



HAL
open science

Caractérisation mécanique de monofilaments de carbone

Ugo Simon

► **To cite this version:**

Ugo Simon. Caractérisation mécanique de monofilaments de carbone: Rapport alternance deuxième année DUT Mesures Physiques. CEA - Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives; Cea/Le Ripault; IUT de Blois. 2023. cea-04289419

HAL Id: cea-04289419

<https://cea.hal.science/cea-04289419>

Submitted on 16 Nov 2023

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.

Copyright

Caractérisation mécanique de monofilaments de carbone

Rapport alternance deuxième année
BUT Mesures Physiques

Tuteur CEA : Guillaume Huchet

Tuteur IUT : Fabien Giovannelli

CEA Le Ripault

BP 16

37260 Monts

Ugo Simon

BUT : Mesures Physiques parcours TI

Septembre 2022 – Juin 2023

DESCRIPTIF DE L'ALTERNANCE

Titre du rapport : Caractérisation mécanique de monofilaments de carbone

Auteur (Nom, Prénom) : Simon Ugo

Nom et raison sociale de l'entreprise (celle figurant au Kompass) : Le COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES, établissement public de recherche à caractère scientifique, technique et industriel, immatriculé au Registre du Commerce et des Sociétés de Paris sous le numéro R.C.S PARIS B 775 685 019

Adresse : Bâtiment Le Ponant D – 25 rue Leblanc

Code postal : 75015

Ville : Paris

Lieu de l'alternance : CEA Le Ripault BP16 37260 Monts

Nom et prénom du maître d'alternance : Huchet Guillaume

Nom et prénom du tuteur IUT : Giovannelli Fabien

Domaine(s) d'activités abordé(s) durant l'alternance :

Cocher la/les case(s) correspondante(s)

- Analyses physico-chimiques
- Contrôle et caractérisation de matériaux et alliages
- Optique, optronique.
- Mécanique du solide et des fluides.
- Thermique et thermodynamique.
- Instrumentation : interfaçage, acquisition et traitement de données.
- Automatisme, régulation et asservissement.
- Métrologie.
- Qualité.
- Autre (à préciser)

Résumé de la mission (50 mots maximum) :

L'objectif est de caractériser les propriétés mécaniques de monofilaments de carbone. Ceux-ci sont extraits de différentes nuances de fibres commerciales ou en cours de développement. La section des éprouvettes de traction est déterminée à partir d'une analyse statistique de micrographies optiques. Les résultats sont inter-comparés pour identifier la fibre ayant les meilleures performances.

Signature du Maître d'Alternance

Date : 05/05/2023

Nom : Huchet

Prénom : Guillaume

Remerciements

Tout d'abord, je tiens à exprimer ma gratitude envers la direction du CEA Le Ripault qui m'a permis d'effectuer cette seconde année de BUT Mesures Physiques en alternance au sein d'un de ses laboratoires.

Je tiens tout particulièrement à remercier Mr Huchet, mon tuteur d'alternance, pour m'avoir guidé et fait partager son savoir tout au long de l'année.

J'exprime toute ma reconnaissance à Mr Meillot, Mr Cochain, Mr Lett et Mr Brandt pour leur disponibilité et leurs précieux conseils qui m'ont permis de mener à bien mes projets.

Mes remerciements vont également à Mr Pagerie et à Mme Schelz pour m'avoir accueilli au sein de leurs équipes.

J'adresse mes remerciements à mon tuteur école, M. Giovannelli, pour ses précieux conseils ainsi que pour l'attention qu'il a apporté à mes travaux.

Enfin, je suis reconnaissant envers toutes les personnes ayant collaboré à mes travaux ainsi qu'à l'ensemble du personnel de l'installation pour son accueil, son aide, sa disponibilité et sa sympathie.

Résumé du rapport

J'ai effectué mon année d'alternance au sein du Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) sur le site du Ripault. Ce centre de recherche possède un département spécialisé dans les matériaux au sein duquel j'ai pu intégrer le Laboratoire de Caractérisations Thermomécaniques, Electromagnétiques et Microstructurales. Ce dernier a pour corps de métiers la caractérisation de tout type de matériaux.

Mon sujet d'alternance portait sur la caractérisation mécanique de monofilaments de carbone via des essais de traction. Ces monofilaments ont été extraits de différentes nuances de fibres commerciales ou en cours de développement. La section des éprouvettes de traction a été déterminée à partir d'une analyse statistique de micrographies optiques.

Après cette partie expérimentale est venue une seconde partie axée sur la correction et l'analyse des résultats obtenus lors des essais.

Cette étude a fait appel à différentes compétences scientifiques telles que des compétences de traitement de données, de mécanique, de métrologie et de caractérisation de matériaux. Cette alternance m'a permis d'approfondir ces notions qui ont été abordées durant les deux années de formation à l'IUT.

Abstract of report

I completed my apprenticeship year at French Atomic Energy and Alternatives Energies Commission (CEA) on the Ripault site. This research site has a department specialized in materials, I was able to join the Thermomechanical, Electromagnetic and Microstructural Characterization Laboratory. The main work of the laboratory is the characterization of all types of materials.

My apprenticeship topic was on the mechanical characterization of carbon monofilaments with tensile tests. These monofilaments came from various grades of commercial or developmental fibers. The section of each specimens was determined from a statistical analysis of optical micrographs.

After this experimental part, a second part was on correcting and analyzing the results obtained during the tests.

This study required various scientific skills like data processing, mechanics, metrology, and materials characterization. This apprenticeship allowed me to see in more detail notions that I saw during the two years at the IUT.

Table des matières

Remerciements.....	3
Résumé du rapport	4
Abstract of report	5
Table des matières.....	6
Introduction	8
Présentation de l'entreprise	9
1) Le CEA : Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives	9
2) La DAM : Direction des applications militaires	9
3) Le centre du Ripault.....	10
Contexte, enjeux et objectifs de l'alternance.....	12
I. Étude bibliographique	13
1) L'histoire de la fibre de carbone.....	13
2) Les différents types de fibres de carbone.....	14
a) Précurseur rayonne.....	14
b) Précurseur PAN.....	15
c) Précurseur brai	15
II. Caractérisation microstructurales	16
1) Protocole expérimental de détermination de l'aire de la section des monofilaments	16
a) Enrobage des échantillons	16
b) Observation et analyse d'image	19
2) Optimisation de la méthode d'analyse d'image.....	19

III. Caractérisation mécanique.....	21
1) Protocole expérimental pour la mesure des caractéristiques mécaniques des monofilaments.....	21
a) Préparation d'une éprouvette.....	21
b) Réalisation de l'essai de traction.....	22
2) Corrections apportées aux résultats obtenus.....	22
a) Eprouvette pré-chargée.....	22
b) Eprouvette insuffisamment tendue.....	24
IV. Résultats obtenus.....	25
1) Fibres commerciales.....	25
a) Fibre T300.....	25
b) Fibre T700.....	27
2) Fibres en développement.....	28
a) Échantillon 12.....	28
b) Échantillon 15.....	29
c) Comparaison des 2 nuances.....	31
Conclusion technique.....	31
Bilan personnel.....	33
Bibliographie.....	34
Table des illustrations.....	35
Annexes.....	36
Table des annexes.....	37

Introduction

Au cours de ma seconde année de BUT Mesures Physiques à l'Institut Universitaire de Technologie de Blois, j'ai eu l'opportunité d'effectuer mon alternance au sein du CEA, sur le site du Ripault (DAM) et plus précisément dans le Laboratoire de Caractérisations Thermomécaniques, Electromagnétiques et Microstructurales.

A l'occasion de la journée « Scientifique, toi aussi ! » mise en place le 5 Avril 2022 par le CEA, j'ai pu rencontrer Guillaume Huchet qui m'a plus amplement parlé de l'offre d'alternance qu'il allait encadrer. Cet échange m'a entièrement convaincu de l'intérêt de la mission proposée.

Lors des phases de développement et/ou de production industrielle de renforts de matériaux composites, tels que les fibres de carbone, il est indispensable de déterminer leurs propriétés intrinsèques pour assurer le suivi qualité du produit commercial. La mission de mon alternance porte plus particulièrement sur la caractérisation mécanique des monofilaments les composant. Pour réaliser cette étude, connaître la section moyenne des monofilaments est indispensable, d'où l'importance de réaliser des observations microscopiques au préalable.

Après avoir présenté l'entreprise, le contexte et les objectifs de mon alternance, une synthèse sur l'étude bibliographique sera proposée. Les deux principales méthodes de caractérisation mises en œuvre au cours de cette période seront ensuite développées, ainsi que la synthèse des résultats obtenus.

Présentation de l'entreprise

1) Le CEA : Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives

(CEA, 2020)

Le CEA est un organisme public de recherche à caractère scientifique, technique et industriel. C'est un acteur majeur de la recherche, du développement et de l'innovation, il intervient dans le cadre de quatre missions :

- La défense et la sécurité du pays
- Les énergies nucléaire et renouvelables
- La recherche technologique pour l'industrie
- La recherche fondamentale

Le CEA est implanté sur 9 centres répartis dans toute la France. Il développe de nombreux partenariats avec les autres organismes de recherche, les collectivités locales et les universités.

2) La DAM : Direction des applications militaires

La DAM fait partie des quatre grandes directions opérationnelles de CEA. Elle est chargée de missions au service de la défense et de la sécurité dans différents domaines :

- Les têtes nucléaires de la dissuasion
- Les réacteurs et cœurs nucléaires pour la propulsion des sous-marins et porte-avions
- La lutte contre la prolifération nucléaire et le terrorisme

Ouverte à la recherche, la DAM met ses moyens expérimentaux à la disposition de la communauté scientifique et contribue, avec ses équipes, à d'autres programmes de recherche.

3) Le centre du Ripault

Le CEA Le Ripault, situé à Monts, près de Tours, constitue l'un des neuf centres du CEA. Il rassemble, au profit de la Direction des applications militaires (DAM), tous les métiers et les compétences scientifiques et techniques nécessaires à la mise au point de nouveaux matériaux et de systèmes non nucléaires depuis leur développement (conception, synthèse, sécurité et fiabilité d'emploi) jusqu'à leur industrialisation (procédés de mise en œuvre et intégration système). Pour assurer ses missions, le CEA Le Ripault concentre ses compétences dans les domaines suivants :

- Matériaux avancés :
 - Matériaux énergétiques
 - Matériaux organiques et hybrides
 - Matériaux pour les hautes températures
 - Matériaux électromagnétiques
 - Céramiques fonctionnalisées
- Procédés avancés :
 - Synthèse chimique et formulation
 - Pressage et usinage
 - Projection thermique
 - Dépôts couche mince/Multifonctionnel
 - Fabrication additive

L'organisation du CEA Le Ripault est constituée par un Echelon Direction et trois Départements :

- ❖ Le Département Support Administratif et Technique (DSAT), maître d'œuvre pour l'ensemble du Centre des actions dans les domaines de la logistique et de la gestion.
- ❖ Le Département Explosifs (DXPL), dont les compétences sont plus particulièrement exploitées dans les domaines de la conception, du développement et de la mise en œuvre des matériaux énergétiques.
- ❖ Le Département Matériaux (DMAT), chargé de concevoir et de mettre en œuvre des technologies innovantes pour la réalisation de matériaux et de composants nouveaux trouvant des applications dans les domaines civils et militaires.

Durant cette alternance, j'ai travaillé dans le Département Matériaux.

Contexte, enjeux et objectifs de l'alternance

En 2022, la consommation mondiale de fibre de carbone dépasse les 120000 tonnes. Avec un taux de croissance annuel de 12,2%, les pièces polymères renforcées de fibres de carbone sont devenues des références dans certaines industries comme celles du sport automobile ou de l'aérospatiale.

Etant un marché en forte croissance depuis plus de 50 ans, les fibres de carbone sont un pôle conséquent de recherche et du développement aussi bien industriel que militaire. L'arrivée régulière sur le marché de nouvelles fibres entraîne une augmentation d'activité des centres de recherche et d'essais.

Le premier objectif de l'alternance consiste à s'approprier le protocole expérimental en vigueur au laboratoire pour caractériser plusieurs fibres commerciales. Le second objectif consiste à caractériser plusieurs nuances de fibres en cours de développement afin d'observer et d'évaluer les variations de propriétés en fonction des paramètres de fabrication.

Ce rapport s'inscrit dans la continuité d'études effectuées par le laboratoire depuis 2018, et servira de support interne à de futures campagnes de caractérisations visant à déterminer les propriétés mécaniques des fibres de carbone par de nouveaux moyens d'essais.

I. Étude bibliographique

(Delhaes, et al., 2006) (Dupet, 2008) (Luyckx, 1999) (Mayer, 2016) (Drouin, 2018) (Queant, 2019)

1) L'histoire de la fibre de carbone

C'est en 1880 que les fibres de carbone trouvent leur première application avec Thomas Edison qui les a utilisées pour la première fois en tant que filament dans une lampe à incandescence. Ces fibres (issues de bambou) permettent aux ampoules d'éclairer plusieurs centaines d'heures contre quelques heures auparavant.

Au début des années 1960, les industries développent deux modèles de fibre aux usages différents, la fibre Haute Résistance (HR) et la fibre Haut Module (HM). Ces premières fibres sont faites à partir de fibres rayonne. En parallèle, un institut de recherche Japonais découvre la possibilité de combiner ces propriétés en créant leurs fibres à partir de poly-acrylonitrile (PAN). Cette découverte permet au Japon de devenir leader dans le domaine des fibres de carbone fabriquées à partir de PAN.

Actuellement, 97% des fibres de carbone produites sont issues du précurseur ex-PAN. Cependant, certaines entreprises françaises et japonaises cherchent à se diversifier et choisissent de développer leurs fibres à partir de brais. Celles-ci servent dans des domaines très spécifiques (spatial, défense, aéronautique, etc...) et ont de meilleures capacités thermiques.

2) Les différents types de fibres de carbone

La fibre de carbone est obtenue par pyrolyse d'une fibre organique appelée précurseur. On peut dénombrer trois principaux types de fibres, la rayonne ou "ex-cellulose" faite à partir de matériaux organiques carbonisés, les fibres "ex-PAN" obtenue à partir de poly-acrylonitrile, et enfin les fibres "ex-brais" issues de matières comme le charbon ou le bitume. Plus de détails sur le mode de fabrication de chaque précurseur sont disponibles dans l'Annexe 1.

a) Précurseur rayonne

Historiquement, ce sont les fibres conçues les premières. Elles ont été faites à partir de tresses, de tissus et de mat de fibres de rayonne. Le temps de production de ces fibres fut très court dû à la faible rentabilité du processus de fabrication. Celui-ci se déroule en deux étapes, la première consiste à chauffer la fibre une première fois entre 1000 °C et 1500 °C afin de transformer la cellulose en carbone. On chauffe ensuite la fibre entre 2000 °C et 2500 °C pour obtenir une meilleure résistance à l'oxydation à température élevée.

Lors des premières productions, aucune tension n'était appliquée aux fibres lors des traitements thermiques. Cela explique pourquoi les propriétés mécaniques des fibres de carbone n'étaient pas au niveau souhaité. Après cette découverte et comme illustré dans le Tableau 1, les caractéristiques mécaniques ont pu être grandement améliorées. Le principal intérêt de ce précurseur est qu'il n'y a besoin d'aucun traitement avant la carbonisation lorsque les fibres sont produites sans tension.

Producteur	Produit commercialisé	Module de traction (Gpa)	Résistance en traction (Mpa)
Union Carbide (avec tension)	Thomel 25	175	1250
	Thomel 40	280	1750
	Thomel 50	350	2000
	Thomel 100	700	3500
Carbone Lorraine (sans tension)	/	50	60

[Tableau 1 : Propriétés mécaniques en traction des fibres de carbone fabriquées entre 1960 et 1974 à partir du précurseur rayonne](#)

b) Précurseur PAN

De nos jours, ce type de fibre est la plus répandue en comptant 97% de la production mondiale (cf. fiches en Annexe 2). Les fils de poly-acrylonitrile sont obtenus par polymérisation puis par filage des fibres. Le solvant utilisé lors du filage a une importance majeure car c'est ce qui détermine la pureté du PAN et donc la pureté de la fibre de carbone. D'autres méthodes existent pour améliorer la qualité des fibres. Il est par exemple possible de recouvrir les monofilaments du précurseur d'un corps gras afin d'éviter le collage des filaments entre eux lors des traitements thermiques. Le précurseur PAN présente des intérêts majeurs tels que le grand rendement en carbone des fibres ou leur résistance et leur stabilité bien plus élevée.

c) Précurseur brai

Le brai (ou pitch) est un résidu créé lors du raffinage du pétrole. Celui-ci peut contenir jusqu'à 90% de carbone. Il peut être carbonisé si on le place à très haute température. Pour faire des fibres de carbone, le brai doit être filé puis pyrolysé. Lors de la pyrolyse, deux choix sont possibles, l'orienté ou non. Sans être orienté, le brai dit isotrope va produire des fibres avec un faible module (environ 40 GPa) et donc très cassantes. Tandis que si le brai est mésophase (orienté lors de la pyrolyse), le module des fibres peut monter jusqu'à 900 GPa et ainsi, les rendre bien plus élastiques.

II. Caractérisation microstructurales

1) Protocole expérimental de détermination de l'aire de la section des monofilaments

(Queant, 2022)

a) Enrobage des échantillons

Afin de connaître la section des monofilaments de carbone de la nuance de fibre à étudier, des prises de vues au microscope sont nécessaires. Cependant, les monofilaments étant très petits ($< 10 \mu\text{m}$), il a fallu trouver une solution pour pouvoir les observer.

Ainsi, la méthode utilisée consiste à enrober une fibre avec de la résine époxy afin d'observer un grand nombre de monofilaments pour avoir un bon échantillonnage statistique de la section d'un monofilament. La méthode suivie est celle présentée dans la norme NF ISO 11657 méthode C présente en Annexe 3.

Cet enrobage se déroule suivant trois étapes clés.

➤ Pré-enrobage de la fibre à étudier

Au cours de cette étape, l'objectif est de déposer une fine couche de résine sur la longueur de l'échantillon choisi afin d'augmenter sa rigidité. Le mode opératoire consiste dans un premier temps à placer la fibre sur deux morceaux de cartons et de la fixer avec un morceau d'adhésif, comme représenté sur la Figure 1.

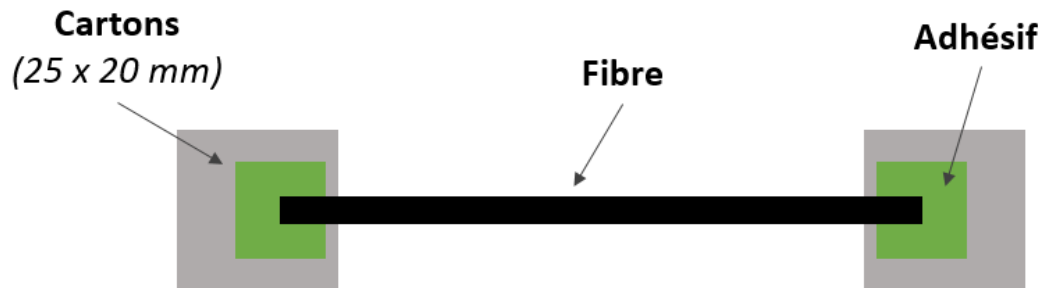


Figure 1 : Schéma de préparation de la fibre

Une fois ceci fait, le pré-enrobage peut commencer.

Pour ce faire, il est nécessaire de suspendre les fibres pour pas qu'il n'y ait de gouttes de résine qui reste sur la fibre. De plus, comme illustré sur la Figure 2, une épingle métallique est mise sur la partie basse de l'échantillon. Celle-ci pèse environ 5 g et permet donc à la fibre de rester la plus droite possible.

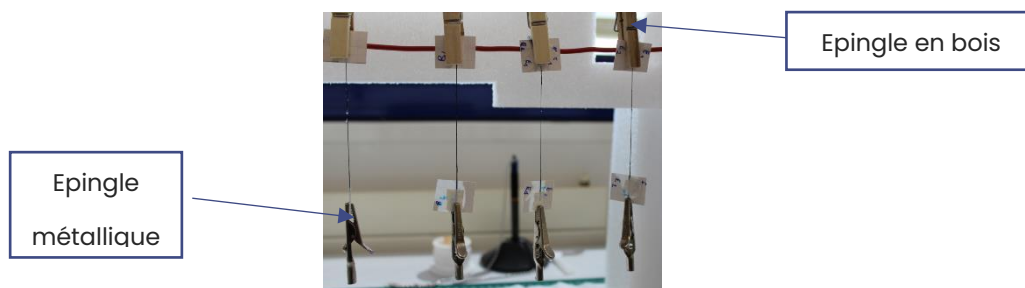


Figure 2 : Fibres suspendues pour le pré-enrobage

Les fibres étant droites, il ne reste plus qu'à déposer deux à trois gouttes de résine sur sa partie haute et à l'étaler à l'aide d'un cure dent. Cela va permettre aux monofilaments de se rapprocher entre eux lors de l'imprégnation. Bien lisser la résine est essentiel pour qu'aucune goutte ne se figent à la paroi.

➤ Enrobage de la fibre à étudier

Lors de cette étape, le but est de remplir un godet d'enrobage de 25 mm de diamètre pour pouvoir poser l'échantillon sur le microscope optique. Il est important de prendre soin de bien lubrifier les parois intérieures avec de l'huile de silicone pour que le démoulage soit plus aisé.

Par la suite, il faut positionner une partie de la fibre pré-enrobée au centre du godet et s'assurer qu'elle est la plus verticale possible. Le positionnement peut se faire à l'aide de pâte à modeler ou d'une petite pince.

Enfin, la résine doit être versée en deux temps pour permettre à la fibre d'être parfaitement maintenue sur le godet. Les Figure 4 et Figure 3 représentent deux échantillons, l'un avant et l'autre après le démoulage.



[Figure 4 : Echantillon avant le démoulage](#)



[Figure 3 : Echantillon après le démoulage](#)

➤ Polissage de l'échantillon

Cette étape est la plus importante de toutes. Le polissage permet d'enlever la plus grosse partie des rayures présentes à la surface d'un échantillon. Les grains présents dans les draps de polissage sont peu à peu réduits afin d'obtenir le meilleur rendu possible. Les grains du dernier drap ont une taille de 0,25 μm .

b) Observation et analyse d'image

L'observation des échantillons préalablement enrobés se fait via un microscope optique. Celui-ci est souvent réglé sur le grossissement x500 afin de permettre d'effectuer des prises de vues contenant le maximum de monofilaments possible. L'analyse d'image va ensuite être réalisée via le logiciel ImageJ®. Ce sont les paramètres entrés dans le logiciel qui définiront les résultats obtenus.

La Figure 5 est composée de trois images, à gauche l'observation au microscope optique de l'échantillon avec un grossissement x500, au centre l'identification des monofilaments isolés par le logiciel et à droite, l'extraction des monofilaments identifiés pour le calcul de l'aire de leur section.

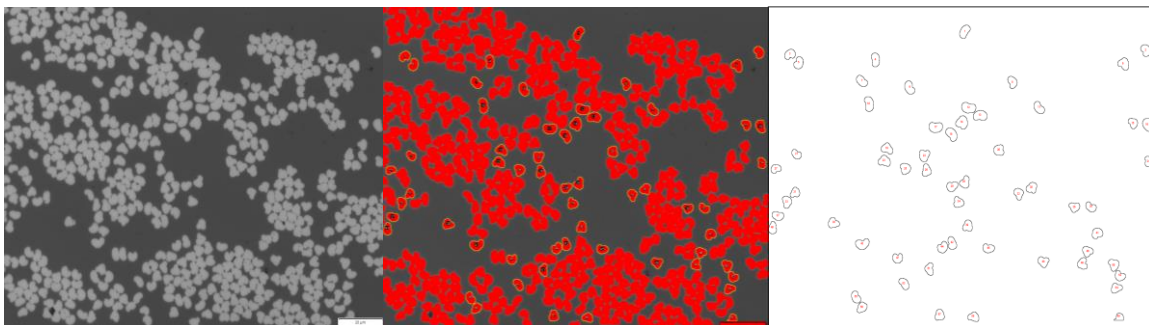


Figure 5 : Trois étapes de l'analyse d'image via ImageJ

2) Optimisation de la méthode d'analyse d'image

Comme expliqué précédemment, les paramètres entrés dans le logiciel sont extrêmement importants et constituent l'une des principales sources d'erreur du résultat. Ainsi, durant mon alternance, avec l'aide d'un ingénieur du pôle de caractérisations microstructurales, nous avons pu améliorer les paramètres d'identification du logiciel.

Les anciens paramètres permettaient seulement au logiciel d'identifier les monofilaments isolés tandis qu'avec les nouveaux paramètres, le logiciel peut maintenant séparer les monofilaments groupés. Une règle sur la sphéricité a aussi été ajoutée afin d'éviter un maximum d'erreur.

La Figure 6 montre l'évolution entre l'ancienne et la nouvelle méthode appliquée à la fibre commerciale T700. En effet, ni la moyenne ni l'écart-type n'ont été impactés par le résultat. Seulement, l'échantillonnage est ici multiplié par 2,5 et, cette augmentation peut monter jusqu'à une multiplication par 10 suivant la nuance de fibre étudiée, notamment sur les fibres en cours de développement (voir IV.2)

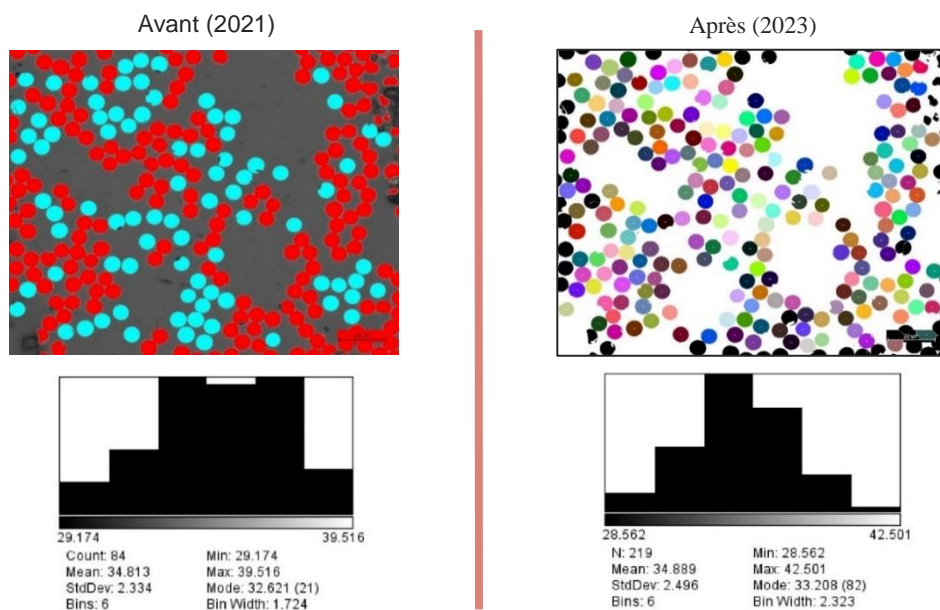


Figure 6 : Différence entre l'ancienne et la nouvelle méthode sur la fibre T700

III. Caractérisation mécanique

1) Protocole expérimental pour la mesure des caractéristiques mécaniques des monofilaments

(Queant, 2022)

a) Préparation d'une éprouvette

Afin de mesurer les caractéristiques mécaniques d'un monofilament de carbone, des essais de traction sont réalisés avec une machine d'essai électromécanique de marque Instron® (modèle 5866, capacité 10 kN).

Le problème de ce type de moyen est qu'il n'est pas du tout prévu pour des échantillons d'une si petite taille. C'est pourquoi il est impératif de faire des supports pour tenir les monofilaments. Le format choisi est celui présenté sur la Figure 7.

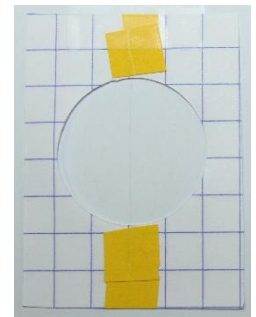


Figure 7 : Monofilament sur son cadre en papier

Pour mettre le monofilament sur son cadre, la méthode utilisée consiste à placer la fibre à étudier sur un support électrostatique

(comme une pochette plastique) comme montré sur la Figure 8, puis à la faire glisser dessus pour bien séparer les monofilaments. Une fois cette étape réalisée, il est possible de récupérer un monofilament à l'aide d'un morceau de post-it et de venir le placer sur un cadre en papier. Il est nécessaire de coller le monofilament grâce à de la colle cyanoacrylate pour qu'il tienne lors de l'essai de traction.



Figure 8 : Fibre sur un support électrostatique

b) Réalisation de l'essai de traction

Lors de l'essai, la machine de traction est équipée d'une cellule de force de 2,5 N et des pinces prévues à cet effet. Comme illustré sur la Figure 9, les pinces de traction doivent être positionnées au plus proche de l'extrémité du monofilament. La distance entre mors correspond à la longueur utile de l'éprouvette. Après avoir réalisé cette étape, il est nécessaire de venir découper les deux côtés du support en papier à l'aide d'une paire de ciseaux. Cette étape doit être faite avec précaution car, si l'onde de choc produite est trop forte, elle risque de casser le monofilament mis en place.



Figure 9 : Montage de traction

En accord avec la norme NF ISO 11566 (Annexe 3), chaque série d'essai se conclura par un minimum de 20 essais valides.

La cellule de force n'est pas vérifiée périodiquement par Instron® au vu de sa faible utilisation. D'après la courbe d'étalonnage tracée en Annexe 4, elle est conforme et de classe 0,5 ou mieux (la norme recommande une classe 1).

2) Corrections apportées aux résultats obtenus

Il existe trois principales sources d'erreur qu'il est important de corriger si l'on souhaite avoir un résultat fiable. Les trois corrections à appliquer se font sur la force, le déplacement et la complaisance machine (souplesse).

a) Eprouvette pré-chargée

Lorsque l'essai est en préparation, il est possible de commencer la traction au moment de l'installation de l'éprouvette, c'est ce qui est appelé la pré-charge. Cet exemple est illustré par la Figure 10.

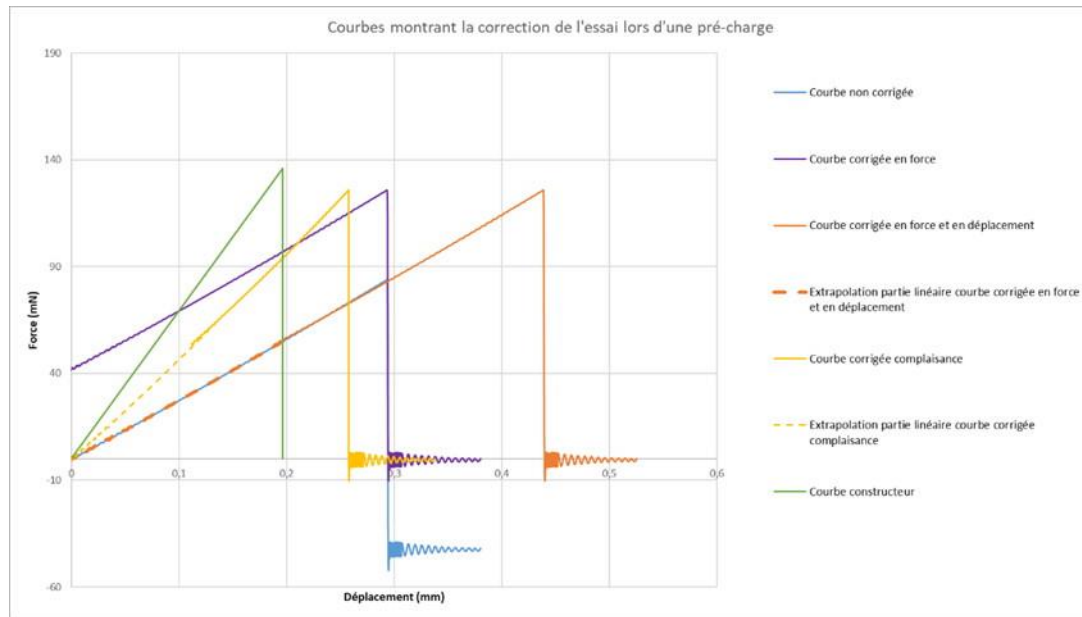


Figure 10 : Graphique montrant la correction de l'essai lors d'une pré-charge

Lors du traitement des données de cet essai, il est indispensable de corriger la courbe de base (bleu) en raison de sa pré-charge. Pour ce faire, la première action à effectuer est de corriger la force (violet) afin que la force résiduelle après rupture soit égale à 0 mN. Par la suite, une correction du déplacement est appliquée (orange), l'objectif de cette correction est de faire de la partie linéaire une droite ayant pour ordonnée à l'origine 0 mN. Une fois ces deux corrections mises en œuvre, la dernière consiste à modifier le coefficient directeur de la courbe en appliquant la correction de la complaisance machine calculée préalablement (jaune).

Le calcul de la complaisance est réalisé conformément à la méthode décrite en Annexe 3, avec quatre longueurs de jauges (10 mm, 20 mm, 30 mm et 50 mm). La valeur du coefficient K a été calculée pour les deux types de fibres étudiées, soit 0,42 mm/N pour une fibre commerciale (T300) et 3,84 mm/N pour une fibre en développement (échantillon 15). Les graphiques présentant ces résultats se trouvent en Annexe 5.

b) Eprouvette insuffisamment tendue

Lors de la mise en place d'une éprouvette, il est souvent compliqué de suffisamment tendre le monofilament pour que la courbe de chargement commence au lancement de l'essai. Cette partie "d'avant charge" est

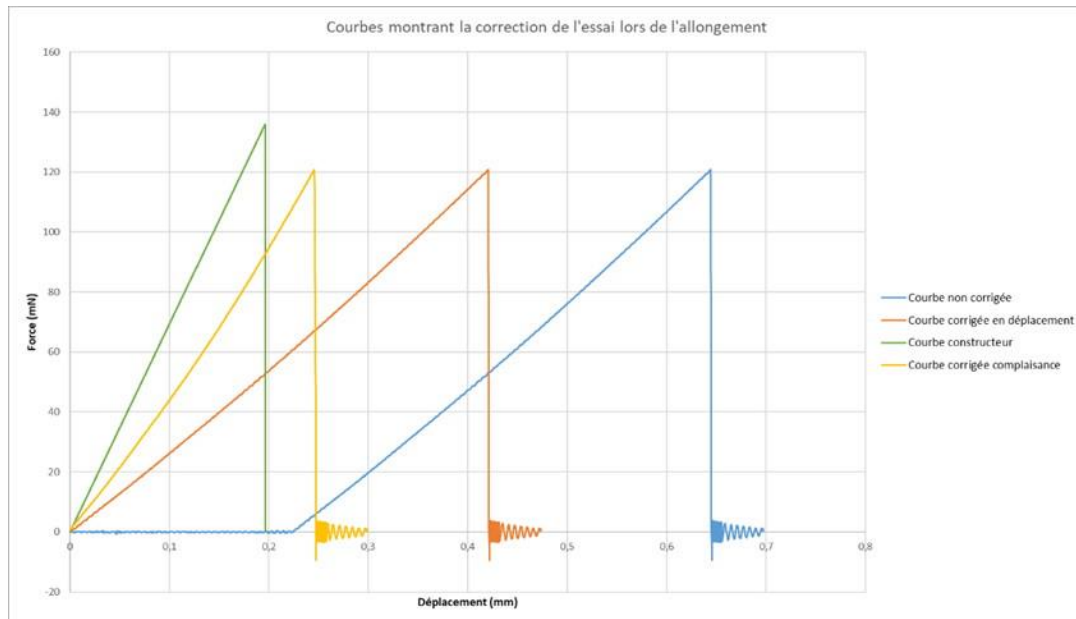


Figure 11 : Graphique montrant la correction de l'essai lors de l'allongement

appelée l'allongement nécessaire pour que le monofilament commence à travailler. Les corrections apportées dans cette situation seront visibles sur la Figure 11.

Au cours de l'exploitation des données de cet essai, la première correction est faite sur la courbe de base (bleu). La correction est appliquée sur le déplacement en enlevant l'allongement nécessaire appliqué au monofilament avant le chargement (orange). Cette correction permet également de placer l'ordonnée à l'origine de la courbe à une valeur nulle. Suite à ça, la dernière correction à appliquer est la même que dans la partie a) et consiste une nouvelle fois à tenir compte de la complaisance machine calculée au préalable (jaune).

IV. Résultats obtenus

Lors de mon alternance, j'ai effectué plus de 300 essais de traction sur des monofilaments de carbone ayant des longueurs de jauges variables et provenant de 12 nuances de fibres différentes. Dans cette partie, seuls les résultats provenant des 4 nuances les plus intéressantes sont présentés.

Après avoir réalisé les bonnes corrections pour chaque ensemble de données obtenues à la suite des 20 essais de traction valables, des calculs de moyenne et d'écart-type sont faits afin de définir les principales caractéristiques mécaniques de l'éprouvette testée, telles que la force à rupture (mN), la contrainte à rupture (MPa), le module d'Young (GPa) et la déformation à rupture (%). Les formules utilisées pour calculer trois des quatre grandeurs propres à chaque fibre sont explicitées en Annexe 3.

Toutes les valeurs fournisseurs proviennent des fiches techniques de fibres commerciales (T300 et T700) présentes en Annexe 2.

1) Fibres commerciales

a) Fibre T300

La fibre T300 de chez Torayca® est une fibre de carbone de diamètre \varnothing 7 mm faite à partir du précurseur ex-PAN. Elle est principalement connue pour sa haute résistance d'environ 3500 MPa. Comme on peut le voir sur la Figure 12, les monofilaments la composant ne sont pas totalement circulaires mais plutôt elliptiques.

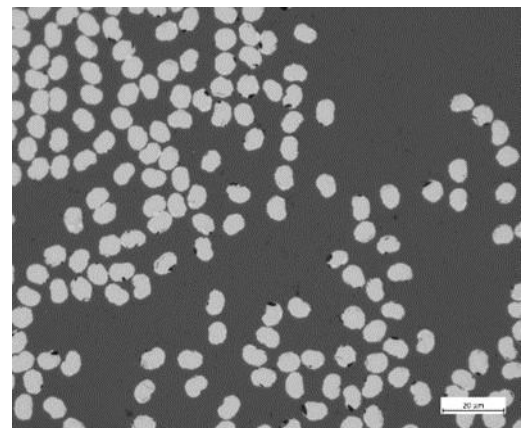


Figure 12 : Micrographie optique d'une fibre T300

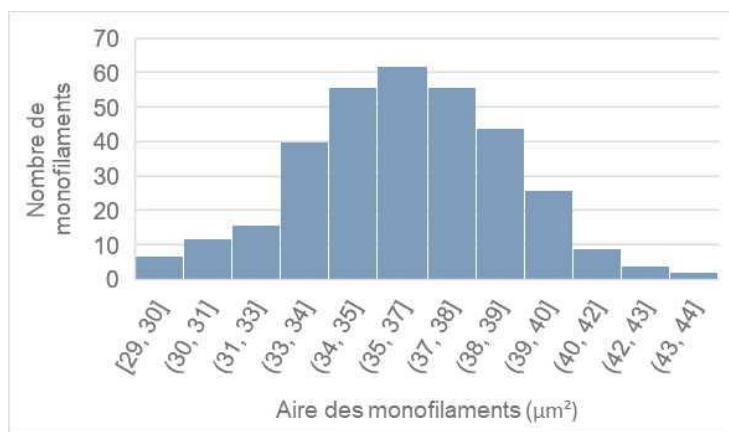


Figure 13 : Répartition des aires des monofilaments dans une fibre T300

Comme on peut le constater sur la Figure 13, les aires des monofilaments sont réparties sous forme d'une gaussienne. La valeur moyenne de l'aire des monofilaments observés est de $36,0 \pm 2,7 \mu\text{m}^2$, soit légèrement inférieure à la donnée du fournisseur ($38,5 \mu\text{m}^2$).

Les essais réalisés sur cette nuance de fibre tiennent compte de l'aire de la section préalablement mesurée. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 2 et illustrés dans l'Annexe 6.

T300	Constructeur	Essais 2022/2023				Thomas Drouin 2018	
Diamètre (µm)	7,00	6,77 ± 0,26				7,44 ± 0,60	7,69 ± 0,46
Longueur de jauge (mm)	Non précisée	10	20	30	50	30	50
Nombre essais valides/total	Non précisé	5 / 40	22 / 47	8 / 10	7 / 7	15/19	17/20
Contrainte (MPa)	3530	3329 ± 611	3091 ± 400	2997 ± 523	2343 ± 329	2742 ± 398	2102 ± 608
Module non-corrigé (GPa)	230	172 ± 26	185 ± 23	221 ± 10	211 ± 12	194 ± 30	111 ± 13
Module corrigé (GPa)	(non précisé)	239 ± 49	218 ± 31	251 ± 13	227 ± 14	x	x

Tableau 2 : Caractéristiques de la fibre T300

D'une part, les contraintes à rupture moyennes mesurées au laboratoire sont inférieures aux données constructeur quelle que soit la longueur de jauge. Plus cette dernière augmente, plus les valeurs de contrainte diminuent, conformément à la théorie de la rupture fragile aléatoire (effet de volume).

D'autre part, les moyennes de module obtenues sans correction de la complaisance machine sont inférieures à la donnée fournisseur tandis que les valeurs obtenues après correction sont comparables. Cela montre que la correction appliquée est cohérente. L'écart avec les valeurs constructeur est donc réduit, ce qui témoigne d'une amélioration de la méthode de préparation et de la mesure d'allongement au sein du laboratoire.

b) Fibre T700

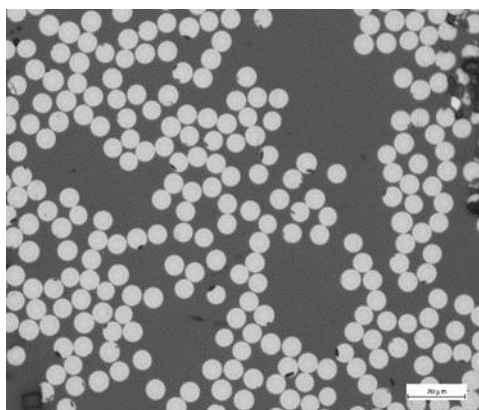


Figure 14 : Micrographie optique d'une fibre T700

La fibre T700 est également produite par Torayca® à partir du précurseur ex-PAN. Cette fibre de diamètre \varnothing 7 mm a été conçue pour remplacer la T300 et a donc une meilleure résistance que cette dernière. Comme illustré sur la Figure 14, les monofilaments composant cette fibre sont presque parfaitement circulaires.

Cette forme permet de convertir l'aire en diamètre avec moins d'erreur que pour la T300. L'aire de section moyenne vaut $34,9 \pm 2,6 \mu\text{m}^2$ soit $6,67 \pm 0,25 \mu\text{m}$. L'aire de la fibre T700 serait légèrement inférieure à celle de la fibre T300.

Les essais de traction sont réalisés en tenant compte de cette section. Les résultats obtenus sont résumés dans le Tableau 3 et illustrés en Annexe 6.

T700	Constructeur	Essais 2022/2023	Thomas Drouin 2018	
Diamètre (μm)	7,00	$6,67 \pm 0,25$	$6,84 \pm 0,58$	
Longueur de jauge (mm)	Non précisée	20	20	30
Nombre essais valides/totaux	Non précisé	26 / 43	12/17	20/22
Contrainte (MPa)	4900	3336 ± 692	3537 ± 1343	3632 ± 811
Module non-corrigé (GPa)	230	183 ± 22	250 ± 63	217 ± 12
Module corrigé (GPa)	(non précisé)	215 ± 30	x	x

Tableau 3 : Caractéristiques de la fibre T700

De nombreux essais réalisés en 2023 sont invalides révélant ainsi le caractère très cassant de la fibre. La contrainte à rupture et le module non corrigé sont en dessous de ceux indiqués par le constructeur. Les valeurs obtenues en 2018 étaient plus élevées mais plus dispersées. La méthode de correction de la souplesse machine donne cette fois aussi des résultats cohérents et peut donc être validée. L'écart de contrainte observé entre le laboratoire et Torayca® est plus important pour la T700 que pour la T300.

2) Fibres en développement

Les fibres co-développées avec un partenaire industriel sont élaborées à partir du précurseur ex-Rayonne. Elles présentent de bonnes propriétés thermiques (faible conductivité), au détriment des propriétés mécaniques. Une dizaine de nuances ont été caractérisées au cours de l'alternance. Les résultats obtenus pour deux d'entre elles (n°12 et 15) sont présentés ci-après. Des caractéristiques supplémentaires sont données par rapport à celles obtenues sur fibre commerciale, à savoir la force et la déformation à rupture.

a) Échantillon 12

Une micrographie optique en coupe transversale de la fibre numéro 12 est illustrée avec la Figure 15. Les monofilaments identifiés sur cette image n'ont rien à voir avec ceux des fibres commerciales. Leur géométrie est bien plus aléatoire et leur diamètre est inférieur. Ces changements de caractéristiques viennent principalement du précurseur utilisé et de la méthode de pyrolyse.

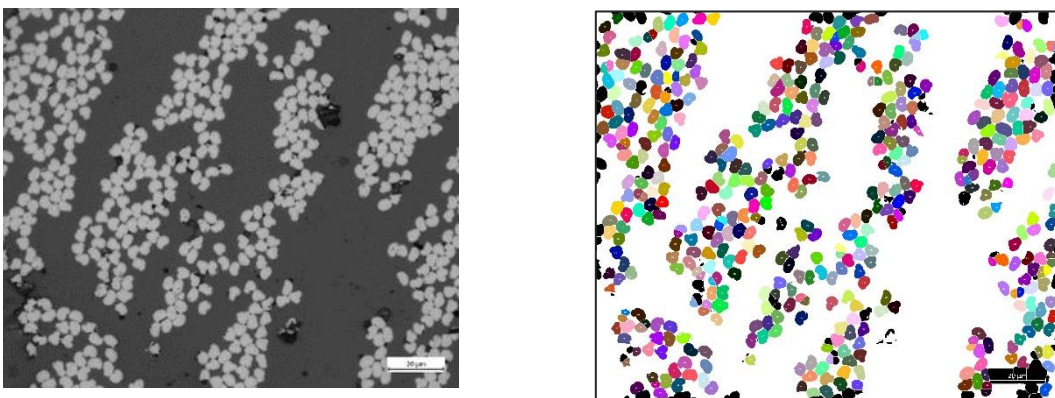


Figure 15 : Micrographie optique de la fibre n°12 avant et après analyse d'image

La méthode de mesure de l'aire de la section des monofilaments reste la même. L'aire observée pour cette fibre n°12 est de $15,3 \pm 3,3 \mu\text{m}^2$. La valeur du fournisseur est de $15,2 \mu\text{m}^2$, ce qui rentre dans l'intervalle mesuré.

Les essais de traction sont réalisés de la même manière qu'avec les fibres commerciales. L'ensemble des données obtenues sont présentés dans le Tableau 4 et les courbes de traction sont illustrées dans l'Annexe 7.

Échantillon 12	Force à rupture (mN)	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation à rupture (%)	Module de Young (GPa)	Aire de la section (μm^2)
Moyenne	15,6	1029	1,5%	60,5	15,3
Ecart-type	6,4	424	0,7%	13,1	3,3
Coefficient de variation	0,41	0,41	0,44	0,22	0,21
Fournisseur	21,1	1384	2,2%	62,9	15,2

Tableau 4 : Récapitulatif des caractéristiques de la fibre n°12

Les valeurs de chacune des caractéristiques obtenues après le traitement des données des essais de la fibre n°12 sont comprises dans la moyenne basse de celles mesurées par le fournisseur. La contrainte à rupture moyenne vaut 1029 MPa (contre 1384 MPa) et le module corrigé vaut 60,5 GPa (contre 62,9 GPa).

De plus, les coefficients de variation sont élevés, ce qui montre la grande dispersion des valeurs autour de la moyenne. Cet écart est aussi observable sur le graphique reporté en Annexe 7. Cette fibre, malgré ses performances proches de celles annoncées n'est pas très intéressante pour de futurs applications au vu de la large dispersion des caractéristiques mesurées.

b) Échantillon 15

Une micrographie optique en coupe transversale de la fibre numéro 15 est illustrée avec la Figure 16. Les monofilaments composant cette fibre ont à peu près la même forme que ceux composant la fibre numéro 12. Cependant, leur section semble encore plus petite que celles de la fibre précédente, à savoir $10,8 \pm 3,0 \mu\text{m}^2$ (contre $15,3 \pm 3,3 \mu\text{m}^2$ pour l'échantillon 12).

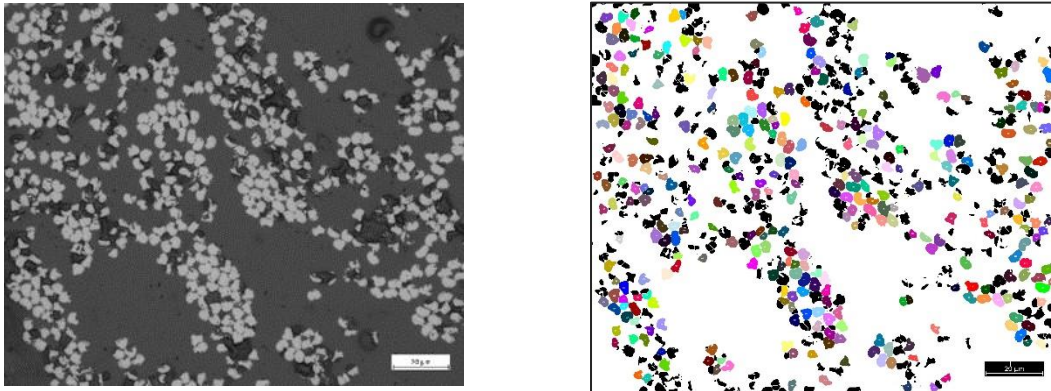


Figure 16 : Micrographie optique de la fibre n°15 avant et après analyse d'image

Tous les résultats des mesures et calculs sont présentés dans le Tableau 5 et les courbes sont illustrées en Annexe 7.





Échantillon 15	Force à rupture (mN)	Contrainte à rupture (MPa)	Déformation à rupture (%)	Module de Young (GPa)	Aire de la section (μm^2)
Moyenne	23,2	2144 	2,1% 	94,5 	10,8 
Ecart-type	4,4	408	0,3%	9,9	3,0
Coefficient de variation	0,19	0,19	0,15	0,10	0,28
Fournisseur	21,1	1384	2,2%	62,9	15,2

Tableau 5 : Récapitulatif des caractéristiques de la fibre n°15

Pour cette nuance de fibre, seules la force à rupture et la déformation à rupture sont dans l'intervalle communiqué par le fournisseur. L'aire mesurée est très inférieure à celle du fournisseur ($15,2 \mu\text{m}^2$). La contrainte et le module étant inversement proportionnels à l'aire, ces deux caractéristiques mesurées avec une section moyenne de seulement $10,8 \mu\text{m}^2$ sont très supérieures aux valeurs du fournisseur.

Le coefficient de variation de cette série est égal à la moitié de celui de la série précédente. Cette donnée montre la faible dispersion des données mesurées sur cet échantillon. Ce faible écart est aussi visible sur le graphique reporté en Annexe 7.

c) Comparaison des 2 nuances

Les valeurs de contrainte et de module étant plus élevées pour une longueur de jauge de 20 mm, la fibre n°15 est donc plus résistante et plus rigide que la fibre n°12 (Tableau 6). Les données fournisseur proviennent d'essais réalisés sur une autre bobine et/ou par un autre laboratoire : elles présentent donc quelques écarts avec les mesures présentées.

	Fournisseur	Ech 12		Ech 15			
Longueur de jauge (mm)	10	20	10	20	30	50	
Nombre essais valides/total	non précisé	20 / 28	7 / 7	20 / 25	7 / 7	6 / 7	
Contrainte (MPa)	1384	1029 ± 424	1876 ± 581	2144 ± 408	1733 ± 386	1479 ± 490	
Module non-corrigé (GPa)	63 (méthode non précisée)	59 ± 13	71 ± 6	93 ± 10	97 ± 13	101 ± 16	
Module corrigé K = 0,42 (GPa)		61 ± 13	74 ± 7	95 ± 10	99 ± 13	102 ± 17	
Module corrigé K = 3,84 (GPa)		72 ± 20	101 ± 13	115 ± 15	113 ± 17	110 ± 20	

[Tableau 6 : Comparaison des échantillons 12 et 15](#)

De plus, les essais réalisés sur la fibre n°15 avec des éprouvettes de 10 mm, 30 mm et 50 mm confirment l'influence de la longueur de jauge sur la valeur moyenne de contrainte.

Enfin, la correction appliquée avec une complaisance machine de 0,42 mm/N (T300) ne modifie pratiquement pas la valeur du module et ce quelle que soit la longueur de jauge. En revanche, l'utilisation d'une souplesse machine de 3,84 mm/N augmente significativement le module d'Young.

Des analyses complémentaires seront faites sur la fibre n°15 afin d'en tirer d'autres caractéristiques et de pouvoir l'utiliser dans l'industrie dans l'avenir. Les résultats obtenus confirment que les fibres testées n'ont pas des caractéristiques mécaniques supérieures aux fibres commerciales. Elles sont par ailleurs moins rigides et plus cassantes. Malgré ça, le taux de rebus (essais non valides) est plus faible ; ce qui est une preuve de la prise en main du mode opératoire et des améliorations apportées à ce dernier.

Conclusion technique

L'alternance réalisée au cours de l'année scolaire 2022/2023 a permis d'effectuer une caractérisation mécanique (300 essais de traction) et microstructurale (mesure de la section de plusieurs milliers de monofilaments) de deux fibres commerciales provenant de l'entreprise Torayca® (T300 et T700) et de dix séries de fibres en cours développement.

Dans un premier temps, la caractérisation mécanique de la fibre T300 a été faite sur quatre longueurs de jauge afin d'estimer la complaisance de la machine. La caractérisation de ces fibres avait pour but la validation et la prise en main des modes opératoires du laboratoire en comparant les résultats d'essais avec ceux de la littérature et des stages précédents.

A la suite de ces analyses, un partenaire industriel du CEA a fait parvenir au laboratoire plusieurs nuances de leurs fibres en cours de développement. Celles-ci ont été testées de la même manière que les fibres commerciales afin d'en extraire les caractéristiques mécaniques des monofilaments de carbone. L'optimisation de la méthode d'analyse d'image a permis de mesurer la faible section de ces fibres qui présentent une morphologie différente des fibres commerciales. Les données obtenues ont ensuite permis de pointer les performances de certaines nuances étudiées, pouvant être influencées par un ou plusieurs paramètres du procédé d'élaboration.

Enfin, la fibre de développement n°15 sera prochainement testée avec une nouvelle platine d'essai de traction in-situ MEB (microscope électronique à balayage), dont le laboratoire a fait l'acquisition en 2022.

Bilan personnel

Cette année d'alternance m'a permis d'acquérir des compétences, autant sur le plan personnel que professionnel. En effet, les manipulations étant très opérateur-dépendantes, elles ont fait appel à une certaine rigueur de ma part, car la pertinence des résultats obtenus dépendait de ma minutie, notamment lors de la réalisation des éprouvettes.

Cela m'a également permis de développer mes connaissances théoriques et expérimentales dans le domaine de la caractérisation des matériaux. J'ai aussi pu apprendre à travailler en autonomie sur différents moyens en suivant un mode opératoire.

Par ailleurs, je suis heureux de savoir que les résultats que j'ai apportés s'inscrivent dans une étude qui se poursuivra sur le long terme et qu'ils seront utiles à d'autres personnes.

Enfin, cette alternance dans un laboratoire de recherche m'a donné l'opportunité de rencontrer des personnes passionnantes qui ont conforté mon envie de rester dans un tel environnement pour le futur. Cette année m'a également permis de faire le choix d'intégrer une école d'ingénieur en alternance pour poursuivre mon projet professionnel.

Bibliographie

CEA. 2020. Présentation du CEA Le Ripault. *Intranet CEA*. [En ligne] 2020.

Delhaes, Pierre et Olry, Pierre. 2006. Fibres de carbone et matériaux composites. *Société Chimique de France*. [En ligne] 2006.

<https://new.societechimiquedefrance.fr/wp-content/uploads/2019/12/2006-295-296-mars-avr-Delhaes1-p.42.pdf>.

Drouin, Thomas. 2018. *Caractérisation mécanique en traction de monofilaments de carbone*. 2018. Rapport de stage.

Dupet, Guy. 2008. *Fibres de carbone*. 2008. Techniques de l'ingénieur.

Luyckx, Jean. 1999. *Composites à fibres de carbone*. 1999. Techniques de l'ingénieur.

Mayer, Nathalie. 2016. Fibre de carbone : qu'est-ce que c'est ? *Futura Sciences*. [En ligne] 2016. <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/physique-fibre-carbone-16081/>.

Queant, Hugo. 2019. *Caractérisation mécanique de fibres de carbone commerciales, Essais sur mèches sèches et sur mèches imprégnées*. 2019. Rapport de stage.

—. **2022.** *Mode opératoire d'essais de traction sur monofilament*. 2022.

Table des illustrations

Figure 1 : Schéma de préparation de la fibre	17
Figure 2 : Fibres suspendues pour le pré-enrobage.....	17
Figure 3 : Echantillon après le démoulage.....	18
Figure 4 : Echantillon avant le démoulage	18
Figure 5 : Trois étapes de l'analyse d'image via ImageJ	19
Figure 6 : Différence entre l'ancienne et la nouvelle méthode sur la fibre T700	20
Figure 7 : Monofilament sur son cadre en papier.....	21
Figure 8 : Fibre sur un support électrostatique	21
Figure 9 : Montage de traction	22
Figure 10 : Graphique montrant la correction de l'essai lors d'une pré-charge	23
Figure 11 : Graphique montrant la correction de l'essai lors de l'allongement	24
Figure 12 : Micrographie optique d'une fibre T300.....	25
Figure 13 : Répartition des aires des monofilaments dans une fibre T300	26
Figure 14 : Micrographie optique d'une fibre T700.....	27
Figure 15 : Micrographie optique de la fibre n°12 avant et après analyse d'image.....	28
Figure 16 : Micrographie optique de la fibre n°15 avant et après analyse d'image.....	30
Tableau 1 : Propriétés mécaniques en traction des fibres de carbone fabriquées entre 1960 et 1974 à partir du précurseur rayonne	15
Tableau 2 : Caractéristiques de la fibre T300	26
Tableau 3 : Caractéristiques de la fibre T700	27
Tableau 4 : Récapitulatif des caractéristiques de la fibre n°12.....	29
Tableau 5 : Récapitulatif des caractéristiques de la fibre n°15	30
Tableau 6 : Comparaison des échantillons 12 et 15.....	31

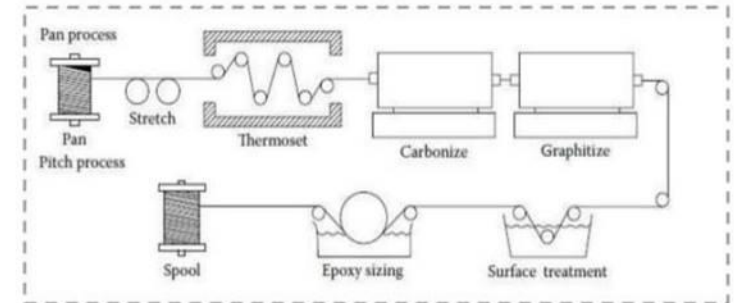
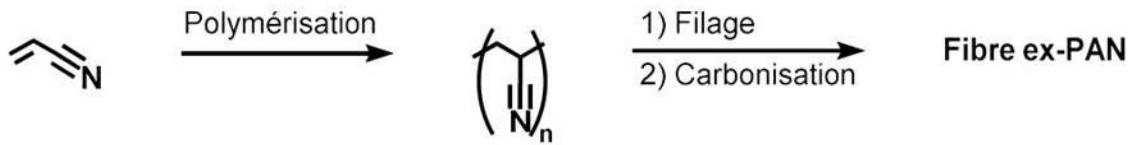
Annexes

Table des annexes

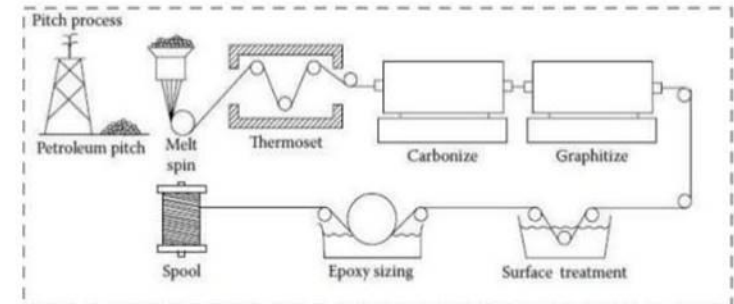
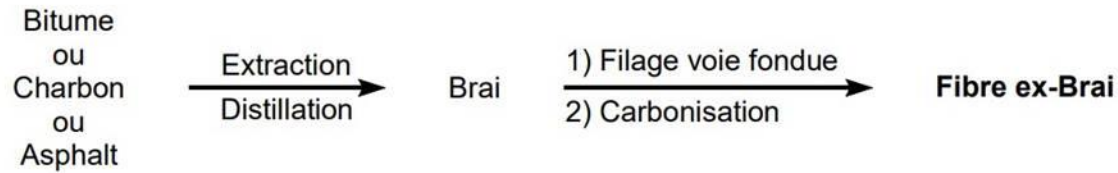
Annexe 1 : Méthode de fabrication des précurseurs	38
Annexe 2 : Fiches technique Torayca	39
Annexe 3 : Références normatives et formules	41
Annexe 4 : Vérifications métrologiques.....	48
Annexe 5 : Mesures de complaisance	49
Annexe 6 : Fibres commerciales	50
Annexe 7 : Fibres en développement.....	51

Annexe 1 : Méthode de fabrication des précurseurs

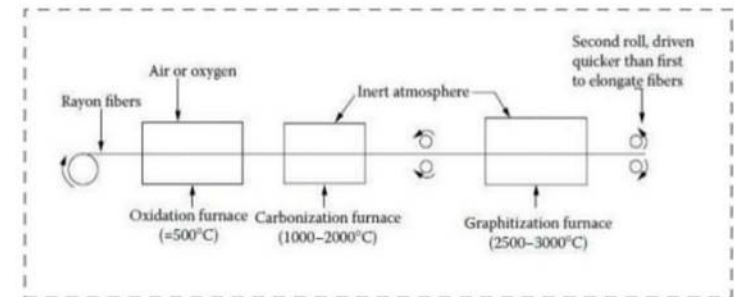
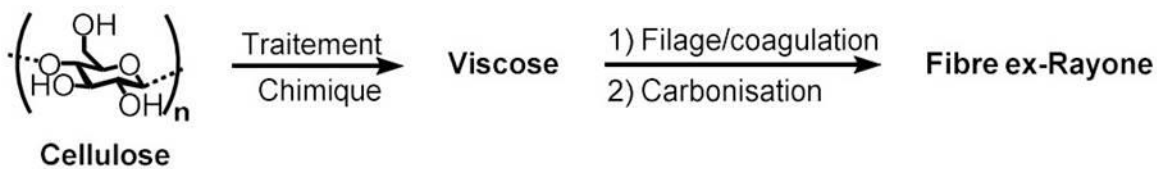
► Polyacrylonitrile (PAN)



► Brai



► Rayonne



Annexe 2 : Fiches technique Torayca

**TECHNICAL
DATA SHEET**
No. CFA-001

TORAYCA®
T300 DATA SHEET

Baseline carbon fiber used in aerospace applications. Has 30 year production history and is known for its balanced composite properties, high quality, consistency, reliability and supplyability.

F I B E R P R O P E R T I E S

	English	Metric	Test Method
Tensile Strength	512 ksi	3,530 MPa	TY-030B-01
Tensile Modulus	33.4 Msi	230 GPa	TY-030B-01
Strain	1.5 %	1.5 %	TY-030B-01
Density	0.064 lbs/in ³	1.76 g/cm ³	TY-030B-02
Filament Diameter	2.8E-04 in.	7 μm	
Yield			
1K	22,568 ft/lbs	66 g/1000m	TY-030B-03
3K	7,523 ft/lbs	198 g/1000m	TY-030B-03
6K	3,761 ft/lbs	396 g/1000m	TY-030B-03
12K	1,862 ft/lbs	800 g/1000m	TY-030B-03
Sizing Type	40A, 40B	1.0 %	TY-030B-05
& Amount	40D	0.7 %	TY-030B-05
	50A, 50B	1.0 %	TY-030B-05
Twist	Twisted, Untwisted, or Never twisted		

F U N C T I O N A L P R O P E R T I E S

CTE	-0.41 α·10 ⁻⁶ /°C
Specific Heat	0.19 Cal/g·°C
Thermal Conductivity	0.025 Cal/cm·s·°C
Electric Resistivity	1.7 x 10 ⁻³ Ω·cm
Chemical Composition: Carbon	93 %
Na + K	<50 ppm

C O M P O S I T E P R O P E R T I E S *

Tensile Strength	270 ksi	1,860 MPa	ASTM D-3039
Tensile Modulus	20.0 Msi	135 GPa	ASTM D-3039
Tensile Strain	1.3 %	1.3 %	ASTM D-3039
Compressive Strength	215 ksi	1,470 MPa	ASTM D-695
Flexural Strength	260 ksi	1,810 MPa	ASTM D-790
Flexural Modulus	18.0 Msi	125 GPa	ASTM D-790
ILSS	14 ksi	10 kgf/mm ²	ASTM D-2344
90° Tensile Strength	11.0 ksi	76 MPa	ASTM D-3039

* Toray 250°F Epoxy Resin. Normalized to 60% fiber volume.

TORAY CARBON FIBERS AMERICA, INC.

**TECHNICAL
DATA SHEET**
No. CFA-005

**TORAYCA®
T700S DATA SHEET**

Highest strength, standard modulus fiber available with excellent processing characteristics for filament winding and prepreg. This never twisted fiber is used in high tensile applications like pressure vessels, recreational, and industrial.

FIBER PROPERTIES

		English	Metric	Test Method
Tensile Strength		711 ksi	4,900 MPa	TY-030B-01
Tensile Modulus		33.4 Msi	230 GPa	TY-030B-01
Strain		2.1 %	2.1 %	TY-030B-01
Density		0.065 lbs/in ³	1.80 g/cm ³	TY-030B-02
Filament Diameter		2.8E-04 in.	7 µm	
Yield	6K	3,724 ft/lbs	400 g/1000m	TY-030B-03
	12K	1,862 ft/lbs	800 g/1000m	TY-030B-03
	24K	903 ft/lbs	1,650 g/1000m	TY-030B-03
Sizing Type	50C		1.0 %	TY-030B-05
& Amount	60E		0.3 %	TY-030B-05
	FOE		0.7 %	TY-030B-05
	Twist	Never twisted		

FUNCTIONAL PROPERTIES

CTE		-0.38 $\alpha 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$
Specific Heat		0.18 Cal/g $\cdot^{\circ}\text{C}$
Thermal Conductivity		0.0224 Cal/cm $\cdot\text{s}\cdot^{\circ}\text{C}$
Electric Resistivity		1.6 x 10 ⁻³ $\Omega\cdot\text{cm}$
Chemical Composition: Carbon		93 %
Na + K		<50 ppm

COMPOSITE PROPERTIES*

Tensile Strength	370 ksi	2,550 MPa	ASTM D-3039
Tensile Modulus	20.0 Msi	135 GPa	ASTM D-3039
Tensile Strain	1.7 %	1.7 %	ASTM D-3039
Compressive Strength	215 ksi	1,470 MPa	ASTM D-695
Flexural Strength	245 ksi	1,670 MPa	ASTM D-790
Flexural Modulus	17.5 Msi	120 GPa	ASTM D-790
ILSS	13 ksi	9 kgf/mm ²	ASTM D-2344
90° Tensile Strength	10.0 ksi	69 MPa	ASTM D-3039

* Toray 250°F Epoxy Resin. Normalized to 60% fiber volume.

TORAY CARBON FIBERS AMERICA, INC.

Annexe 3 : Références normatives et formules

Résumé norme NF ISO 11657

norme française

NF ISO 11567

Novembre 1997

Indice de classement : T 25-106

ICS : 59.100.20

Fibres de carbone

Détermination du diamètre et de l'aire de la section transversale des filaments

3 Principe

Quatre méthodes sont proposées pour la détermination du diamètre et de l'aire de la section transversale des filaments de fibre de carbone :

- Méthode A :
Détermination du diamètre par calcul
- Méthode B :
Détermination du diamètre par microscopie optique
- Méthode C :
Détermination par microscopie du diamètre et de l'aire de la section transversale de filaments coupés transversalement
- Méthode D :
Détermination du diamètre par diffractométrie laser

NOTE 1 La méthode A donne seulement une valeur moyenne du diamètre, qui peut être suffisante dans certains cas, alors que les méthodes B, C et D, qui sont des méthodes expérimentales, fournissent des valeurs réelles.

4 Éprouvettes

En raison de la variabilité intrinsèque du diamètre des filaments, entre filaments mais aussi le long d'un même filament, il est recommandé de mesurer le diamètre ou l'aire de la section transversale de 20 filaments dans l'échantillon de fil et de réaliser une analyse statistique de ces résultats.

Les éprouvettes doivent être prélevées dans chaque échantillon de fil.

7 Méthode C: Détermination par microscopie du diamètre et de l'aire de la section transversale de filaments coupés transversalement

7.1 Principe

Un fil de fibre de carbone est enrobé dans un bloc de résine. Le bloc est poli sur une face perpendiculaire à l'axe du fil et observé au microscope. Il peut également être photographié.

Cette méthode est applicable aux fils parallèles, mais peut également être utilisée sans modification pour l'examen de la répartition des fibres dans un composite unidirectionnel, ainsi que pour le mesurage du taux de fibres en volume. Elle est particulièrement recommandée quand la section transversale du filament est loin d'être circulaire.

NOTE 3 La précision de la méthode C est limitée par la diffraction de la lumière ou du faisceau d'électrons. Il est recommandé d'utiliser la microscopie optique pour des filaments dont le diamètre est supérieur à 10 µm et la microscopie électronique pour des filaments dont le diamètre est inférieur à 10 µm.

7.2 Appareillage

7.2.1 Microscope optique, ou microscope électronique à balayage.

7.2.2 Équipement photographique.

7.2.3 Papier photographique plastifié.

7.2.4 Planimètre.

7.2.5 Analyseur d'image électronique.

7.2.6 Machine de polissage, du type utilisé pour la préparation d'éprouvettes de métaux pour examen micrographique.

NOTE 4 L'équipement et le papier photographique ne sont pas toujours nécessaires pour les filaments de section circulaire, mais sont nécessaires pour les filaments de section non circulaire.

7.3 Préparation des éprouvettes

Choisir une éprouvette de fil de 30 mm de longueur, la noyer dans une résine non polymérisée (par exemple une résine de polyester non saturé) et polymériser la résine pour obtenir un bloc. Polir une face du bloc perpendiculairement à l'axe du fil, au moyen de la machine de polissage.

Réaliser le polissage par étapes avec des papiers abrasifs et de la poudre d'alumine ou de la pâte diamant. Contrôler l'état de surface final par observation au microscope optique.

Des détails au sujet d'un mode de préparation suggéré pour les éprouvettes sont donnés dans l'annexe A.

7.4 Mode opératoire

Faire tourner l'oculaire ou la platine du microscope pour amener le fil double du réticule à être parallèle à l'axe du filament étudié. Après mise au point sur le filament, amener le fil double à coïncider successivement avec chaque bord de l'image du filament. Lire le nombre de graduations du tambour nécessaires pour passer d'une position à l'autre (soit N_r divisions).

7.4.1 Observation au microscope optique

Il est avantageux d'utiliser un microscope à réflexion, tel que celui utilisé en métallographie, puisque dans ce cas, la face de l'éprouvette repose sur la platine et, de ce fait, se trouve parfaitement perpendiculaire à l'axe optique.

Compte tenu des valeurs de diamètres couramment rencontrées sur les filaments de carbone actuels, utiliser un grandissement compris entre 1 000 et 1 500. Quand cela est possible, l'observation entre polariseurs croisés avec interposition d'une lame demi-onde améliore la définition du contour des images ainsi que le contraste.

Si le diamètre du filament est à déterminer par examen photographique, choisir une plage représentative de la population des filaments et photographier.

Faire un tirage positif, à l'échelle 1, ou de préférence, avec agrandissement, si possible sur un papier photographique plastifié qui ne subit pratiquement pas de variations dimensionnelles pendant le développement et les opérations ultérieures.

Déterminer le grandissement total en photographiant un objectif micrométrique dans les mêmes conditions.

7.4.2 Microscopie électronique à balayage

Réaliser les examens et la photographie en microscopie électronique à balayage conformément aux instructions données par le fabricant du microscope.

7.5 Mesurage du diamètre

7.5.1 Filaments de section circulaire

7.5.1.1 Examen visuel

Mesurer et lire le diamètre de chaque filament sélectionné. Calculer l'aire de la section transversale à partir du diamètre.

7.5.1.2 Photographie

Mesurer le diamètre de chaque filament sélectionné sur la photographie. Calculer le diamètre réel en divisant par le grandissement. Calculer l'aire de la section transversale à partir du diamètre.

7.5.2 Filaments de section non circulaire

7.5.2.1 Examen visuel

Pas applicable.

7.5.2.2 Photographie

Mesurer l'aire de la section transversale de chaque filament sélectionné sur la photographie au moyen d'un planimètre. Diviser cette valeur par le carré du grandissement pour obtenir l'aire de la section transversale S , en micromètres carrés, du filament.

Calculer le diamètre «apparent» d , exprimé en micromètres, à l'aide l'équation suivante:

$$d = 2\sqrt{\frac{S}{\pi}}$$

Les mesurages de l'aire de la section transversale et du diamètre peuvent aussi être réalisés au moyen d'un analyseur d'image. Dans ce cas, utiliser un analyseur d'image conformément aux instructions données par le fabricant de l'analyseur.

9 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Des essais interlaboratoires sont en cours, et des informations relatives à la fidélité seront ajoutées lors d'une prochaine révision.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- référence à la présente Norme internationale, et méthode utilisée (A, B, C ou D);
- tous renseignements nécessaires à l'identification de la fibre soumise à l'essai;
- diamètres des filaments, en micromètres, et/ou aires, en micromètres carrés, des sections transversales des éprouvettes soumises à l'essai;
- tous détails au sujet de mesures supplémentaires prises pour faciliter le mode opératoire de mesurage.

Annexe A (informative)

Mode de préparation des éprouvettes suggéré pour la méthode C

A.1 Appareillage et matériaux

A.1.1 Résine d'enrobage, constituée d'une résine de polyester non saturé ou résine époxy, ou d'un mélange de résine de polyester non saturé et de résine acrylique, de type polymérisant à température ambiante.

A.1.2 Bêcher en plastique, consommable, de 100 ml à 200 ml de capacité.

A.1.3 Tube en verre ou en plastique, d'environ 30 mm de diamètre et d'environ 20 mm de longueur.

A.1.4 Plaque de verre, ayant une surface plane et lisse, mesurant 300 mm x 300 mm.

A.1.5 Ruban adhésif, double face.

A.1.6 Machine de polissage rotative, équipée d'un pulvérisateur d'eau, du type utilisé pour la préparation d'éprouvettes de métaux pour examen micrographique.

A.1.7 Papier abrasif, de qualité résistante à l'eau, de différentes tailles de grains abrasifs (grades 100 à 800).

A.1.8 Tissu de polissage, en satin viscosé ou en peau de chamois.

A.1.9 Poudre abrasive (poudre d'alumine ou pâte diamant), du type utilisé pour la préparation d'éprouvettes de métaux pour examen micrographique.

A.2 Mode opératoire

Coller un morceau de ruban adhésif (A.1.5) mesurant environ 40 mm x 40 mm sur une face de la plaque de verre (A.1.4).

Appliquer un agent de démoulage tel qu'une silicone à l'intérieur du tube en verre ou en plastique (A.1.3) pour faciliter le retrait ultérieur du bloc de résine du tube. Appuyer une extrémité du tube contre le morceau de ruban adhésif sur la plaque de verre afin que le tube adhère à la plaque de verre.

La plaque de verre étant posée sur une surface horizontale de sorte que le tube soit vertical, suspendre une éprouvette de fil afin qu'elle pendre à l'intérieur du tube. Il est recommandé de faire cela en fixant le fil à une longueur de fil métallique qui sera ensuite placée en travers du sommet du tube. Plusieurs éprouvettes peuvent être pendues dans le même tube.

Préparer la résine d'enrobage (A.1.1) en mélangeant résine, durcisseur et catalyseur dans le bêcher en plastique (A.1.2).

Verser la résine d'enrobage dans le tube et la conserver à température ambiante jusqu'à ce qu'elle polymérise et devienne solide. Il est permis de réaliser une polymérisation supplémentaire dans un four à température élevée si la résine ne polymérise pas suffisamment pour pouvoir effectuer le reste des opérations.

Retirer du tube le bloc de résine contenant l'éprouvette enrobée.

Polir une extrémité du bloc de résine sur la machine de polissage (A.1.6) en utilisant du papier abrasif de grade 100 à 150 (voir A.1.7) et le pulvérisateur d'eau.

Remplacer le papier abrasif par un autre à grains plus fins (jusqu'à grade 800) et poursuivre le polissage.

Pour finir, polir sur la machine de polissage (A.1.6) avec une suspension de poudre d'alumine ou de la pâte diamant (A.1.9), en utilisant le tissu de polissage (A.1.8). Poursuivre le polissage jusqu'à ce qu'aucune rayure ne soit plus visible sur la surface en l'examinant au microscope optique sous un grossissement de x 1 500.

Un exemple type de conditions utilisées à ce stade est le suivant:

- fréquence de rotation du plateau: 200 tr/min;
- charge sur le bloc de résine: 1 N à 2 N;
- concentration de l'abrasif dans la suspension: 2 g/l à 5 g/l;
- débit de la suspension: 20 à 40 gouttes par minute;
- durée: 5 h.

Résumé norme NF ISO 11566

norme française

NF ISO 11566

Novembre 1997

Indice de classement : T 25-102

ICS : 59.100.20

Fibres de carbone

**Détermination des propriétés en traction
sur éprouvette monofilament****3 Définitions**

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 527-1, ainsi que les suivantes, s'appliquent.

3.1 complaisance du système: Part de l'allongement mesuré qui est due au système de mise en charge et au système d'attache de l'éprouvette.

3.2 platine de montage: Feuille mince, de papier, de métal ou de plastique ayant une lumière dont la longueur correspond à la longueur de référence de l'éprouvette.

4 Principe

Une éprouvette monofilament est soumise à un effort de traction à vitesse constante jusqu'à rupture à l'aide d'une machine d'essai mécanique adéquate, pour déterminer la courbe force-allongement.

La résistance à la traction et le module d'élasticité en traction sont calculés à partir de la relation force-allongement et de l'aire de la section transversale.

Le module d'élasticité en traction est déterminé en divisant la variation de la contrainte par la variation correspondante de la déformation entre deux points définis, soit entre deux niveaux de contrainte (méthode A), soit entre deux niveaux de déformation (méthode B). La variation de la déformation doit être corrigée de la complaisance du système. L'aire de la section transversale est déterminée séparément.

La relation entre la contrainte et la déformation peut ne pas être linéaire, et par conséquent un module sécant doit être défini. Les deux méthodes (A et B) représentent deux méthodes distinctes pour définir la position de la sécante et peuvent ne pas donner des résultats identiques.

5 Appareillage et matériaux

5.1 Machine d'essai de traction, à vitesse constante de traverse équipée d'enregistreurs de force et d'allongement. La précision de l'indicateur de force doit être meilleure que 1 % de la valeur enregistrée.

Le mouvement de la traverse doit être enregistré pour pouvoir calculer l'allongement de l'éprouvette. Les mors doivent avoir une surface plate.

5.2 Platine de montage, faite de papier fin, de métal souple ou de plastique, avec une lumière de $25 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$, comme représenté à la figure 1.

L'épaisseur de la feuille doit être aussi faible que possible de façon à minimiser le désalignement de l'éprouvette dans les mors de la machine de traction. Une épaisseur de 0,1 mm est recommandée.

5.3 Adhésif, constitué de résine époxyde, colophane, ou cire de cachetage, qui permette de coller fermement le monofilament sur la platine.

5.4 Ruban adhésif, pour fixer provisoirement le monofilament sur la platine - pas d'exigence particulière.

6 Éprouvettes

Au moins 20 éprouvettes doivent être préparées pour chaque unité élémentaire, pour permettre de faire 20 déterminations pour chaque résultat présenté.

L'enlèvement de l'ensimage, s'il est présent, peut aider à la préparation de bonnes éprouvettes. Pour enlever l'ensimage, les méthodes d'extraction par solvant, de digestion chimique ou de pyrolyse prescrites dans l'ISO 10548 doivent être utilisées.

7 Mode opératoire

7.1 Atmosphère d'essai

Effectuer l'essai dans l'une des atmosphères normales définies dans l'ISO 291.

7.2 Détermination de l'aire de la section transversale

7.2.1 Déterminer l'aire de la section transversale des monofilaments indépendamment par l'une des méthodes prescrites dans l'ISO 11567 (détermination microscopique sur coupe transversale; calcul, à partir du nombre de filaments, de la masse linéique et de la masse volumique des fils; calcul à partir du diamètre déterminé par microscopie optique ou calcul à partir du diamètre déterminé par diffraction laser).

Lorsque l'aire de la section transversale est déterminée par calcul à partir du diamètre mesuré par microscopie optique ou par diffraction laser, utiliser les mêmes éprouvettes pour la détermination de l'aire de la section transversale et des propriétés en traction.

7.2.2 Dans le cas où l'on sait que l'aire de la section transversale peut varier largement à l'intérieur d'un même fil, s'assurer, si c'est jugé nécessaire, que la résistance à la traction est déterminée sur des filaments dont la section transversale a été mesurée. Dans ce cas, préparer les éprouvettes et déterminer l'aire de la section transversale conformément à l'ISO 11567, en utilisant les méthodes par microscopie optique ou par diffraction laser.

Effectuer la détermination de l'aire de la section transversale avec précaution pour éviter l'endommagement des filaments.

9 Fidélité

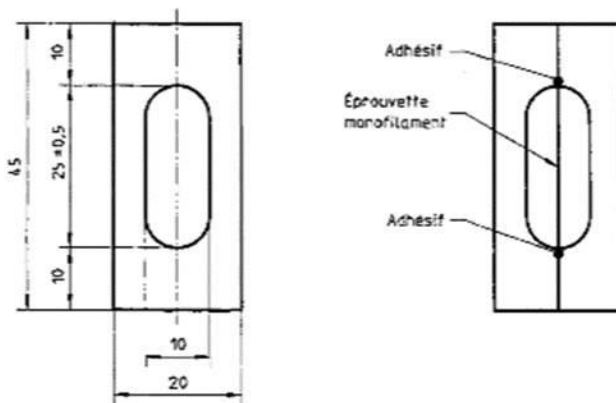
La fidélité de cette méthode n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de la fibre soumise à l'essai;
- méthode de détermination de l'aire de la section transversale du monofilament et sa valeur;
- adhésif utilisé;
- vitesse de la traverse dans l'essai de traction;
- complaisance du système K ;
- nombre d'éprouvettes soumises à l'essai, y compris nombre d'éprouvettes rejetées;
- valeurs individuelles et valeurs moyennes de la résistance à la traction et du module d'élasticité en traction;

Dimensions en millimètres



a) Dimension de la platine de montage

b) Mise en place de l'éprouvette

Figure 1 - Platine de montage pour l'essai de traction sur éprouvette monofilament

Annexe A (normative)

Détermination de la complaisance du système

A.1 Préparer des platines de montage (5.2) avec des lumières de longueurs différentes afin de produire des éprouvettes de différentes longueurs de référence. Le matériau de ces platines doit être le même, et la seule différence est la longueur des platines et des lumières. Utiliser des longueurs de lumière telles que 5 mm, 10 mm, 20 mm, 30 mm et 40 mm, en préparant au moins trois platines pour chaque longueur de lumière et en s'assurant que, pour chaque longueur de lumière, la longueur de la lumière est la même à 0,5 mm près.

A.2 Monter les filaments sur les platines en prenant soin que, pour chaque longueur de lumière, la longueur de référence soit la même à 0,5 mm près, et déterminer la courbe force-allongement pour chacune des éprouvettes comme décrit en 7.3.2.

A.3 Analyser la courbe force-allongement de la façon suivante:

- lire ΔF et ΔL sur la courbe force-allongement (voir figure 2);
- porter le rapport $\Delta L/\Delta F$ sur l'axe des ordonnées et la longueur de référence L sur l'axe des abscisses comme indiqué sur la figure A.1;
- prendre, comme complaisance du système K , exprimée en millimètres par newton, la valeur extrapolée sur l'axe des ordonnées pour la longueur de référence égale à zéro (c'est-à-dire l'ordonnée à l'origine).

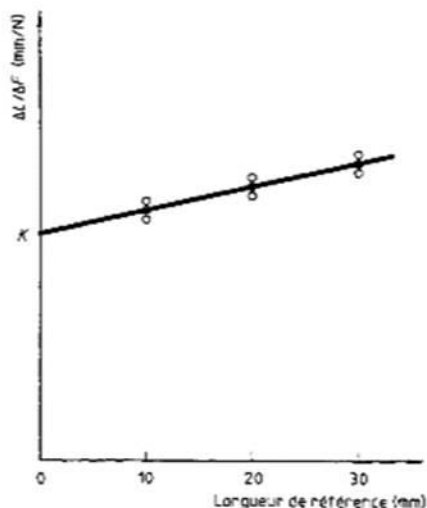


Figure A.1 - Détermination de la complaisance du système K

K est la complaisance du système, en millimètres par newton, calculée conformément à l'annexe A.

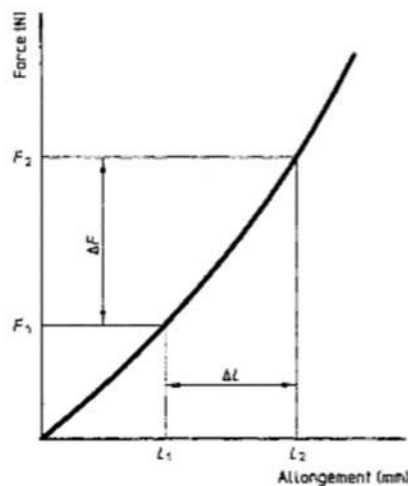


Figure 2 - Relation entre la force et l'allongement lors d'un essai de traction

Formule de calcul de la contrainte à rupture (σ_{\max})

Équation 1
$$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{A}$$

Avec :

σ_{\max} : Contrainte à rupture (MPa)

F_{\max} : Force à rupture (N)

A : Aire de la section (mm²)

Formule de calcul de la déformation à rupture corrigée (ε_{\max})

Équation 2
$$\varepsilon_{\max} = \frac{D - K * F_{\max}}{l_0}$$

Avec :

ε_{\max} : Déformation à rupture corrigée (%)

D : Déplacement à rupture (mm)

K : Complaisance machine (mm/N)

F_{\max} : Force à rupture (N)

l_0 : Longueur de jauge (mm)

Formule de calcul du module d'Young (E)

Équation 3
$$E = \frac{\sigma_{\max}}{\varepsilon_{\max}}$$

Avec :

E : Module d'Young (GPa)

σ_{\max} : Contrainte à rupture (MPa)

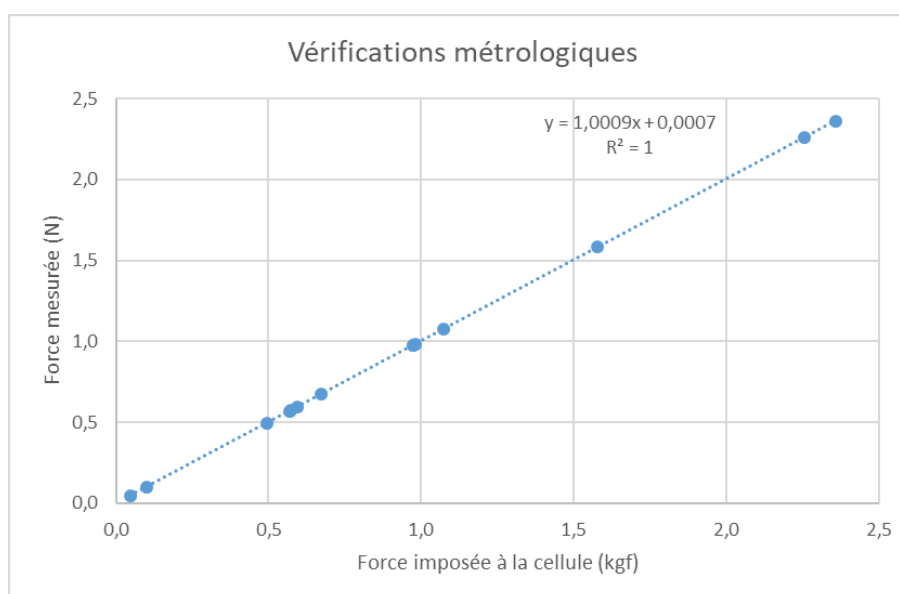
ε_{\max} : Déformation à rupture corrigée

Annexe 4 : Vérifications métrologiques

Tableau de résultats pour l'étalonnage de la cellule de force 2,5 N

Numéro de pesée	Masse (g)	Force (kgf)	Force (N)	Ecart relatif	% étendue
1	4,687	0,046	0,046	0,00%	1,8%
2	10,199	0,100	0,100	0,05%	4,0%
3	50,685	0,497	0,496	0,25%	19,8%
4	58,018	0,569	0,569	0,03%	22,8%
5	58,486	0,574	0,572	0,30%	22,9%
6	60,884	0,597	0,595	0,38%	23,8%
7	68,686	0,674	0,672	0,27%	26,9%
8	99,535	0,976	0,975	0,15%	39,0%
9	99,604	0,977	0,976	0,11%	39,0%
10	100,233	0,983	0,981	0,23%	39,2%
11	109,734	1,076	1,075	0,14%	43,0%
12	161,175	1,581	1,578	0,20%	63,1%
13	230,392	2,260	2,258	0,09%	90,3%
14	240,590	2,360	2,358	0,09%	94,3%

Courbe d'étalonnage de la cellule de force 2,5 N



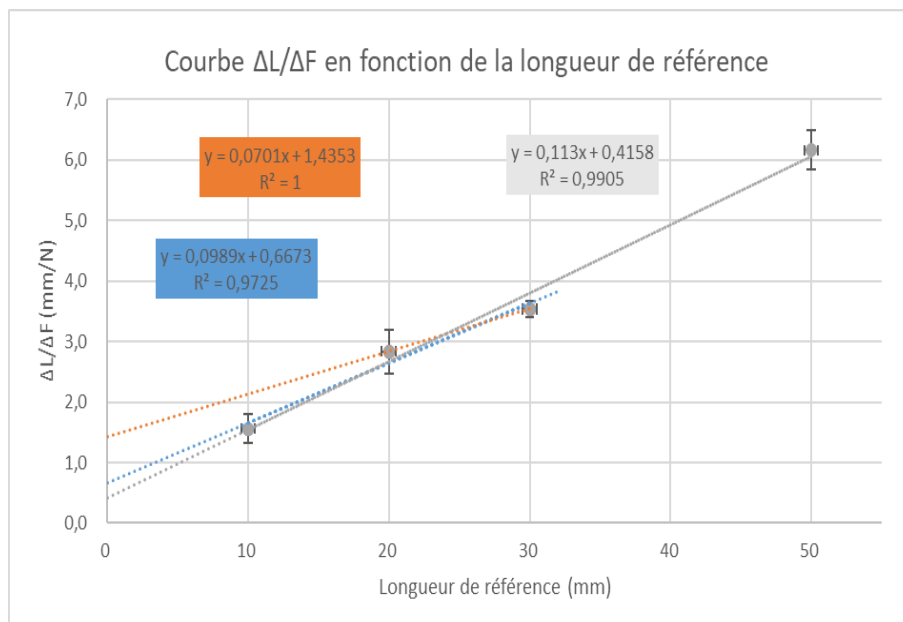
Les masses suspendues à la cellule de force ont été pesées avec la balance AE200 de METTLER. Son dernier étalonnage a eu lieu en juillet 2020. Elle est de classe I et a un écart maximum toléré de 2,0 mg.

Les essais de traction sur monofilaments se dérouleront autour de 40 % de l'étendue de la cellule.

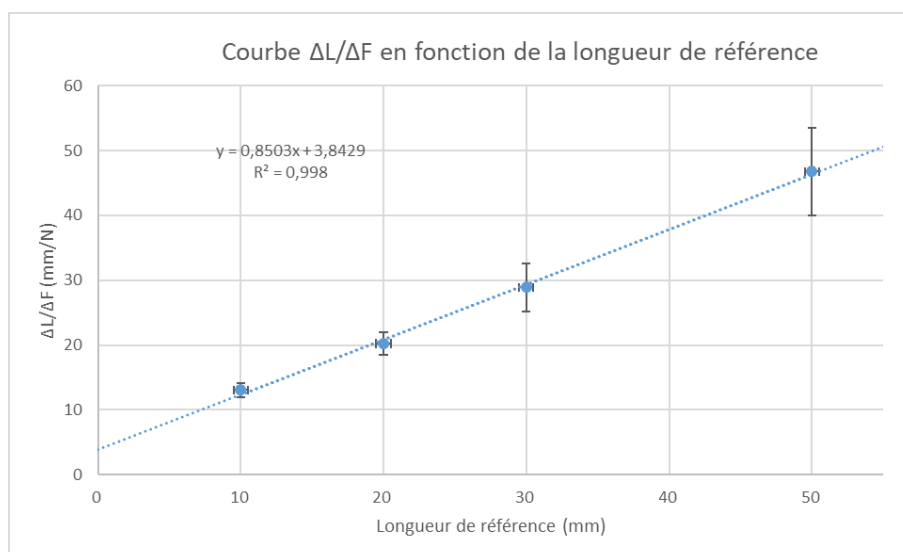
Annexe 5 : Mesures de complaisance

Fibre T300 (diamètre 7 μm et rigide)

Trois estimations de la complaisance sont calculées dans le cas de la fibre T300. La première (orange ne contient que deux valeurs de $\Delta L/\Delta F$: 20 mm et 30 mm). Puis en rajoutant celle de 10 mm, la valeur K de l'ordonnée à l'origine diminue (bleu). En ajoutant un point à 50 mm (grise), on obtient la valeur finale de 0,42 mm/N, qui sera utilisée pour des essais avec efforts de 95 mN à 150 mN.

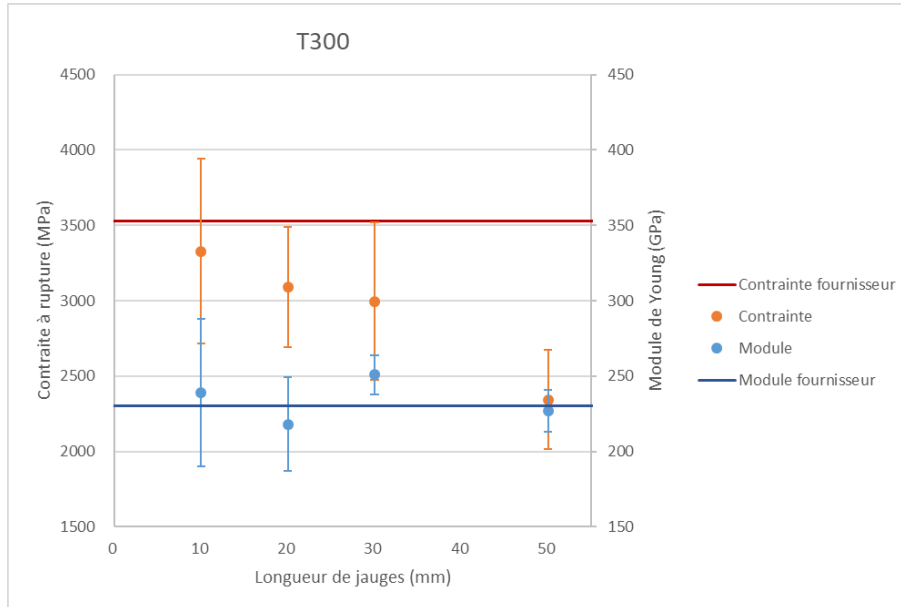


Fibre n°15 (diamètre 4 μm et souple)

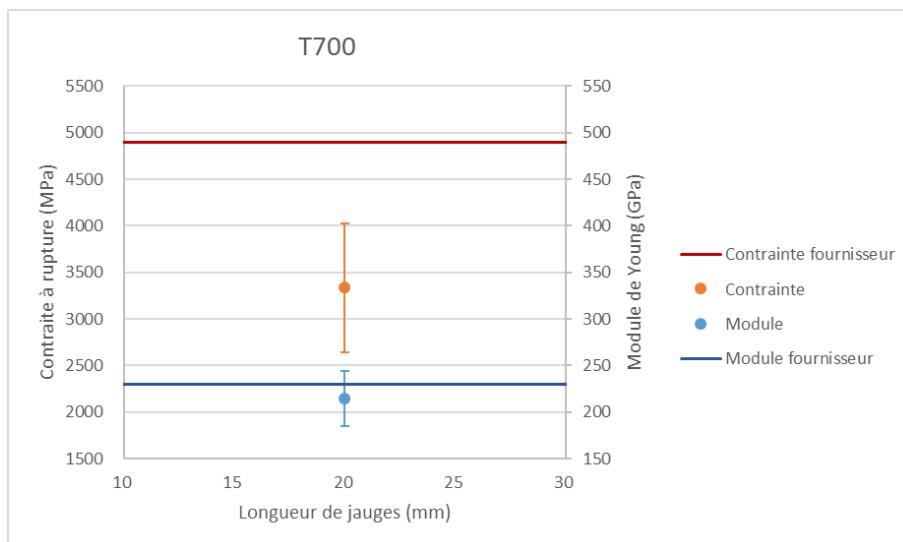


Annexe 6 : Fibres commerciales

Graphique représentant la contrainte et le module en fonction de la longueur de jauge pour la fibre T300

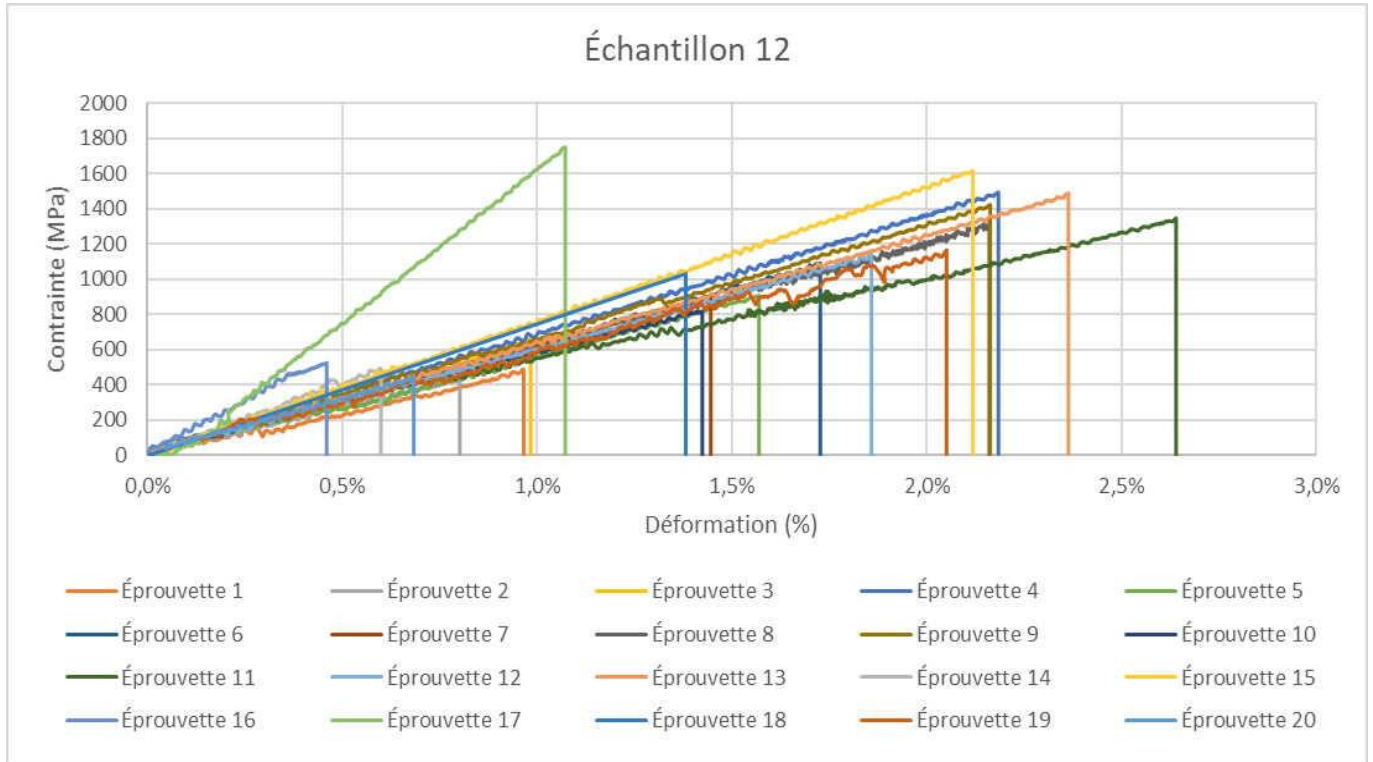


Graphique représentant la contrainte et le module en fonction de la longueur de jauge pour la fibre T700



Annexe 7 : Fibres en développement

Ensemble des courbes d'essais de la fibre n°12 (forte dispersion sur la contrainte)



Ensemble des courbes d'essais de la fibre n°15 (faible dispersion sur la contrainte)

