Ce renfort se rapproche donc d'une nappe composite car il présente peu de grandes zones riches en résine. L'orientation de sa trame est similaire à celle du renfort REF.

**Tableau IV-9 : Propriétés mécaniques et caractéristiques morphologiques du renfort B normalisées sur le renfort REF.**

<i>Propriétés élastiques normalisées à un taux de fibre de 50% (%)</i>		<i>Composite à FVF≈50%</i>		
<i>E1</i>	+5	<i>Fraction surfacique (%)</i>	+7.1	<i>Trame</i>
<i>v12</i>	+30	<i>Epaisseur (%)</i>	-4.5	
<i>E2</i>	+35	<i>Imbrication (%)</i>	+3.92	
<i>G12</i>	+4	<i>Fraction de mèche UD (%)</i>	+3.6	<i>Volume</i>
$-\varepsilon_2/\varepsilon_1$	+19	<i>Taux de fibre intra-mèche (%)</i>	-2.25	
<i>à 45°</i>		<i>Hétérogénéité (%)</i>	-42.9	

Le Tableau IV-9 résume les performances mécaniques du renfort B comparées à celles du renfort de référence ainsi que les données morphologiques. Pour les modules déterminés, le renfort B se montre plus performant.

Pour une direction de chargement parallèle aux mèches UD, le renfort *B* se montre légèrement plus rigide que le renfort *REF*. Ce gain de rigidité pourrait être associé à la plus faible hétérogénéité du composite. En ce qui concerne le coefficient de Poisson, la plus grande proportion de contraction transverse du renfort *B* peut être rapprochée aux plus grandes distances inter-filaments dans les mèches et le composite, résultats de la faible hétérogénéité de la fraction volumique de fibre du composite.

A  $90^\circ$  de l'axe d'anisotropie, le renfort *B* se montre 30% plus rigide comparé à la référence. Ce gain de performance peut aussi être associé à la faible hétérogénéité du renfort. En effet, les distance inter-filaments étant plus grande, la contrainte agissant sur l'interface fibre / matrice est réduite pour une déformation appliquée.

A  $45^\circ$  de l'axe d'anisotropie, les mêmes conclusions que celles établies pour le renfort *A* peuvent être appliquées. Cependant, l'énergie dissipée lors d'un chargement cyclique est moins importante car la morphologie induite par une couture lâche réduit la proportion de zones riches en résine.

La tenue en fatigue pour un chargement un traction-traction est susceptible d'être améliorée comparé au renfort de référence. En effet, l'homogénéité de la fraction volumique de fibre du renfort *B* se traduit par une plus grande homogénéité des champs de déformation, réduisant ainsi la probabilité d'observer une localisation.

Une couture lâche (et asymétrique) se présente comme une solution viable afin d'améliorer les performances en fatigue des renforts NCF quasi-UD.

#### IV.4.3 Masse linéique de la trame

Les études concernant la morphologie du composite *C* a montré que l'augmentation de la masse linéique de la trame se répercute majoritairement sur l'organisation spatiale de cette dernière, favorisant l'imbrication de la couche UD dans les espaces poreux de la couche transverse. L'orientation des mèches de la trame se rapproche cependant de la répartition théorique définie par les paramètres de fabrication du renfort (c.-à-d.  $+80^\circ$  et  $-80^\circ$ ).

**Tableau IV-10 : Propriétés mécaniques et caractéristiques morphologiques du renfort *C* normalisées sur le renfort *REF*.**

<i>Propriétés élastiques normalisées à un taux de fibre de 50% (%)</i>		<i>Composite à FVF≈50%</i>		
<i>E1</i>	+2	<i>Fraction surfacique (%)</i>	-3.6	<i>Trame</i>
<i>ν12</i>	+9	<i>Epaisseur (%)</i>	-35.7	
<i>E2</i>	+85	<i>Imbrication (%)</i>	+34.3	
<i>G12</i>	+8	<i>Fraction de mèche UD (%)</i>	-0.2	<i>Volume</i>
$-\varepsilon_2/\varepsilon_1$ à 45°	+72	<i>Taux de fibre intra-mèche (%)</i>	+1.31	
		<i>Hétérogénéité (%)</i>	+4.76	

Le Tableau IV-10 résume les performances mécaniques du renfort *C* comparées à celles du renfort de référence ainsi que les données morphologiques. Pour les modules déterminés, le renfort *C* se montre plus performant.

Selon l'axe d'anisotropie du renfort, l'augmentation de la masse linéique n'a pas d'effet sur le module longitudinal et réduit légèrement la tenue face à l'effet de Poisson. Pour cette direction de chargement, la morphologie de la trame n'influence donc pas le comportement du composite.

A 90° de l'axe d'anisotropie, le renfort *C* se montre 85% plus rigide comparé à la référence. Ce gain de performance du module transverse est susceptible d'être directement lié à l'augmentation des dimensions des fils de trame. L'homogénéité du champ de déformation longitudinal pour ce composite ainsi que l'absence d'endommagement prouve que les mèches de la couche transverse influencent le comportement mécanique du composite.

A 45° de l'axe d'anisotropie, l'augmentation de la masse linéique de la trame permet de diminuer l'influence de la déformation transverse induite par la traction. Cette caractéristique se répercute lors d'un chargement cyclique par l'absence d'endommagement.

La tenue en fatigue pour un chargement en traction-traction est susceptible d'être améliorée comparé au renfort de référence. En effet, l'augmentation de la masse linéique permet de contenir les effets transverses. De plus, l'imbrication des mèches UD dans la trame permet de

ne pas accentuer l'hétérogénéité du composite.

L'augmentation de la masse linéique de la trame semble favorable en ce qui concerne la tenue en fatigue.

## Conclusions et perspectives :

### Rappels des enjeux et objectifs de la thèse

Cette thèse se place dans un contexte de compréhension de l'influence des paramètres de conception d'un renfort NCF quasi unidirectionnel sur ses propriétés d'usage et celles du composite qui en résulte après infusion. Les matériaux fibreux de l'étude sont utilisés dans les longerons participant à la rigidité des pâles d'éoliennes. La caractérisation des mécanismes contrôlant les propriétés d'usage, jusqu'alors peu compris, est nécessaire à l'optimisation des renforts pour leur application. L'approche proposée consiste à étudier et comprendre les différences que trois paramètres de conception (la *longueur de couture*, le *motif de couture* et la *masse linéique de la trame*) introduisent sur la morphologie des renforts secs et des composites, sur les propriétés de transport et sur les performances mécaniques d'usage.

Ce travail a permis de mettre en évidence les spécificités morphologiques apportées par la variation d'un paramètre de conception à travers l'étude morphologique des renforts et des composites. Les techniques d'analyse d'images mises en œuvre ont permis de quantifier des géométries et de déterminer des VERs. Par la suite, l'étude expérimentale des propriétés de transport des renforts s'est fait en parallèle du développement d'une méthode innovante, basée sur une méthode existante, visant à déterminer les coefficients du tenseur de perméabilité hydraulique pour une gamme de fraction volumique donnée. La corrélation des propriétés macroscopiques et des caractéristiques morphologiques a révélé la sensibilité des propriétés de transport des renforts aux paramètres de conception. Enfin, une campagne expérimentale d'essais cycliques en traction-traction instrumentées par de la corrélation d'image a permis de déterminer les propriétés élastiques des composites d'intérêt dans l'application éolienne. La mise en relation des propriétés macroscopiques, des champs de déformation et des caractéristiques morphologiques a permis de mettre en évidence l'influence des paramètres de conception sur les performances statiques et en fatigue du composite.

Les principaux résultats obtenus sont résumés ci-dessous.

### Conclusion sur l'influence des paramètres de conception :

#### *Influence de la réduction de la longueur de couture*

L'effet d'une réduction du pas de couture dans les renforts NCF quasi-UD augmente le maintien du renfort sec. Les mèches de la couche UD sont alors contraintes par la couture tandis que la trame apparaît plus dispersée et orientée dans le sens de la couture (90°).



Lors de la mise en forme par le procédé d'infusion (c.-à-d. pour des FVF inférieur à 55%), un empilement présentera une double échelle de porosité de transport, caractéristique favorable à l'infusion. La majorité de l'écoulement peut ainsi s'effectuer dans les canaux interstitiels entre les mèches UD. Ces canaux permettent le transport du fluide selon la direction des mèches et de l'empilement (X et Z). La trame offre une séparation rigide entre deux plis consécutifs. La petite dimension des espaces vides de la trame empêche l'imbrication de la couche UD en son sein. La trame présente donc un caractère drainant dans le plan sans offrir de résistance au transfert du fluide dans l'épaisseur.

Le composite ainsi obtenu présente une forte hétérogénéité de la fraction volumique de fibres. Dans les mèches, le taux de fibre est élevé, résultat de la contrainte induite par la couture. Les mèches présentent donc de plus petites dimensions permettant l'apparition de zones riches en résine le long des mèches UD et dans les espaces vides de la trame.

Du point de vue mécanique, la matrice d'élasticité est peu influencée si ce n'est pour les propriétés à 90° des mèches UD, c'est à dire pour le module transverse et le coefficient de Poisson. Ce gain est lié à l'agencement et à l'hétérogénéité de la trame dans le composite. Lors d'un chargement cyclique non-colinéaire à l'axe des mèches UD, la rigidité du composite est dépendante de l'interface fibre / matrice et de la matrice. L'effet de la réduction de la longueur de couture se répercute sur l'augmentation de l'intensité du cisaillement dans les mèches tout en augmentant la part du travail de la résine. Dans un régime de fatigue, la forte hétérogénéité du composite en terme de taux de fibre accélère le phénomène de localisation de la déformation susceptible de réduire la durée de vie du composite.

La réduction de la longueur de couture est donc une action bénéfique pour la mise en forme du composite mais peut s'avérer dangereuse pour une structure sollicitée en fatigue telles que les pâle d'éoliennes.

### *Influence du motif de couture*

L'influence du motif de couture ne s'est pas fait ressentir par le caractère asymétrique de la couture mais plutôt par la propriété lâche et glissante de cette dernière. Sur le renfort sec, l'effet de ce paramètre de conception s'exprime au travers du faible maintien de la structure fibreuse qui apparaît difficilement manipulable.

Lors de la mise en forme, la déformabilité du renfort induit une simple échelle de porosité dans la préforme fibreuse. Ainsi, l'écoulement s'effectue majoritairement dans les mèches du composite, réduisant globalement la facilité d'imprégnation de la préforme fibreuse.

Le composite ainsi obtenu se montre particulièrement homogène, présentant une morphologie inverse au composite ayant une longueur de couture réduite. Peu de zones riches en résine sont observables tandis que la fraction volumique intra-mèche est plus faible, augmentant

ainsi les espaces inter-filaments.

Du point de vue mécanique, le plus faible taux de fibre dans les mèches UD augmente la valeur du coefficient de Poisson, facilitant la contraction transverse du composite sollicitée selon l'axe des mèches UD. Cependant, cet aspect est favorable à la rigidité transverse car il permet d'augmenter l'intensité du cisaillement à partir duquel l'endommagement est amorcé à l'interface fibre / matrice. En ce qui concerne la fatigue, la valeur élevée du coefficient de Poisson risque d'augmenter la part de travail de la résine susceptible de réduire la tenue en fatigue du composite.

Le caractère glissant et lâche de la couture du renfort n'est pas favorable à l'application éolienne du point de vue de la mise en forme et des performances mécaniques.

### *Influence de la masse linéique de la trame*

L'influence de la masse linéique de la trame pour une masse surfacique donnée se répercute sur cette dernière. Les fils transverses sont plus épais et moins affectés par la couture, ce qui augmente la taille des espaces vides de la trame.

Lors de la mise en forme, l'organisation de la trame implique une grande proportion d'imbrication des mèches UD dans les espaces vides de la couche transverse. Ceci tend à diminuer la proportion d'écoulement plan dans la trame tout en favorisant légèrement l'écoulement hors plan grâce à une aire surfacique de la trame réduite.

L'augmentation de la masse linéique se traduit donc dans le composite majoritairement par une grande part d'imbrication des mèches UD.

Du point de vue mécanique, les fils transverses plus épais favorisent grandement la rigidité à 90° de l'axe d'anisotropie. Ceci permet d'annuler la génération d'endommagement lors de chargement hors axe des mèches UD. En fatigue, ce paramètre permet de réduire la déformation transverse, minimisant ainsi le travail de la résine. Le composite est donc susceptible de voir sa tenue en fatigue améliorée.

L'augmentation de la masse linéique de la trame apparaît favorable à l'application éolienne. Même si les performances en infusion sont légèrement réduites, un gain de la tenue en fatigue semble envisageable.

**Tableau 1: Récapitulatif simplifié des influences des paramètres de conception.**

<i>Paramètre de fabrication</i>	<i>Déformabilité du renfort</i>	<i>Facilité du transport de la résine</i>	<i>Durée de vie en fatigue</i>
<i>Réduction de la longueur de couture</i>	Quasi-nul	Favorable selon les trois directions principales	Réduite : accélération du phénomène de localisation
<i>Couture lâche</i>	Grande	Très défavorable	Réduite : augmentation de travail de la résine
<i>Augmentation de la masse linéique de la trame</i>	Augmentation de l'imbrication de la couche UD	Faible perte dans le plan pour un faible gain hors plan	Amélioré : réduction du travail de la résine

L'influence des paramètres de conception s'est retrouvée sur toute les étapes de production du renfort en composite ainsi que sur les propriétés mécaniques de ce dernier. Un récapitulatif simplifié est proposé dans le Tableau 1. Le matériau idéal pour l'application éolien doit résulter d'un compromis entre les propriétés de transport et les performances mécaniques. Pour les matériaux étudiés dans cette thèse, le renfort *REF* et *C* semblent les plus aptes à remplir le cahier des charges de l'application éolienne.

## Perspectives de la thèse

Cette thèse a démontré la faisabilité d'établir des liens entre l'architecture d'un renfort fibreux et ses propriétés de transport ainsi que ses performances mécaniques. Cette étude s'est notamment focalisée sur certains aspects de la morphologie, des propriétés en infusion et des performances mécaniques aux échelles mésoscopique et macroscopiques. Par conséquent, l'investigation des propriétés à l'échelle microscopique, telle que l'ondulation des filaments dans les mèches de verre, pourrait apporter des informations supplémentaires.

Certaines des techniques expérimentales développées se sont montrées innovantes par rapport à ce qui existe dans la littérature. Le procédé de mesure de perméabilité devrait être appliqué pour plusieurs matériaux « test » afin de valider la précision des mesures. La campagne expérimentale de fatigue devrait être répétée plusieurs fois pour chaque matériau. L'acquisition d'images pour la corrélation s'effectuerait idéalement avec des caméras rapides de très haute résolution afin de raffiner les champs de déformation. De plus une campagne d'essai de fatigue classique pourrait être effectuée afin d'obtenir des courbe de Wöhler pour chaque renfort.

La modélisation numérique pourrait être utilisée à deux fins. D'un part, des modèles pourraient être utilisés pour valider les influences déterminées. La détermination de VER lors de l'étude morphologique permettrait de les utiliser dans le cadre de simulation d'écoulement ou de modélisation de comportement mécanique. D'autre part, une modélisation de la chaîne complète permettant d'effectuer numériquement le travail réalisé dans cette thèse est envisageable en parallèle de la détermination de certaines quantités expérimentalement. Les paramètres de conception devraient être liés à une loi de comportement pour la compaction des renforts. La morphologie des composites devraient être caractérisée pour deux fractions volumiques afin de pouvoir lier les VER à la loi de comportement en compaction. Ainsi, des modèles homogénéisés pourrait permettre d'estimer les propriétés de transport en fonction des niveaux de compaction du composite. La modélisation du problème mécanique en fatigue paraît plus complexe car elle requiert la connaissance de la cinématique de l'endommagement en fatigue. Une campagne expérimentale plus approfondie serait alors nécessaire.

Les méthodes mises en place ainsi que la stratégie de recherche se sont montrées efficaces pour résoudre la problématique du partenaire industriel. Certaines des techniques développées ici ont un intérêt à être mises en place dans des bureaux de R&D spécialisés dans les matériaux composites afin d'établir des bases de données sur les liens architectures / propriétés.

## Vers un renfort optimal

Les résultats de cette recherche ont révélé une aptitude supérieure d'un des renforts pour son application. Les paramètres de conception de ces renforts laissent une gamme de choix permettant l'optimisation de ces derniers. Cependant, un renfort optimal basé sur les paramètres de conception généraux des renforts étudiés ici ne pourra se montrer largement plus performant que ceux déjà produit aujourd'hui. Les résultats de cette recherche ont défini les caractéristiques morphologiques favorables à l'application éolienne mais ils ne permettront pas une révolution des renforts.

Le renfort sec doit se montrer rigide et ouvert afin qu'il ne se déforme pas pendant la mise en forme. Du point de vue de la mise en forme, il doit présenter des canaux interstitiels suivant les orientations pour maximiser les propriétés de transports. Du point de vue mécanique, il est préférablement homogène et possède une couche transverse optimale pour permettre une séparation des couches UD. Ses mèches sont orientées à 90° pour maximiser la contribution de la trame sur la déformation transverse. La difficulté de conception d'un tel renfort provient du compromis sur l'hétérogénéité en termes de fraction volumique.

Une des options serait de pouvoir concevoir une architecture de renfort sec hétérogène qui s'homogénéiserait une fois la préforme imprégnée. Cette caractéristique est dépendante du fil de couture. Son comportement mécanique doit évoluer au cours du procédé d'infusion, de telle sorte

qu'il annule la contrainte qu'il applique à la structure fibreuse une fois cette dernière totalement imprégnée, avant que la résine ne soit réticulée. Il existe déjà, pour la conception de tels renforts, des fils de couture solubles dans la résine [55]. Cependant, ils sont couteux et donc non compatible avec le marché éolien.

L'optimisation des renforts NCF à l'application éolienne doit donc se focaliser majoritairement sur le développement d'architectures fibreuses évolutives au cours de la mise en forme. Le développement d'un fil de couture réactif lors de la réticulation de la résine est une solution. Cependant, il serait intéressant d'envisager d'autres solutions permettant d'atteindre des morphologies évolutives, telles que la disposition de séparateurs de mèches (agrafes en polymère) ou des films polymères sur lesquels les mèches se déposeraient.

## Bibliographie:

- [1] P.L.C. Scheuer, Big challenges : the role of resin in wind turbine rotor blade development, *Reinf. Plast.* (2010).
- [2] T. Jacobsen, Materials technology for large wind turbine rotor blades-limits and challenges, in: S. Fæster, D.J. Jensen, B. Ralph, B.F. Sørensen (Éd.), 32nd Risø Int. Symp. Mater. Sci. Compos. Mater. Struct. Perform. Toward High. limits, 2011: p. 35-43.  
[https://www.etde.org/etdeweb/details\\_open.jsp?osti\\_id=1028236](https://www.etde.org/etdeweb/details_open.jsp?osti_id=1028236).
- [3] G. Adolphs, C. Skinner, Non-crimp fabric composites in wind turbines, in: S. V Lomov (Éd.), *Non-Crimp Fabr. Compos.*, Woodhead Publishing, 2011: p. 481-495e.  
[doi:http://dx.doi.org/10.1533/9780857092533.4.481](http://dx.doi.org/10.1533/9780857092533.4.481).
- [4] J.Z. Hansen, The effects of fibre architecture on fatigue life-time of composite materials, 2013.
- [5] LIBA Multi Compact Fabric, (2012).
- [6] S. Drapier, a. Pagot, a. Vautrin, P. Henrat, Influence of the stitching density on the transverse permeability of non-crimped new concept (NC2) multiaxial reinforcements: Measurements and predictions, *Compos. Sci. Technol.* 62 (2002) 1979-1991.  
[doi:10.1016/S0266-3538\(02\)00127-6](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(02)00127-6).
- [7] K. Vallons, G. Adolphs, P. Lucas, S. V. Lomov, I. Verpoest, The influence of the stitching pattern on the internal geometry, quasi-static and fatigue mechanical properties of glass fibre non-crimp fabric composites, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 56 (2014) 272-279.  
[doi:10.1016/j.compositesa.2013.10.015](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2013.10.015).
- [8] B.R. Gebart, Permeability of Unidirectional Reinforcements for RTM, *J. Compos. Mater.* 26 (1992) 1100-1133. [doi:10.1177/002199839202600802](https://doi.org/10.1177/002199839202600802).
- [9] C. Binétruy, P. Krawczak, Compression des renforts dans les procédés LCM : 2. Modélisation de la perméabilité, *Rev. des Compos. des matériaux avancés.* 12 (2002) 265-283. [doi:10.3166/rcma.12.265-283](https://doi.org/10.3166/rcma.12.265-283).
- [10] R. Comolet, *Mécanique expérimentale des fluides, T II : Dynamique des fluides réels et turbomachines*, 4e éd., 1994.
- [11] F.M. White, I. Corfield, *Viscous fluid flow*, McGraw Hill, New York, 2006.

- [12] STIL, Optical principles, s. d.
- [13] Mathworks, Image Optimization Toolbox: User's Guide (r2014b), (2014).
- [14] R. Rezakhaniha, a. Agianniotis, J.T.C. Schrauwen, a. Griffa, D. Sage, C.V.C. Bouten, et al., Experimental investigation of collagen waviness and orientation in the arterial adventitia using confocal laser scanning microscopy, *Biomech. Model. Mechanobiol.* 11 (2012) 461-473. doi:10.1007/s10237-011-0325-z.
- [15] A. Davidovic, A. GargalloPeiro, M. Llontop Garcia, F. Munoz Ortega, D. Toledo Carrasco, C. Wang, Estimation of Orientation Distribution of Fibers, *V Model. Week, Complut. Univ. Madrid.* (2011).
- [16] V. Pilaud, Sur le diagramme de Voronoi et la triangulation de Delaunay d'un ensemble de points dans un revêtement du plan euclidien, 2006.  
<https://www.math.ens.fr/enseignement>.
- [17] J. Zangenberg, J. Larsen, R.C. Østergaard, P. Brøndsted, Methodology for characterisation of glass fibre composite architecture, *Plast. Rubber Compos.* 41 (2012) 187-193.  
doi:10.1179/1743289811Y.00000000067.
- [18] H. Darcy, Les fontaines publiques de la ville de Dijon, 1856.  
<http://books.google.fr/books?id=UCsccgAACAAJ>.
- [19] Y.R. Kim, S.P. McCarthy, Compressibility and relaxation of fiber reinforcements during composite processing, *Polym. Compos.* 12 (1991) 13-19. doi:10.1002/pc.750120104.
- [20] F. Robitaille, R. Gauvin, Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. I: Review of experimental results, *Polym. Compos.* 19 (1998) 198-216.  
doi:10.1002/pc.10091.
- [21] F. Robitaille, R. Gauvin, Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. III- Reorganization of the fiber network - 1999.pdf, *Polym. Compos.* 20 (1998) 48-61. doi:10.1002/pc.10091.
- [22] S. Bickerton, M.J. Buntain, a. a. Somashekar, The viscoelastic compression behavior of liquid composite molding preforms, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 34 (2003) 431-444. doi:10.1016/S1359-835X(03)00088-5.
- [23] S. Comas-Cardona, C. Binetruy, P. Krawczak, Unidirectional compression of fibre reinforcements. Part 2: A continuous permeability tensor measurement, *Compos. Sci. Technol.* 67 (2007) 638-645. doi:10.1016/j.compscitech.2006.07.020.
- [24] N. Vernet, E. Ruiz, S. Advani, J.B. Alms, M. Aubert, M. Barburski, et al., Experimental



determination of the permeability of engineering textiles: Benchmark II, Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 61 (2014) 172-184. doi:10.1016/j.compositesa.2014.02.010.

- [25] B. Laine, R. Arbter, C. Binetruy, L. Bizet, J.M. Beraud, C. Demaria, et al., Experimental determination of textile permeability: a benchmark exercise, 10th Int. Conf. Flow Process. Compos. Mater. FPCM 10. 42 (2010) 1157-1168.  
doi:http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.04.021.
- [26] T.S. Lundström, R. Stenberg, R. Bergström, H. Partanen, P. a Birkeland, In-plane permeability measurements: a nordic round-robin study, Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 31 (2000) 29-43. doi:http://dx.doi.org/10.1016/S1359-835X(99)00058-5.
- [27] S. Sharma, D. a. Siginer, Permeability Measurement Methods in Porous Media of Fiber Reinforced Composites, Appl. Mech. Rev. 63 (2010) 020802. doi:10.1115/1.4001047.
- [28] M.J. Buntain, S. Bickerton, Compression flow permeability measurement: A continuous technique, Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 34 (2003) 445-457. doi:10.1016/S1359-835X(03)00090-3.
- [29] M. Ait-Si-Ahmad, A. Poitou, C. Bojji, O. Fasi-Fehri, Model for determining the permeability variation of fiber mat reinforcement submitted to compression, Mécaniques Ind. 3 (2002) 27-34.
- [30] S. Comas-Cardona, C. Binetruy, P. Krawczak, Unidirectional compression of fibre reinforcements. Part 2: A continuous permeability tensor measurement, Compos. Sci. Technol. 67 (2007) 638-645. doi:10.1016/j.compscitech.2006.07.020.
- [31] T.G. Gutowski, T. Morigaki, Zhong Cai, The Consolidation of Laminate Composites, J. Compos. Mater. 21 (1987) 172-188. doi:10.1177/002199838702100207.
- [32] S. Comas-Cardona, Modélisation, simulation et controle du couplage hydro-mécanique pour le moulage composite, Thèse Dr. (2005).
- [33] Y. Hou, S. Comas-Cardona, C. Binetruy, S. Drapier, Gas transport in fibrous media: Application to in-plane permeability measurement using transient flow, J. Compos. Mater. 47 (2012) 2237-2247. doi:10.1177/0021998312455676.
- [34] S. V Lomov, T. Truong Chi, I. Verpoest, 11 - Mechanical properties of non-crimp fabric (NCF) based composites: stiffness and strength, in: S. V Lomov (Éd.), Non-Crimp Fabr. Compos., Woodhead Publishing, 2011: p. 263-288.  
doi:http://dx.doi.org/10.1533/9780857092533.3.263.
- [35] L.E. Asp, R. Juntikka, High velocity impact on NCF reinforced composites, Compos. Sci.

- 
- Technol. 69 (2009) 1478-1482. doi:10.1016/j.compscitech.2008.05.027.
- [36] A. Morales, Structural stitching of textile preforms, Proc. 22nd Int. SAMPE Tech. Conf. (1990) 1217-1230.
- [37] M.Z. Shah Khan, A.P. Mouritz, Fatigue behaviour of stitched GRP laminates, Compos. Sci. Technol. 56 (1996) 695-701. doi:10.1016/0266-3538(96)00052-8.
- [38] A.P. Mouritz, K.H. Leong, I. Herszberg, A review of the effect of stitching on the in-plane mechanical properties of fibre-reinforced polymer composites, Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 28 (1997) 979-991. doi:10.1016/S1359-835X(97)00057-2.
- [39] L.E. Asp, F. Edgren, S. Anders, Effects of stitch pattern on the mechanical properties of non-crimp fabric composites, ECCM 11. (s. d.).
- [40] D. Mattsson, R. Joffe, J. Varna, Methodology for characterization of internal structure parameters governing performance in NCF composites, Compos. Part B Eng. 38 (2007) 44-57. doi:10.1016/j.compositesb.2006.04.004.
- [41] Y. Aono, K. Hirota, S.H. Lee, T. Kuroiwa, K. Takita, Fatigue damage of GFRP laminates consisting of stitched unit layers, Int. J. Fatigue. 30 (2008) 1720-1728. doi:10.1016/j.ijfatigue.2008.03.002.
- [42] L. Gornet, Généralités sur les matériaux composites, HAL. (2011).
- [43] H. Schreier, J.J. Orteu, M. a. Sutton, Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and applications, Springer, 2009. doi:10.1007/978-0-387-78747-3.
- [44] J.-J. Orteu, Mesure 3D de formes et de déformations par stéréovision, Tech. l'ingénieur Mise en forme des matériaux par usinage. 33 (2002) 0-13. <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/mise-en-forme-des-materiaux-par-usinage-42510210/mesure-3d-de-formes-et-de-deformations-par-stereovision-bm7015/>.
- [45] T. Brynk, R.M. Molak, M. Janiszewska, Z. Pakiela, Digital Image Correlation measurements as a tool of composites deformation description, Comput. Mater. Sci. 64 (2012) 157-161. doi:10.1016/j.commatsci.2012.04.034.
- [46] M. Colindeverdiere, a Pickett, a Skordos, V. Witzel, Evaluation of the mechanical and damage behaviour of tufted non crimped fabric composites using full field measurements, Compos. Sci. Technol. 69 (2009) 131-138. doi:10.1016/j.compscitech.2008.08.025.
- [47] M. Jerabek, Z. Major, R.W. Lang, Strain determination of polymeric materials using digital image correlation, Polym. Test. 29 (2010) 407-416.
-

doi:10.1016/j.polymertesting.2010.01.005.

- [48] I. De Baere, W. Van Paepegem, M. Quaresimin, J. Degrieck, On the tension – tension fatigue behaviour of a carbon reinforced thermoplastic part I : Limitations of the ASTM D3039 / D3479 standard, *Polym. Test.* 30 (2011) 625-632.  
doi:10.1016/j.polymertesting.2011.05.004.
- [49] I. De Baere, W. Van Paepegem, C. Hochard, J. Degrieck, On the tension-tension fatigue behaviour of a carbon reinforced thermoplastic part II: Evaluation of a dumbbell-shaped specimen, *Polym. Test.* 30 (2011) 663-672.
- [50] C.S. Thread, Technical Data Sheet, (2010).  
<https://www.hexion.com/Products/TechnicalDataSheet.aspx?id=8246>.
- [51] A. Sinnerud, Adhesion of metal-composite joints, (2010).
- [52] M. Idriss, A. El Mahi, M. Assarar, R. El Guerjouma, Damping analysis in cyclic fatigue loading of sandwich beams with debonding, *Compos. Part B Eng.* 44 (2013) 597-603.
- [53] S. Sisodia, S. Kazemahvazi, D. Zenkert, F. Edgren, Fatigue testing of composites with in-situ full-field strain measurement, in: 18th Int. Conf. Compos. Mater., 2009.
- [54] S. Giancane, F.W. Panella, R. Nobile, V. Dattoma, Fatigue damage evolution of fiber reinforced composites with digital image correlation analysis, *Procedia Eng.* 2 (2010) 1307-1315. doi:10.1016/j.proeng.2010.03.142.
- [55] U. Beier, F. Fischer, J.K.W. Sandler, V. Altstädt, C. Weimer, H. Spanner, et al., Evaluation of preforms stitched with a low melting-temperature thermoplastic yarn in carbon fibre-reinforced composites, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 39 (2008) 705-711. doi:10.1016/j.compositesa.2008.02.011.

## **Etudes expérimentales de l'influence des paramètres de conception des renforts NCF unidirectionnels sur leurs propriétés de transport et leurs performances mécaniques**

**RESUME :** L'augmentation des dimensions des éoliennes est nécessaire pour réduire le coût du rendement énergétique des parcs éoliens. L'optimisation de ces structures est liée aux renforts fibreux qu'elles utilisent. La rigidité des pâles d'éoliennes provient des longerons en composites monolithiques mis en forme à partir de renforts NCF (« Non-Crimp Fabrics ») unidirectionnels et de résine thermodurcissable. Les renforts se présentent sous forme d'empilement de deux couches ( $0^\circ$  et  $\pm 80^\circ$ ) cousues dans l'épaisseur par un fil polyester. La structure fibreuse, contrôlée par les paramètres de conception, influence les liens de causes à effets entre les paramètres de conception et les performances du renfort et du composite. Il est donc nécessaire d'optimiser les composites pour leur application. Trois paramètres de conception sont étudiés pour établir ces liens : la longueur de couture, le dessin de couture et la masse linéique de la trame. Ces liens sont dévoilés par la mise en relation de données morphologiques issues d'analyse d'images du renfort sec et du composite avec les propriétés macroscopiques déterminées par le biais de moyens expérimentaux. Ces derniers permettent notamment de déterminer le tenseur de perméabilité hydraulique des renforts ainsi que les propriétés élastiques des composites. Il apparaît que chacun des paramètres étudiés influence l'hétérogénéité des composites. Cette caractéristique est favorable pour le procédé d'infusion mais affecte la tenue en fatigue des longerons. L'optimisation des renforts NCF pour leur application requiert donc d'établir un compromis. Une autre solution consisterait à permettre une évolution de la morphologie du composite lors de la mise en forme, pour passer d'un renfort sec hétérogène à un composite homogène en terme de fraction volumique de fibre.

**Mots clés :** Non-Crimp Fabrics. Analyse d'images. Perméabilité. Propriétés mécaniques.

### **Experimental investigation of the influence of the design parameters of unidirectional NCF fabrics on their processing and mechanical properties.**

**ABSTRACT :** The energetic pricing of windmills involves the production cost of wind turbines and their lifespan. Increasing the performances of these structures comes with an increase of the blades dimensions. The spar caps of the latters, providing the strength to the blades, are made of unidirectional glass fiber reinforcement known as NCF (Non-Crimp Fabrics). They involve two layers of specific orientations ( $0^\circ$  and  $\pm 80^\circ$ ) stitched together. The architecture formed by the reinforcement is dependent on the design parameters which control the performance, on the fabric during the infusion process, and on the composite in the final structure. Therefore, the optimization of the NCF for the windmill application is controlled by the design parameters. Three parameters (the stitch length, the stitch pattern and the weft Tex) are studied in order to establish the links morphology / process and morphology / mechanical performances. Experimental investigations are undertaken to determine both the hydraulic permeability tensor of the fabrics and the elastic properties of their composite. These macroscopic properties are related to the morphology determined using images analysis technics. It is demonstrated that each of the design parameters impacts the heterogeneity of the composite. High heterogeneity allows improving the performance during the infusion process while reducing the mechanical one. The optimization of the NCF using the design parameters requires setting a compromise in the heterogeneity of the architecture formed by the reinforcement. Another solution would consist in allowing the morphology to evolve during the infusion process, to go from an open structure that eases the flow to a homogeneous structure safer for the windmill application.

**Keywords :** Non-Crimp Fabrics. Image analysis. Permeability. Mechanical properties.