

**Titre:** Caractérisation par microtomographie de la mésostructure des renforts fibreux pour la fabrication de composites  
Title: renforts fibreux pour la fabrication de composites

**Auteur:** Sami Hilal  
Author:

**Date:** 2018

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Hilal, S. (2018). Caractérisation par microtomographie de la mésostructure des renforts fibreux pour la fabrication de composites [Master's thesis, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/3693/>  
Citation:

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/3693/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de recherche:** François Trochu, & Vladimir Brailovski  
Advisors:

**Programme:** Génie aérospatial  
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION PAR MICROTOMOGRAPHIE DE LA MÉSOSTRUCTURE DES  
RENFORTS FIBREUX POUR LA FABRICATION DE COMPOSITES

SAMI HILAL

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES  
(GÉNIE AÉROSPATIAL)

NOVEMBRE 2018

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CARACTÉRISATION PAR MICROTOMOGRAPHIE DE LA MÉSOSTRUCTURE DES  
RENFORTS FIBREUX POUR LA FABRICATION DE COMPOSITES

présenté par : HILAL Sami

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. BOUKHILI Rachid, Ph. D., président

M. TROCHU François, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. BRAILOVSKI Vladimir, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. ANH-DUNG Ngo, Ph. D., membre

## REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier en premier lieu le professeur François Trochu pour m'avoir proposé ce sujet et pour m'avoir accueilli dans son équipe pour réaliser ce projet de maîtrise. Je remercie également mon codirecteur de recherche le professeur Vladimir Brailovski pour sa disponibilité, le dynamisme dont il a toujours fait preuve et pour ses judicieux conseils.

Je souhaite exprimer ma reconnaissance à Philippe Causse pour sa grande contribution dans mon projet, ses conseils et sa disponibilité. En tant que jeune étudiant chercheur, j'ai beaucoup appris à ses côtés pendant ces deux années.

J'aimerais remercier tous les membres de l'équipe et les collègues avec qui j'ai eu la chance de collaborer et qui ont contribué à l'accomplissement de ce travail : Wei Huang, Sun Yixun, Béliny Bonnard, Grégory Martinez et Anna Madra.

Je remercie affectueusement les membres de ma famille pour leur soutien pendant ces deux années.

Enfin, j'aimerais particulièrement remercier ma fiancée, Nargisse, pour avoir toujours cru en moi.

## RÉSUMÉ

Au cours des dernières années, les procédés de fabrication par injection comme le moulage par transfert de résine (RTM) ont connu un fort développement ayant mené à des applications industrielles concrètes dans les domaines aéronautique et automobile. Toutefois, ces réussites ne doivent pas faire oublier que plusieurs problèmes scientifiques reliés aux procédés de fabrication par injection sur renforts restent mal compris. Parmi ces problèmes, l'imprégnation de renforts textiles reste un point critique car la performance mécanique d'un composite peut être fortement affectée par les vides générés lors de l'étape d'injection. Cette étape de fabrication est cruciale pour obtenir une imprégnation totale et produire des composites de hautes performances. Du fait de la double échelle de porosité des renforts, l'écoulement de résine est complexe. Une meilleure connaissance de la porosité des renforts fibreux permettrait une meilleure compréhension des modes d'écoulement de la résine et la mise en place d'ajustements lors de la phase d'injection.

La microtomographie aux rayons X est une technique d'imagerie non destructrice des matériaux, qui est utilisée depuis quelques années pour caractériser la microstructure des matériaux composites. Ses applications sont vastes, de la détection des défauts dans les pièces fabriquées à la calibration de modèles de compression de renforts tissés. Cette méthode est fondée sur l'atténuation des rayons X par la matière, qui permet d'avoir une image tridimensionnelle de l'échantillon. Le microtomographe XT H 225 de Nikon, disponible à l'École de Technologie Supérieure à Montréal a été utilisé pour réaliser toutes les observations effectuées dans le cadre de ce projet.

La présente étude basée sur cette approche vise à étudier l'influence du niveau compaction sur la morphologie du renfort et la répartition des mésopores. Un premier dispositif in-situ de compaction est développé pour effectuer des observations microtomographiques préliminaires à différents taux de fibres. Après avoir montré le potentiel de la microtomographie pour caractériser la mésoporosité d'un renfort fibreux et les possibles améliorations à apporter au dispositif, un nouveau dispositif est ensuite conçu et fabriqué.

Deux types de tissus ont été caractérisés avec le nouveau dispositif : un renfort orthogonal tridimensionnel en fibres de verre et un renfort tissé bidimensionnel en fibres de verre. Des

observations à plusieurs taux de fibres compris entre 45 % et 65 % sont effectuées pour les deux tissus. La procédure de traitement d'images mise en place consiste en une séparation des phases et une segmentation des structures afin d'extraire les paramètres morphologiques des mésopores à partir des données microtomographiques en utilisant le logiciel FIJI.

Pour les essais effectués à des taux de compaction croissants, la diminution de la taille des mésopores est quantifiée. Les résultats montrent l'existence de deux types de mésopores dans les échantillons qui sont les mésopores intra-pli et les mésopores inter-plis. L'anisotropie des renforts influence grandement la géométrie des mésopores. Une analyse de l'imbrication des plis dans un échantillon multi-couches montre également l'importance de ce paramètre sur l'évolution de la géométrie des mésopores inter-plis. Les études sont comparées à des résultats obtenus par mesures expérimentales de perméabilité et de porométrie. Les conclusions déduites sont extrêmement utiles pour mieux comprendre l'impact de la mésoporosité sur les écoulements dans le renfort fibreux. Il est notamment mis en évidence que le rapport du volume de mésopores dans les deux directions planaires a une grande influence sur l'écart des perméabilités dans le sens trame et chaîne. Le travail mené durant ce projet démontre de ce fait le potentiel de la microtomographie aux rayons X pour caractériser la structure des matériaux composites.

## ABSTRACT

In recent years, injection manufacturing processes such as resin transfer molding (RTM) have experienced strong development leading to concrete industrial applications in the aerospace and automotive fields. However, these successes should not overshadow the fact that many of the scientific issues related to reinforcement injection manufacturing processes remain poorly understood. Among these problems, the impregnation of textile reinforcements remains a critical point because the mechanical performance of a composite can be strongly affected by the voids generated during the injection step. This manufacturing step is crucial to achieve total impregnation and produce high-performance composites. Due to the double porosity scale of the resins, the resin flow is complex. A better knowledge of the porosity of the fibrous reinforcements porosity would allow a better understanding of the resin flow modes and the setting up of adjustments during the injection phase.

X-ray microtomography is a non-destructive imaging technique for materials that have been used for some years to characterize the microstructure of composite materials. There are numerous applications, from the detection of defects in manufactured parts to the calibration of compression models of woven reinforcements. This method is based on the attenuation of X-rays by the material, which makes it possible to have a three-dimensional image of the sample. The Nikon XT H 225 microtomography, available at ETS « École de Technologie Supérieure » in Montreal, was used to perform all the observations made in this project.

The present study based on this approach aims to explore the influence of the compaction level on the morphology of the reinforcement and the distribution of the mesopores. A first in-situ compaction device is developed to perform preliminary microtomographic observations at different fiber levels. Having shown the potential of microtomography to characterize the mesoporosity of a fibrous reinforcement and the possible improvements to be made to the device, a new device is then designed and manufactured.

Two types of fabric have been characterized by the new device: three-dimensional orthogonal fiberglass reinforcement and two-dimensional fiberglass reinforcement. Several observations with a fiber content between 45% and 65% are made for both tissues. An image processing procedure was implemented using the FIJI software. This procedure consists of phase separation and the

segmentation of the structure in order to extract the morphological parameters of the mesopores from the microtomographic data.

For tests carried out at increasing compaction rates, the decrease in the size of the mesopores is quantified. The results show the existence of two types of mesopores in the samples which are the intra-fold mesopores and inter-fold mesopores. The anisotropy of the reinforcements greatly influences the geometry of the mesopores. An analysis of the nesting of the folds in a multi-layer sample also shows the importance of this parameter on the evolution of inter-fold mesopore geometry. The studies are compared with results obtained by experimental measurements of permeability and porometry. The conclusions deduced are extremely useful for a better understanding of the impact of mesoporosity on the flows in the fibrous reinforcement. In particular, it is shown that the ratio of the mesopore volume in the two planar directions has a great influence on the permeability difference in the weft and warp direction. The work carried out during this project thus demonstrates the potential of X-ray microtomography to characterize the structure of composite materials.



## TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS .....	III
RÉSUMÉ.....	IV
ABSTRACT .....	VI
TABLE DES MATIÈRES .....	VIII
LISTE DES TABLEAUX.....	XI
LISTE DES FIGURES.....	XII
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....	XIX
LISTE DES ANNEXES.....	XXI
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Domaine d'étude .....	1
1.1.1 Fabrication par injection de résine LCM (« <i>Liquid Composite Molding</i> »).....	1
1.1.2 Double échelle de porosité .....	3
1.2 Problématique.....	5
1.3 Objectif de la maîtrise .....	5
1.3.1 Objectifs spécifiques .....	5
1.3.2 Organisation du mémoire .....	6
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE .....	7
2.1 Compaction des renforts fibreux .....	7
2.1.1 Comportement mécanique macroscopique d'un renfort fibreux sous compaction.....	7
2.1.2 Impact de la compaction sur l'imprégnation d'un renfort.....	9
2.1.3 Modèles mésoscopiques de renforts fibreux compactés .....	10
2.2 Microtomographie aux rayons X.....	14
2.2.1 Principe de la microtomographie aux rayons X .....	14

2.2.2	Reconstruction des images .....	16
2.2.3	Outils de base en traitement d'images.....	17
2.3	Caractérisation de la structure des matériaux composites.....	20
2.3.1	Applications de la microtomographie aux rayons X pour étudier les composites .....	20
2.3.2	Reconstruction d'une structure textile à partir de données microtomographiques .....	22
2.4	Conclusion.....	26
CHAPITRE 3 ÉVALUATION DU POTENTIEL DE LA MICROTOMOGRAPHIE POUR LA CARACTÉRISATION DE RENFORTS FIBREUX SECS .....		28
3.1	Introduction .....	28
3.2	Conception du dispositif in-situ de compaction .....	28
3.2.1	Analyse générale des besoins .....	28
3.2.2	Description du dispositif préliminaire.....	31
3.3	Protocole expérimental.....	32
3.3.1	Préparation de l'échantillon .....	32
3.3.2	Observations microtomographiques.....	34
3.4	Études préliminaires .....	35
3.4.1	Observations générales.....	35
3.4.2	Analyses des mésopores.....	37
3.5	Synthèse .....	42
CHAPITRE 4 PROCÉDURE DE CARACTÉRISATION DES TISSUS.....		44
4.1	Présentation du nouveau dispositif.....	44
4.2	Description des échantillons caractérisés .....	46
4.2.1	Tissus étudiés .....	46
4.2.2	Préparations des échantillons .....	48
4.3	Essais de compaction .....	50

4.4	Observations microtomographiques.....	55
4.5	Synthèse .....	59
CHAPITRE 5 ÉTUDE DES MÉSOPORES DANS UN RENFORT 3D ORTHOGONAL EN FIBRES DE VERRE.....		60
5.1	Observation générale des mésopores .....	60
5.2	Étude des mésopores inter-plis.....	64
5.3	Étude des mésopores intra-plis.....	67
5.4	Comparaison qualitative avec la perméabilité.....	74
5.4.1	Corrélation de la mésoporosité du renfort TG96N60E avec des résultats expérimentaux de perméabilité .....	74
5.4.2	Prédiction de la perméabilité à partir de données de microtomographie .....	77
5.5	Synthèse .....	78
CHAPITRE 6 ÉTUDE DE LA MÉSOPOROSITÉ DANS UN RENFORT 2D « PLAIN WEAVE » POUR DIFFÉRENTES SUPERPOSITIONS DES PLIS .....		80
6.1	Observations générales des mésopores .....	80
6.2	Étude des mésopores et comparaison qualitative avec des résultats de porométrie.....	86
6.2.1	Description des résultats de porométrie .....	88
6.2.2	Corrélation de la mésoporosité transverse du L14012 avec des résultats expérimentaux de porométrie.....	91
6.3	Étude de la forme des mésopores longitudinaux (0°/0° aligné) et comparaison avec perméabilité.....	103
6.4	Synthèse .....	108
CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS .....		110
BIBLIOGRAPHIE .....		114
ANNEXES .....		121

**LISTE DES TABLEAUX**

Tableau 3.1 : Caractéristiques du renfort TG96N60E.....	33
Tableau 3.2 : Détails des observations microtomographiques préliminaires.....	35
Tableau 3.3 : Observations microtomographiques du TG96N60E.....	36
Tableau 4.1 : Caractéristiques des renforts fibreux L14012 et TG96N60E.....	46
Tableau 5.1 : Volume des mésopores inter-plis de l'échantillon de renfort TG96N60E pour trois taux de fibres .....	66
Tableau 5.2 : Volumes des mésopores dans l'échantillon de renfort TG96N60E.....	71
Tableau 5.3 : Perméabilités planes du renfort TG96N60E pour 3 taux de fibres [59].....	75
Tableau 6.1 : Résultats de perméabilité pour le renfort L14012 [63] .....	107

## LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Représentation schématique de la mise en œuvre du procédé RTM [1] .....	2
Figure 1.2 : Illustration de la double échelle de porosité dans un renfort fibreux.....	3
Figure 1.3 : Formation de microvides et mésovides dans un renfort fibreux à double échelle de porosité : (a) écoulement à l'échelle microscopique entre les fibres d'un toron; (b) écoulement à l'échelle mésoscopique entre les torons [5].....	4
Figure 2.1 : Comportement d'un renfort fibreux sous compaction : (a) fermeture du moule en fonction du temps; (b) force de compaction résultante en fonction du temps; (c) force de compaction résultante en fonction du taux de fibres [8] .....	8
Figure 2.2 : Perméabilité longitudinale d'un renfort 162 E-glass mesurée avec deux liquides différents : huile de maïs et eau [13] .....	10
Figure 2.3 : Géométrie d'un renfort fibreux compacté : (a) 5 plis parallèles avec « <i>nesting</i> »; (b) 5 plis parallèles sans « <i>nesting</i> »; (c) 3 plis à 0°/45°/0° [17].....	11
Figure 2.4 : Comparaison de deux modèles 3D d'un renfort textile : à gauche, un modèle géométrique créé par un logiciel de modélisation textile ; à droite, un modèle obtenu par microtomographie aux rayons X [20] .....	12
Figure 2.5 : Comparaison d'images de microtomographie (à gauche) avec les résultats du modèle multi-chaine (à droite); (a) faible taux de compaction; (b) haut taux de compaction [21] ....	13
Figure 2.6 : Section d'un renfort fibreux interlock observé au microscope : (a) image originale; (b) image après traitement (seuillage des niveaux de gris) [23] .....	14
Figure 2.7 : Schéma explicatif de l'influence de la taille de l'échantillon sur la résolution de l'appareil.....	16
Figure 2.8 : Description du principe de reconstruction d'un volume observé par microtomographie .....	17
Figure 2.9 : Segmentation par seuillage d'une image pour différentes valeurs du seuil .....	18
Figure 2.10 : Exemples d'opérations de base de morphologie mathématique [33] .....	20

Figure 2.11 : Répartition des porosités dans un échantillon SMC pour différents taux de compaction [41] .....	22
Figure 2.12 : Reconstruction avec la segmentation par texture [45].....	24
Figure 2.13 : Reconstruction d'un modèle maillé 3D d'un renfort orthogonal [45].....	24
Figure 2.14 : Modèles voxelisés après segmentation : (a) segmentation fondée sur le degré d'anisotropie et le niveau de gris moyen ; (b) segmentation reposant sur le degré d'anisotropie et la composante z de l'orientation du voxel [46] .....	25
Figure 2.15 : Reconstruction de la structure textile : (a) données microtomographiques non traitées; (b) structure textile krigée [20].....	26
Figure 3.1 : Présentation des configurations possibles du dispositif in-situ préliminaire de compaction .....	30
Figure 3.2 : Présentation du dispositif de compaction préliminaire.....	32
Figure 3.3 : Présentation de l'échantillon TG96N60E : (a) modèle simplifié de la structure mésoscopique du TG96N60E; (b) représentation du VER .....	33
Figure 3.4 : (a) presse hydraulique, (b) poinçon .....	33
Figure 3.5 : Image de microtomographie pour une section de l'échantillon observé à un taux de fibres de 47,6% pour une résolution de 26,2 $\mu\text{m}$ .....	34
Figure 3.6 : Comparaison de trois observations du renfort TG96N60E pour des résolutions différentes : 2,6 $\mu\text{m}$ , 8,65 $\mu\text{m}$ et 26,2 $\mu\text{m}$ .....	37
Figure 3.7 : Segmentation du réseau de mésopores d'un pli par seuillage des niveaux de gris.....	38
Figure 3.8 : Séparation et identification des mésopores d'un pli du renfort TG96N60E .....	38
Figure 3.9 : Deux types de mésopores intra-pli : selon la « chaîne » et la « trame ».....	39
Figure 3.10 : Évolution morphologique d'un mésopore « chaîne » après compaction.....	39
Figure 3.11 : Histogramme représentant la répartition du volume des 70 mésopores « trame » étudiés : en bleu (foncé), avant compaction et en orange (clair), après compaction.....	40
Figure 3.12 : Histogramme représentant la répartition du volume des 120 mésopores « chaîne » : en bleu (foncé), avant compaction et en orange (clair), après compaction .....	41

Figure 3.13 : Déplacements moyens des mésopores d'un pli selon l'épaisseur : a) mésopores « chaîne », b) mésopores « trame ».....	42
Figure 4.1 : Représentation schématique du dispositif de diamètre intérieur 25,8 mm.....	45
Figure 4.2 : Courbe d'épaisseur de l'échantillon en fonction de la rotation des bouchons du dispositif.....	45
Figure 4.3 : Représentation schématique du renfort TG96N60E : (a) modèle TexGen de la structure; (b) représentation du VER de la structure.....	47
Figure 4.4 : Représentation schématique du renfort L14012 : (a) modèle TexGen de la structure; (b) représentation du VER de la structure.....	48
Figure 4.5 : Représentation schématique des configurations de l'échantillon de renfort L14012 .	49
Figure 4.6 : (a) superposition des plis de L14012 avant découpe; (b) grille métallique.....	50
Figure 4.7 : Découpe des échantillons : (a) emporte-pièce; (b) découpe des plis de renfort fibreux.....	51
Figure 4.8 : Échantillon de 10 plis de L14012, configuration 0°/45°.....	51
Figure 4.9 : Machine de compression « Instron 4505 ».....	52
Figure 4.10 : Platines de compaction en acier.....	52
Figure 4.11 : Caractérisation expérimentale de la rigidité de la machine de compression.....	53
Figure 4.12 : Courbes de compaction des 3 configurations caractérisées.....	54
Figure 4.13 : Relaxation des échantillons compactés.....	55
Figure 4.14 : Reconstruction tridimensionnelle de l'échantillon renfort L14012 et section de l'échantillon pour les mesures 1 et 5 de microtomographie.....	57
Figure 4.15 : Reconstruction tridimensionnelle de l'échantillon renfort TG96N60E et section de l'échantillon pour les 4 mesures de microtomographie.....	58
Figure 5.1 : Différents types de mésopores présents dans un échantillon de renfort TG96N60E (mesure de microtomographie pour un taux de fibres de 47,2 %); (a) mésopores de « trame », (b) mésopores de « chaîne », (c) mésopores entre deux plis.....	61

Figure 5.2 : Volume de l'échantillon de renfort TG96N60E étudié dans ce chapitre.....	62
Figure 5.3 : Comparaison entre différentes méthodes automatiques de segmentation sur FIJI (image : section de l'échantillon de renfort TG96N60E).....	63
Figure 5.4 : Évolution des mésopores inter-plies pour 4 différents taux de fibres du renfort TG96N60E .....	64
Figure 5.5 : Évolution de la géométrie de 3 mésopores inter-plies en fonction du taux de fibres pour un renfort TG96N60E .....	65
Figure 5.6 : Évolution des mésopores inter-plies pour 3 différents taux de fibres du renfort TG96N60E .....	66
Figure 5.7 : Séparation et identification des mésopores d'un pli du renfort TG96N60E à l'aide du module « <i>MorpholibJ</i> » .....	68
Figure 5.8 : Distribution du volume des mésopores de « chaîne » du renfort TG96N60E.....	68
Figure 5.9 : Distribution du volume des mésopores de « trame » du renfort TG96N60E .....	69
Figure 5.10 : Évolution du volume moyen des mésopores intra-plies du domaine étudié en fonction du taux de fibres du renfort TG96N60E.....	70
Figure 5.11 : Volume moyen des mésopores de chacun des plis de renfort TG96N60E : (a) mésopores sens de chaîne; (b) mésopores sens de trame .....	70
Figure 5.12 : Évolution des volumes des mésopores dans l'échantillon de renfort TG96N60E ....	71
Figure 5.13 : Distribution de la longueur des mésopores intra-plies du renfort TG96N60E : (a) mésopores sens « chaîne »; (b) mésopores sens « trame ».....	73
Figure 5.14 : Distribution du diamètre équivalent des mésopores intra-plies du renfort TG96N60E : (a) mésopores sens « chaîne »; (b) mésopores sens « trame » .....	73
Figure 5.15 : Aplatissement d'un fil liant après compaction de l'échantillon de renfort TG96N60E .....	74
Figure 5.16 : (a) Perméabilité du renfort TG96N60E dans les sens trame et chaîne en fonction du taux de fibres; (b) Évolution du rapport de la perméabilité dans le sens chaîne par la perméabilité dans le sens trame en fonction du taux de fibres [59] .....	75



Figure 5.17 : Représentation de la distribution des mésopores d'un pli du renfort TG96N60E (Vf = 47,2 %) .....	76
Figure 5.18 : Description des paramètres géométriques des torons [59] .....	78
Figure 6.1 : Évolution du taux de fibres des 4 configurations observées du renfort L14012 .....	81
Figure 6.2 : Les deux configurations extrêmes d'imbrication de plis 2D : (a) « <i>nesting</i> » minimum; (b) « <i>nesting</i> » maximum .....	82
Figure 6.3 : Images de microtomographie de l'empilement de 6 plis 0°/45° pour les taux de fibres de 47,2 % et 58,4 % .....	83
Figure 6.4 : Images de microtomographie des empilements 0°/0° décalé (taux de fibres de 50,1 % et 63,3 %) .....	84
Figure 6.5 : Images de microtomographie des empilements 0°/90° (taux de fibres de 51,9 % et 64,7 %) .....	84
Figure 6.6 : Images de microtomographie de l'empilement 0°/0° aligné pour les taux de fibres de 46,7 % et 60,7 % .....	85
Figure 6.7 : Diamètre des pores mesuré par la méthode de drainage par un liquide mouillant [6]87	
Figure 6.8 : Porte-échantillon pour la mesure à travers l'épaisseur par porométrie [6].....	87
Figure 6.9 : Données expérimentales obtenues lors d'un essai de porométrie (configuration 0°/0° aligné) pour 4 taux de fibres du renfort L14012 : courbes mouillées en pointillé et courbes sèches en trait plein .....	88
Figure 6.10 : Moyenne de la distribution cumulative du débit en fonction du diamètre des pores de 3 essais pour chacun des 4 taux de fibres du renfort L14012 (configuration 0°/0° aligné) ...	89
Figure 6.11 : Moyenne des diamètres correspondant à un flux cumulatif de 10 % par rapport au taux de fibres pour les 3 configurations d'empilement du renfort L14012.....	90
Figure 6.12 : (a) Reconstruction par seuillage de la phase fibres de 18 VERs de la configuration 0°/0° aligné; (b) Reconstruction du réseau de mésopores 0°/0° aligné.....	91
Figure 6.13 : Représentation des espaces intra-pli (a) et inter-plis (b) .....	92

- Figure 6.14 : Schéma explicatif et exemple de résultats obtenus à l'aide du module « *BoneJ / Thickness* » sur FIJI.....93
- Figure 6.15 : Représentation tridimensionnelle des mésopores d'un empilement de 10 plis pour les configurations  $0^\circ/0^\circ$  aligné,  $0^\circ/0^\circ$  décalé et de 6 plis pour la configuration  $0^\circ/45^\circ$  (aux taux de fibres de la première observation) après utilisation du module « *BoneJ / Thickness* ».....93
- Figure 6.16 : (a) Distribution de la taille des mésopores pour 4 taux de fibres; (b) Débit relatif en fonction du diamètre des mésopores pour 4 taux de fibres, configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné du renfort L14012.....94
- Figure 6.17 : (a) Distribution de la taille des mésopores pour 4 taux de fibres; (b) Débit relatif en fonction du diamètre des mésopores pour 4 taux de fibres, configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé du renfort L14012.....95
- Figure 6.18 : (a) Distribution de la taille des mésopores pour 4 taux de fibres; (b) Débit relatif en fonction du diamètre des mésopores pour 4 taux de fibres,  $0^\circ/45^\circ$  du renfort L14012 .....96
- Figure 6.19 : Diamètres moyens des mésopores issues de la microtomographie et des diamètres correspondant à un débit cumulé de 50 % issue de la porométrie pour les configurations  $0^\circ/0^\circ$  aligné,  $0^\circ/0^\circ$  décalé et  $0^\circ/45^\circ$  du renfort L14012.....97
- Figure 6.20 : Comparaison de la distribution de taille des mésopores des configurations  $0^\circ/0^\circ$  aligné,  $0^\circ/0^\circ$  décalé et  $0^\circ/45^\circ$  pour des taux de fibres proches de 50% (renfort L14012) .....98
- Figure 6.21 : Comparaison de la distribution de taille des mésopores des configurations  $0^\circ/0^\circ$  aligné,  $0^\circ/0^\circ$  décalé et  $0^\circ/45^\circ$  pour des taux de fibres proches de 53 % (renfort L14012) ....98
- Figure 6.22 : (a) Schéma de l'empilement  $0^\circ/0^\circ$  aligné de deux plis du renfort L14012; (b) et (c) Sections des mésopores pour la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné du renfort L14012 pour des taux de fibres de 46,7 % et 60,7 % respectivement .....99
- Figure 6.23 : (a) Schéma de l'empilement  $0^\circ/45^\circ$  de deux plis du renfort L14012; (b) et (c) Sections des mésopores pour la configuration  $0^\circ/45^\circ$  du renfort L14012 pour des taux de fibres de 47,2 % et 58,4 % respectivement ..... 101

- Figure 6.24 : (a) Schéma de l'empilement  $0^\circ/0^\circ$  décalé de deux plis du renfort L14012; (b) et (c) Sections des mésopores pour la configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé du renfort L14012 pour des taux de fibres de 50,1 % et 63,3 % respectivement ..... 102
- Figure 6.25 : Réseau des mésopores pour 3 plis dans la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné du renfort L14012 (conduites limitantes dans le sens trame en rouge et dans le sens chaîne en vert) . 104
- Figure 6.26 : Évolution de l'aire limitante moyenne des mésopores de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné du renfort L14012..... 105
- Figure 6.27 : Évolution du diamètre hydraulique limitant moyen des mésopores de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné du renfort L14012..... 106
- Figure 6.28 : Perméabilité du renfort TG96N60E dans le sens trame et chaîne en fonction du taux de fibres [63] ..... 107

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

LCM	« <i>Liquid Composite Molding</i> »
RTM	« <i>Resin Transfer Molding</i> »
VARTM	« <i>Vacuum Assisted Resin Transfer Molding</i> »
VARI	« <i>Vacuum Assisted Resin Infusion</i> »
$V_f$	Taux de fibres
$P$	Pression
$V_0$	Taux de fibres initial
$M$	Masse de l'échantillon
$E$	Module d'Young
SMC	« <i>Sheet Moulding Compound</i> »
VER	Volume Élémentaire Représentatif
$n$	Nombre de pli
$m_s$	Masse surfacique
$\rho$	Masse volumique
$H$	Épaisseur de l'échantillon
$K_0^\circ$	Perméabilité dans le sens chaîne
$K_{90}^\circ$	Perméabilité dans le sens trame
$d$	Diamètre du cylindre représentant les pores
$\gamma$	Tension de surface du liquide
$P_c$	Pression capillaire
$D_h$	Diamètre hydraulique
$A$	Aire de la section d'un mésopore

$P_e$       Périmètre d'un mésopore

**LISTE DES ANNEXES**

ANNEXE A - Artefacts en tomographie.....	121
ANNEXE B – Présentation FIJI.....	124
ANNEXE C - Séparation des mésopores d'un renfort TG96N60E .....	125
ANNEXE D - Mésopores de 3 configurations d'empilement pour un renfort L14012 .....	131

## CHAPITRE 1 INTRODUCTION

La résistance mécanique combinée à leur faible densité ont permis aux composites de s'imposer pour la conception de pièces structurelles ou d'aspect dans de nombreux domaines tel que l'aéronautique, l'automobile ou l'énergie. À titre d'exemple, les matériaux composites représentent environ 55 % du poids total du Boeing 787. Toutefois, ces réussites ne doivent pas faire oublier que plusieurs problèmes scientifiques liés notamment aux procédés de fabrication par injection sur renforts restent encore mal compris.

### 1.1 Domaine d'étude

#### 1.1.1 Fabrication par injection de résine LCM (« *Liquid Composite Molding* »)

Le projet présenté dans ce mémoire étudie spécifiquement les procédés d'injection sur renforts « *Liquid Composite Molding* » (LCM). Au cours des dernières années, ces méthodes de fabrication ont connu un fort développement ayant mené à des applications industrielles concrètes. Les procédés LCM désignent un ensemble de techniques consistant à injecter sous l'effet d'un gradient de pression une résine thermodurcissable réactive dans un moule où les couches de renfort (plis secs ou préformés) ont été préalablement disposées. Ensuite, la résine thermodurcissable réticule dans le moule sous l'effet d'une élévation contrôlée de la température pour former la matrice polymère. Enfin la pièce peut être démoulée après polymérisation de la résine. Le cycle de fabrication complet est présenté de façon schématique sur la Figure 1.1.

Les procédés LCM se divisent en deux grandes familles : le moulage par injection de résine (RTM : « *Resin Transfer Molding* ») et le moulage sous vide comme le « *Vacuum Assisted Resin Transfer Molding* » (VARTM), souvent appelé « *Vacuum Assisted Resin Infusion* » (VARI). Ces deux familles se distinguent par la méthode employée pour appliquer le gradient de pression forçant l'entrée du fluide réactif dans le moule. Le choix du procédé dépend de l'application visée, du coût, du volume de production et de la qualité recherchée.

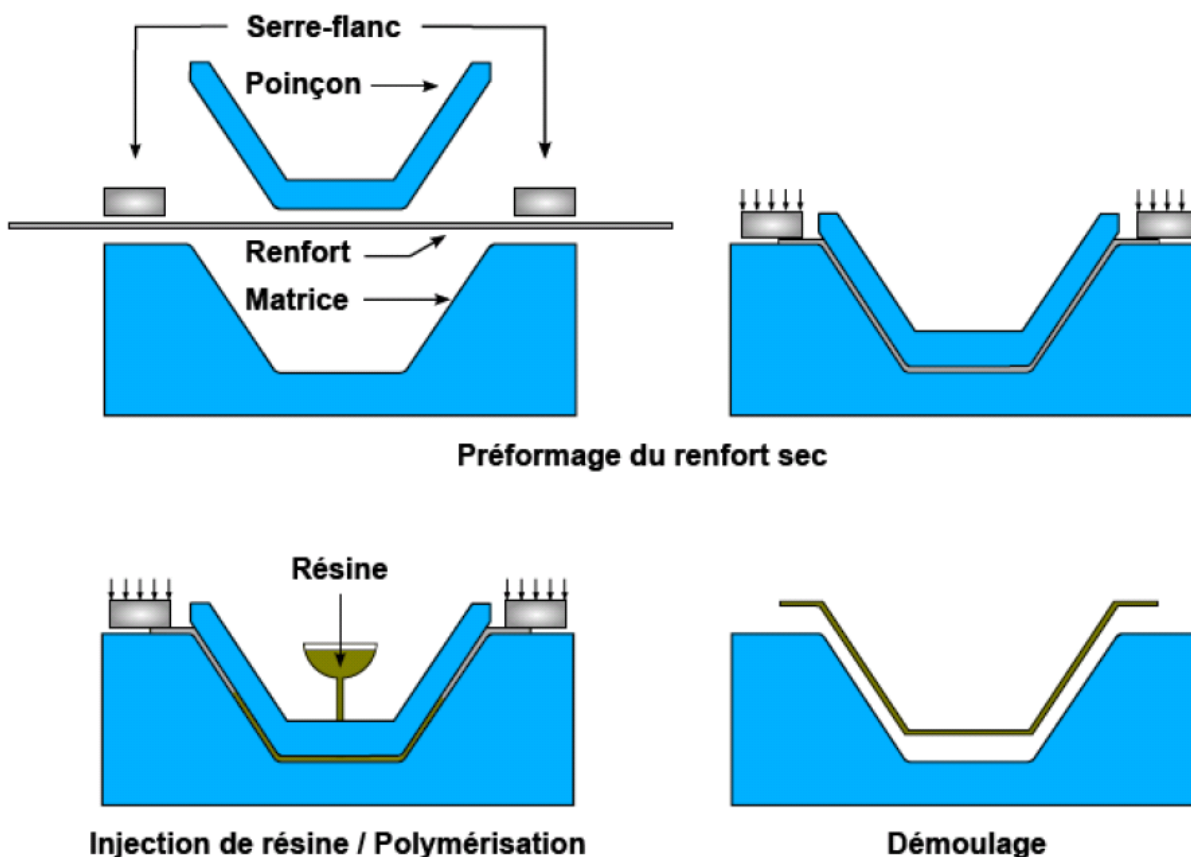


Figure 1.1 : Représentation schématique de la mise en œuvre du procédé RTM [1]

Au cours des dernières années, les procédés de fabrication par injection comme le RTM sont devenus plus populaires, car ils présentent un certain potentiel pour la production à grande échelle [2]. Ce type de procédé répond aux critères de performance des pièces structurales. De façon générale, une bonne pièce en composite est obtenue quand le renfort est entièrement imprégné par la résine. Au cours de la fabrication, l'étape d'imprégnation peut cependant générer l'apparition de certains défauts comme l'emprisonnement de bulles d'air. Ces phénomènes potentiellement néfastes pour la qualité du produit final sont intimement liés à la structure poreuse hétérogène des renforts fibreux.



### 1.1.2 Double échelle de porosité

Les renforts fibreux utilisés dans la fabrication des matériaux composites constituent généralement un milieu poreux à double échelle de porosité. Le renfort est composé de torons tissés ou cousus, eux-mêmes composés de milliers de fibres, créant ainsi deux échelles de porosité. Les espaces entre les torons du tissu visibles à l'échelle mésoscopique sont appelés mésopores, tandis que les micropores sont les espaces entre les fibres d'un même toron (voir Figure 1.2).

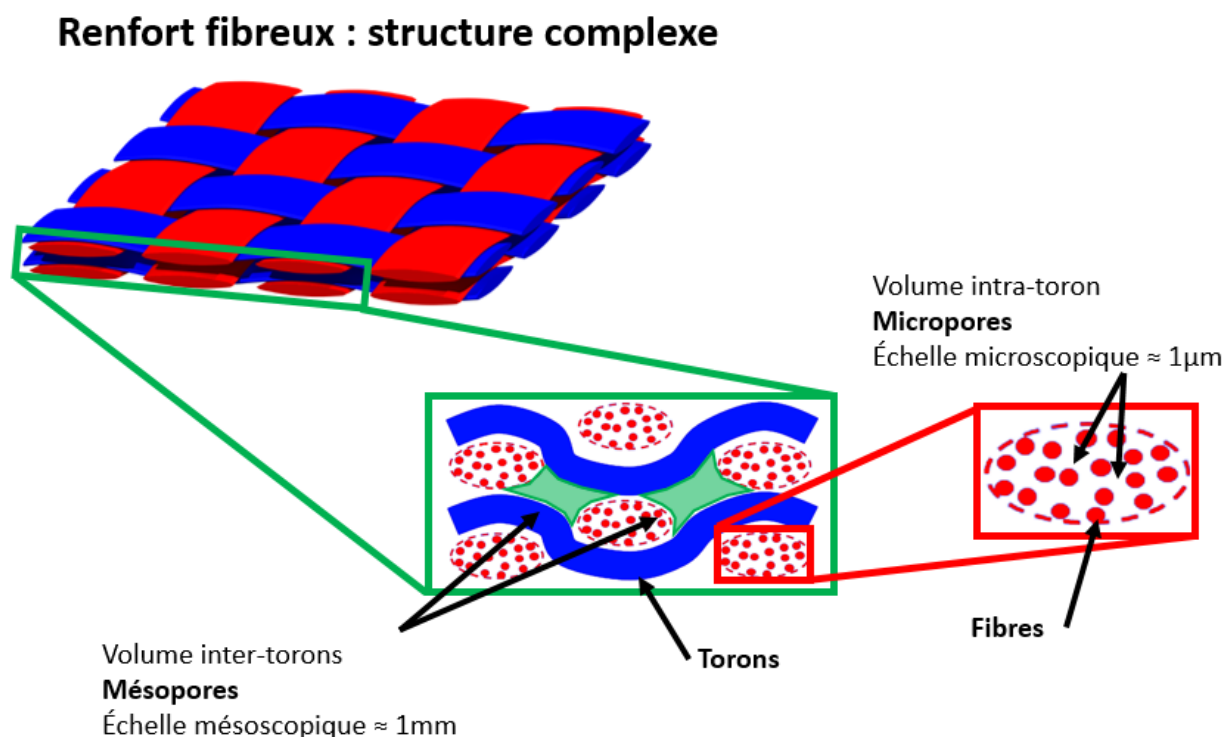


Figure 1.2 : Illustration de la double échelle de porosité dans un renfort fibreux

Plusieurs études ont été réalisées sur l'écoulement de la résine à l'échelle microscopique dans les procédés LCM [3]. Trois principaux mécanismes ont été identifiés pour expliquer la formation des vides dans ce type de procédé : l'emprisonnement d'air durant le remplissage du moule, la formation de gaz lors de la polymérisation de la résine, et enfin l'absence d'évacuation d'eau ou

d'air dissous dans la résine avant injection. L'emprisonnement d'air lors de l'injection est la cause principale de formation des vides [4]. Ce phénomène est provoqué par les deux types d'écoulement qui interviennent lors de l'imprégnation d'un renfort fibreux : écoulement gouverné par les forces visqueuses ou par les forces capillaires. Pour des vitesses d'imprégnation faibles, l'écoulement capillaire à l'intérieur des torons est privilégié, ce qui entraîne un retard entre les torons et donc l'apparition de vides mésoscopiques (Figure 1.3a). Pour des vitesses d'imprégnation élevées, c'est l'écoulement visqueux, entre les torons, qui est privilégié, ce qui favorise l'apparition de vides microscopiques dans les torons (Figure 1.3b). L'imprégnation des renforts fibreux à double échelle de porosité constitue un phénomène critique car la performance mécanique d'un composite peut être fortement affectée par les vides générés pendant l'injection.

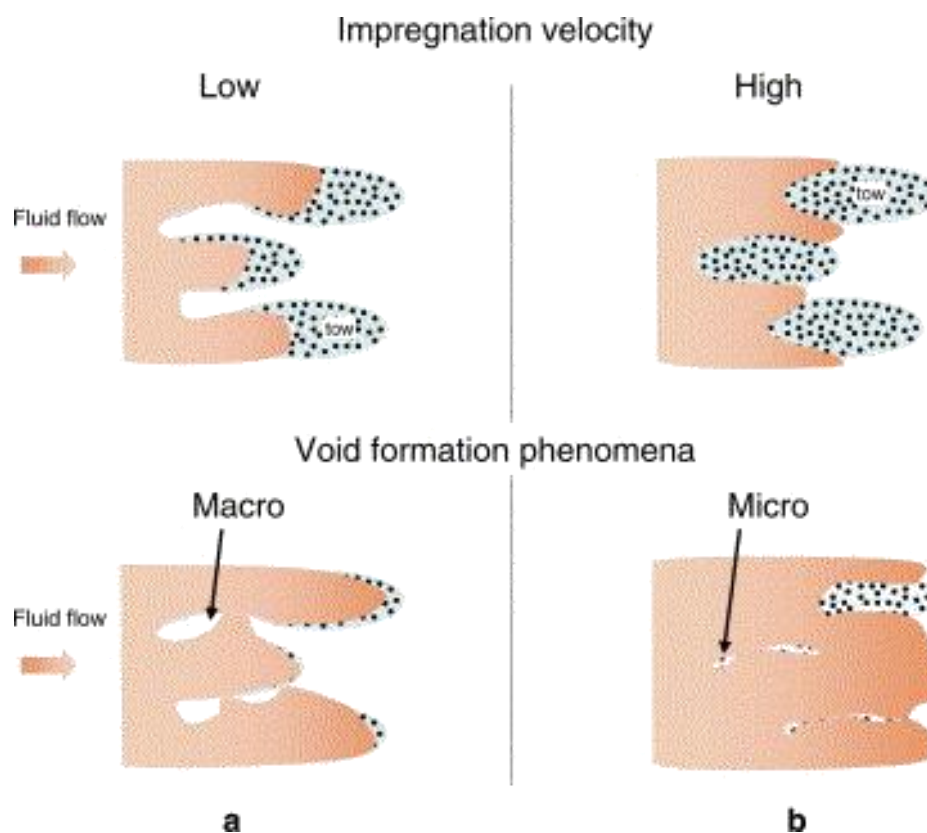


Figure 1.3 : Formation de microvides et mésovides dans un renfort fibreux à double échelle de porosité : (a) écoulement à l'échelle microscopique entre les fibres d'un toron; (b) écoulement à l'échelle mésoscopique entre les torons [5]

## 1.2 Problématique

Tel qu'expliqué précédemment, la double échelle de porosité des renforts fibreux exerce une grande influence sur les phénomènes d'imprégnation. Par ailleurs, le cycle de fabrication des procédés LCM implique généralement une étape de compaction du renfort afin d'obtenir le taux de fibres souhaité pour la pièce fabriquée. Cette compaction provoque généralement une restructuration du milieu fibreux et un changement de la géométrie des pores. Ceci a une influence sur les modes d'écoulement de la résine et donc sur la qualité du produit final. Une meilleure compréhension de l'effet de la compaction sur la microstructure d'un renfort est nécessaire pour optimiser les paramètres d'injection et minimiser la formation des vides.

C'est dans cette optique que s'inscrit ce projet dont la motivation est de développer une méthode de caractérisation avancée fondée sur la microtomographie aux rayons X de la structure poreuse des renforts fibreux. La fabrication du composite représente une étape cruciale qui gouverne la qualité du produit fini. Ainsi, une meilleure connaissance de la double échelle de porosité des renforts fibreux peut contribuer à améliorer la compréhension des modes d'écoulement de la résine et des facteurs qui entraînent des défauts dans les pièces.

## 1.3 Objectif de la maîtrise

L'objectif général de ce projet est de développer une méthodologie pour observer la restructuration progressive d'un renfort fibreux à différents niveaux de compaction en utilisant la microtomographie aux rayons X. Du fait de la contrainte de taille des échantillons caractérisés par microtomographie, on considèrera que les phénomènes observés dans les échantillons étudiés sont représentatifs du comportement de l'ensemble du tissu.

### 1.3.1 Objectifs spécifiques

L'objectif général se décline en quatre objectifs spécifiques :

- 1- Concevoir et fabriquer un dispositif expérimental de compaction pour installation à l'intérieur du micro-tomographe à rayons X disponible à l'ÉTS (École de Technologie Supérieure).

- 2- Réaliser un plan d'expérience à l'aide du montage développé afin d'analyser l'influence du niveau de compaction sur la morphologie du renfort fibreux.
- 3- Développer une méthode de segmentation et de séparation des phases pour observer l'évolution de la répartition des mésopores et des micropores dans le renfort.
- 4- Effectuer une comparaison qualitative entre les résultats de perméabilité, et de porométrie obtenus lors de travaux antérieurs [6] et ceux de micro-tomographie pour identifier les limitations éventuelles des deux approches et proposer si nécessaire des mesures correctives.

### **1.3.2 Organisation du mémoire**

Le deuxième chapitre de ce mémoire présente une revue de littérature décrivant le comportement en compaction des renforts fibreux et la caractérisation de la microstructure à l'aide de la microtomographie aux rayons X. Dans le troisième chapitre, un premier dispositif in-situ de compaction pour installation dans un microtomographe est développé. Ceci permet d'effectuer des observations préliminaires d'un échantillon textile dans le but d'évaluer le potentiel de la microtomographie pour caractériser la double échelle de porosité des renforts tissés. Le quatrième chapitre décrit un nouveau dispositif développé ainsi que le protocole expérimental final qui sera utilisé pour caractériser les renforts fibreux. Les cinquième et sixième chapitres analysent les résultats des observations des deux tissus caractérisés après traitement des données de microtomographie. Pour terminer, la conclusion résume tous les travaux effectués, décrit les difficultés rencontrées durant les essais, présente les avantages et limitations de la microtomographie pour caractériser la porosité à double échelle des renforts fibreux et donne des recommandations pour la suite du travail.

## CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

La revue de littérature présentée dans ce chapitre est divisée en trois parties. Dans un premier temps, le comportement mécanique des renforts fibreux en compaction est décrit et les modèles existants sont brièvement discutés. La deuxième partie est consacrée à la présentation de la microtomographie aux rayons X, une méthode d'observation de plus en plus utilisée dans le domaine des matériaux. Enfin, la troisième partie présente quelques-unes des principales stratégies d'analyse d'images microtomographiques utilisées dans la littérature scientifique.

### 2.1 Compaction des renforts fibreux

Tel qu'indiqué dans l'introduction, une fois le renfort drapé dans le moule, il est compacté pour obtenir une certaine épaisseur et atteindre le taux volumique de fibres  $V_f$  souhaité. La compaction représente une étape importante car les propriétés mécaniques de la pièce dépendent directement du taux de fibres. Pour obtenir un taux de fibres élevé, il est en effet nécessaire d'appliquer une force de compaction sur le renfort lors de la fermeture du moule. Le fait de comprimer le renfort a aussi plusieurs effets sur le procédé de fabrication. La compaction entraîne notamment une modification de la géométrie des torons et de la distribution de la taille des pores. Ceci influence la perméabilité du renfort, et donc l'écoulement de la résine pendant l'injection.

#### 2.1.1 Comportement mécanique macroscopique d'un renfort fibreux sous compaction

Les renforts à fibres longues se présentent généralement sous la forme de plis superposés pour former un composite laminé. Un pli de renfort est constitué d'un ensemble de torons cousus ou tissés. Chaque toron est formé de plusieurs milliers de fibres dont le diamètre est de l'ordre de dix micromètres. Les renforts fibreux soumis à la compaction présentent ainsi un comportement viscoélastique non linéaire dépendant du temps et du niveau de contrainte appliqué [7].

La Figure 2.1 illustre le comportement viscoélastique d'un échantillon de renfort fibreux lors d'un essai de compaction. La Figure 2.1a représente la variation de l'épaisseur de l'échantillon (d'une épaisseur  $h_1$  à une épaisseur  $h_2$ ) en fonction du temps. Les deux autres figures montrent la force imposée sur l'échantillon en fonction du temps (Figure 2.1b) et du taux de fibres (Figure 2.1c). Deux phases distinctes peuvent être observées lors de la compression d'un renfort fibreux : la compaction et la relaxation. La phase de compaction s'effectue lors de la diminution de l'épaisseur de l'échantillon pour atteindre l'épaisseur (taux de fibres) souhaitée. Par la suite, un phénomène de relaxation des contraintes internes du matériau peut être observé lors du maintien de l'échantillon à une épaisseur constante.

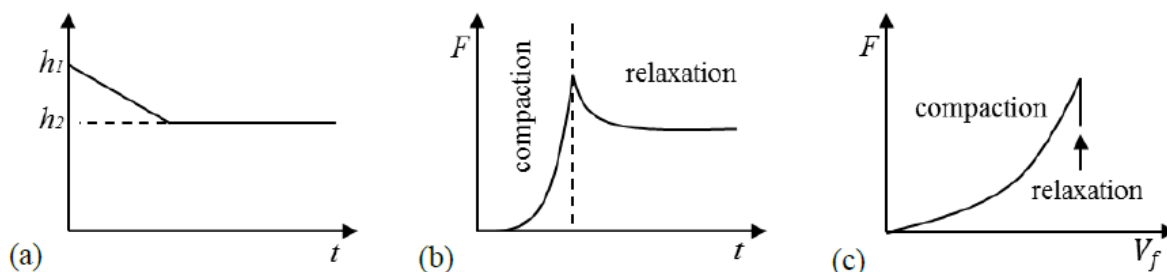


Figure 2.1 : Comportement d'un renfort fibreux sous compaction : (a) fermeture du moule en fonction du temps; (b) force de compaction résultante en fonction du temps; (c) force de compaction résultante en fonction du taux de fibres [8]

De nombreux essais ont été réalisés dans plusieurs études [9, 10] afin de mettre en évidence les paramètres gouvernant le comportement des renforts sous compaction : le type de fibres, la densité surfacique du renfort, le tissage ou le nombre de couches. En raison du temps et des ressources nécessaires pour caractériser le comportement d'un renfort sous compaction, plusieurs modèles analytiques et numériques ont été développés. Par exemple, le modèle de Van Wyk considère un assemblage tridimensionnel de fibres comme étant une suite de segments de droites de même longueur répartis de manière équiprobable dans l'espace [9, 10]. La compaction résulte ici de la seule flexion de ces segments aux points de contact entre les fibres qui est décrite par l'expression suivante :

$$P = \frac{k.E.m^3}{\rho^3} \left( \frac{1}{V_f^3} - \frac{1}{V_0^3} \right)$$

où  $P$  est la pression à appliquer,  $V_0$  est le taux de fibres initial,  $V_f$  le taux de fibres souhaité,  $m$  est la masse de fibres,  $E$  le module d'Young des fibres et  $k$  une constante déterminée expérimentalement. Ce modèle étant utilisé, à l'origine, pour les renforts non tissés, il n'est pas adapté pour les tissus. Il ne prend notamment pas en compte le glissement, le frottement entre les fibres, leurs élongations ou changements d'orientation. De plus, il semble difficile de modéliser correctement la compaction de tous les tissus avec un seul modèle analytique général. En dépit des inconvénients énoncés, ce modèle reste néanmoins encore utilisé de nos jours pour donner un ordre de grandeur de la pression à appliquer lors de la compaction d'un renfort fibreux.

Depuis, de nombreux modèles fondés sur l'équation de Van Wyk [11, 12] ont été développés. Par exemple, le modèle proposé par Vernet [8] combine ce modèle analytique avec des données expérimentales. Il existe de nombreuses limitations à ces modèles. En effet, ils ne prennent pas en compte le nombre de couches, ni l'architecture du renfort. On remarque aussi que tous ces modèles possèdent au moins deux coefficients empiriques à déterminer à l'aide de données expérimentales. Cela signifie donc que l'on ajuste le modèle sur l'expérience. Ainsi, il n'est plus possible d'extrapoler un résultat pour un renfort avec un nombre de couches donné à un autre renfort ou à un autre nombre de couches.

### **2.1.2 Impact de la compaction sur l'imprégnation d'un renfort**

Lors de la compaction d'un renfort fibreux, chaque pli est soumis à des tensions dans le plan, à des contraintes de cisaillement ainsi qu'à des efforts de flexion. Ces contraintes vont affecter la géométrie des torons et fermer les porosités. Hammond et al. [13] ont étudié l'effet du taux de fibres sur la perméabilité longitudinale de renforts en fibres de verre et carbone pour différents fluides. Les résultats montrent que plus le taux de fibres est élevé, plus la perméabilité diminue quel que soit le renfort étudié (Figure 2.2). Parnas et al. [14] ont établi une base de données contenant un ensemble de résultats de perméabilité provenant de mesures contrôlées pour des

écoulements saturés et insaturés de plusieurs tissus en fibres de verre. L'architecture du renfort textile et son niveau de compaction influencent fortement sa perméabilité (saturée ou insaturée) : le passage d'un état non compacté à un taux de fibres de 55 % à 60 % réduit d'un facteur 10 la perméabilité longitudinale du renfort (Figure 2.2). Le même comportement est observé pour la perméabilité transverse [15].

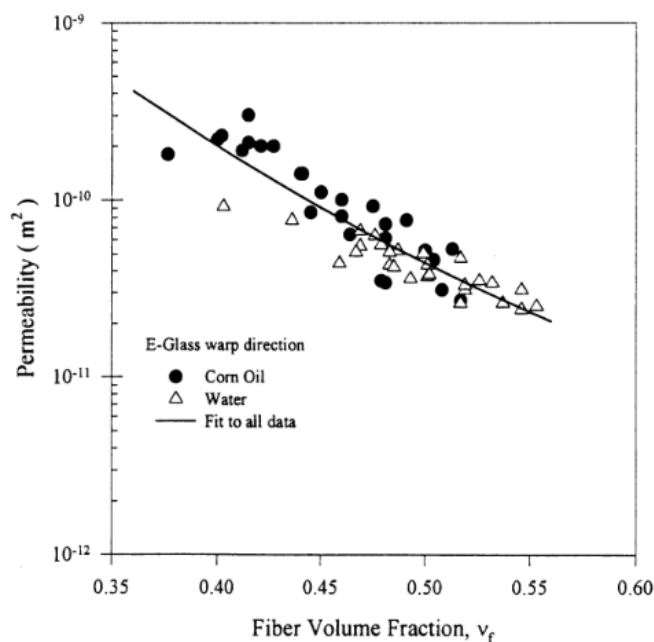


Figure 2.2 : Perméabilité longitudinale d'un renfort 162 E-glass mesurée avec deux liquides différents : huile de maïs et eau [13]

### 2.1.3 Modèles mésoscopiques de renforts fibreux compactés

En raison des limitations des modèles de compaction, des solutions numériques ont été proposées. Elles ont permis d'enrichir les modèles en ajoutant des contributions jusque-là difficiles à modéliser. Ces approches numériques sont fondées sur des représentations 3D d'un volume élémentaire représentatif de la structure textile du renfort, où la géométrie des torons est approximée par une ellipse. Ces modèles sont par la suite discrétisés en éléments finis, puis associés à des lois de comportement hypo-élastiques pour calculer les déformations des torons des renforts à l'échelle mésoscopique [16, 17]. Les déformations et nouvelles positions des torons ont été



obtenues pour différents types de structures textiles (3D interlock, orthogonal, ...) et divers chargements : traction, cisaillement ou compaction. Ce type de simulation numérique montre une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux. Cependant, cette analyse présente certains inconvénients. Quand l'échantillon est constitué de plusieurs plis de même orientation, l'imbrication des plis ou « *nesting* » reste un point délicat puisqu'il influence grandement les résultats des essais de compression [17]. Comme le montre la Figure 2.3, la position relative des différents plis peut être définie de façon à obtenir une imbrication maximale, intermédiaire ou nulle des plis. Toutefois, dans les mesures expérimentales, le « *nesting* » local dans un échantillon n'est pas connu et n'est pas uniforme sur tout l'échantillon. De ce fait, pour obtenir un modèle représentatif d'un vrai échantillon, il est nécessaire d'effectuer des mesures, et d'ajuster le « *nesting* » du modèle afin de faire correspondre les résultats numériques avec les résultats expérimentaux. Un autre inconvénient de ce type de modèle est sa géométrie très simplifiée. En effet, la plupart des études utilisant des logiciels de modélisation textile tels que WiseTex [18] ou TexGen [19] fournissent une géométrie idéalisée qui n'est pas représentative de la structure réelle du renfort (Figure 2.4).

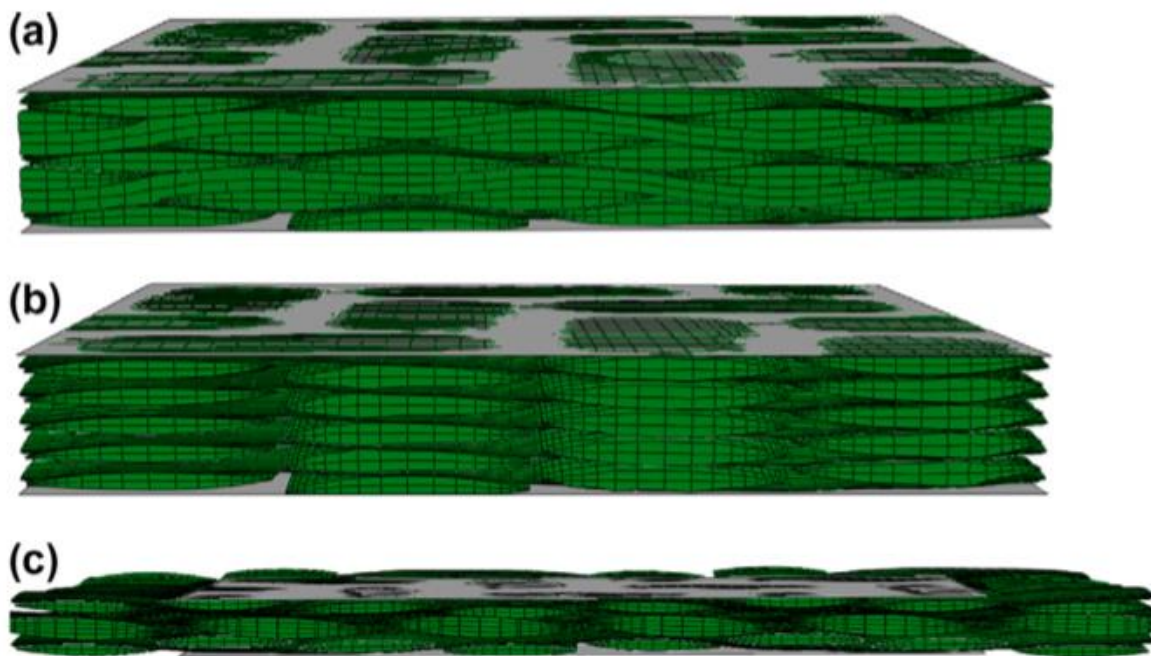


Figure 2.3 : Géométrie d'un renfort fibreux compacté : (a) 5 plis parallèles avec « *nesting* »; (b) 5 plis parallèles sans « *nesting* »; (c) 3 plis à  $0^\circ/45^\circ/0^\circ$  [17]

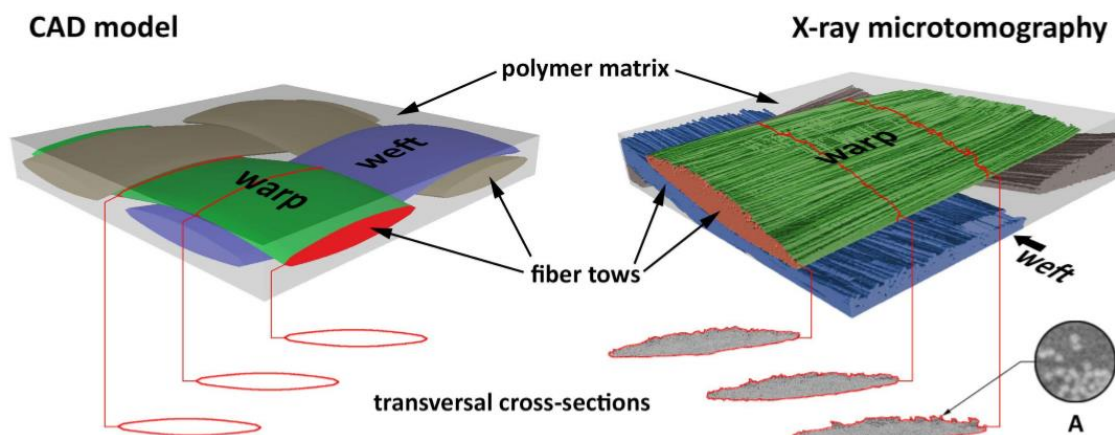


Figure 2.4 : Comparaison de deux modèles 3D d'un renfort textile : à gauche, un modèle géométrique créé par un logiciel de modélisation textile ; à droite, un modèle obtenu par microtomographie aux rayons X [20]

Afin de prédire avec plus de précision les déformations des torons, une géométrie plus réaliste du textile a été utilisée dans certaines études. Green et al. [21] ont présenté un modèle multi-chaine fondé sur la méthode des éléments finis (EF) (Figure 2.5), où chaque toron est modélisé par «  $n$  » éléments poutres. Le facteur «  $n$  » choisi est 61, qui correspond à un compromis entre la précision et le temps de calcul. Contrairement aux modèles EF, où la déformation du toron est obtenue par une loi hypo-élastique, ce type de modèle permet de représenter la déformation des torons par déplacement des éléments poutres. D'autres travaux [19] ont montré que les modèles d'éléments finis mésoscopiques fondés sur une géométrie idéalisée des torons surestiment considérablement la rigidité et la résistance, alors qu'une géométrie multi-chaine plus réaliste donne une correspondance beaucoup plus étroite avec les données expérimentales. Thompson et al. [22] ont ensuite adapté la méthode de Green et al. [21] pour un renfort tissé 2D en approfondissant les interactions complexes entre les éléments.

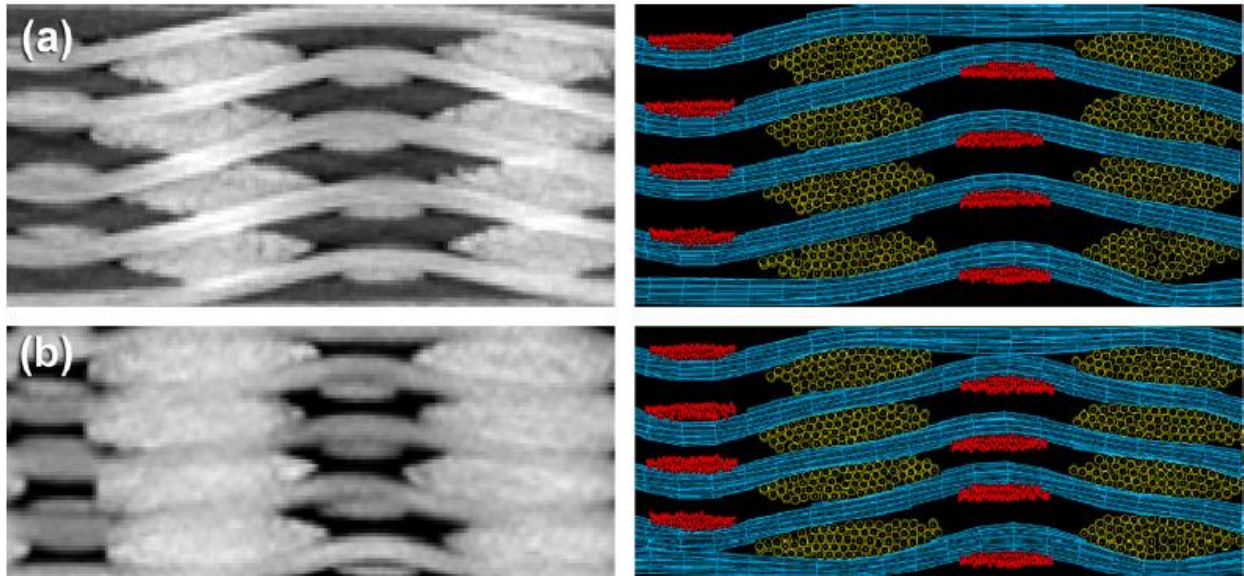


Figure 2.5 : Comparaison d'images de microtomographie (à gauche) avec les résultats du modèle multi-chaîne (à droite); (a) faible taux de compaction; (b) haut taux de compaction [21]

Des méthodes plus expérimentales peuvent être utilisées pour étudier l'impact de la compaction sur la structure textile. Vernet et al. [23] ont par exemple utilisé la microscopie afin de caractériser la taille des mésopores de cinq renforts 3D interlock dans le but de développer un modèle prédictif de perméabilité (Figure 2.6). Cette méthode présente l'intérêt de reposer sur la vraie géométrie des mésopores. Toutefois, elle requiert beaucoup de temps pour la préparation des échantillons. Pour chaque observation, l'échantillon doit être poli, puis observé au microscope. De plus, le traitement reste laborieux, car il faut rassembler les résultats pour chaque spécimen analysé et approximer la géométrie de chaque mésopore de l'échantillon.

À l'heure actuelle, dans le domaine des composites, de plus en plus d'études utilisent la microtomographie pour caractériser la structure textile du matériau. Un tel outil d'observation permet de suivre l'évolution de la géométrie réelle du renfort et d'étudier le phénomène de compaction sur des géométries non idéalisées obtenues à partir des données microtomographiques.

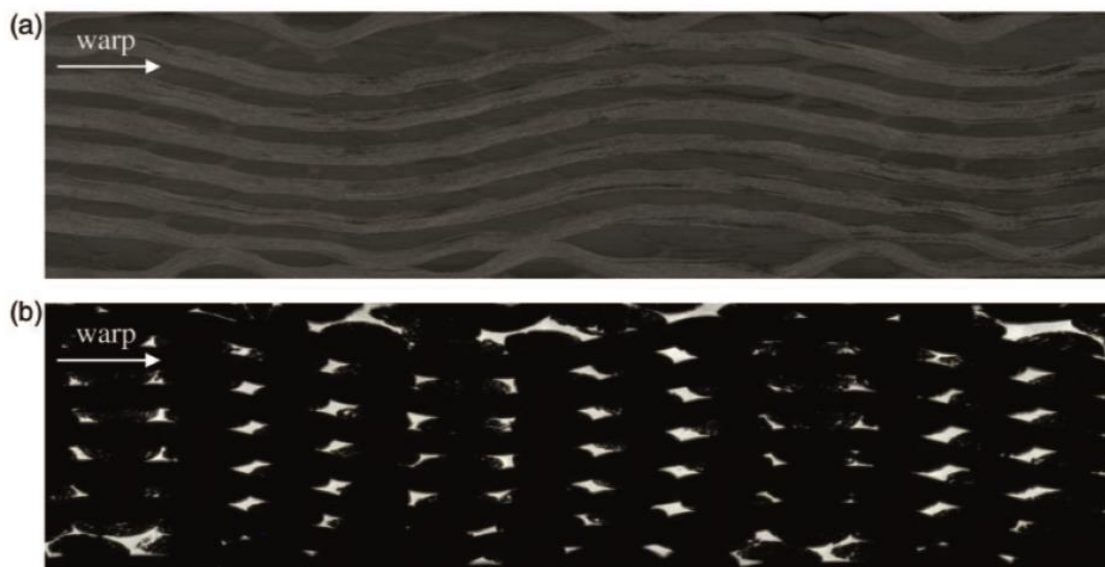


Figure 2.6 : Section d'un renfort fibreux interlock observé au microscope : (a) image originale; (b) image après traitement (seuillage des niveaux de gris) [23]

## 2.2 Microtomographie aux rayons X

Après avoir été utilisée dans le domaine médical, la microtomographie aux rayons X est utilisée depuis quelques années pour caractériser la structure textile du composite. La porosité et la microstructure doivent être connues pour prédire la performance du matériau et simuler sa mise en œuvre. La microtomographie est une technique d'imagerie qui permet la visualisation non destructive de la microstructure d'un matériau composite ou d'un renfort fibreux, en fournissant des images 3D à haute résolution. Dans cette partie, le principe de base de la microtomographie à rayons X ainsi que les étapes permettant d'obtenir des images exploitables pour étudier la microstructure des échantillons analysés seront présentés.

### 2.2.1 Principe de la microtomographie aux rayons X

L'observation interne d'une structure textile dans un composite à fibres longues, sans avoir recourt à sa destruction, est possible depuis plusieurs années à l'aide de la tomographie par rayons X. Cette

technique d'analyse 3D relativement récente [24, 25] fournit une image volumique de la répartition du coefficient d'absorption linéaire des rayons X et repose sur l'observation d'un champ de contrastes lié à une ou plusieurs caractéristiques internes de la matière [26]. Le principe de Beer-Lambert pour un faisceau photonique d'énergie  $E$  s'énonce comme suit :

$$\frac{N_1(E)}{N_0(E)} = \exp \left[ - \int_s \mu(s) ds \right]$$

où  $N_0$  est le nombre de photons incidents,  $N_1$  le nombre de photons transmis,  $s$  le trajet parcouru par les rayons et  $\mu$  le coefficient d'absorption du matériau.

Faire traverser une structure opaque par des rayons X permet d'obtenir une image bidimensionnelle représentant la densité intégrée du matériau le long de la direction d'émission des rayons X. Par conséquent, pour réaliser l'acquisition volumique d'une structure, il suffit de la placer sur un support rotatif et d'effectuer une radiographie à chaque incrément (très faible) jusqu'à avoir effectué un tour complet de la structure. Chacune des radiographies représente un champ de densité intégrée correspondant à la même structure. À partir de cette séquence d'images de projection, la carte du coefficient local d'absorption en tout point de l'échantillon pourra être reconstruite (méthode de rétro-projection) [27].

Les microtomographes comprennent tous une source, une plateforme en rotation où est fixé l'échantillon et enfin, un détecteur. Le détecteur en silicium amorphe convertit les rayons X qu'il reçoit en lumière visible captée par une caméra CCD. Le détecteur possède une dimension fixe (en pixels) de sorte que les images de projection sont toujours constituées du même nombre de pixels. La source de rayons X étant conique, la résolution est ajustée en plaçant l'échantillon plus ou moins proche de la source (Figure 2.7). Ainsi, plus l'échantillon est petit, plus il peut être placé proche de la source de rayons X pour maximiser la résolution (i.e., minimiser la distance équivalente à un pixel). Il est par ailleurs très important de s'assurer avant l'observation que l'ensemble de l'échantillon reste dans le champ de vision du détecteur pour tous les angles d'observation afin de ne pas perdre de l'information lors de la reconstruction du volume observé.

La durée d'acquisition d'une seule image est proportionnelle au rapport entre l'énergie délivrée par la source des rayons X, la densité du matériau à étudier ainsi que de la taille de l'échantillon. Une

seule radiographie étant en moyenne obtenue au bout de plusieurs secondes, un scan peut durer quelques minutes, voire plusieurs heures.

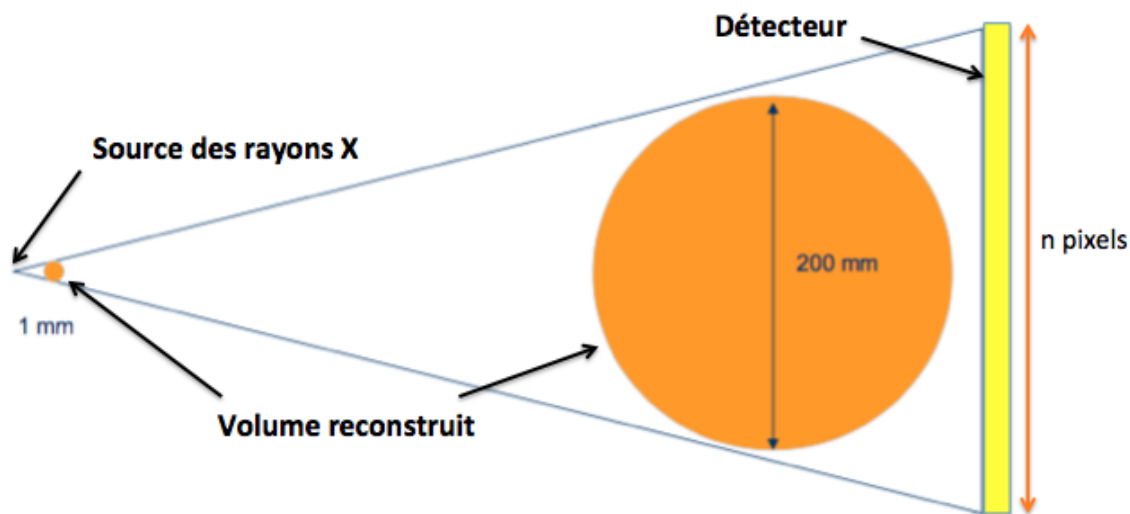


Figure 2.7 : Schéma explicatif de l'influence de la taille de l'échantillon sur la résolution de l'appareil

## 2.2.2 Reconstruction des images

À l'aide d'une transformation mathématique, il est possible de reconstruire un volume en trois dimensions en attribuant des valeurs du coefficient d'absorption à partir d'une série de radiographies 2D prises suivant différents angles. Chaque voxel (pixel en 3D) du volume reconstitué est projeté sur le pixel d'une image de projection. (Figure 2.8). Par la suite, l'intensité du pixel est ajoutée au voxel et ceci est répété pour toutes les images de projection. C'est la méthode dite de rétro-projection. L'analyse nécessite donc plusieurs centaines de radiographie 2D pour ne pas avoir de voxel manquant dans le volume reconstitué. Ainsi, pour environ 3000 images, chaque voxel est traité 3000 fois. Une fois le volume reconstruit, il est retranché selon un des axes du volume. Une séquence d'images en niveaux de gris est alors obtenue. Après reconstruction, les images microtomographiques peuvent voir leur contraste et leur résolution dégradés par des artefacts formés résultant de la nature de l'échantillon, de la source de rayons X ou de la

reconstruction du volume observé. Ces artefacts peuvent réduire la précision de l'analyse (voir Annexe A).

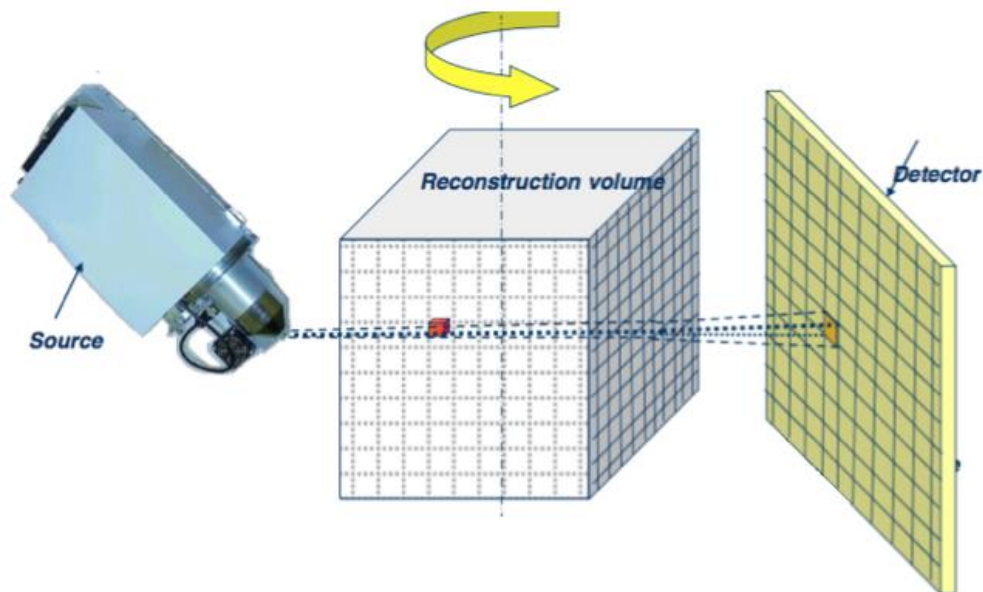


Figure 2.8 : Description du principe de reconstruction d'un volume observé par microtomographie

### 2.2.3 Outils de base en traitement d'images

L'obtention des images n'est pas suffisante en soi. Il faut aussi traiter les images microtomographiques pour étudier la microstructure des échantillons caractérisés. Dans cette section, quelques-unes des principales techniques de traitement d'images sont présentées.

#### Seuillage des niveaux de gris

La méthode de seuillage (en anglais « *thresholding* ») est certainement l'approche la plus populaire pour identifier les différentes phases du matériau sur l'image (segmentation). Elle consiste à effectuer une segmentation de l'histogramme des niveaux de gris de l'image en trouvant une valeur seuil. Ainsi, pour une image en 8-bits (256 nuances de gris), un pixel ayant une valeur supérieure au seuil prendra la valeur 255 (blanc). Si sa valeur est inférieure, il prendra la valeur 0 (noir). Un

exemple est représenté sur la Figure 2.9. Cette méthode a été employée dans de nombreux articles [28-30].

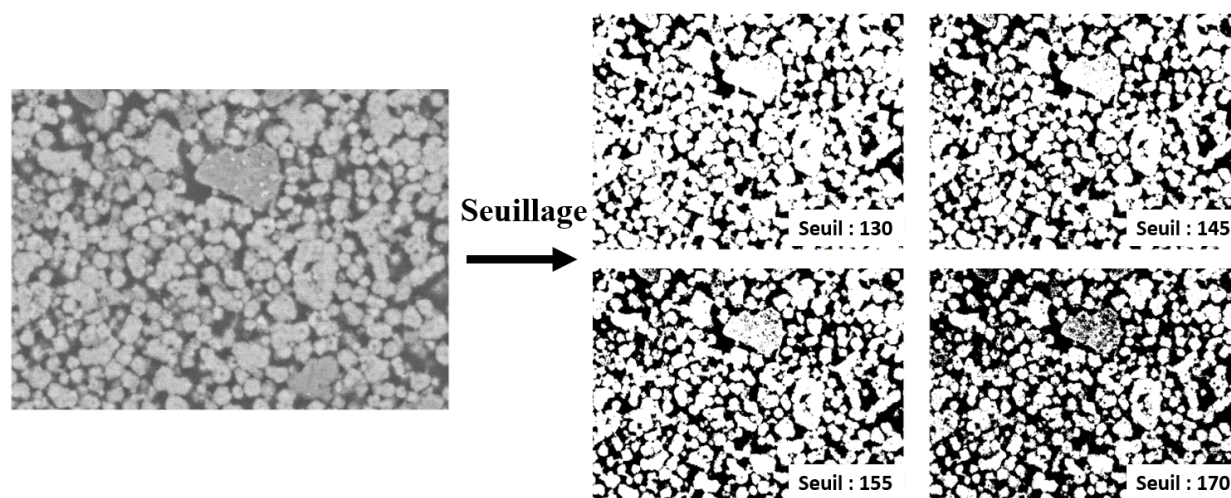


Figure 2.9 : Segmentation par seuillage d'une image pour différentes valeurs du seuil

Le principal inconvénient de cette méthode est que l'information spatiale des pixels n'est pas considérée, ce qui signifie que la structure des objets potentiellement présents dans l'image n'est pas prise en compte dans la segmentation. Certes, cette méthode permet de séparer les phases de densités différentes, mais sans séparer les torons en cas de contact. Enfin, la séparation des niveaux de gris se fait souvent de manière arbitraire et repose sur le jugement de l'utilisateur (voir Figure 2.9). Ceci empêche d'estimer l'erreur de segmentation. Pour pallier cet inconvénient, l'algorithme d'« Otsu » fondé sur l'histogramme local peut être utilisé pour obtenir automatiquement la valeur du seuil [31]. Le seuillage permet donc de faire une étude quantitative des phases en présence, et donc d'obtenir le taux de fibres ou le taux de porosité d'un échantillon.

### Détection des contours

En traitement d'images, l'identification automatique d'objets est une opération très importante. La détection de contour est un des outils les plus utilisés. Un contour représente la frontière qui sépare deux objets ou l'objet constituant le fond de l'image. Il est souvent caractérisé par une variation



brusque de l'intensité des pixels. Cet outil repose sur l'étude des dérivées de la fonction d'intensité dans l'image. L'extraction des contours permet d'identifier des objets et de réduire le volume d'information en étudiant uniquement la zone détectée. Une fois les contours déterminés, ils peuvent être utilisés dans le but de faire de la reconnaissance de formes ou de la classification d'objets, mais ils sont également indispensables pour la reconstruction tridimensionnelle d'un élément solide.

### **Opérations de morphologie mathématique**

Les techniques de morphologie mathématique sont souvent utilisées en traitement d'images [32]. Les deux principales opérations morphologiques sur les images sont l'érosion et la dilatation. Dans leur forme la plus usuelle et la plus utile dans nombre d'applications, ces opérations transforment les images en analysant un petit domaine autour de chaque point, défini par la translation d'un ensemble appelé élément structurant. Lorsque le centre de l'élément structurant parcourt le contour de l'objet, le résultat de l'érosion est l'ensemble des pixels de l'objet non recouverts par l'élément structurant. Cette opération diminue donc la taille des objets, sépare des objets en contact ou fait disparaître des détails (Figure 2.10). La dilatation correspond à l'ensemble des pixels de l'élément structurant et de l'objet. Cette opération permet donc d'augmenter la taille de l'objet, de boucher les trous et de simplifier la géométrie (Figure 2.10).

Deux autres opérations fondées sur une combinaison des précédentes sont aussi utilisées pour modifier ou corriger la géométrie des objets. La fermeture est obtenue en appliquant une dilatation suivie d'une érosion (Figure 2.10). Comme son nom l'indique, cette transformation permet de remplir les trous et peut connecter les objets proches. L'ouverture, quant à elle, consiste à effectuer une érosion suivie d'une dilatation (Figure 2.10). Cette opération permet de supprimer le bruit ainsi que les objets de taille négligeable.

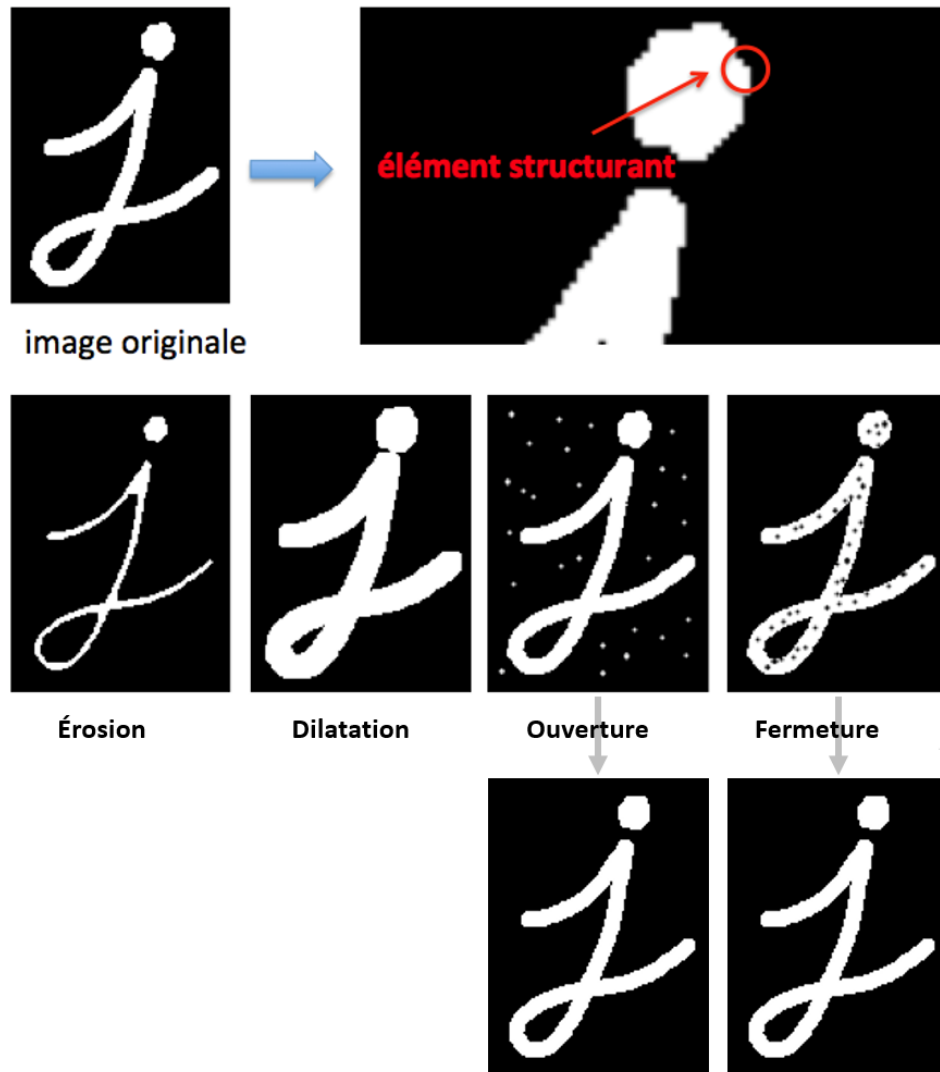


Figure 2.10 : Exemples d'opérations de base de morphologie mathématique [33]

## 2.3 Caractérisation de la structure des matériaux composites

### 2.3.1 Applications de la microtomographie aux rayons X pour étudier les composites

Depuis une dizaine d'années, la technique de microtomographie aux rayons X est utilisée pour caractériser la microstructure des matériaux denses ou poreux. Par exemple, elle a été utilisée par

de nombreux chercheurs dans le domaine de la fabrication additive [34, 35] dans le but d'analyser la qualité des pièces. En effet, le déploiement des procédés de fabrication additive demande d'assurer la qualité des pièces, notamment pour garantir l'absence de défauts internes. Certains défauts proviennent de porosités dans la charge de poudre. De ce fait, la quantification de cette porosité est cruciale pour comprendre la source potentielle des défauts. Du fait de la très petite taille des porosités, la microtomographie aux rayons X permet leur visualisation ainsi que leur étude quantitative. Cette approche a également été utilisée pour étudier d'autres types de matériaux poreux comme dans l'article d'Ushizima et al. [36] qui étudie des sédiments. Evans et al. [37] utilise la microtomographie pour observer l'injection du bois par un adhésif, ainsi que la distribution des différentes phases en présence et analyser l'évolution de l'imprégnation.

Cette technique d'observation est également employée pour caractériser les matériaux composites. En effet, le nombre d'articles consacrés à l'étude des composites par microtomographie aux rayons X est en très forte augmentation dans la littérature scientifique. Quelques-uns de ces articles sont analysés dans cette section. Le travail de Dunkers et al. [38] est une des premières études de microtomographie appliquée aux matériaux composites. Dans cet article, la microtomographie aux rayons X est comparée à l'OCT (tomographie en cohérence optique) pour caractériser la structure d'un renfort de fibres de verre unidirectionnel dans le but de prédire sa perméabilité. Dans l'article de Schell et al. [39], la même approche est utilisée avec un traitement approfondi pour extraire la structure du renfort et identifier les vides présents dans l'échantillon. Les travaux de Bale et al. [40] traitent des irrégularités de structure d'un renfort textile 3D en céramique. Il étudie la position des sections des torons ainsi que de leur surface en utilisant une détection manuelle des sections des torons. Le même genre d'analyse est réalisé par Vanaerschot et al [28]. Le traitement d'images dans ces deux articles est principalement manuel, ce qui reste très coûteux en temps.

Ferré Sentis et al. [41] ont étudié l'impact de la compaction sur la taille et la répartition des pores dans des échantillons SMC (« *Sheet Moulding Compound* ») non polymérisés. La microtomographie peut ainsi être utilisée pour caractériser un procédé. Les observations de l'échantillon sont effectuées à des taux de compaction croissants pour étudier l'évolution de la porosité de l'échantillon (Figure 2.11). Un autre emploi de la microtomographie aux rayons X a été présenté par Latil et al. [42]. Dans cet article, un toron de fibres très épaisses imprégné par de l'huile est étudié. Grâce au diamètre important des fibres, la géométrie et le déplacement des fibres ainsi que la migration du fluide sont observés pour différents niveaux de compaction. Cette étude

apporte un éclairage sur les phénomènes gouvernant les mécanismes de compression des renforts tissés.

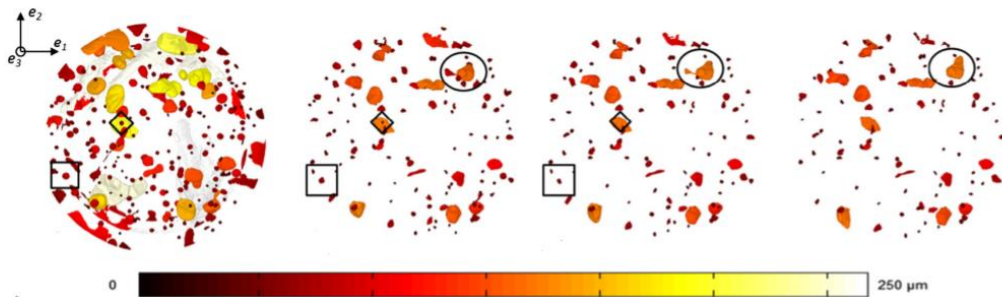


Figure 2.11 : Répartition des porosités dans un échantillon SMC pour différents taux de compaction [41]

Une autre application de la microtomographie porte sur la caractérisation des fissures pour mieux comprendre les mécanismes d'endommagement. Dans l'article de Rolland et al. [43], plusieurs essais de traction sont effectués sur une éprouvette (courtes fibres de verre) soumise à des chargements croissants (à l'aide d'un dispositif in-situ de traction) pour étudier l'évolution et l'apparition des zones d'endommagement en fonction de l'orientation des fibres et de l'humidité présente dans l'échantillon.

Plus récemment, de plus en plus d'articles portent sur la reconstruction mésoscopique de la géométrie réelle tridimensionnelle d'un renfort dans le but d'effectuer des simulations de compaction ou d'injection ([20, 44-48]). Une présentation plus détaillée de certaines de ces méthodes est effectuée dans la section suivante.

### 2.3.2 Reconstruction d'une structure textile à partir de données microtomographiques

Une étude précise de la compaction d'un renfort fibreux à partir des données obtenues à l'aide de la microtomographie reste un défi. La reconstruction de la structure mésoscopique de l'échantillon est une approche intéressante pour mieux comprendre les phénomènes de restructuration du renfort

fibreux. À cette fin, les pixels des images sont étudiés et les images sont partitionnées en un ensemble de régions connexes : c'est l'opération de segmentation. Dans cette partie sont présentées des méthodes de segmentation d'objets employées dans la littérature pour identifier et différencier les torons présents sur les images issues de la microtomographie. Chaque toron est reconstruit à partir de ces sections pour obtenir un modèle 3D de l'architecture textile du renfort sec. Ce modèle permettra, par la suite, d'étudier l'évolution de la structure des renforts fibreux sous compaction ou sera maillé pour réaliser des analyses mécaniques ou des simulations d'injection.

### **Reconstruction fondée sur une segmentation par texture**

L'identification de la géométrie d'un renfort fibreux à partir des données microtomographiques est difficile en raison de l'architecture complexe des renforts fibreux, de la déformation des torons et des contacts entre les torons présents dans l'échantillon. L'utilisation d'une segmentation par seuillage reposant uniquement sur le coefficient d'atténuation du matériau (nuances de gris des images) ne permet pas de détecter la structure de l'échantillon. Naouar et al. [45] utilisent une segmentation automatique par texture pour identifier les torons. En effet, les torons étant composés de plusieurs milliers de filaments fibreux, les sections de torons d'orientation différente (trame, chaîne et fil de couture) ne sont pas similaires : elles possèdent des textures différentes. La segmentation par texture est effectuée à l'aide d'une matrice de cooccurrence de niveaux de gris [49], qui étudie la fréquence de répétition de groupes de pixels (Figure 2.12a). Quelques opérations morphologiques sont également utilisées pour essayer de pallier les erreurs de segmentation par texture, mais aucune étude n'a été effectuée pour déterminer l'erreur de ces manipulations (Figure 2.12b). Pour utiliser cette segmentation, la résolution des images de microtomographie doit être suffisamment élevée pour permettre la détection des différentes textures. En utilisant les points des contours obtenus, chaque toron est reconstruit à partir de ses sections, puis est maillé en utilisant l'algorithme de Delaunay (Figure 2.13).

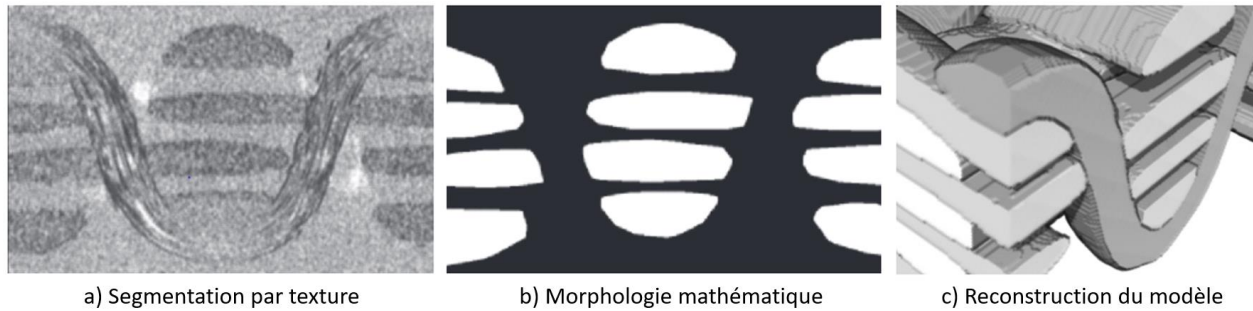


Figure 2.12 : Reconstruction avec la segmentation par texture [45]

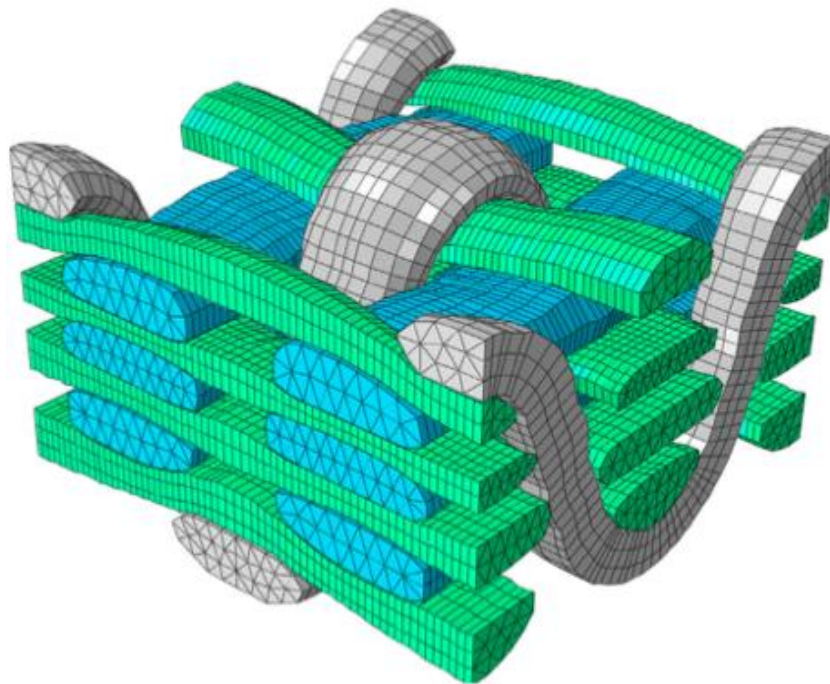


Figure 2.13 : Reconstruction d'un modèle maillé 3D d'un renfort orthogonal [45]

### **Reconstruction fondée sur l'emploi d'un tenseur de structure**

Plusieurs travaux [44, 46, 47] ont utilisé une méthode de détection fondée sur l'orientation des torons. Par exemple, l'approche de Straumit et al. [46] est fondée sur le calcul d'un tenseur de structure, un concept issu du traitement d'images. Une présentation avancée de ce concept est faite dans la thèse de AKL [50]. L'étude de ce tenseur permet de déterminer l'orientation des fibres et le degré d'anisotropie locale d'une série d'images. Ces deux données ainsi qu'une moyenne du

niveau de gris sont assignées à chaque voxel. Par la suite, l'étape de segmentation consiste à identifier la relation de chaque voxel avec un des composants de l'échantillon et à générer automatiquement une reconstruction représentative de l'échantillon caractérisé (Figure 2.14).

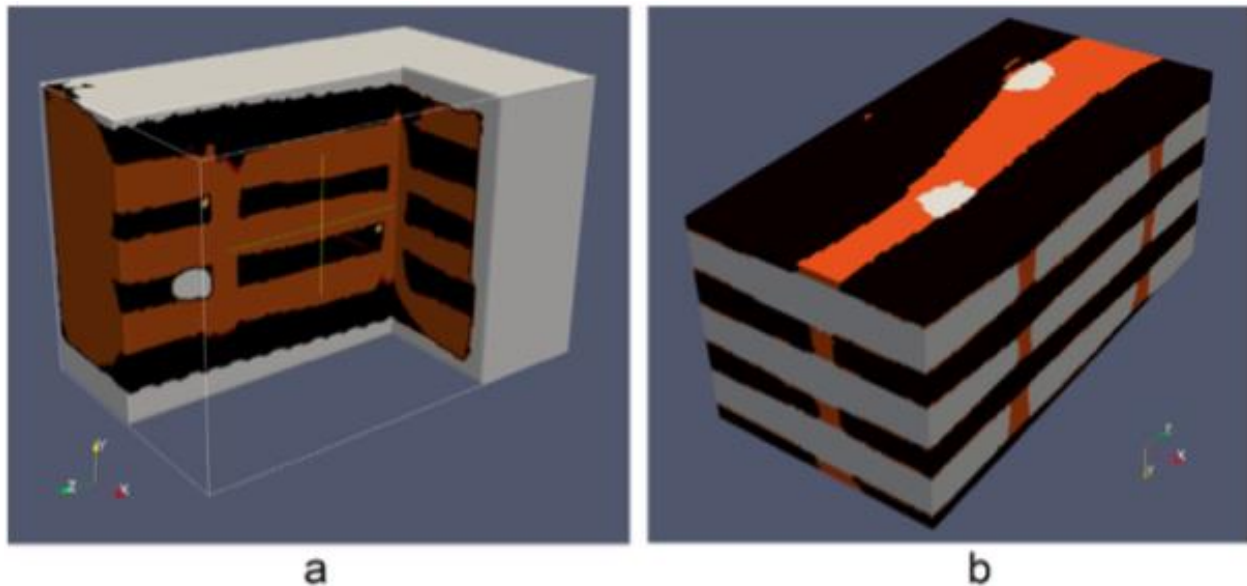


Figure 2.14 : Modèles voxelisés après segmentation : (a) segmentation fondée sur le degré d'anisotropie et le niveau de gris moyen ; (b) segmentation reposant sur le degré d'anisotropie et la composante  $z$  de l'orientation du voxel [46]

### **Reconstruction par krigeage fondée sur une segmentation avec algorithme d'apprentissage**

Une approche différente a été utilisée par Madra et al. [20] pour reconstruire un modèle maillé d'une structure textile réelle 2D. Pour détecter les sections des torons, la méthode proposée repose sur l'algorithme d'apprentissage « *Fast Random Forest* » qui est entraîné manuellement et calcule la probabilité pour qu'une région de l'image corresponde à une zone recherchée. L'outil utilisé est le plugin « *Trainable Weka Segmentation* » du logiciel de traitement d'images FIJI du domaine public [51]. Pour la reconstruction des torons, le krigeage paramétrique est utilisé pour interpoler les points des contours et construire une représentation surfacique 3D des torons (Figure 2.15). En

effet, le krigeage est un outil général de modélisation de formes géométriques permettant de prendre en compte la configuration moyenne d'un objet géométrique avec un niveau de précision réglable. L'avantage d'une telle approche réside dans la fiabilité du modèle obtenu avec la géométrie réelle du renfort fibreux.

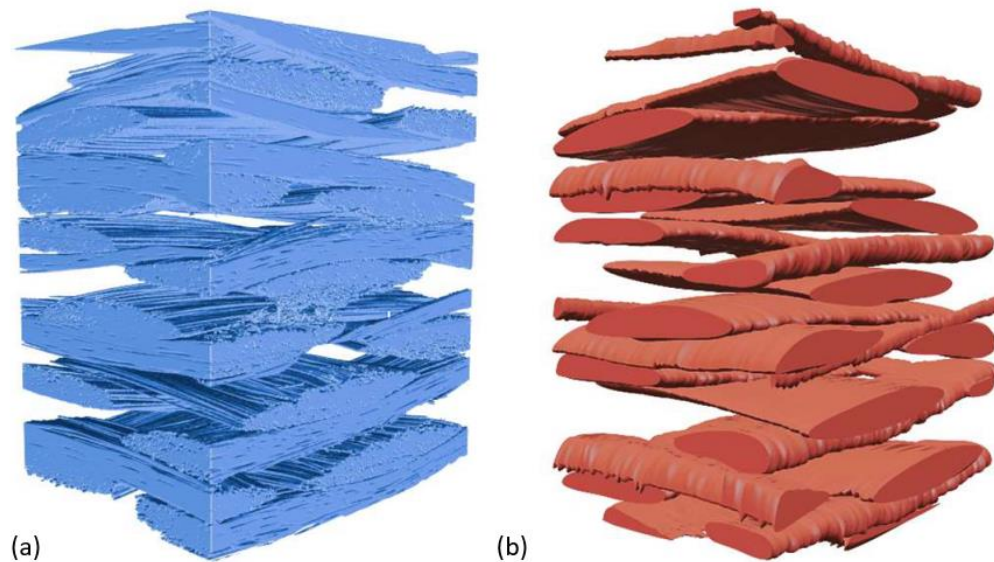


Figure 2.15 : Reconstruction de la structure textile : (a) données microtomographiques non traitées; (b) structure textile krigée [20]

## 2.4 Conclusion

Dans ce chapitre, les phénomènes de compaction des renforts fibreux ont été brièvement décrits et discutés. Il est clair que ces phénomènes restent complexes et qu'à l'heure actuelle, la plupart des études s'intéressent plutôt aux performances mécaniques et non à la restructuration du renfort fibreux. La microtomographie étant de plus en plus utilisée pour étudier la structure des matériaux poreux, elle semble adaptée pour réaliser cette étude. Les principes de base de cette méthode d'observation ont été présentés. Même si les dimensions de l'échantillon restent limitées, certaines caractéristiques importantes comme la géométrie de la chaîne et de la trame d'un renfort textile peuvent être obtenues à l'aide de l'analyse microtomographique. Tel que discuté précédemment,



de nombreuses méthodes de segmentation existent. Cependant, en raison du grand nombre de renforts fibreux différents, toutes ne sont pas utilisables pour tous les types d'échantillon. Dans cette maîtrise, une méthode est développée pour observer l'évolution de la structure de tissus secs à partir d'images tridimensionnelles obtenues par microtomographie.

## **CHAPITRE 3 ÉVALUATION DU POTENTIEL DE LA MICROTOMOGRAPHIE POUR LA CARACTÉRISATION DE RENFORTS FIBREUX SECS**

### **3.1 Introduction**

Lors de la fabrication de pièces composites, le renfort fibreux est compacté pour atteindre le taux de fibres souhaité qui détermine les propriétés finales de la pièce. Étudier l'effet de la compaction sur la double échelle de porosité d'un renfort fibreux permet de mieux comprendre les détails de la phase d'injection de la résine à travers le renfort fibreux. La microtomographie aux rayons X est une méthode de caractérisation de plus en plus utilisée pour étudier la structure des matériaux composites. L'objectif de ce travail est d'employer cette méthode d'analyse pour observer l'évolution de la porosité des renforts fibreux pendant l'étape de compression lors de la mise en forme du composite.

Dans ce chapitre, un premier dispositif in-situ de compaction pour installation dans un microtomographe est développé pour effectuer des observations préliminaires sur un échantillon textile pour différents niveaux de compaction. Ces essais préliminaires visent à évaluer le potentiel de la microtomographie pour observer la double échelle de porosité des tissus fibreux et l'influence de la compaction sur la porosité du renfort. Il faut déterminer la taille des échantillons et la résolution de l'appareil qui permettront de procéder à une analyse quantitative des mésopores du tissu, sachant qu'il faudra faire un compromis sur les micropores dont l'observation demanderait une résolution trop fine. A partir des observations obtenues à la suite de cette étude préliminaire, un nouveau dispositif sera développé au chapitre suivant.

### **3.2 Conception du dispositif in-situ de compaction**

#### **3.2.1 Analyse générale des besoins**

L'idée principale de la conception d'un dispositif de compaction est d'effectuer des observations

de renforts fibreux au microtomographe pour étudier leur restructuration en fonction du taux de fibres. Le dispositif est entièrement conçu et fabriqué pour installation à l'intérieur du microtomographe à rayons X, XT H 225 de Nikon, disponible à l'École Supérieure de Technologie à Montréal (ÉTS). Le montage permettra de faire varier l'épaisseur de l'échantillon à température ambiante (25 °C) et d'observer in situ l'évolution de la microstructure pour les différents types de renforts utilisés dans les composites à haute performance. Un certain nombre de besoins fonctionnels sont identifiés pour concevoir ce dispositif. Un cahier des charges détaillé a été préparé. Il est décrit dans cette section.

- **Mesure de microtomographie**

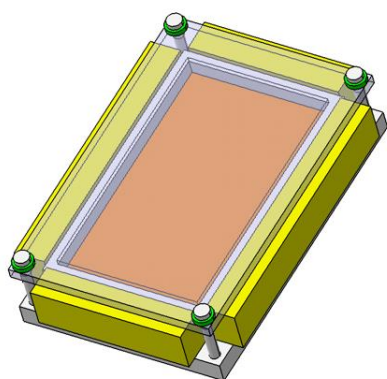
Comme indiqué dans le Chapitre 2, la microtomographie est une méthode d'observation fondée sur l'atténuation des rayons X émis. Il est donc impératif que le matériau du dispositif soit moins dense que l'échantillon pour une observation adéquate et pour obtenir une bonne qualité d'image, c'est-à-dire un bon contraste des phases et peu d'artefacts (Annexe A). L'encombrement du dispositif dans la chambre d'observation du microtomographe ainsi que sa masse doivent également être pris en compte. En effet, la chambre d'observation du microtomographe permet au maximum d'accueillir un dispositif d'environ 25 cm de diamètre et 40 cm de hauteur. La platine rotative peut supporter un poids de 15 kg.

- **Compaction de l'échantillon**

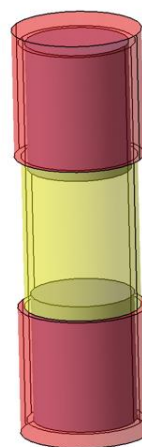
Étant donné la dépendance de la taille des pores avec le niveau de compression du renfort, il est nécessaire de pouvoir imposer différents taux de fibres à un même échantillon. Ainsi, l'évolution morphologique des porosités et la structure de l'échantillon pourront être étudiées en fonction de la compaction du renfort. Un changement d'épaisseur uniforme doit être imposé à l'échantillon de la plus simple manière possible.

Deux idées ont été proposées pour compacter l'échantillon. La première configuration est un dispositif rectangulaire, composé de deux plaques qui vont compacter l'échantillon à l'aide de quatre écrous situés sur les extrémités (Figure 3.1). À première vue, cette approche ne permet pas d'assurer facilement une parfaite horizontalité de la surface supérieure de l'échantillon. La seconde

est une configuration cylindrique avec un échantillon disque placé horizontalement. Un avantage de la seconde configuration réside au niveau de l'uniformité de la compaction de l'échantillon et donc du contrôle du taux de fibres. Un autre avantage de cette configuration est aussi relié à la microtomographie. En effet, le volume caractérisé lors d'une mesure microtomographique étant un cylindre, cette configuration permettrait d'exploiter au maximum le volume observé. Toutefois, un des inconvénients d'un tel dispositif est le cisaillement provoqué par la rotation des bouchons qui entraînent les cales, ce qui pourrait altérer l'échantillon.



**a) Dispositif rectangulaire**



**b) Dispositif cylindrique**

Figure 3.1 : Présentation des configurations possibles du dispositif in-situ préliminaire de compaction

- **Taille de l'échantillon**

Le dispositif doit permettre de caractériser de plusieurs renforts avec des structures textiles différentes. Or l'architecture de chaque renfort est caractérisée par son Volume Élémentaire Représentatif (VER). La taille du dispositif, et donc de l'échantillon, doit être choisie pour observer le plus grand nombre possible de VER afin de prendre en compte la variabilité du renfort. Le

nombre de VER, et donc la taille de l'échantillon, doivent être considérés. Toutefois, cette taille sera limitée par la résolution requise pour observer la structure du renfort avec le microtomographe.

- **Résolution**

Un autre paramètre important est la résolution maximale des images obtenues. En effet, l'objet observé doit être contenu au complet dans le cône du faisceau, c'est-à-dire dans le champ de vision du détecteur. La dimension du dispositif joue un rôle important. Pour avoir une idée de cette résolution, un calcul très simple est utilisé : comme indiqué dans la Section 2.2.2, la résolution est déterminée en divisant la largeur ou le diamètre de l'échantillon par la largeur en pixels des images de projection microtomographiques qui est de 1521 pixels pour l'appareil utilisé. Par exemple, pour un dispositif d'un diamètre de 20 mm, une résolution d'environ 13  $\mu\text{m}$  peut être envisagée.

### 3.2.2 Description du dispositif préliminaire

Le dispositif préliminaire a été fabriqué à partir de l'analyse précédente des besoins. Il s'agit d'un cylindre de diamètre intérieur 32 mm. Il a été fabriqué à partir d'éléments de plomberie usuels en polymère « ABS ». L'échantillon, constitué de plusieurs plis circulaires, de même diamètre intérieur que le dispositif, est compacté uniformément à l'aide de bouchons filetés situés aux deux extrémités du cylindre et de cales (Figure 3.2). Pour remédier au cisaillement de l'échantillon, des vis sont ajoutées aux cales dans le but de bloquer leur rotation lors de la compaction. L'épaisseur de l'échantillon est imposée en vissant les bouchons du dispositif. Le nombre de plis et l'épaisseur des cales sont choisis de façon à pouvoir faire varier le taux de fibres dans la plage usuelle des composites à haute performance, soit entre 40% et 60%. L'équation suivante est utilisée à cette fin :

$$V_f = \frac{n * m_s}{h * \rho}$$

où  $n$  est le nombre de pli,  $m_s$  la masse surfacique,  $\rho$  la masse volumique et  $h$  l'épaisseur de l'échantillon.

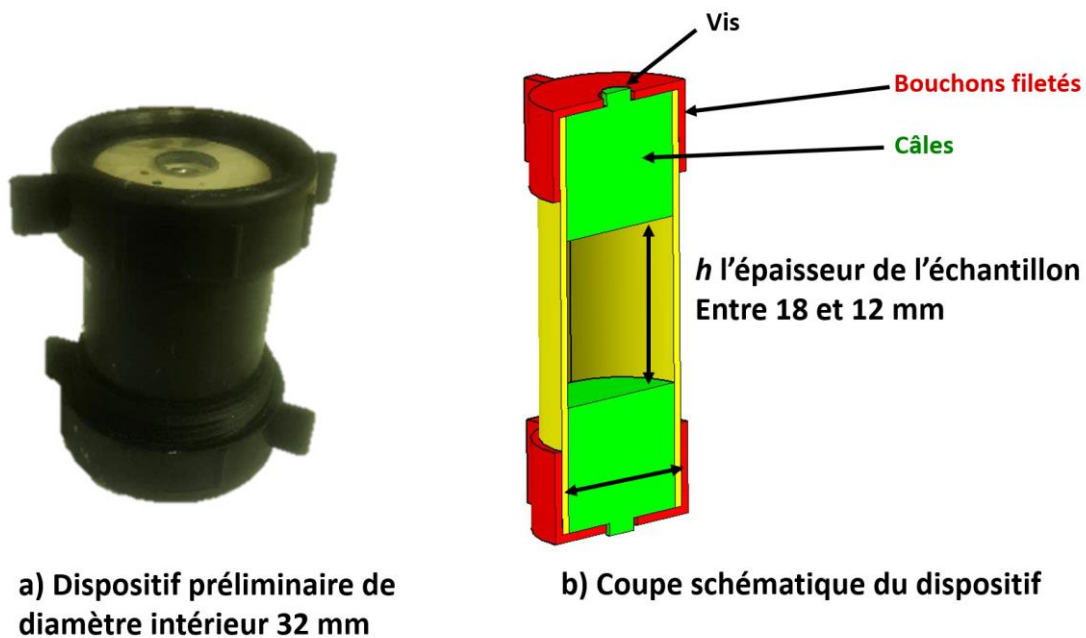


Figure 3.2 : Présentation du dispositif de compaction préliminaire

### 3.3 Protocole expérimental

#### 3.3.1 Préparation de l'échantillon

Les essais préliminaires présentés dans ce chapitre sont effectués avec le renfort 3D orthogonal en fibres de verre TG96N60E commercialisé par la société Texonic, St-Jean-sur-Richelieu (Québec). Les caractéristiques du tissu sont répertoriées dans le Tableau 3.1. Ce tissu 3D orthogonal est constitué de trois couches de torons de « chaîne » et de 4 couches de torons de « trame » entrelacées avec des torons transversaux (Figure 3.3a).

L'échantillon étudié est constitué d'un empilement de 6 plis de ce renfort fibreux. Des plis circulaires de diamètre 32 mm ont été découpés dans des rouleaux du tissu en utilisant un poinçon et une presse hydraulique (Figure 3.4). Chacun d'entre eux a été très soigneusement manipulé pour éviter de perturber les torons sur les bords et d'altérer les plis pendant leur découpe et mise en place dans le dispositif.

Tableau 3.1 : Caractéristiques du renfort TG96N60E

Nom tissu	Structure	Nature des fibres	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	Masse surfacique (kg/m <sup>2</sup> )	Masse linéique des torons (10 <sup>-6</sup> kg/m)	Torons/cm
TG96N60E	Orthogonal	Verre	2550	3,250	Chaîne : 1100 Trame : 1100 Fil liant : 275	Chaîne : 2.3 Trame : 3,4 Fil liant : 2.3

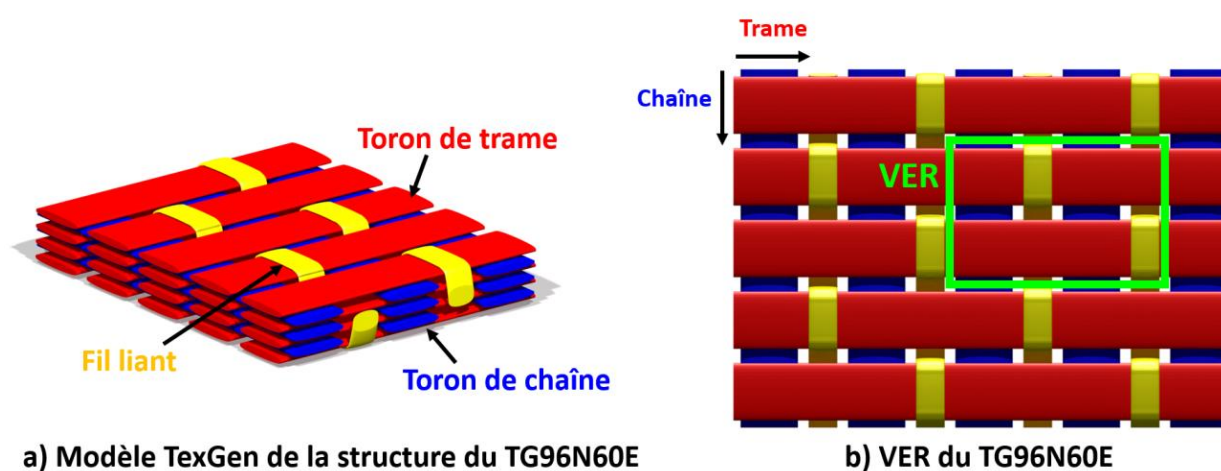


Figure 3.3 : Présentation de l'échantillon TG96N60E : (a) modèle simplifié de la structure mésoscopique du TG96N60E; (b) représentation du VER

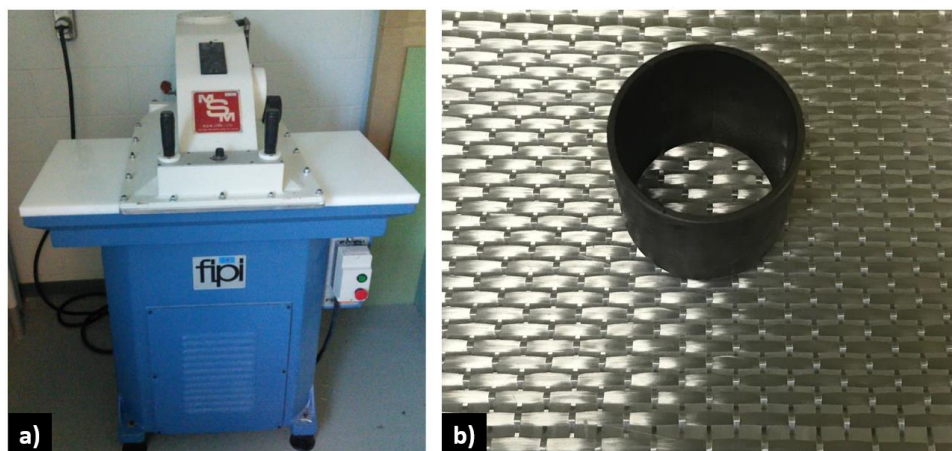


Figure 3.4 : (a) presse hydraulique, (b) poinçon

### 3.3.2 Observations microtomographiques

Des observations ont été effectuées pour deux niveaux de compaction différents. Dans la première mesure, l'échantillon est maintenu à un taux de fibres proche du taux de fibres initial du renfort. Dans la deuxième mesure, l'échantillon est compacté à l'aide du dispositif pour observer l'effet de la compaction sur la structure du renfort. Lors de la compaction, il faut empêcher la rotation des cales pour éviter de cisailier l'échantillon, car ceci risquerait non seulement de le dégrader, mais également de fausser la comparaison entre les observations d'un même échantillon pour différents taux de fibres. Par ailleurs, du fait du comportement viscoélastique des renforts fibreux, il y a restructuration des échantillons après compaction. L'observation est donc effectuée après relaxation de l'échantillon pendant environ 30 minutes.

Les paramètres d'acquisition des observations microtomographiques sont les suivants : 2635 projections, une tension et une intensité du faisceau de rayons X de 120 kV et 58  $\mu$ A et un temps d'acquisition de 3 h 30. Les images tridimensionnelles de la structure interne de l'échantillon sont obtenues en utilisant les algorithmes de reconstruction fournis avec le microtomographe. Le volume observé donne une image tridimensionnelle de 1306\*1394\*2000 voxels pour une résolution spatiale de 26,2  $\mu$ m (Figure 3.5).

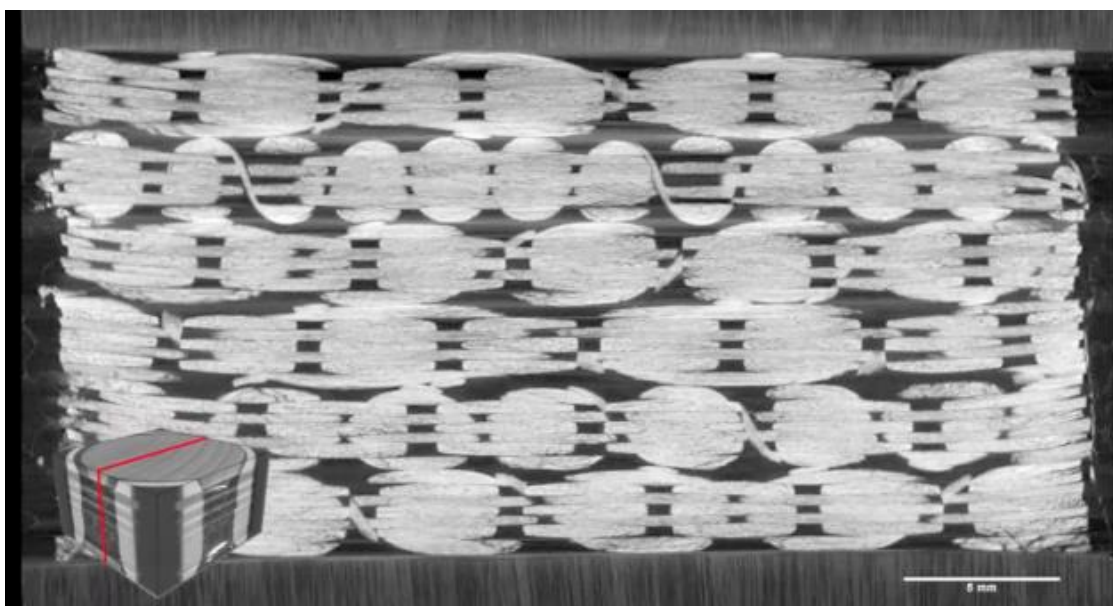


Figure 3.5 : Image de microtomographie pour une section de l'échantillon observé à un taux de fibres de 47,6% pour une résolution de 26,2  $\mu$ m



À partir des images microtomographiques acquises, l'épaisseur de l'échantillon est mesurée pour estimer de façon précise le taux de fibres du renfort pour les deux mesures présentées dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2 : Détails des observations microtomographiques préliminaires

<b>Observation</b>	<b>Épaisseur de l'échantillon</b>	<b>Taux de fibres estimé</b>
<b>Observation 1 : non compacté</b>	<b>16,06 mm</b>	<b>47,6%</b>
<b>Observation 2 : compacté</b>	<b>14,2 mm</b>	<b>53,9%</b>

### **3.4 Études préliminaires**

Des analyses sont effectuées sur les mesures préliminaires pour évaluer le potentiel de la microtomographie aux rayons X pour observer la double échelle de porosité des tissus fibreux et proposer d'éventuelles améliorations au dispositif préliminaire.

#### **3.4.1 Observations générales**

Comme indiqué précédemment, du fait du dispositif de compaction, les images microtomographiques obtenues sont d'une résolution de 26,2  $\mu\text{m}$ . Pour des observations à faible résolution, la microporosité ne semble pas visible. En effet, le diamètre d'une fibre de verre étant d'environ 15  $\mu\text{m}$ , un pixel peut contenir deux fibres sur les images de 26,2  $\mu\text{m}$  de résolution. Néanmoins, l'avantage de ces observations est que le volume observé représente environ 50 VERS de la structure. De ce fait, l'échantillon peut être considéré représentatif de la structure du renfort et il est possible d'étudier les mésopores.

Deux observations microtomographiques du même tissu, le TG96N60E, ont également été

effectuées précédemment avec des résolutions différentes dans le cadre de la thèse de MADRA [52]. Les détails de ces mesures sont présentés dans le Tableau 3.3 et la Figure 3.6.

La microporosité du milieu fibreux peut être étudiée avec une résolution de 2,6  $\mu\text{m}$ . Néanmoins, l'échantillon représente seulement un quart du VER de la structure textile du tissu. Avec un tel échantillon, une étude des mésopores semble impossible car le spécimen n'est pas assez grand pour être considéré comme représentatif de la structure générale du tissu. On ne peut pas non plus étudier sa variabilité.

Plusieurs conclusions peuvent être déduites de cette comparaison qualitative. Tout d'abord, bien évidemment, plus l'échantillon caractérisé est petit, plus la résolution obtenue est élevée. Cependant, pour des échantillons de l'ordre du centimètre cube, la résolution devient vite très faible et ne permet plus de caractériser la microporosité. Une étude complète d'un renfort à double échelle de porosité demanderait des observations à plusieurs niveaux de résolution pour extraire des informations sur la microporosité du milieu dans un premier temps, puis sur sa mésostructure à partir d'observations sur des échantillons plus volumineux représentatifs de la structure du tissu.

Tableau 3.3 : Observations microtomographiques du TG96N60E

Mesures	Échantillon	Volume échantillon	Résolution
<b>MADRA [52]</b> <b>INSA de Lyon 2017</b>	1 pli imprégné <b>0,25 VER</b> <b>Taux de fibres : 51,9 %</b>	3,1x2,95x2,9 mm	2,6 $\mu\text{m}$
<b>MADRA [52]</b> <b>ETS 2016</b>	1 pli collé <b>2 VER</b> <b>Taux de fibres : 48,1 %</b>	11x12,5x2,65 mm	8,65 $\mu\text{m}$
<b>HILAL</b> <b>ETS 2018</b>	6 plis secs <b>48 VER</b> <b>Taux de fibres : 47,6 %</b>	-Diamètre = 32 mm -Hauteur = 16,06 mm	26,2 $\mu\text{m}$

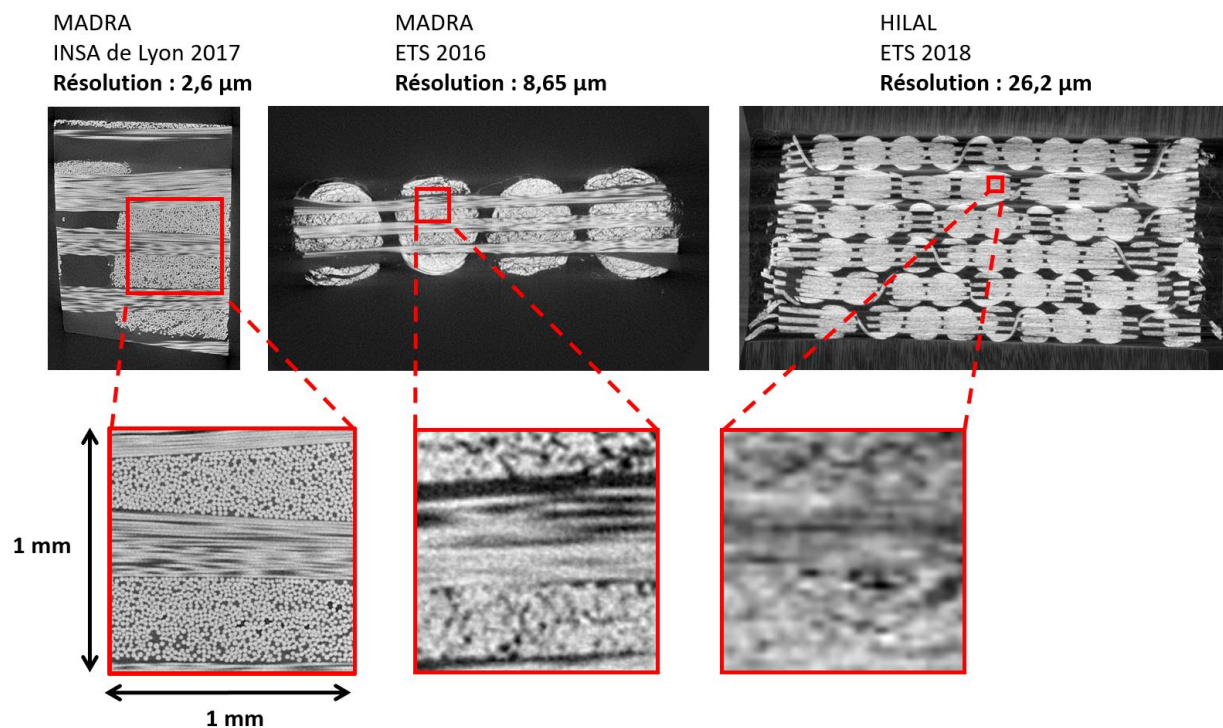


Figure 3.6 : Comparaison de trois observations du renfort TG96N60E pour des résolutions différentes : 2,6  $\mu\text{m}$ , 8,65  $\mu\text{m}$  et 26,2  $\mu\text{m}$

### 3.4.2 Analyses des mésopores

Comme indiqué précédemment, les observations à 26,2  $\mu\text{m}$  ne permettent pas de caractériser la microporosité du renfort. Néanmoins les mésopores semblent apparents. Dans cette section, les images sont analysées pour évaluer leur potentiel et étudier les mésopores d'un renfort fibreux. La plupart des analyses d'image ont été réalisées en utilisant le logiciel FIJI [53] (Annexe B) et le langage de programmation Python. Une segmentation manuelle des niveaux de gris est effectuée dans un premier temps (Figure 3.7) dans le but de séparer la phase « fibreuse » de la phase « air » et reconstruire ainsi le réseau 3D des mésopores de l'échantillon. On remarque que le réseau de mésopores est très structuré dans ce renfort fibreux orthogonal.

Une séparation des mésopores est effectuée dans le but d'observer leur évolution en fonction du taux de compaction. Du fait de la structure du renfort fibreux, une simple suppression d'images (Figure 3.8) suffit pour séparer les mésopores, puis pour les extraire.

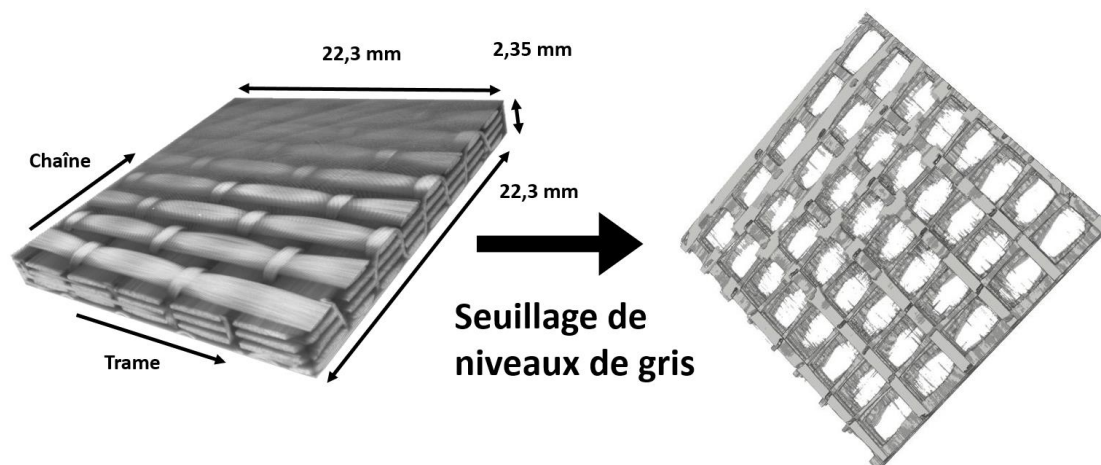


Figure 3.7 : Segmentation du réseau de mésopores d'un pli par seuillage des niveaux de gris

Pour détecter et étudier les mésopores ainsi séparés, le module informatique (en anglais « *plugin* ») « *3D Object Counter* » [54], de FIJI, est utilisé. Ce module décompte le nombre d'objets 3D dans une séquence d'images et extrait les données morphologiques de tous les objets considérés (volume, surface, centre de gravité, etc...). Après identification, il est possible de reconstruire tous les mésopores séparés les uns des autres en utilisant le module « *3D Viewer* » [55] de FIJI. La répartition des mésopores d'un pli est représentée sur la Figure 3.8. Cette reconstruction met en évidence l'existence de deux catégories de mésopores au sein d'un pli de renfort orthogonal TG96N60E : les mésopores de « chaîne » et les mésopores de « trame ». Comme le montre la Figure 3.9, les mésopores de « chaîne » sont plus larges et plus courts que celles du sens « trame ».

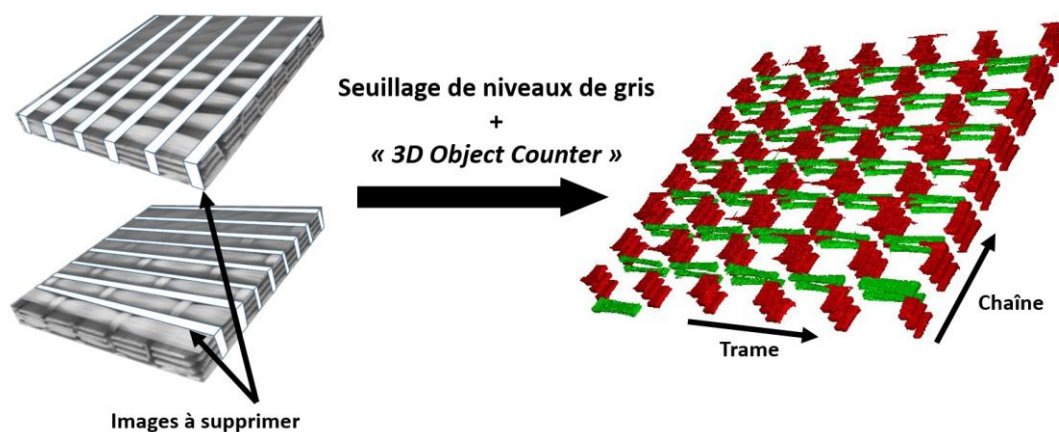


Figure 3.8 : Séparation et identification des mésopores d'un pli du renfort TG96N60E



Figure 3.9 : Deux types de mésopores intra-pli : selon la « chaîne » et la « trame »

Une fois cette méthode d'extraction des mésopores mise en place, il a été possible d'étudier l'influence du taux de fibres sur la restructuration et donc sur l'évolution morphologique des mésopores du tissu. En observant précisément un à un chacun des mésopores avant et après compaction, une évolution de la forme des mésopores est observée. Comme le montre la Figure 3.10, la taille des mésopores diminue quand le taux de fibres augmente.

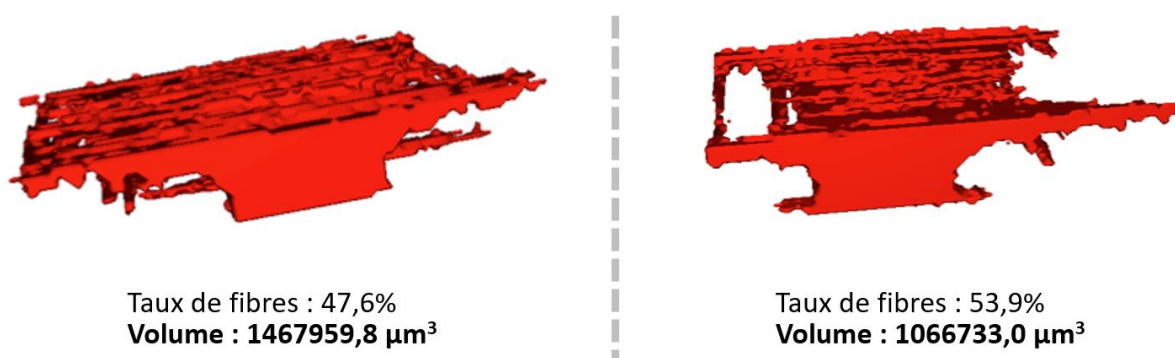


Figure 3.10 : Évolution morphologique d'un mésopore « chaîne » après compaction

Afin de déterminer quantitativement la variation de volume des mésopores, une étude a été réalisée sur tout un pli : 70 mésopores « trame » et 120 mésopores « chaîne » ont été identifiés dans le pli étudié. Sur la figure, en bleu est représentée la répartition des volumes des mésopores pour un taux de fibres de 47,6 %, et en orange la répartition du volume des mésopores pour un taux de fibres de

53,9 %. Les résultats obtenus aux Figure 3.11 et Figure 3.12 montrent que la distribution des mésopores en volume reste identique, mais que la valeur moyenne des volumes diminue après compaction. La distribution de la taille des mésopores est différente dans chaque direction spatiale, de même que le comportement sous compaction des deux types de mésopores. Quand le taux de fibres augmente, le volume total des mésopores de « trame » diminue plus vite que celui des mésopores de « chaîne ». À partir des volumes des mésopores, il est possible d'obtenir des valeurs de diamètre moyen (à partir du volume et de la longueur des mésopores) ou bien le diamètre hydraulique moyen. Par la suite, ceci pourrait s'avérer utile pour étudier la perméabilité du renfort. Une analyse des images microtomographiques pour une telle résolution permet donc non seulement d'extraire des informations morphologiques sur les mésopores, mais également d'observer l'évolution morphologique du réseau de mésopores en fonction du taux de fibres.

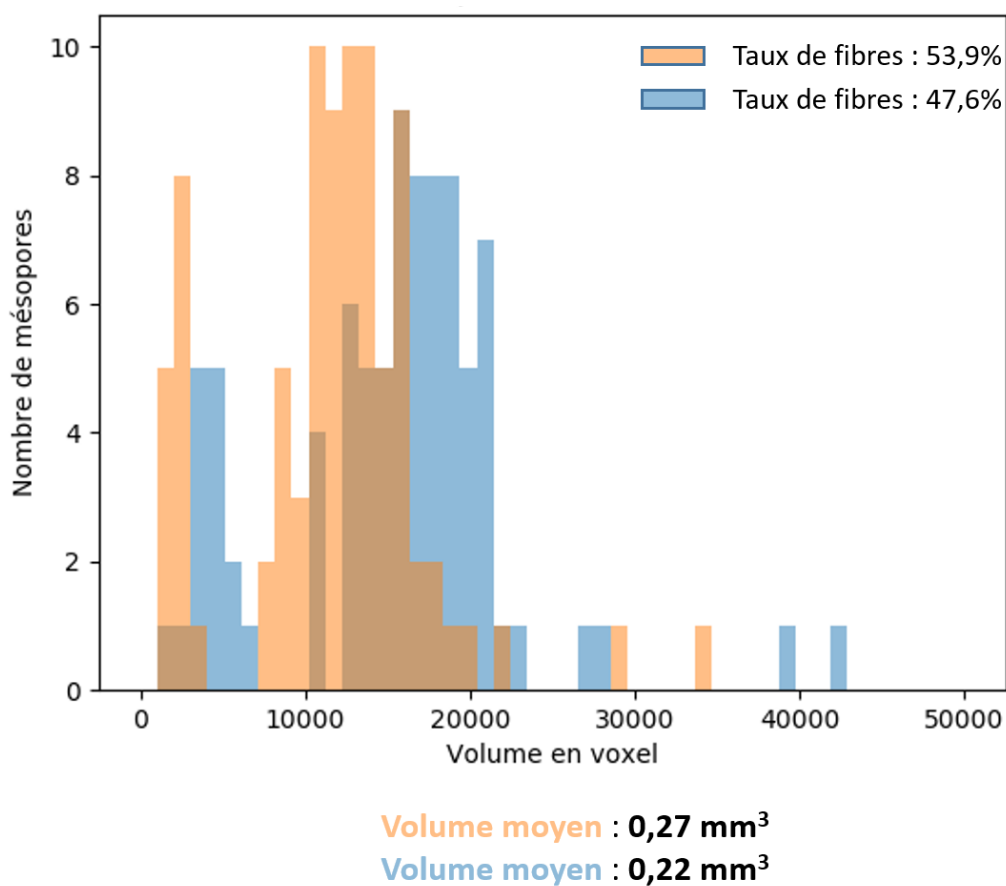


Figure 3.11 : Histogramme représentant la répartition du volume des 70 mésopores « trame » étudiés : en bleu (foncé), avant compaction et en orange (clair), après compaction

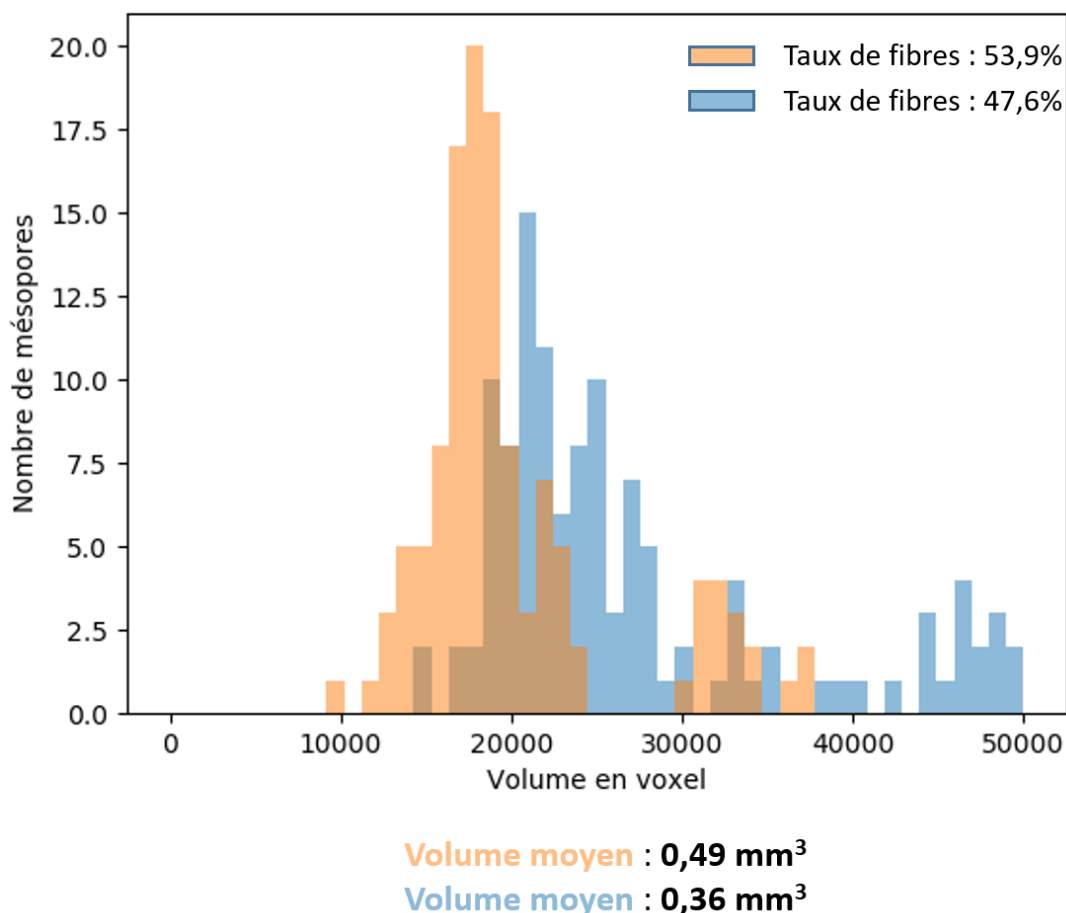


Figure 3.12 : Histogramme représentant la répartition du volume des 120 mésopores « chaîne » : en bleu (foncé), avant compaction et en orange (clair), après compaction

La compaction d'un échantillon entraîne une diminution de son épaisseur. Il s'ensuit une réorganisation du milieu fibreux, et donc un déplacement des mésopores. La position du centroïde de chaque mésopore peut être obtenue à l'aide du module « *3D Object Counter* » [54] pour analyser leur déplacement à travers l'épaisseur. Comme représenté sur la Figure 3.13, la distance moyenne entre chaque mésopore de « trame » varie selon l'épaisseur de 0.662 mm à 47,6 % de taux de fibres à 0.622 mm pour un taux de fibres de 53,9 %. On observe donc une compaction du pli et un rapprochement des mésopores. Un phénomène similaire est observé pour les mésopores de « chaîne ». L'espacement moyen varie selon l'épaisseur de 0.687 mm pour un taux de fibres de 47,6 % à 0.539 mm pour un taux de fibres de 53,9 %. La microtomographie permet donc d'observer la réorganisation du renfort fibreux après compaction.

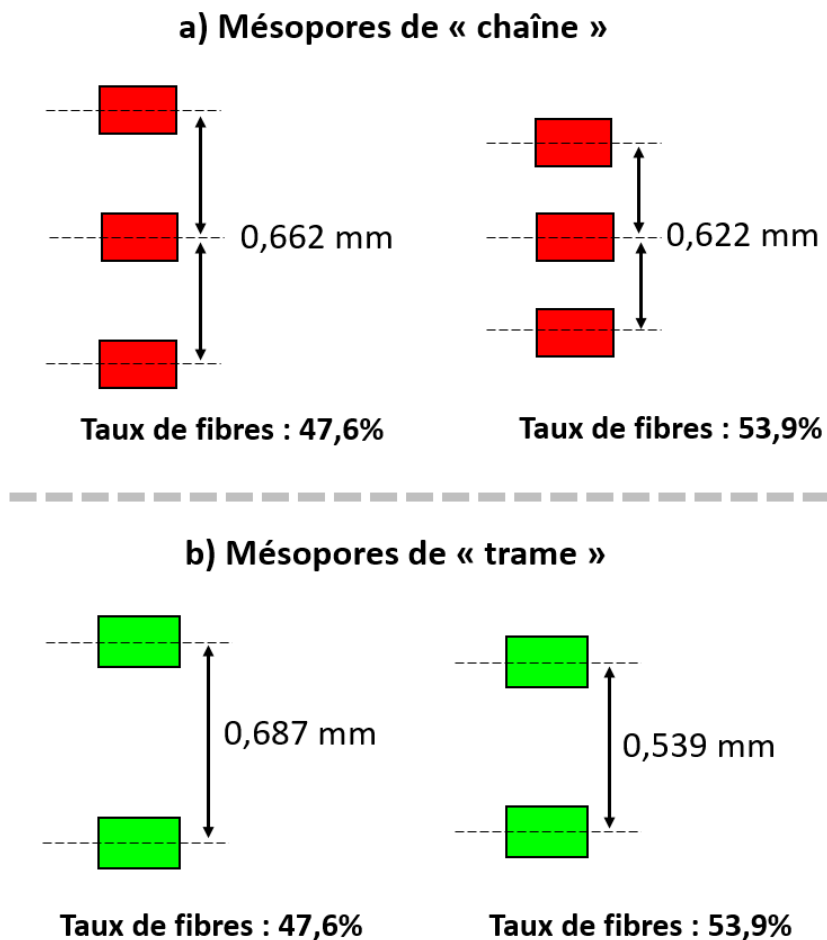


Figure 3.13 : Déplacements moyens des mésopores d'un pli selon l'épaisseur : a) mésopores « chaîne », b) mésopores « trame »

### 3.5 Synthèse

Dans ce chapitre, la microtomographie aux rayons X a été utilisée pour étudier la structure et plus particulièrement l'influence de la compaction sur la restructuration d'un renfort fibreux orthogonal en fibres de verre. Dans un premier temps, un dispositif in-situ de compaction préliminaire a été conçu et fabriqué pour évaluer les avantages et limitations de cette méthode de caractérisation de la porosité des renforts fibreux.

Les essais préliminaires conduits ont permis d'aboutir à plusieurs conclusions. Tout d'abord, pour de faibles résolutions (26,2  $\mu\text{m}$  par exemple), l'étude de la microporosité du milieu ne semble pas



envisageable. Néanmoins, l'observation de l'influence de la compaction sur la mésostructure du renfort reste possible. De plus, cet échantillon comprend environ 50 VERs de la structure du tissu TG96N60E. Il peut donc être considéré comme représentatif du comportement moyen du tissu avec une certaine variabilité.

Après analyse des images microtomographiques du TG96N60E, deux types de mésopores sont identifiés : selon la « trame » et la « chaîne ». Après identification des mésopores, les informations morphologiques sont été extraites pour observer l'évolution du réseau de mésopores en fonction du taux de fibres. Cette analyse a montré, lorsque l'échantillon est compacté, qu'une diminution du volume des mésopores est observée, mais que les deux types de mésopores se comportent différemment sous compaction. Une réorganisation du renfort fibreux après compaction a également pu être analysée quantitativement. La compression exerce donc une grande influence sur la taille et la distribution des pores. En conclusion, les résultats obtenus avec le dispositif préliminaire montrent qu'on peut caractériser avec la microtomographie la mésoporosité des renforts fibreux.

Par la suite, afin d'obtenir des résultats plus précis et d'estimer la distribution des pores d'un renfort fibreux, un nouveau dispositif sera développé au chapitre suivant afin d'obtenir des images avec une résolution plus fine. Plusieurs types de renfort seront caractérisés pour étudier l'influence de la compaction pour plusieurs architectures textiles. Par ailleurs, cette étude préliminaire a aussi montré que la disposition relative des plis superposés exerce une influence importante sur la distribution des pores. En effet, un effet d'emboîtement appelé « *nesting* » en anglais apparait généralement quand plusieurs plis sont superposés dans le moule lors de la fabrication des pièces composites. Une étude des mésopores entre les plis, les mésopores d'« emboîtement », sera donc également effectuée au chapitre suivant.

## CHAPITRE 4 PROCÉDURE DE CARACTÉRISATION DES TISSUS

L'étude préliminaire du chapitre précédent a permis de conclure que la microtomographie et la configuration circulaire du dispositif permettent d'observer les mésopores dans les renforts fibreux ainsi que leur évolution morphologique en fonction du taux de fibres. Quelques modifications ont été apportées à la procédure de caractérisation préliminaire mise en place pour améliorer la précision des résultats. Ce chapitre présente la nouvelle procédure expérimentale utilisée dans le cadre de ce projet de maîtrise pour caractériser la structure des mésopores des renforts fibreux secs. Dans un premier temps, le nouveau porte-échantillon est décrit. Ensuite, les tissus choisis ainsi que la préparation des échantillons sont présentés, puis des essais de compaction sont effectués pour caractériser le comportement en compaction des tissus. Enfin, la dernière partie du chapitre présente les résultats de microtomographie obtenus.

### 4.1 Présentation du nouveau dispositif

La conception du nouveau dispositif s'appuie sur la configuration du dispositif préliminaire présenté dans la Section 3.2.2. Toujours fabriqué à partir de tuyaux de plomberie ajustés par usinage et de cales en bois, ce dispositif est très peu coûteux. Le diamètre choisi est 25,8 mm (soit environ 1 pouce), qui correspond à la valeur qualitativement obtenue permettant d'avoir des échantillons fibreux secs non altérés. Des inserts circulaires en plexiglass de part et d'autre de l'échantillon sont ajoutés pour assurer le parallélisme des surfaces de l'échantillon ainsi qu'une compaction uniforme du spécimen. Ce nouveau dispositif est illustré à Figure 4.1.

L'épaisseur de l'échantillon est calibrée en fonction de la « rotation » des bouchons en utilisant de la pâte à modeler. Pour chaque moitié de tour des bouchons, l'épaisseur de la cavité est mesurée (Figure 4.2). Ces mesures permettent d'atteindre de façon précise les taux de fibres ciblés.



Figure 4.1 : Représentation schématique du dispositif de diamètre intérieur 25,8 mm

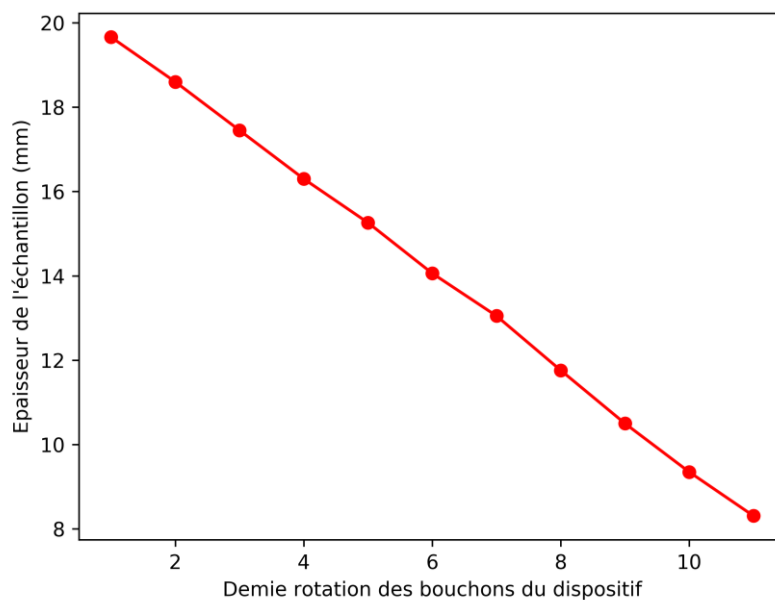


Figure 4.2 : Courbe d'épaisseur de l'échantillon en fonction de la rotation des bouchons du dispositif

## 4.2 Description des échantillons caractérisés

### 4.2.1 Tissus étudiés

Les essais réalisés dans ce chapitre sont effectués avec deux renforts fibreux : le renfort 3D orthogonal en fibres de verre TG96N60E commercialisé par Texonic (présenté dans le Chapitre 3) et le renfort tissé en fibres de verre L14012 également commercialisé par Texonic. Les caractéristiques des deux tissus sont présentées dans le Tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Caractéristiques des renforts fibreux L14012 et TG96N60E

<b>Tissu</b>	<b>L14012</b>	<b>TG96N60E</b>
<b>Structure</b>	Toile 2D (« plain weave »)	Orthogonal 3D
<b>Nature des fibres</b>	Fibres de verre	Fibre de verre
<b>Diamètre des fibres (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	Chaîne et trame : 13	Chaîne et trame : 17 Fil liant : 16
<b>Torons/cm</b>	Chaîne : 4 Trame : 3,7	Chaîne et fil liant : 2,3 Trame : 3,4
<b>Masse linéique des torons (<math>10^{-6} \text{ kg/m}</math>)</b>	Chaîne et trame : 735	Chaîne et trame : 1100 Fil liant : 275
<b>Masse surfacique (<math>\text{kg/m}^2</math>)</b>	0,590	3,250
<b>Masse volumique (<math>\text{kg/m}^3</math>)</b>	2550	2550

Des mesures ont été réalisées pour déterminer les masses surfaciques des tissus et les comparer avec les valeurs données par le fabricant en pesant des échantillons. Il est intéressant de noter que les densités surfaciques mesurées sont légèrement différentes des valeurs données dans les directives de référence présentées précédemment, soit  $3240,3 \text{ g / m}^2$  pour le tissu TG96N60E et  $588 \text{ g / m}^2$  pour le tissu L14012.

Ces deux tissus ont été choisis pour étudier des architectures textiles distinctes. Comme indiqué dans le Chapitre 3, le renfort TG96N60E est un tissu 3D orthogonal constitué de trois couches de torons de chaîne et de quatre couches de torons de trame entrelacés avec des torons transversaux (Figure 4.3). Le renfort L14012 est un tissu tissé 2D constitué de torons de chaîne et trame similaires (Figure 4.4). Cependant, ce tissu est anisotrope car l'espacement entre les torons selon la chaîne et la trame est différent avec respectivement 4 torons de chaîne par centimètre et 3,7 torons de trame par centimètre.

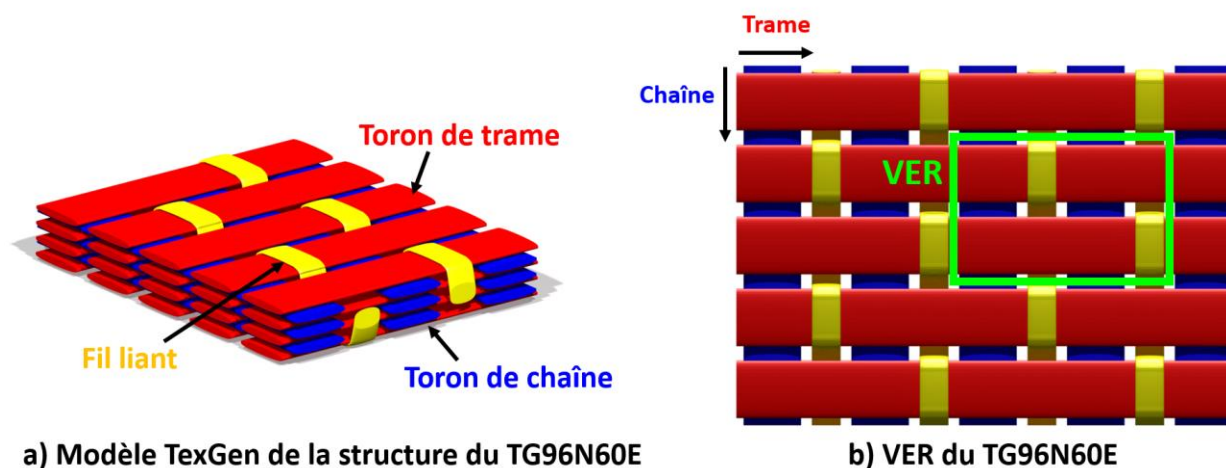


Figure 4.3 : Représentation schématique du renfort TG96N60E : (a) modèle TexGen de la structure; (b) représentation du VER de la structure

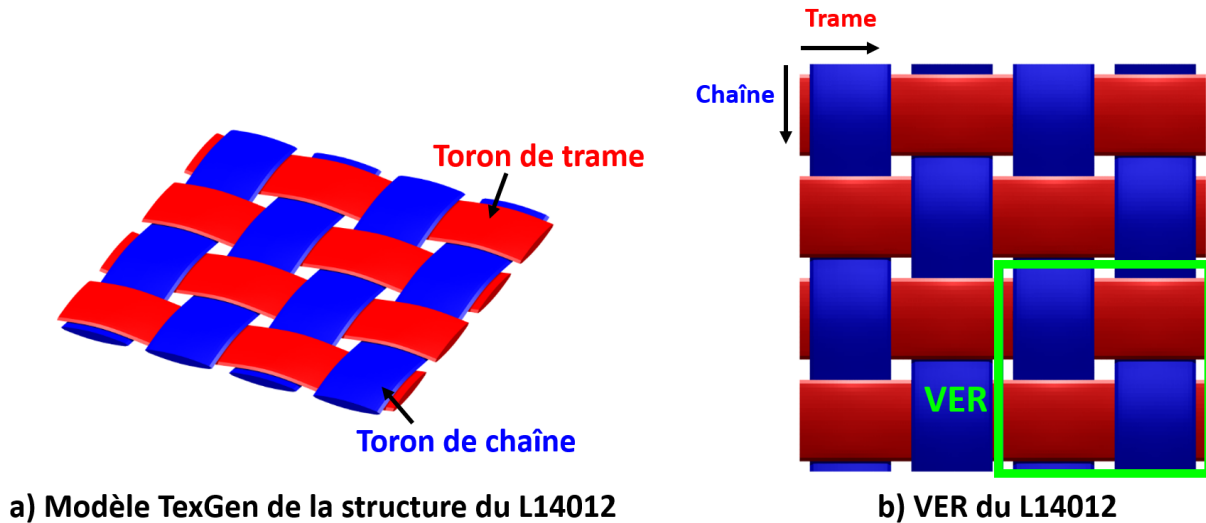


Figure 4.4 : Représentation schématique du renfort L14012 : (a) modèle TexGen de la structure; (b) représentation du VER de la structure

#### 4.2.2 Préparations des échantillons

L'échantillon de renfort TG96N60E est constitué d'un empilement de 8 plis. Des plis circulaires de diamètre de 25.2 mm ont été découpés dans un rouleau de tissu avec un poinçon de découpe et une presse hydraulique comme présenté dans le Chapitre 3. Pour la découpe de chacun des plis, le poinçon est positionné soigneusement de sorte à couper la même portion du tissu pour les 8 plis afin que ceux-ci soient alignés. La presse est actionnée manuellement et le poinçon de coupe est retiré avec soin pour éviter d'endommager les échantillons. Compte tenu de leur petit diamètre, les plis sont coupés un à un, mais restent maintenus dans le poinçon pour éviter de perdre les fibres de bord lors de manipulations ultérieures. Après la découpe des 8 plis, l'échantillon est inséré dans le dispositif de compaction.

L'échantillon de renfort L14012 est constitué d'un empilement de 36 plis. Du fait du grand nombre de plis, 4 configurations d'empilement des plis ont été utilisées pour étudier l'effet d'emboîtement sur la compaction. En effet, le « *nesting* » est un phénomène qu'on ne peut pas ignorer lors de la compaction. Les 4 configurations à caractériser sont schématisées sur la Figure 4.5 : 10 premiers plis alignés à  $0^\circ$ , 10 plis à  $0^\circ$  mais décalé d'un demi toron (emboîtement maximal), 10 plis à  $0^\circ/90^\circ$  étant donné que le tissu est anisotrope et 6 plis à  $0^\circ/45^\circ$ . Pour chacune des configurations, la

découpe est effectuée en deux temps. Tout d'abord, des échantillons carrés (environ 5 cm x 5 cm) sont découpés manuellement. Ensuite, pour ne pas altérer les plis et pour conserver leur orientation, les échantillons sont superposés (Figure 4.6a), orientés et découpés ensemble à l'aide du poinçon et de la presse hydraulique. Pour séparer chaque configuration, on place une grille métallique d'épaisseur de 0,55 mm, découpée à l'aide du même poinçon (Figure 4.6b). La présence des grilles permet d'étudier les 4 configurations superposées dans une seule mesure réalisée avec le microtomographe.

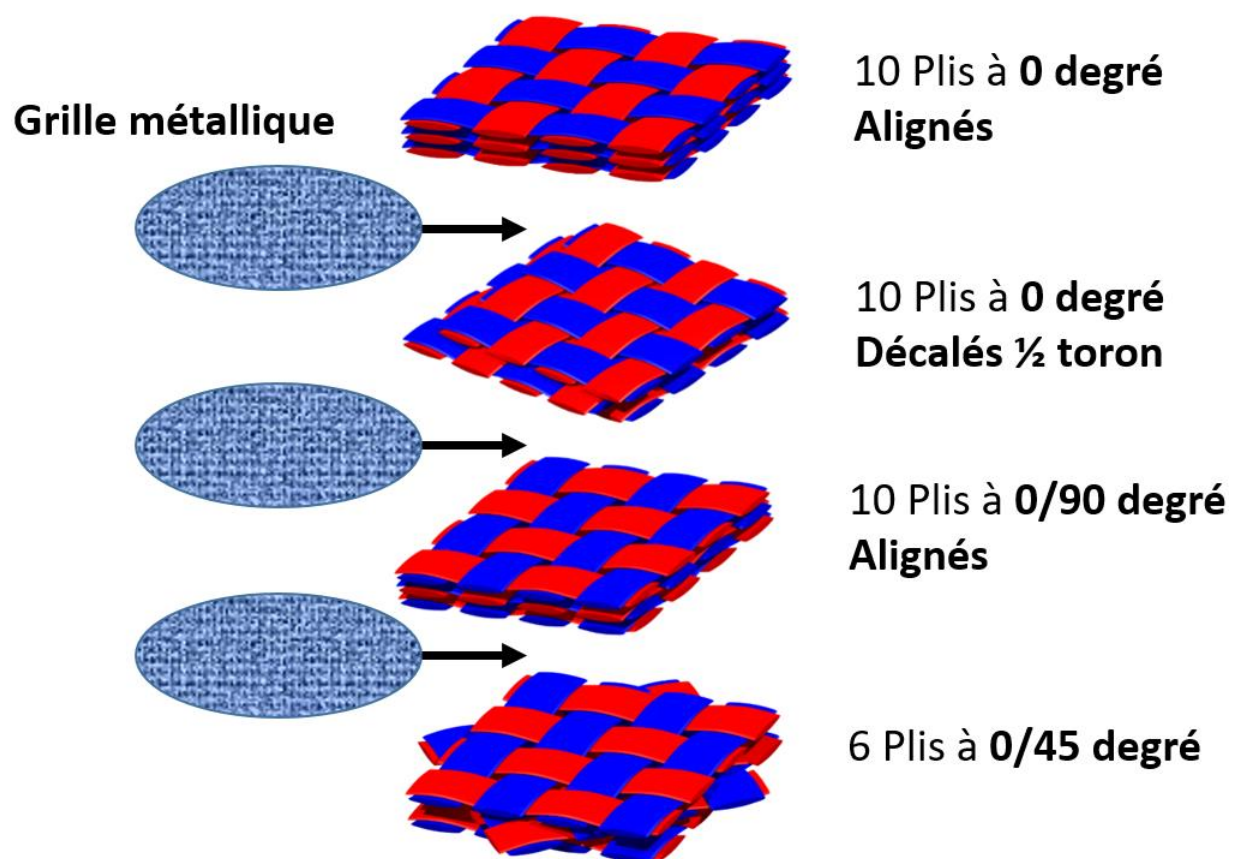


Figure 4.5 : Représentation schématique des configurations de l'échantillon de renfort L14012

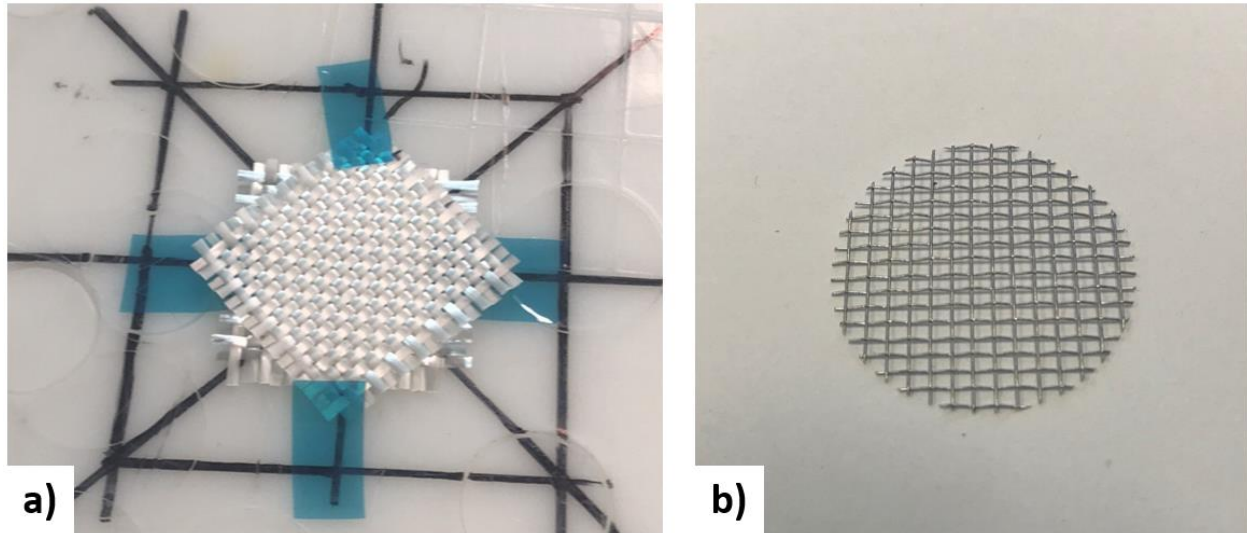


Figure 4.6 : (a) superposition des plis de L14012 avant découpe; (b) grille métallique

### 4.3 Essais de compaction

Cette section donne une description complète des essais de compaction réalisés dans le but de caractériser le comportement en compaction des tissus étudiés dans ce projet de maîtrise : la préparation des échantillons, le montage expérimental, puis le protocole utilisé lors des essais seront décrits. Un total de 3 configurations ont été caractérisées :

- Tissu TG96N60E, plis alignés
- Tissu L14012, plis  $0^{\circ}/0^{\circ}$  alignés
- Tissu L14012, plis à  $0^{\circ}/45^{\circ}$  (emboitement minimal des plis)

#### Préparation des échantillons

Tout d'abord, des échantillons carrés de 24 cm sur 24 cm ont été découpés manuellement à l'aide d'une roulette à découper. Une presse hydraulique et un emporte-pièce (Figure 4.7) ont ensuite été utilisés pour obtenir les échantillons finaux. L'emporte-pièce possède 4 cavités carrées ayant une longueur latérale moyenne de 100,2 mm.



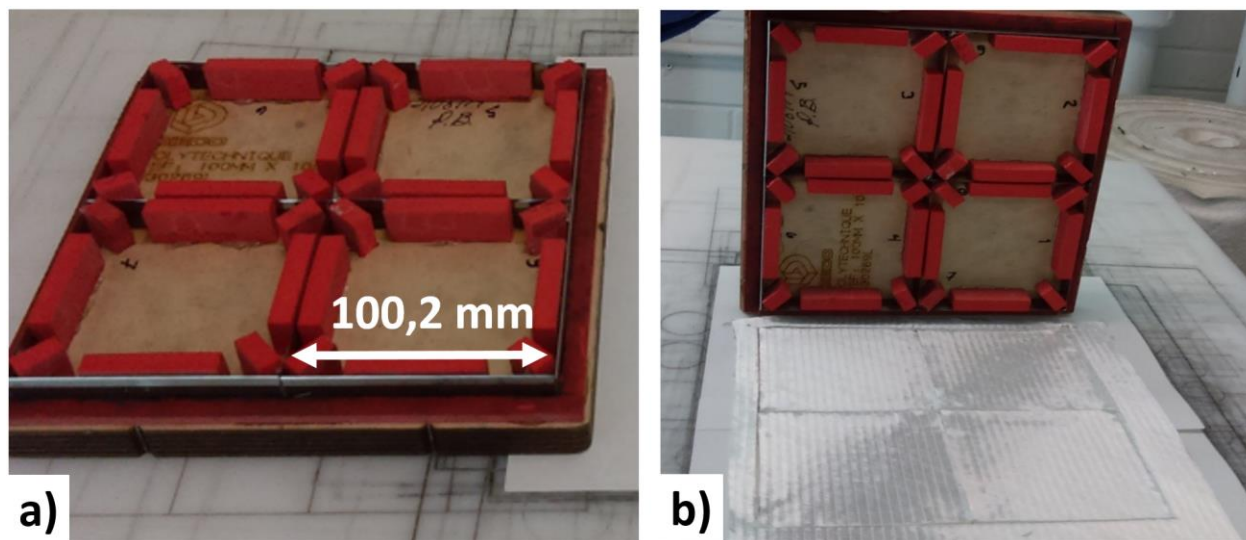


Figure 4.7 : Découpe des échantillons : (a) emporte-pièce; (b) découpe des plis de renfort fibreux

Après la découpe, les couches de tissu ont été empilées (10 couches pour le renfort L14012 comme représenté sur la Figure 4.8 et 2 couches pour le renfort TG96N60E). Les couches de tissu empilées ont ensuite été pesées à l'aide d'une balance de laboratoire « *Ohaus Adventurer ARC120* ». Toutes les manipulations pendant l'empilement et la pesée ont été effectuées méticuleusement à l'aide de spatules et de pinces afin de ne pas altérer la structure des échantillons.



Figure 4.8 : Échantillon de 10 plis de L14012, configuration  $0^{\circ}/45^{\circ}$

### Montage expérimental

Les essais de compaction ont été réalisés avec une machine d'essai universelle « *Instron 4505* » (Figure 4.9) équipée d'une cellule de charge de 100 kN. L'échantillon est compacté entre deux plateaux circulaires en acier de diamètre 157 mm (Figure 4.10). Ces plaques possèdent des rainures concentriques pour faciliter le centrage de l'échantillon.



Figure 4.9 : Machine de compression « Instron 4505 »



Figure 4.10 : Platines de compaction en acier

Le déplacement de la machine est contrôlé à l'aide du logiciel de Lab Integration « *Test Loop* » (version 4.0 0.11). Aucun système de mesure directe n'est utilisé pour contrôler la distance entre les deux plaques. Par conséquent, le déplacement de la machine enregistré par le contrôleur a été utilisé pour estimer l'épaisseur de l'échantillon en tenant compte de la rigidité de la machine de compaction.

Il a donc été nécessaire de caractériser la rigidité de la machine. Celle-ci a été obtenue en effectuant des essais sans échantillon à une vitesse constante de 1 mm/min jusqu'à un déplacement imposé de -0,1 mm. La Figure 4.11 montre que le comportement est bien reproductible pour trois expériences similaires. Par la suite, ce comportement est utilisé pour corriger le déplacement imposé lors des essais avec échantillon.

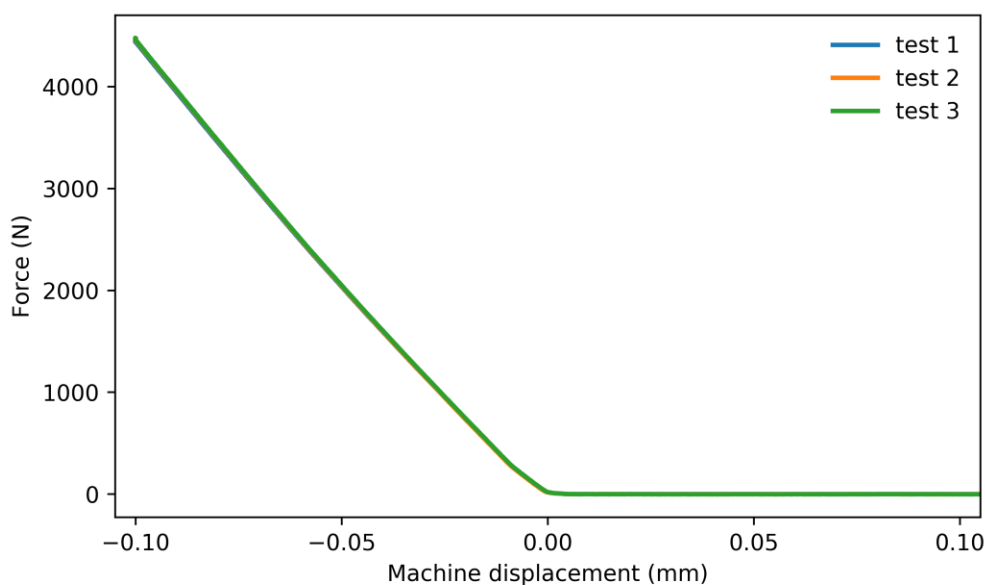


Figure 4.11 : Caractérisation expérimentale de la rigidité de la machine de compression

### Protocole des essais

Les essais ont été réalisés dans le laboratoire en atmosphère contrôlée par la climatisation du bâtiment (température entre 20 ° C et 25 ° C, humidité non contrôlée). Après la pesée, l'empilement de plis est transféré sur la platine de compression inférieure. L'alignement est alors inspecté visuellement et corrigé si nécessaire à l'aide de spatules.

Les essais ont été effectués selon la procédure suivante :

- Étape 0 : Déplacement rapide jusqu'à un espace de 10 mm entre les platines pour démarrer le test.
- Étape 1 : Compaction à vitesse constante de 1 mm / min jusqu'à atteindre une certaine épaisseur cible (3,4 mm pour le L14012 et 3,8 mm pour le TG96N60E). Comme expliqué précédemment, l'épaisseur réelle de l'échantillon doit être par la suite corrigée pour tenir compte de la rigidité de la machine de compaction.
- Étape 2 : Relaxation à épaisseur constante pendant 60 minutes.
- Étape 3 : Déchargement de la préforme à 1 mm / min jusqu'à atteindre un écart de 10 mm.

Trois essais ont été réalisés pour chaque configuration. Comme mentionné précédemment, les expériences ont été effectuées entre 20 °C et 25 °C et l'humidité de l'environnement n'a pas été contrôlée ni mesurée. Les résultats obtenus à la suite de ces essais sont présentés sur les Figure 4.12 et Figure 4.13.

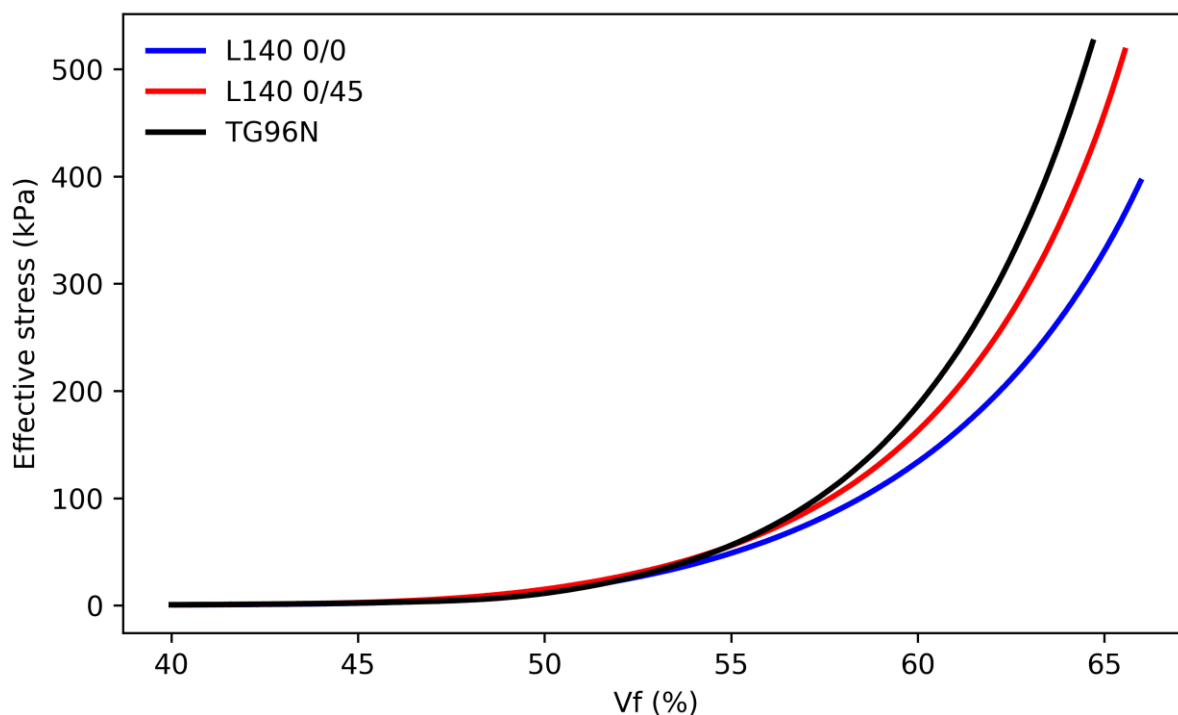


Figure 4.12 : Courbes de compaction des 3 configurations caractérisées

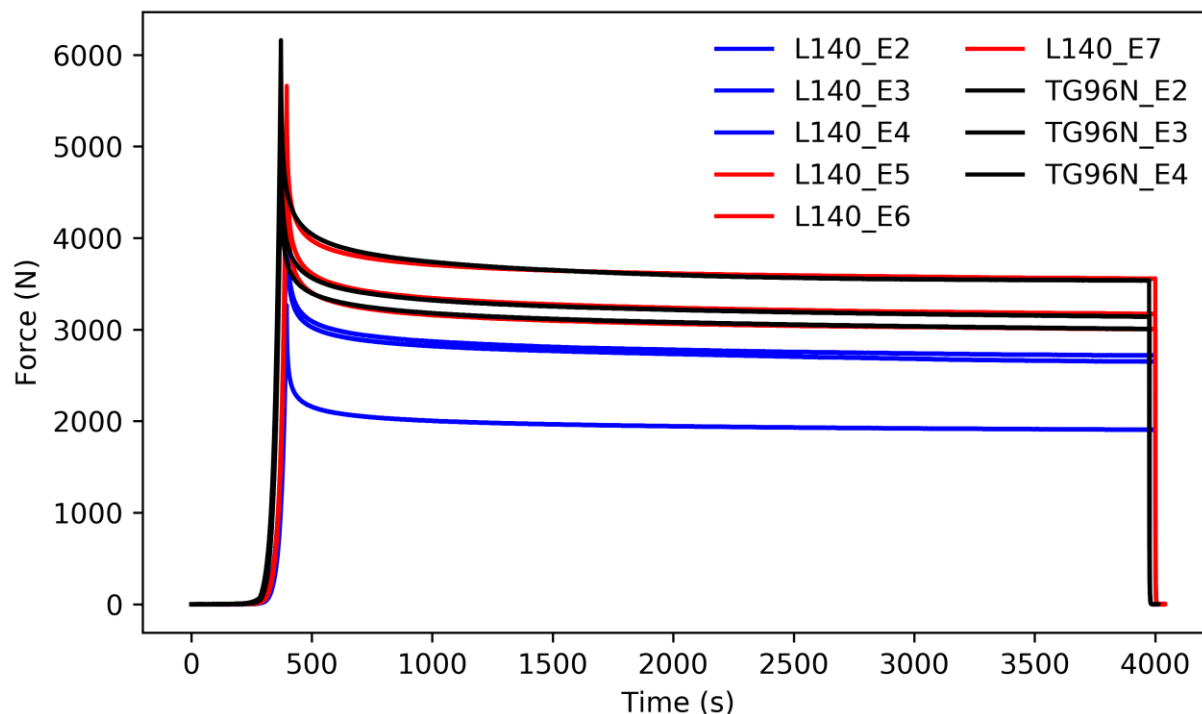


Figure 4.13 : Relaxation des échantillons compactés

Avant d'effectuer les observations microtomographiques, un échantillon « test » est préparé. L'échantillon est compacté au maximum à l'aide du dispositif, et à partir de l'épaisseur connue, une valeur moyenne de la contrainte maximale pouvant être appliqué par le dispositif est obtenue. À partir de ce petit essai, un ordre de grandeur du taux de fibres maximal pouvant être atteint pour chaque tissu est alors déterminé.

#### 4.4 Observations microtomographiques

Pour étudier le comportement des tissus sous compaction et la restructuration des mésopores, 4 observations ont été effectuées pour le renfort TG96N69E et 5 pour le renfort L14012 avec des taux de fibres croissants. La première mesure correspond à un taux de fibres proche du taux de fibres initial du tissu, et la dernière au taux de fibres le plus élevé pouvant être atteint à l'aide du dispositif. Comme pour le précédent dispositif (Chapitre 3), la rotation des cales est empêchée pour éviter de cisailier l'échantillon afin de ne pas le dégrader. Du fait du comportement viscoélastique

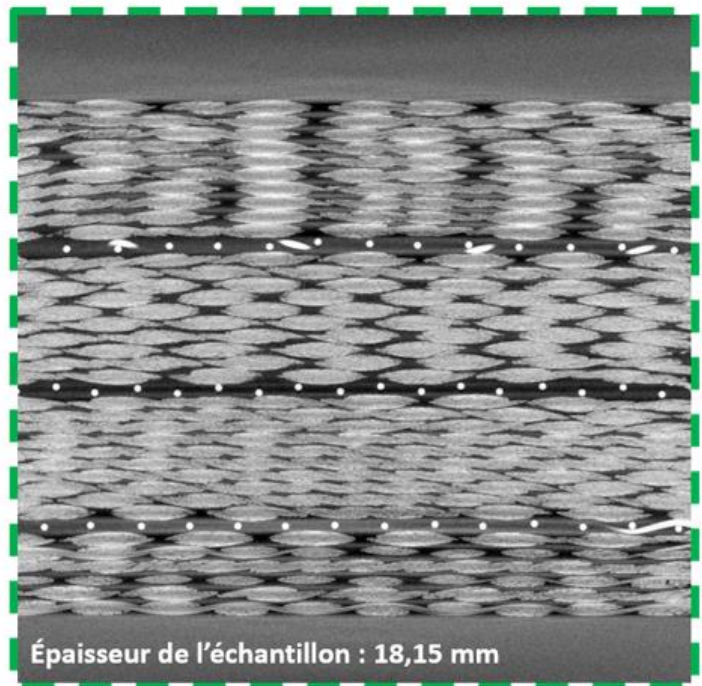
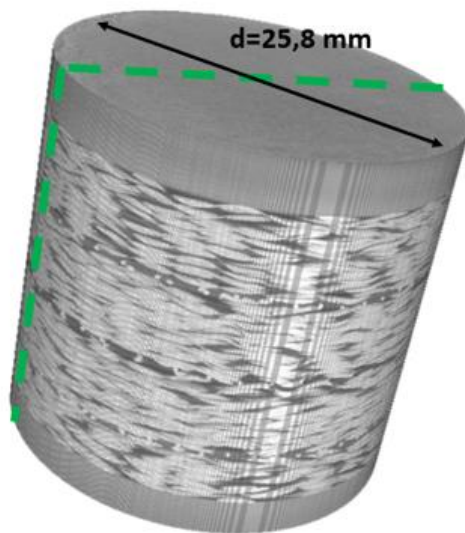
des renforts fibreux, il y a restructuration des échantillons après compaction. On laisse donc relaxer l'échantillon environ 30 minutes après compaction pour s'assurer qu'il n'y a pas de mouvement des fibres, ce qui risquerait de générer un bruit sur les images issues de la microtomographie. En effet, on peut voir sur la Figure 4.13 qu'après une relaxation de 1800 secondes, le renfort est considéré relaxé.

Les paramètres d'acquisition des observations microtomographiques pour les observations des deux renforts sont les suivants : 2635 projections, une tension et une intensité du faisceau de rayons X de 180 kV, 40  $\mu$ A pour le TG96N60E, 30  $\mu$ A pour le L14012 et un temps d'acquisition de 2 h 30. Les images tridimensionnelles de la structure interne de l'échantillon, obtenues en utilisant les algorithmes de reconstruction fournis avec le microtomographe, représentent un volume de 1676\*1676\*2000 voxels avec une résolution spatiale de 22  $\mu$ m.

À partir des images microtomographiques acquises, l'épaisseur de l'échantillon est mesurée à l'aide du logiciel FIJI pour estimer de façon précise le taux de fibres des deux échantillons pour les différentes observations. L'effort de compaction appliqué sur l'échantillon est déterminé à partir des courbes caractéristiques de compaction de la Figure 4.12.

La Figure 4.14 représente les résultats des observations 1 et 5 de l'échantillon renfort L14012. La Figure 4.15 représente les différentes mesures effectuées sur l'échantillon TG96N60E. Sur la Figure 4.15 sont représentés la reconstruction de l'échantillon, une section de l'échantillon, l'épaisseur de l'échantillon, le taux de fibres et la force de compaction appliquée. Les observations seront présentées plus précisément dans les prochains chapitres.

Mesure 1 :



Mesure 5 :

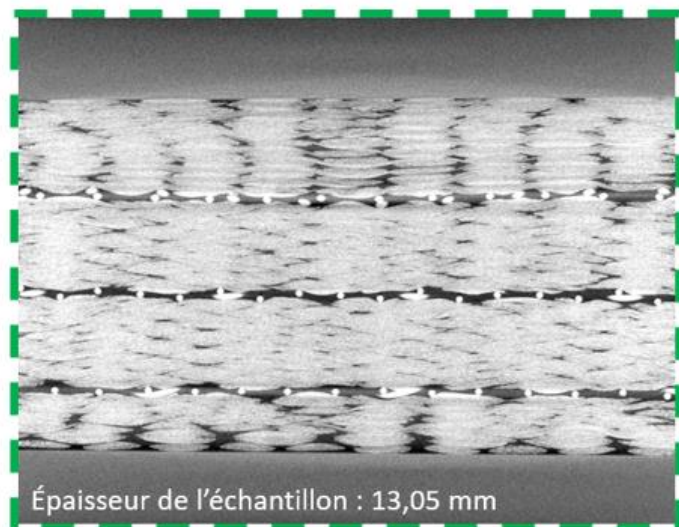
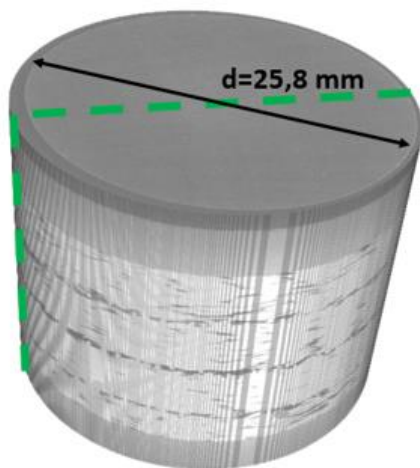
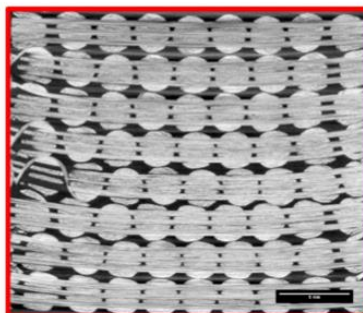
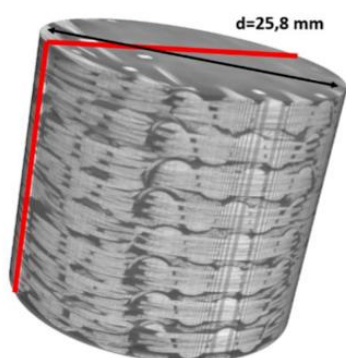


Figure 4.14 : Reconstruction tridimensionnelle de l'échantillon renfort L14012 et section de l'échantillon pour les mesures 1 et 5 de microtomographie

Mesure 1 :

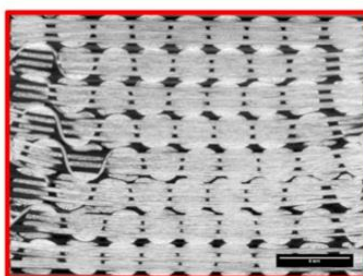
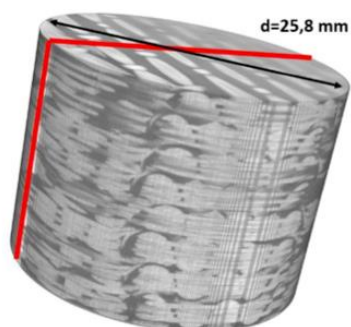


Épaisseur de l'échantillon :  
21,6 mm

Taux de fibres :  
47,2 %

Contrainte appliquée :  
1,1 kPa

Mesure 2 :

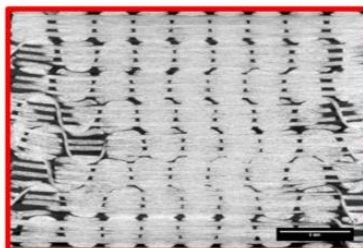
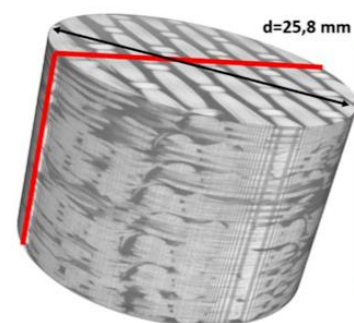


Épaisseur de l'échantillon :  
18,8 mm

Taux de fibres :  
54,3 %

Contrainte appliquée :  
21,21 kPa

Mesure 3 :

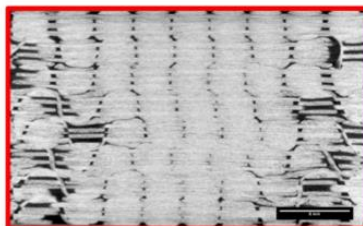
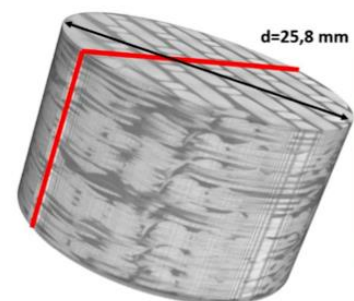


Épaisseur de l'échantillon :  
16,8 mm

Taux de fibres :  
60,7 %

Contrainte appliquée :  
126,34 kPa

Mesure 4 :



Épaisseur de l'échantillon :  
15,4 mm

Taux de fibres :  
66,4 %

Contrainte appliquée :  
360,45 kPa

Figure 4.15 : Reconstruction tridimensionnelle de l'échantillon renfort TG96N60E et section de l'échantillon pour les 4 mesures de microtomographie



## 4.5 Synthèse

Dans ce chapitre, une nouvelle version du dispositif de compaction in-situ est développée et fabriquée pour atteindre une résolution plus élevée, mais également pour pouvoir étudier une gamme de taux de fibres plus étendue. Deux renforts fibreux avec des architectures très différentes ont été observés à plusieurs taux de fibres.

Pour le renfort 3D orthogonal en fibre de verre TG96N60E, 4 observations à des taux de fibres compris entre 45% et 65% ont été effectuées sur un échantillon de 8 plis alignés et superposés. Pour ce qui est du tissu L14012, l'échantillon est constitué de 36 plis empilés de 4 façons. L'échantillon a été observé à 5 cinq niveaux de compaction correspondant à des taux de fibres compris entre 45% et 70%.

Le chapitre 5 présentera une étude complète des observations du tissu TG96N60E. Dans un premier temps, l'évolution de l'emboîtement des plis sera analysée en fonction du taux de compaction. Ensuite une étude quantitative sur l'évolution morphologique du réseau de mésopores sera effectuée. Une étude similaire sera ensuite réalisée sur le renfort L14012 au Chapitre 6.

## CHAPITRE 5 ÉTUDE DES MÉSOPORES DANS UN RENFORT 3D ORTHOGONAL EN FIBRES DE VERRE

Ce chapitre est consacré à l'étude du renfort 3D orthogonal en fibres de verre TG96N60E. Pour évaluer la capacité de la microtomographie aux rayons X à déterminer l'influence de la compaction du renfort sur la taille des pores, des essais à 4 taux de fibres différents ont été effectués. Une nouvelle méthode de segmentation et de séparation des mésopores est développée dans ce chapitre pour observer l'évolution de la distribution des mésopores dans le renfort. On distinguera deux types de mésopores : les mésopores à l'intérieur d'un pli (mésopores intra-pli) et les mésopores entre deux plis superposés (mésopores inter-plis). On étudiera la distribution des volumes et des longueurs de chaque catégorie de mésopores selon la chaîne et la trame. Les observations et résultats obtenus à l'aide de cette méthode sont présentés et discutés. La caractérisation directionnelle du renfort ainsi obtenue selon la trame et la chaîne apportera des informations sur l'organisation du réseau de mésopores afin notamment de prédire des propriétés anisotropes des renforts fibreux comme la perméabilité par exemple.

### 5.1 Observation générale des mésopores

Comme présenté dans le Chapitre 3, les mésopores dans le renfort 3D sont organisés en réseau. Les images de microtomographie permettent de distinguer 3 types de mésopores. Les deux premiers types sont les mésopores dans les sens chaîne et trame, internes à chaque pli (mésopores intra-pli), qui résultent de la structure du tissu comme le montrent la Figure 5.1a et la Figure 5.1b. Comme on peut le voir plus précisément sur la Figure 5.1a, les mésopores dans le sens de la chaîne peuvent également être séparés en deux sous-catégories : les mésopores de chaîne au centre du pli (en vert clair sur la Figure 5.1a) et les mésopores plus courts au niveau de la courbure du fil liant (en vert foncé sur la Figure 5.1a). Les mésopores du 3<sup>ème</sup> type sont les espaces entre les plis superposés (Figure 5.1c). Dans ce chapitre, ils seront appelés mésopores inter-plis. Ces mésopores sont très dépendants de l'imbrication des plis (« *nesting* »). Ils peuvent être très volumineux en l'absence d'imbrication des plis, mais presque inexistantes dans le cas d'une imbrication parfaite.

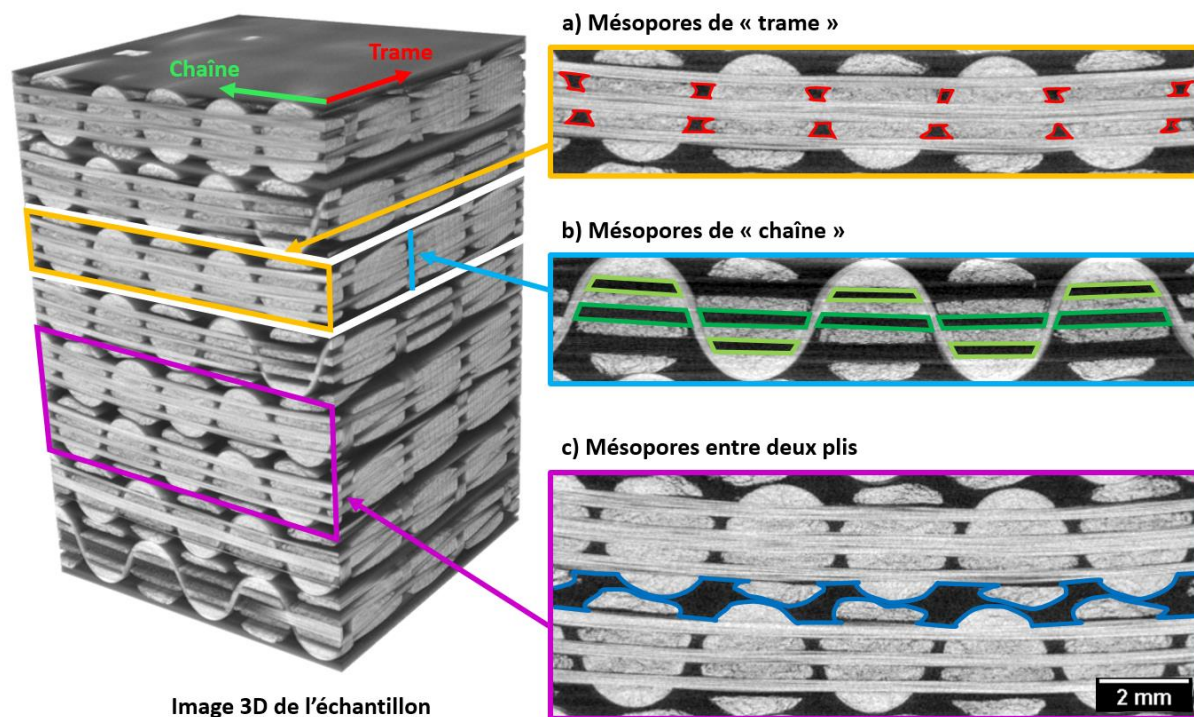


Figure 5.1 : Différents types de mésopores présents dans un échantillon de renfort TG96N60E (mesure de microtomographie pour un taux de fibres de 47,2 %); (a) mésopores de « trame », (b) mésopores de « chaîne », (c) mésopores entre deux plis

Avant d'entamer toute étude sur cet échantillon, il a d'abord été nécessaire de définir une zone de l'échantillon considérée comme représentative. Toutes les analyses de ce chapitre sont effectuées sur le volume central représenté en jaune sur la Figure 5.2. Ce volume a été choisi car un léger effet de bord mécanique résultant de la mise en place de l'échantillon a été observé dans la zone de contact entre l'échantillon et le dispositif. Ceci est dû au fait que l'échantillon a un diamètre très proche de celui du dispositif ainsi qu'à la rigidité du tissu. On sait également que les zones proches du bord des échantillons de renforts tissés à fibres continues ne sont parfois pas représentatives de la structure du renfort. Le volume traité ainsi choisi comprend environ 20 VERs.

Les analyses d'image ont été réalisées en utilisant le logiciel FIJI [53] et le langage de programmation Python. Une segmentation manuelle des niveaux de gris est effectuée dans un premier temps dans le but de séparer la phase « fibreuse » de la phase « air » et de reconstruire ainsi le réseau 3D des mésopores de l'échantillon. Plusieurs outils illustrés à la Figure 5.3 reposant

sur différents algorithmes sont disponibles sur FIJI afin de calculer automatiquement un seuil global (image par image ou pour une séquence d'images). Pour segmenter une séquence d'images, il semble parfois judicieux de procéder image par image et non de calculer un seuillage global. En effet, la présence d'artefacts peut altérer le niveau de gris moyen de certaines images et impliquer des variations du niveau de gris d'une même phase entre les images.

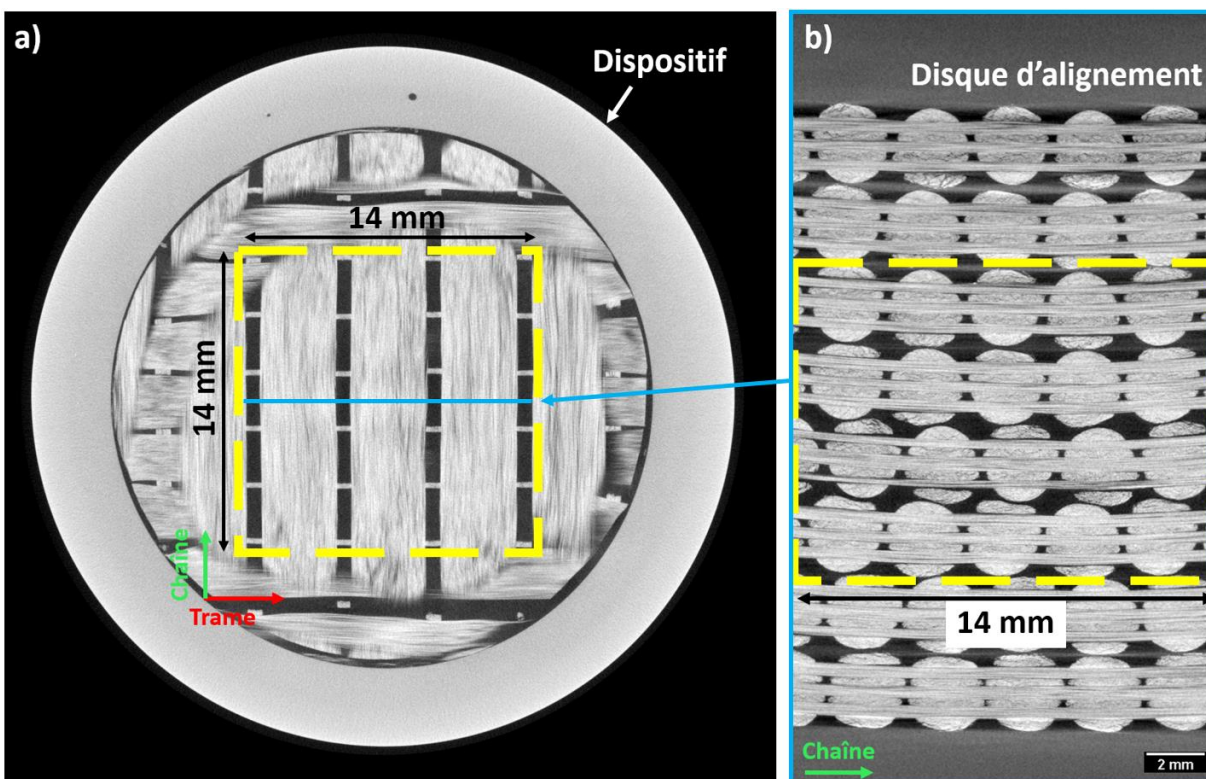


Figure 5.2 : Volume de l'échantillon de renfort TG96N60E étudié dans ce chapitre

Pour les images microtomographiques du renfort TG96N60E, la méthode « Default » a donné les meilleurs résultats de segmentation. Cette méthode de seuillage est une variante de la méthode « IsoData » [56]. Dans cette approche, un seuil initial de niveau de gris est sélectionné. Les valeurs moyennes des pixels avec un niveau de gris inférieur au seuil et des pixels avec un niveau de gris supérieur sont calculées. La moyenne de ces deux valeurs est ensuite évaluée, le seuil est alors incrémenté et le processus est répété jusqu'à ce que la valeur du seuil devienne supérieure à la moyenne calculée.

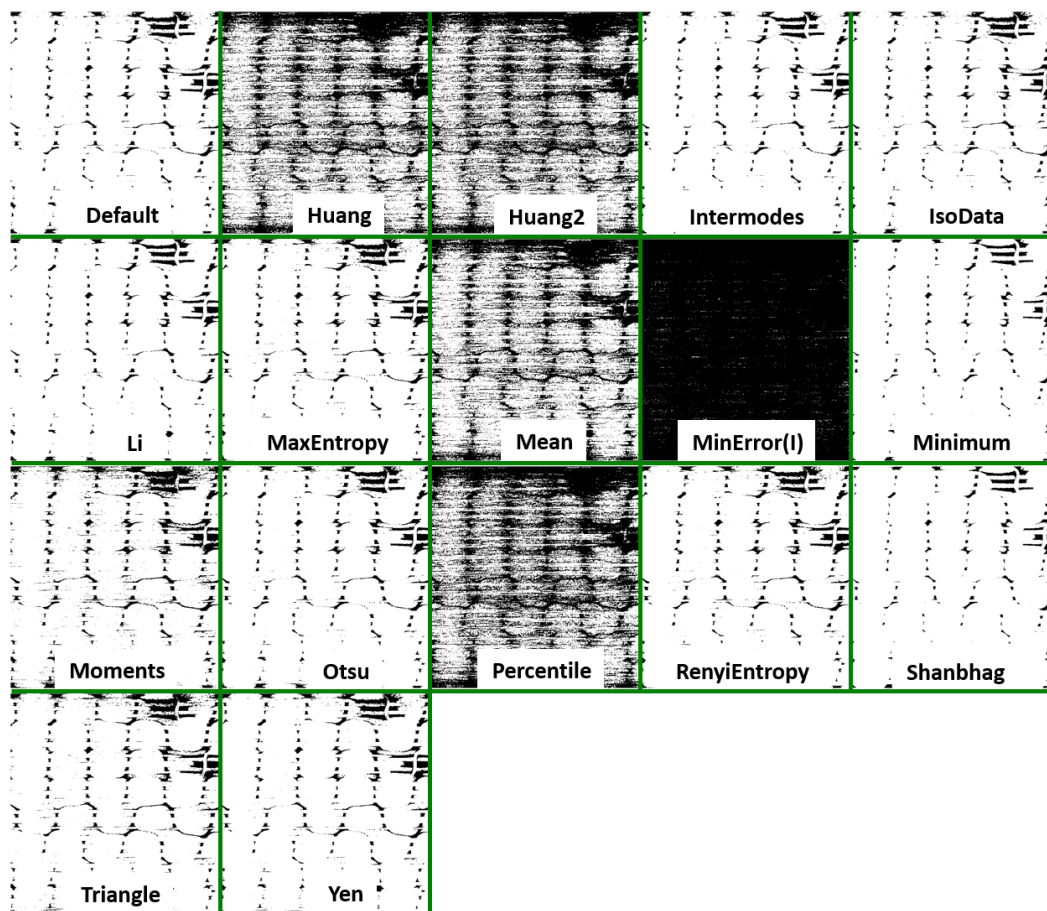


Figure 5.3 : Comparaison entre différentes méthodes automatiques de segmentation sur FIJI  
(image : section de l'échantillon de renfort TG96N60E)

Après l'étape de segmentation, les mésopores sont ensuite séparés dans le but d'observer leur évolution en fonction du taux de compaction. Les mésopores étant interconnectés, le module informatique (« *plugin* ») « *MorpholibJ* » [57] de FIJI est utilisé pour les séparer et les numéroter sur les images. Une fois les mésopores séparés sur les images, le module informatique « *3D Manager* » [58] identifie tous les objets. Ce module décompte le nombre d'objets 3D dans une séquence d'images et extrait les données morphologiques de tous les objets considérés (volume, surface, centre de gravité, etc...). Une fois identifiés, il est possible de reconstruire tous les mésopores séparés les uns des autres en utilisant le module « *3D Viewer* » [55] de FIJI [53]. La procédure est décrite avec plus de précision dans l'Annexe C. Deux études sont réalisées dans ce chapitre : on examine d'abord l'évolution sous compaction des mésopores inter-plies, puis la taille et la répartition des mésopores intra-plies du tissu sont étudiées.

## 5.2 Étude des mésopores inter-plis

L'imbrication des couches dans un empilement multicouche est un paramètre important qui gouverne l'épaisseur du renfort, et de ce fait le taux de fibres. Comme on peut le voir sur la Figure 5.4 qui montre une image d'une section d'un renfort pour des taux de fibres croissants, les mésopores inter-plis sont très volumineux pour de faibles taux de fibres, mais ils sont très affectés par la compaction. Les plis étant superposés sans imbrication à l'origine, l'emboîtement des plis est minimal pour la mesure au plus faible taux de fibres. Néanmoins, plus l'échantillon est compacté, plus les plis s'emboîtent jusqu'à combler presque entièrement ces espaces inter-plis. En effet, comme le montre la Figure 5.4, lorsque l'échantillon est compacté, les plis se déplacent ou les torons à la surface des plis se déforment pour combler au maximum l'espace inter-plis, afin d'accommoder la diminution de l'épaisseur totale de l'échantillon.

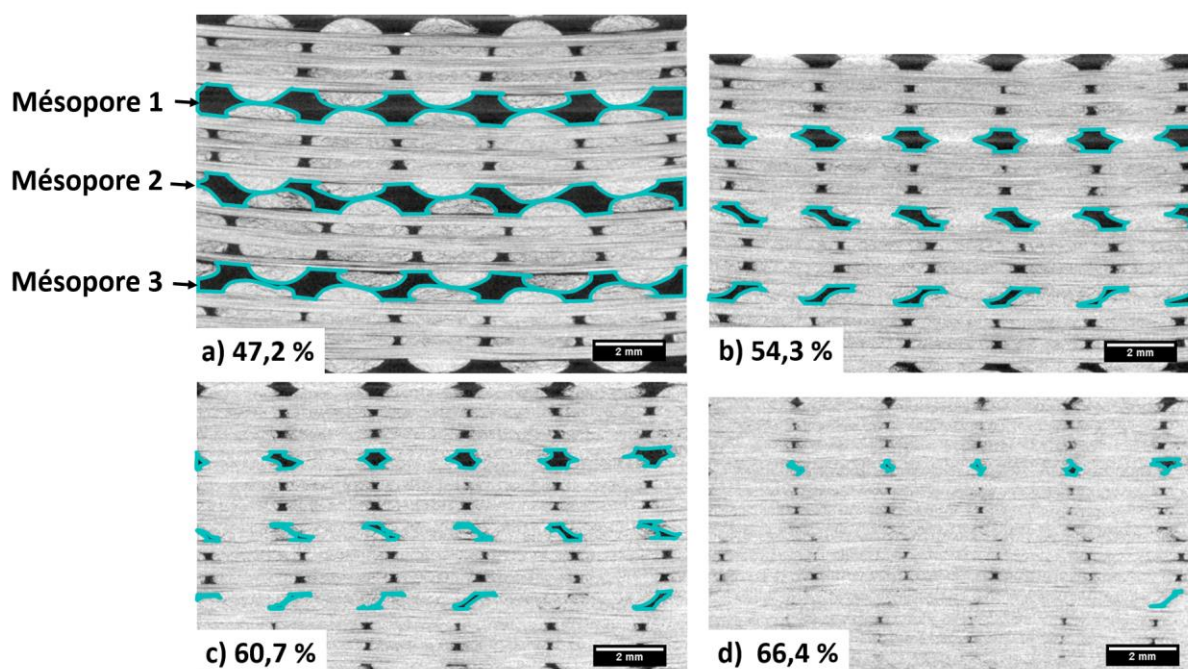


Figure 5.4 : Évolution des mésopores inter-plis pour 4 différents taux de fibres du renfort TG96N60E

Du fait de la nature du matériau, l'imbrication entre deux plis peut être localisée sur une petite portion des plis ou partout à la frontière entre deux plis. Le volume des mésopores inter-plis dépend de ce fait très fortement de l'imbrication des plis et du niveau de compaction.

Ces mésopores sont extraits à l'aide des modules « *MorpholibJ* » [57] et « *3D Manager* » [58] dans le but d'observer leur évolution volumique en fonction du taux de fibres. Les 3 mésopores inter-plis extraits de l'échantillon sont représentés sur la Figure 5.5 pour trois taux de fibres croissants. Le quatrième taux de fibres n'est pas représenté car les 3 mésopores inter-plis deviennent très difficiles à extraire dans ce cas avec le module « *MorpholibJ* » en raison d'une segmentation excessive des mésopores.

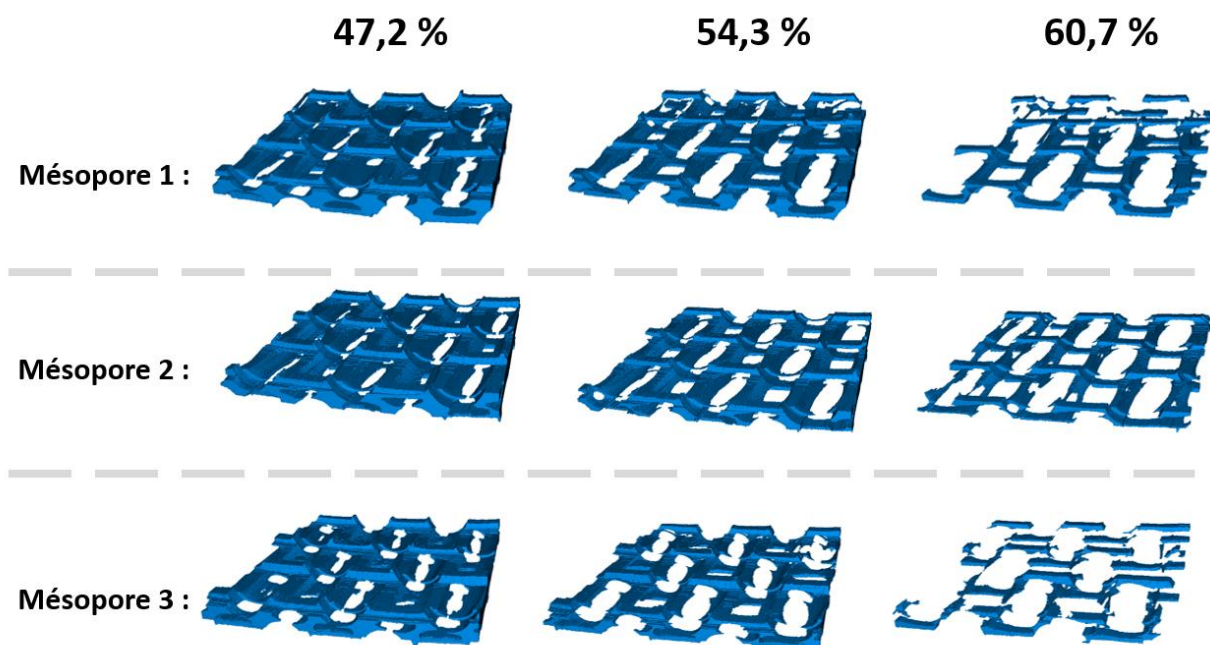


Figure 5.5 : Évolution de la géométrie de 3 mésopores inter-plis en fonction du taux de fibres pour un renfort TG96N60E

La Figure 5.6 et le Tableau 5.1 montrent l'évolution du volume de ces mésopores (la numérotation des mésopores inter-plis est effectuée de haut en bas). Dans un premier temps, les résultats obtenus montrent que les mésopores inter-plis sont très affectés par la compaction. En effet, entre les observations pour les taux de fibres à 47,2 % et 60,7 %, une diminution de près de 80 % du volume des mésopores inter-plis est observée. Comme indiqué précédemment, lorsqu'un l'échantillon composé de plusieurs plis est compacté, les plis se déplacent et se déforment pour s'imbriquer et

comblent les espaces inter-plis. Les observations de la Figure 5.5 et les résultats quantitatifs de la Figure 5.6 reflètent très clairement ce phénomène.

Tableau 5.1 : Volume des mésopores inter-plis de l'échantillon de renfort TG96N60E pour trois taux de fibres

Volume (mm <sup>3</sup> )	Vf=47,2 %	Vf=54,3 %	Vf=60,7 %
<b>Mésopore 1</b>	103,9	54,0	21,2
<b>Mésopore 2</b>	104,0	55,9	23,6
<b>Mésopore 3</b>	83,0	36,4	12,6

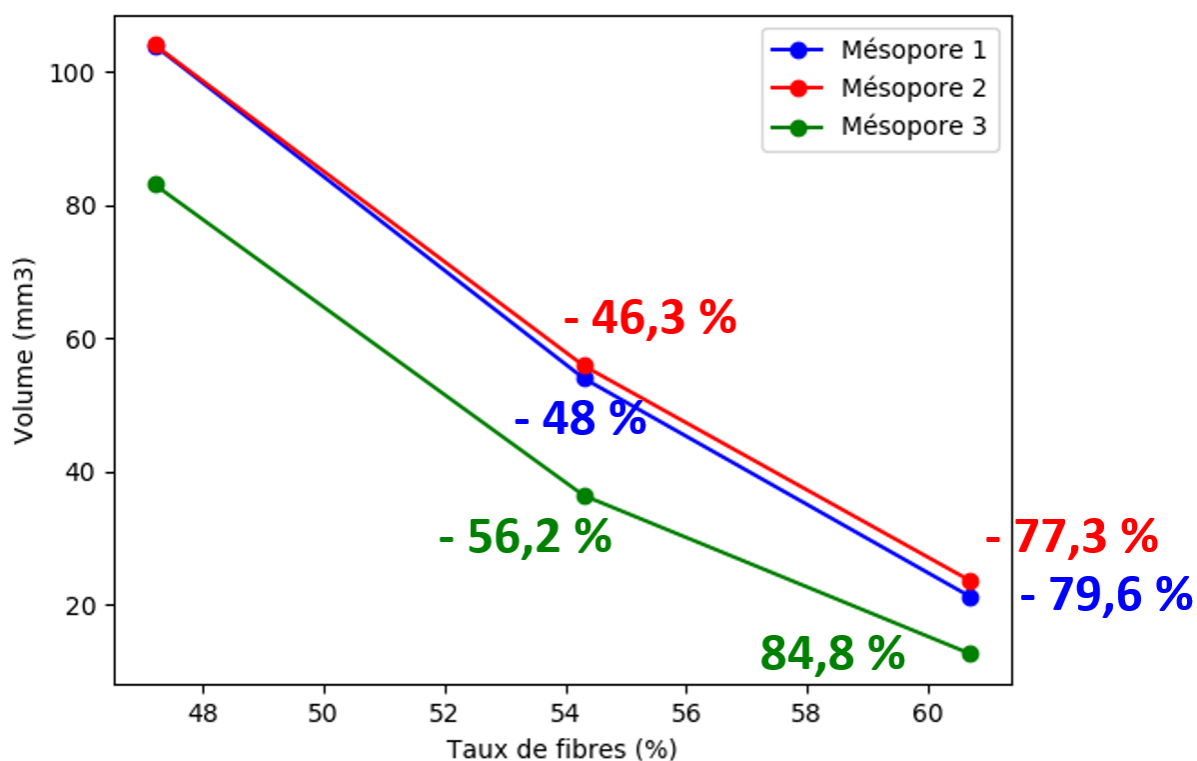


Figure 5.6 : Évolution des mésopores inter-plis pour 3 différents taux de fibres du renfort TG96N60E



Les courbes de la Figure 5.6 mettent également en évidence que le comportement des deux premiers mésopores sont très similaires mais que le troisième est légèrement différent. En se reportant à la Figure 5.4, il est clair que les plis à l'origine du mésopore inter-plis 3 semblent moins alignés que pour les autres mésopores. Ceci expliquerait donc le comportement légèrement différent du mésopore 3 et confirme ainsi que le volume des mésopores dépend fortement de l'imbrication des plis et donc de leur placement initial.

L'étude et la compréhension de l'évolution de ces mésopores sont importantes afin de mieux comprendre les phénomènes qui se produisent lors de l'imprégnation d'un tel renfort. En effet, ces mésopores représentent des canaux prioritaires pour l'écoulement de la résine. Néanmoins, comme le montre la Figure 5.4d, à partir d'un certain taux de fibres, ces mésopores sont quasiment inexistantes en raison d'un emboîtement presque complet des plis. Les mésopores laissent alors la place à une zone de contact entre plis extrêmement dense et difficile à imprégner par la résine.

### **5.3 Étude des mésopores intra-plis**

Après segmentation des images et séparation des mésopores des 4 plis sur le logiciel FIJI [53], les mésopores intra-plis sont identifiés et leurs caractéristiques morphologiques sont extraites. La répartition des mésopores d'un des 4 plis étudiés est représentée sur la Figure 5.7. Cette reconstruction met en évidence les deux catégories de mésopores au sein d'un pli de renfort orthogonal TG96N60E : les mésopores de « chaîne » et les mésopores de « trame ». Comme le montre la Figure 5.7, les mésopores de « chaîne » sont plus larges et plus courts que dans le sens « trame ». À partir des données morphologiques des mésopores intra-plis obtenues, l'influence du taux de compaction sur l'évolution géométrique de la structure du tissu peut être évaluée quantitativement.

#### **Volume des mésopores**

Les variations de volume des mésopores de cet échantillon sont étudiées dans le domaine représenté sur la Figure 5.4 (4 plis). Dans ce volume, environ 160 mésopores de « chaîne » et 120 mésopores de « trame » ont été identifiés après traitement des images sur FIJI. Les Figure 5.8 et Figure 5.9 représentent la répartition des volumes des mésopores dans les sens chaîne et trame pour les 3 taux

de fibres caractérisés de 47,2 %, 54,3 % et 60,7 %. Le quatrième taux de fibres n'est pas représenté car les mésopores intra-pli sont très étroits, ce qui rend difficile leur extraction automatique.

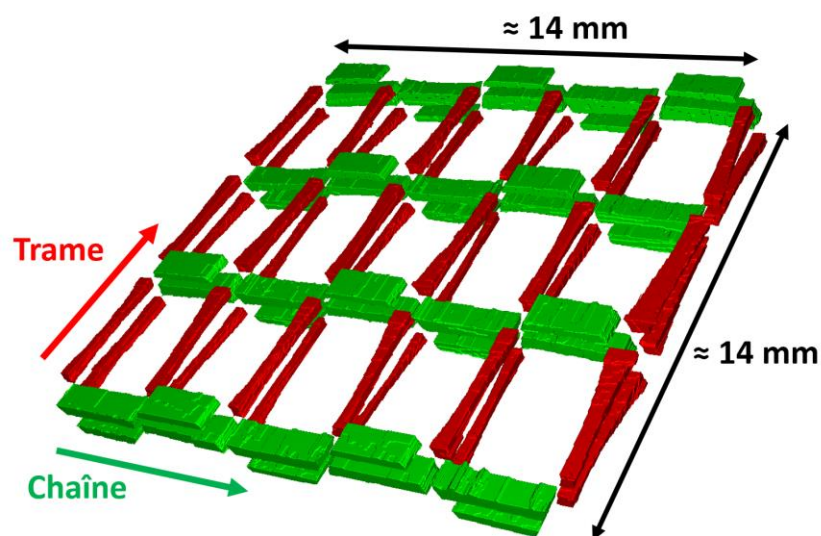


Figure 5.7 : Séparation et identification des mésopores d'un pli du renfort TG96N60E à l'aide du module «*MorpholibJ*»

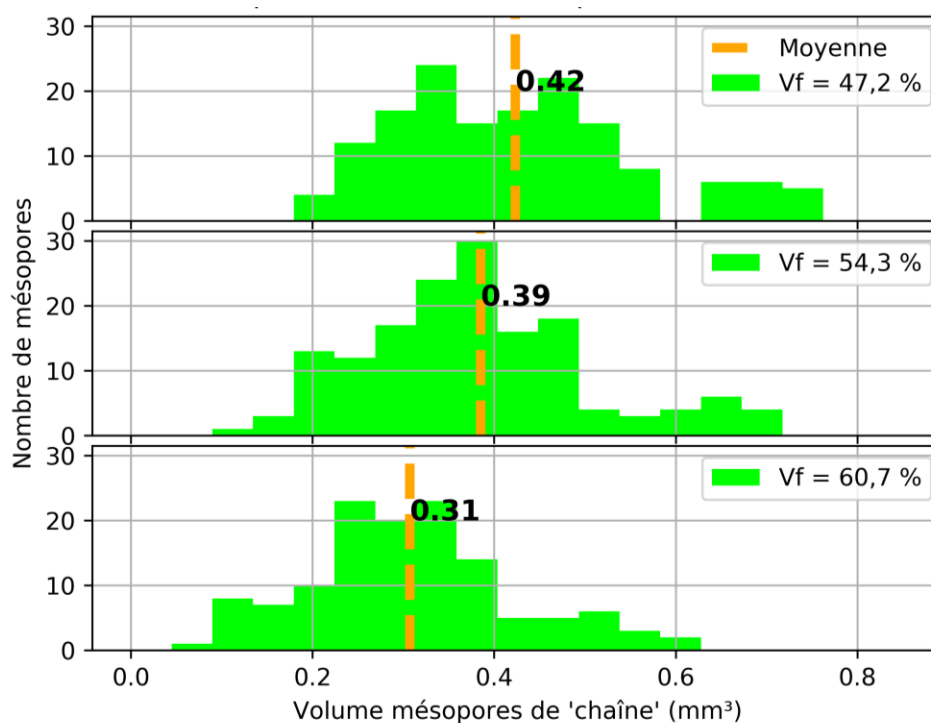


Figure 5.8 : Distribution du volume des mésopores de « chaîne » du renfort TG96N60E

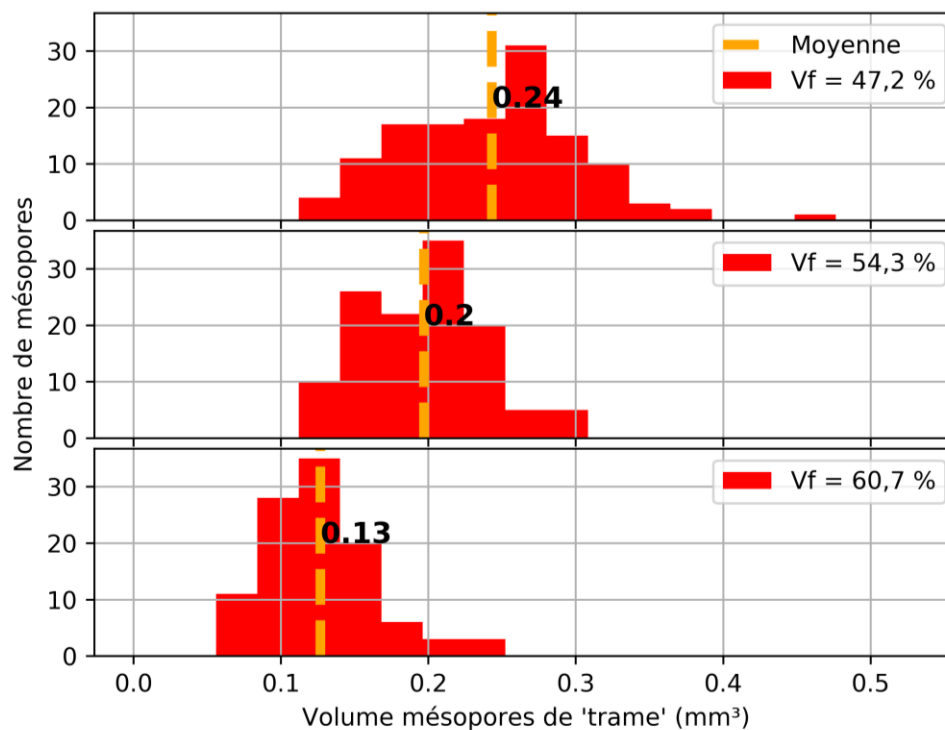


Figure 5.9 : Distribution du volume des mésopores de « trame » du renfort TG96N60E

La Figure 5.10 montre l'évolution du volume moyen des mésopores dans les sens trame et chaîne en fonction du taux de fibres. Les barres d'erreurs représentent la variabilité de la moyenne du volume des mésopores de chacun des plis étudiés. Les résultats obtenus montrent que la valeur moyenne des volumes diminue après compaction. Néanmoins, les mésopores « trame » et « chaîne » n'évoluent pas de la même façon. En effet, entre les observations à 47,2 % et 54,3 % de taux de fibres, on constate une diminution de 9 % du volume moyen des mésopores de « chaîne » et de 18 % pour les mésopores de « trame ». Ensuite, entre les observations à 54,3 % et 60,7 % de taux de fibres, une diminution de 18 % du volume moyen des mésopores de « chaîne » est observée et de 28 % pour les mésopores de « trame ». Ainsi, il apparaît non seulement que la distribution de la taille des mésopores est différente selon chaque direction spatiale, mais également que le comportement sous compaction des deux types de mésopores est différent. Cette étude sur le volume des mésopores met donc en évidence le caractère anisotrope du renfort TG96N60E.

Sur les Figure 5.11a et Figure 5.11b sont représentées les volumes moyens des mésopores des 4 plis étudiés. Ces résultats montrent qu'il existe une variabilité des mésopores de chaîne pour le

taux de fibres naturel, qui est estimée à environ 15 % du volume moyen. Cependant, plus l'échantillon est compacté et plus les volumes moyens des mésopores par pli convergent. Le même phénomène n'est pas observé pour les mésopores de trame.

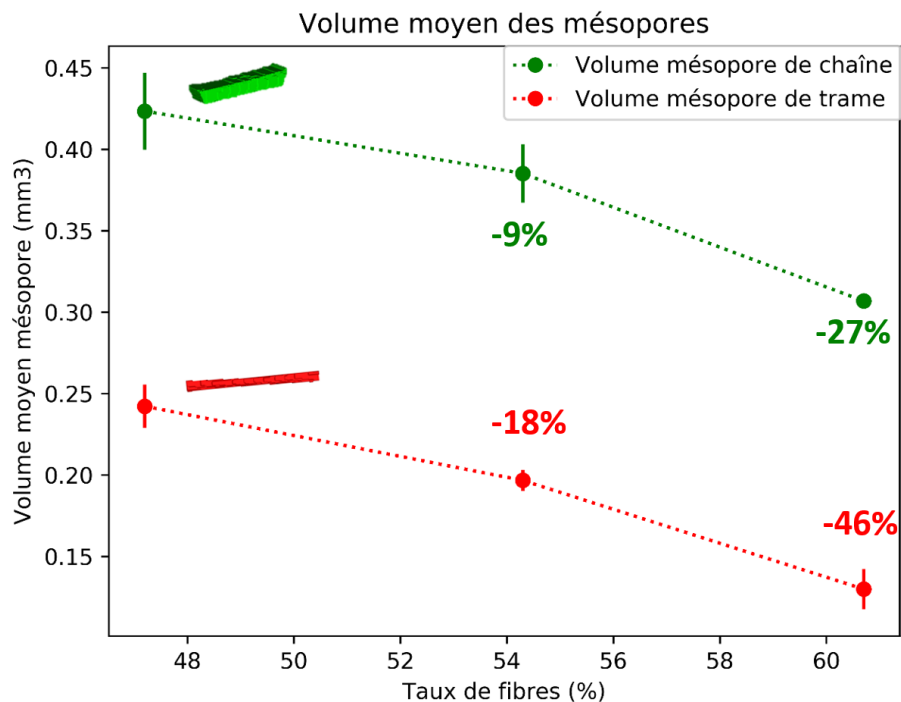


Figure 5.10 : Évolution du volume moyen des mésopores intra-pli du domaine étudié en fonction du taux de fibres du renfort TG96N60E

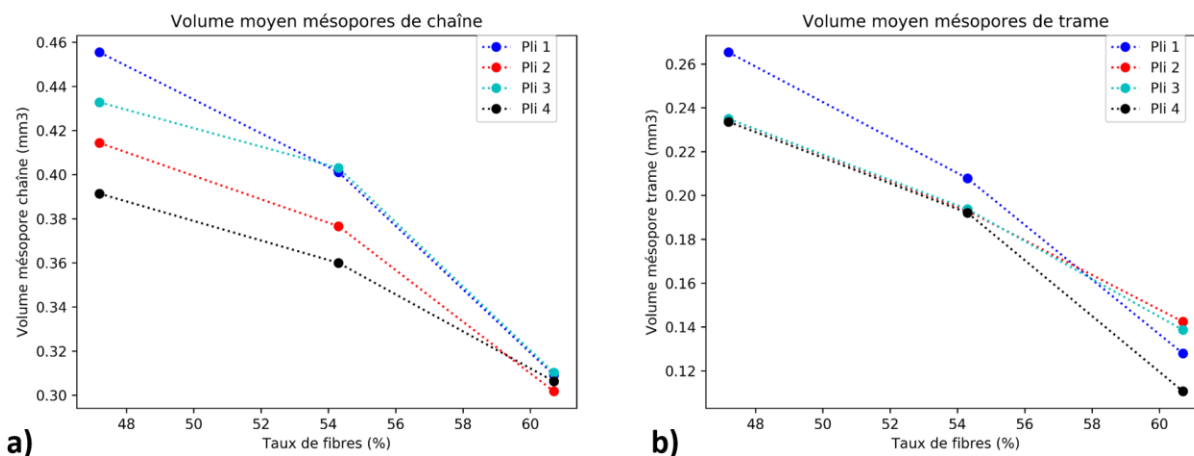


Figure 5.11 : Volume moyen des mésopores de chacun des plis de renfort TG96N60E : (a) mésopores sens de chaîne; (b) mésopores sens de trame

Le Tableau 5.2 et la Figure 5.12 présentent l'évolution du volume total de chaque type de mésopores dans l'échantillon caractérisé. Ces résultats mettent en évidence un volume total des mésopores dans le sens « chaîne » plus de deux fois supérieur à celui des mésopores dans le sens « trame ». Les courbes montrent également que pour de faibles taux de fibres, le volume des mésopores inter-plis sont les plus volumineux. Cependant, ce type de mésopores est le plus affecté par la compaction.

Tableau 5.2 : Volumes des mésopores dans l'échantillon de renfort TG96N60E

Taux de fibres (%)	Vf=47,2 %	Vf=54,3 %	Vf=60,7 %
Mésopores inter-plis (mm <sup>3</sup> )	290,9	146,2	57,4
Mésopores intra-pli chaîne (mm <sup>3</sup> )	67,2	62,3	49,5
Mésopores intra-pli trame (mm <sup>3</sup> )	34,5	28,8	18,8

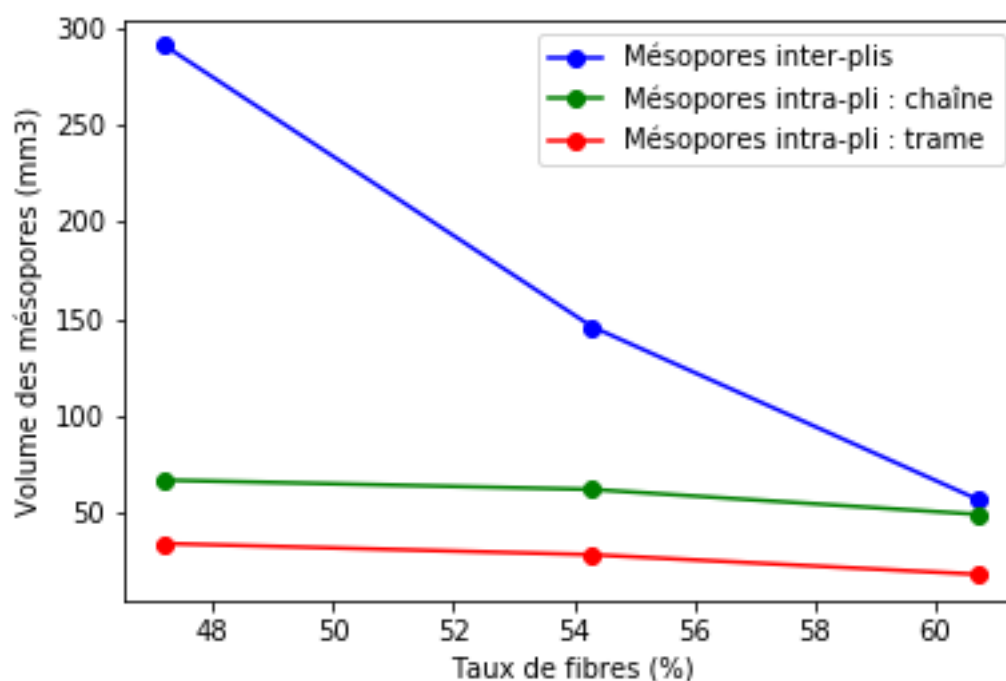


Figure 5.12 : Évolution des volumes des mésopores dans l'échantillon de renfort TG96N60E

### Longueur des mésopores

Une étude a également été effectuée pour observer l'évolution de la longueur des mésopores. Les résultats sont représentés sur la Figure 5.13. Les deux pics observés sur la Figure 5.13a mettent en évidence qu'il existe bien deux types de mésopores dans le sens « chaîne » : les mésopores de chaîne au centre du pli et les mésopores plus courts au niveau de la courbure du fil liant. Il est intéressant d'observer que plus l'échantillon est compacté, plus les pics de longueurs se rapprochent. En effet, la compaction des plis entraîne un aplanissement de la courbure du fil liant et réduit la différence de longueur entre les mésopores de « chaîne » courts et longs (Figure 5.15). Dans le sens trame, la distribution reste stable pour les différents taux de fibres considérés. Par conséquent, la compaction n'influence que la longueur des mésopores dans le sens chaîne. À partir du volume des mésopores, il est possible d'obtenir des valeurs du diamètre équivalent moyen ou du diamètre hydraulique moyen qui par la suite pourraient s'avérer utiles pour comparer ces résultats avec d'autres méthodes de caractérisation comme la porométrie par exemple.

La Figure 5.14 montre les valeurs du diamètre des mésopores dans le sens trame et chaîne. Celles-ci sont obtenues à partir du volume et de la longueur des mésopores. Les pics des distributions du diamètre sont toujours bien distincts pour chaque taux de fibres. Ces résultats montrent que lorsque le taux de fibres augmente, le diamètre équivalent des mésopores dans les sens trame et chaîne diminue.

Les résultats obtenus précédemment permettent de conclure que la microtomographie aux rayons X et la procédure de traitement d'images mise en place permettent de caractériser la mésoporosité du renfort 3D orthogonal TG96N60E et d'analyser l'influence de la compaction sur l'évolution de sa structure.

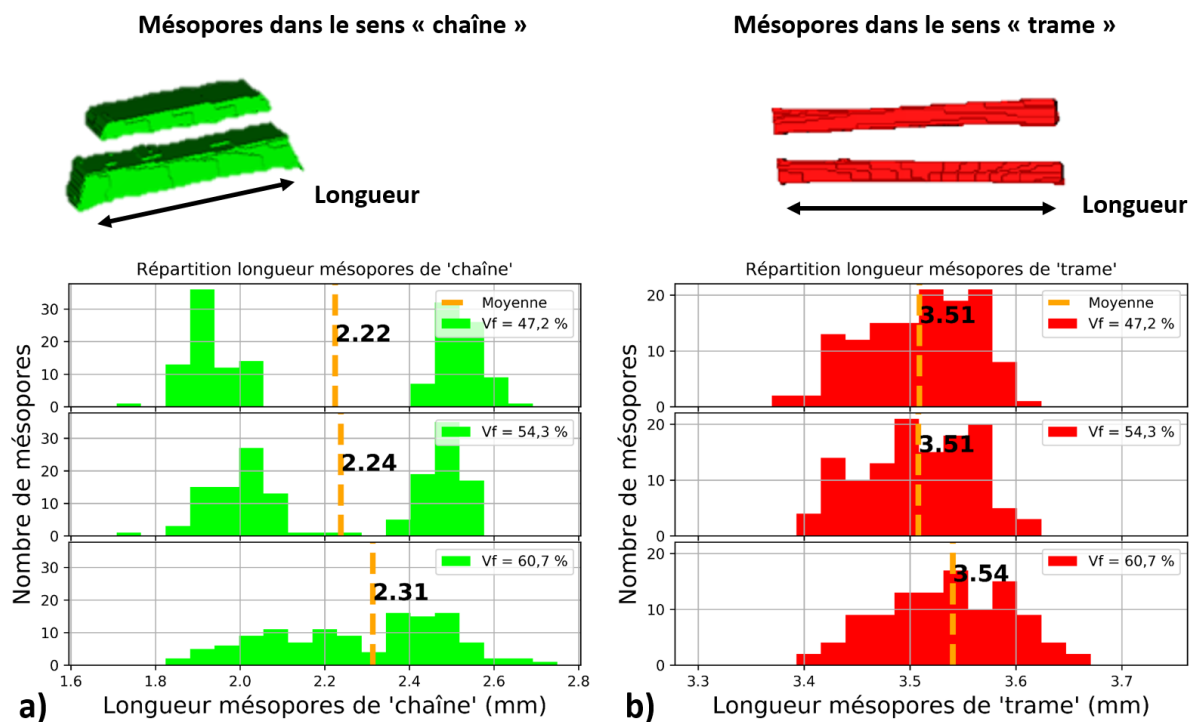


Figure 5.13 : Distribution de la longueur des mésopores intra-pli du renfort TG96N60E : (a) mésopores sens « chaîne »; (b) mésopores sens « trame »

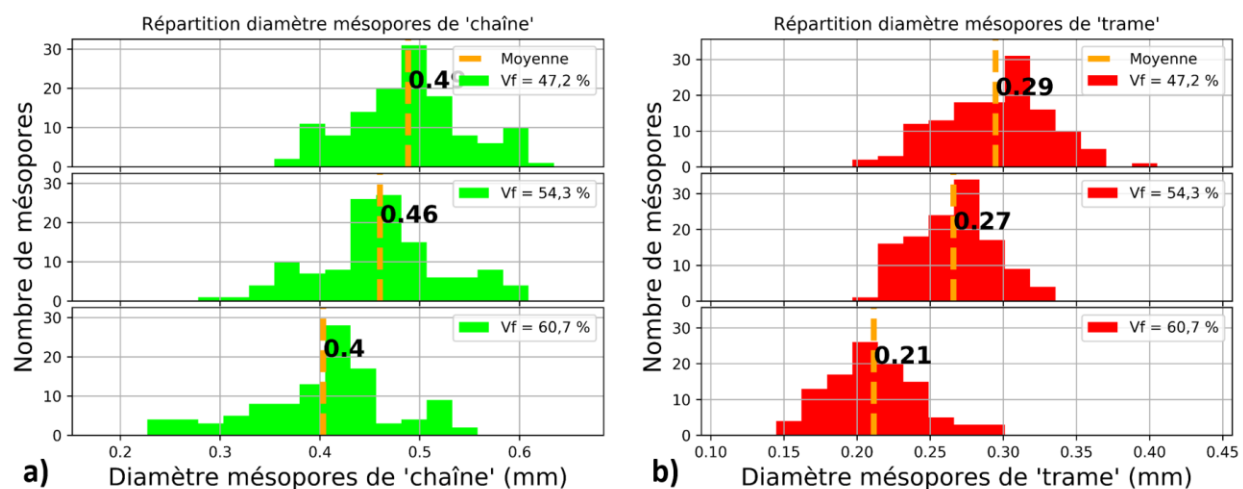


Figure 5.14 : Distribution du diamètre équivalent des mésopores intra-pli du renfort TG96N60E : (a) mésopores sens « chaîne »; (b) mésopores sens « trame »

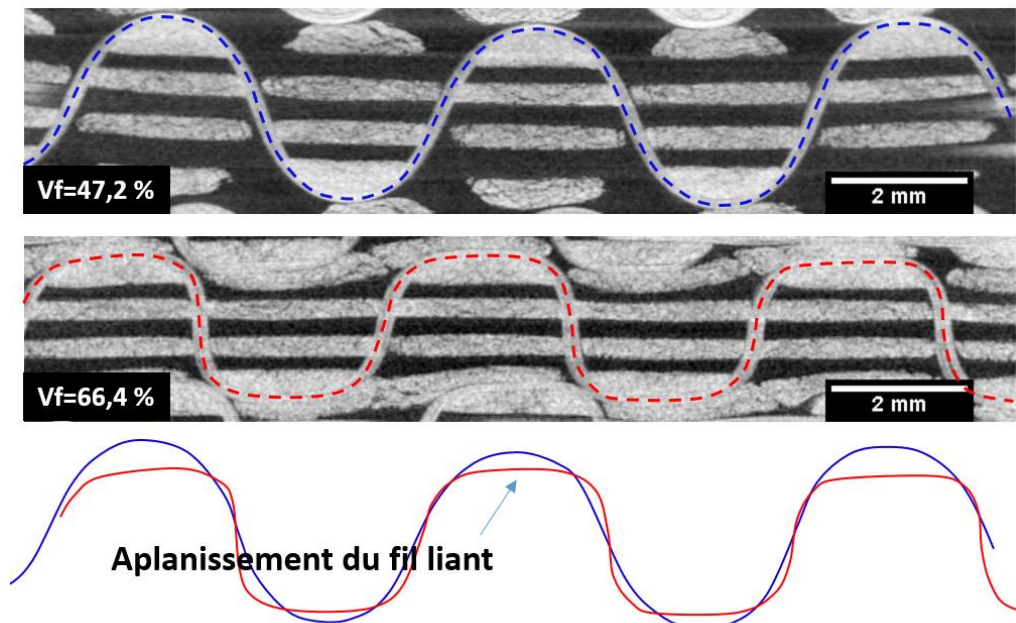


Figure 5.15 : Aplanissement d'un fil liant après compaction de l'échantillon de renfort TG96N60E

## 5.4 Comparaison qualitative avec la perméabilité

### 5.4.1 Corrélation de la mésoporosité du renfort TG96N60E avec des résultats expérimentaux de perméabilité

Dans cette section, on s'attachera à comprendre les mesures de perméabilité réalisées sur le tissu TG96N60E obtenues dans l'article de Karaki et al. [59] à l'aide des données morphologiques des mésopores obtenues précédemment. Dans cet article, une analyse de la perméabilité de cinq tissus différents, dont le renfort TG96N60E, a été réalisée dans le but de mettre en place et valider un modèle analytique prédictif de la perméabilité. La perméabilité d'un renfort reflète la facilité d'un fluide à s'écouler à travers le renfort. L'article de Karaki et al. [59] indique que la perméabilité microscopique est beaucoup plus petite que la perméabilité macroscopique. Dans un renfort fibreux bien agencé où les mésopores sont toujours connectés entre eux, l'influence des micropores est limitée à l'effet de saturation et les mésopores jouent un rôle prédominant sur la perméabilité. Il est donc intéressant de comparer l'évolution sous compaction de la mésoporosité intra-ply et de la



perméabilité du tissu. Trois mesures sont effectuées dans chaque direction (trame et chaîne) pour trois taux de fibres. Le Tableau 5.3 et la Figure 5.16a présentent les mesures de perméabilité unidirectionnelle pour ce tissu obtenues dans l'article de Karaki et al [59].

Tableau 5.3 : Perméabilités planes du renfort TG96N60E pour 3 taux de fibres [59]

$V_f$ (%)	54,6	61,0	69,5
Chaîne : $K_{0^\circ}$ ( $\times 10^{-11}m^2$ )	13,6	7,42	0,753
Trame : $K_{90^\circ}$ ( $\times 10^{-11}m^2$ )	64,7	21	1,56

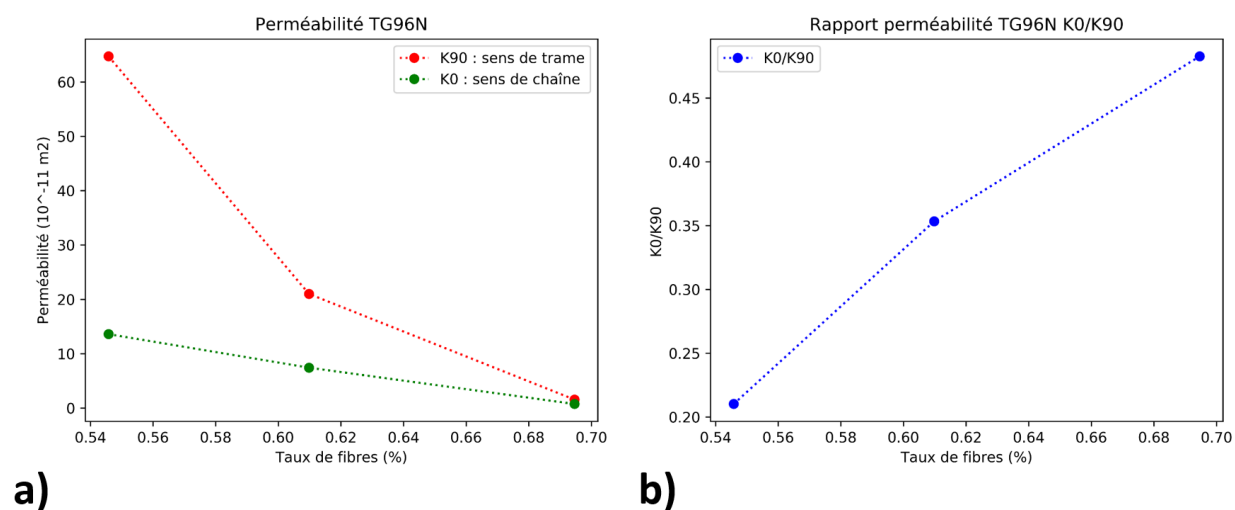


Figure 5.16 : (a) Perméabilité du renfort TG96N60E dans les sens trame et chaîne en fonction du taux de fibres; (b) Évolution du rapport de la perméabilité dans le sens chaîne par la perméabilité dans le sens trame en fonction du taux de fibres [59]

Les résultats de Karaki et al. [59] mettent en évidence que les perméabilités  $K_0$  dans le sens de trame et  $K_{90}$  dans le sens de chaîne ne sont pas similaires. En effet, tel que représenté sur la Figure 5.16a, la perméabilité  $K_{90}$  dans le sens chaîne est beaucoup plus élevée que la perméabilité  $K_0$ , bien que les mésopores de « trame » soient globalement moins volumineux que les mésopores de « chaîne ». Les phénomènes à l'origine de ce comportement peuvent être expliqués par la

répartition et la géométrie des mésopores. En effet, si les mésopores de « trame » sont moins volumineux, ils sont néanmoins plus longs et le fluide injecté est donc moins « bloqué » par le passage du fil liant. Une autre raison pouvant expliquer un tel comportement semble être l'espacement des lignes du réseau de mésopores. Comme indiqué dans le Tableau 4.1 du Chapitre 4, le nombre de torons par unité de longueur dans les sens chaîne et trame sont différents. Cependant le nombre de lignes de mésopores par centimètre est équivalent au nombre de torons par centimètre qui est de 3,4 dans le sens trame et 2,3 dans le sens chaîne. Il y a donc plus de rangées de mésopores par unité de longueur dans le sens de la trame que dans celui de la chaîne. Sur la Figure 5.17, les mésopores intra-pli d'un échantillon carré (14 mm x 14 mm) d'un pli de renfort TG96N60E sont représentés. On peut voir que, dans le cas d'une injection dans le sens de la chaîne, il y a 4 lignes de mésopores « chaîne » et 4 obstacles à l'écoulement. Dans le cas d'une injection dans le sens de la trame, il y a 6 lignes de mésopores « trame » pour seulement 2 obstacles à l'écoulement du fluide. L'écoulement semble donc plus facile selon la trame.

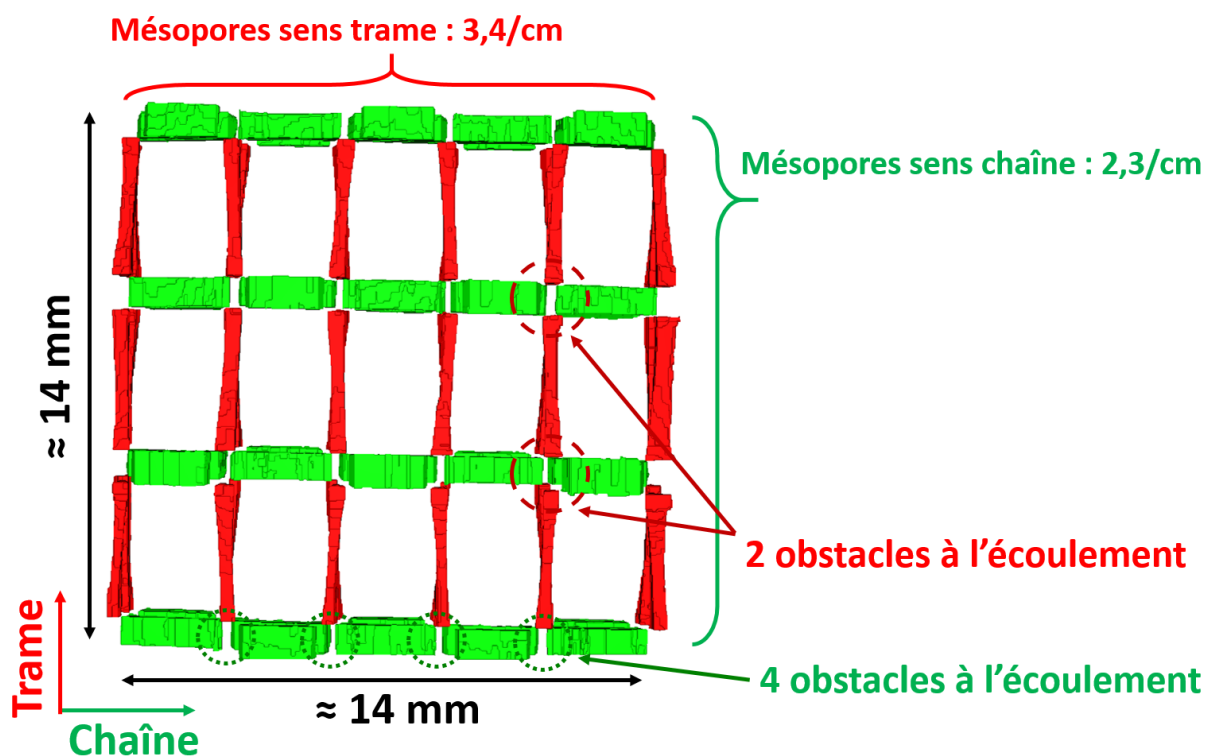


Figure 5.17 : Représentation de la distribution des mésopores d'un pli du renfort TG96N60E  
( $V_f = 47,2\%$ )

Les courbes de perméabilité représentées à la Figure 5.16a mettent également en évidence que les perméabilités unidirectionnelles  $K_0$  et  $K_{90}$  ne présentent pas le même comportement sous compaction. Le fait que la perméabilité  $K_{90}$  selon la trame soit plus influencée par la compaction peut être expliqué par l'évolution morphologique des mésopores. En effet, le rapport entre le volume des mésopores dans les directions « trame » et « chaîne » a une grande influence sur la perméabilité directionnelle. Comme présenté précédemment, les mésopores de trame se réduisent de près de 46 % entre le taux de fibres initial et un taux de fibres de l'ordre de 60 % alors que les mésopores dans le sens chaîne se réduisent en moyenne de 27 % en volume. Le volume des mésopores de « trame » et de « chaîne » n'évoluant pas de la même façon, le rapport des volumes des mésopores « trame » sur « chaîne » diminue, ce qui engendre une réduction de l'écart entre les deux perméabilités unidirectionnelles.

#### **5.4.2 Prédiction de la perméabilité à partir de données de microtomographie**

Un modèle prédictif a été développé pour estimer la perméabilité macroscopique unidirectionnelle dans le plan dans les deux directions  $K_0$  et  $K_{90}$  [59]. Le modèle repose sur une solution analytique issue d'études antérieures [60]. La mise en œuvre de ce modèle demande de connaître des paramètres géométriques de base de l'architecture de la structure et des torons à un taux de fibres initial (distance entre les centre des sections des torons, largeur des torons, épaisseur des torons etc, tel qu'indiqué sur la Figure 5.18). Ces paramètres sont obtenus manuellement à partir d'images microtomographiques des tissus étudiés et des fiches techniques fournies par le fabricant. À partir des paramètres géométriques à un taux de fibres initial, une première démarche consiste à prédire ces données pour différents taux de fibres.

La géométrie des torons est par la suite approximée afin de calculer la dimension et d'établir une distribution des mésopores pour différents taux de fibres. Suite à cela, les valeurs de perméabilité macroscopique dans le plan  $K_0$  et  $K_{90}$  sont prédites à l'aide du modèle de Bahrami et Tamayol [60].

Bien qu'une bonne corrélation existe entre les résultats expérimentaux et analytiques de perméabilité des renforts 3D orthogonaux, cette approche nécessite une extraction manuelle des paramètres géométriques afin d'approximer la géométrie du tissu et d'en déduire les mésopores. En effet, le modèle prend en considération une architecture idéale et simplifiée du tissu, qui

conserve les positions et les formes des pores après compaction. Avec la méthode présentée dans ce chapitre, les mesures des caractéristiques des mésopores peuvent être obtenues avec une meilleure précision. De ce fait, une combinaison des modèles de prédiction de la perméabilité avec les méthodes de traitement d'images microtomographiques permettrait ainsi de prédire de façon plus précise et réaliste la perméabilité des renforts selon la chaîne et la trame tout en tenant compte de la variabilité du renfort.

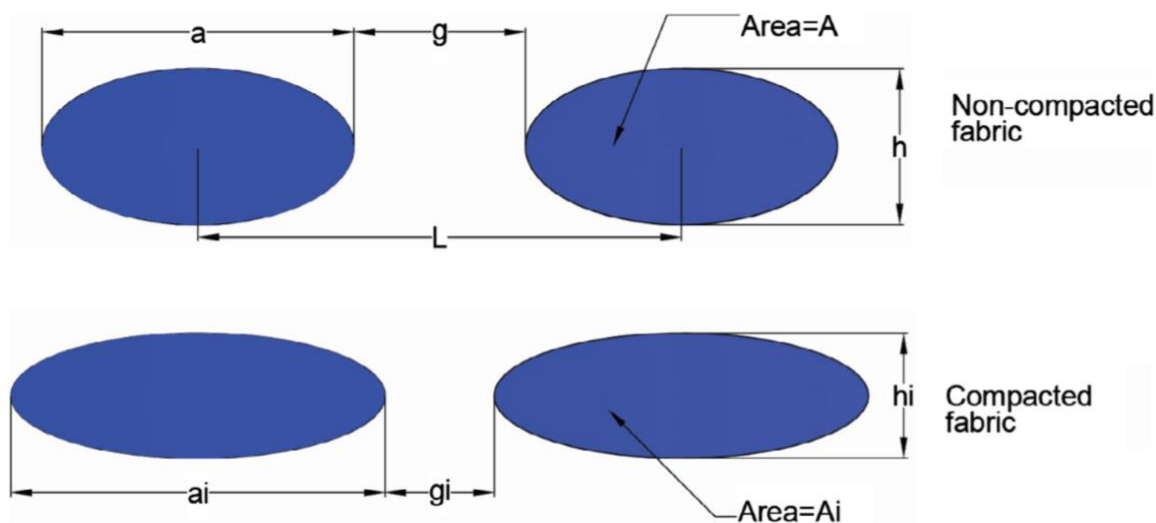


Figure 5.18 : Description des paramètres géométriques des torons [59]

## 5.5 Synthèse

Dans ce chapitre, les observations réalisées sur le renfort 3D orthogonal en fibres de verre avec le nouveau dispositif de compaction ont été analysées. Une méthode simple de traitement des images microtomographiques a été développée pour identifier et extraire les mésopores, puis observer leur évolution en fonction du taux de compaction. Pour le renfort TG96N60E, trois types de mésopores sont identifiés et étudiés : les mésopores intra-pli selon la « trame » et la « chaîne » et les mésopores inter-plis entre deux plis superposés. Une première étude sur les mésopores inter-plis a montré que le volume et la morphologie de ces mésopores dépendent principalement de l'imbrication des plis. De plus, les images montrent que pendant la compaction, les plis s'imbriquent petit à petit jusqu'à combler entièrement les espaces inter-plis. En effet, entre un taux de fibres initial et un taux de

fibres d'environ 60 %, une diminution de près de 80 % du volume des mésopores inter-plis est observée.

Une analyse des mésopores intra-plis a été effectuée afin d'observer l'évolution de leurs volumes et diamètres moyens. On a pu vérifier l'anisotropie du renfort et montré que les mésopores dans le sens chaîne et trame évoluent différemment sous compaction. Une comparaison qualitative de l'évolution des mésopores intra-plis avec des résultats de perméabilité longitudinale a permis d'établir un lien entre la morphologie des mésopores et la perméabilité. En effet, notre étude a mis en évidence que la structure du renfort, le rapport du volume des mésopores dans les deux directions longitudinales et la compaction ont une grande influence sur l'écart des perméabilités planes.

Les résultats de ce chapitre montrent le potentiel de la microtomographie pour caractériser la mésoporosité d'un renfort 3D orthogonal. En effet, grâce aux résultats de microtomographie, il est possible de visualiser l'évolution morphologique des mésopores et d'extraire des données géométriques très précises sur la structure des mésopores. Le couplage de ces données avec des résultats obtenus par d'autres techniques expérimentales comme la perméabilité permet de mieux comprendre les phénomènes qui interviennent lors de la compaction des renforts fibreux.

## CHAPITRE 6 ÉTUDE DE LA MÉSOROSITÉ DANS UN RENFORT 2D « PLAIN WEAVE » POUR DIFFÉRENTES SUPERPOSITIONS DES PLIS

Ce chapitre présente une étude complète des analyses réalisées sur le tissu bidimensionnel en fibres de verre L14012. Dans un premier temps, l'évolution de l'emboîtement pour 4 configurations d'empilement est étudiée en fonction du taux de compaction. Ensuite, une comparaison entre l'évolution morphologique du réseau de mésopores et des résultats de porométrie transverse est effectuée. Enfin, les observations et résultats obtenus à l'aide de la microtomographie sur la mésoporosité longitudinale sont comparés à des résultats de perméabilité plane pour le renfort considéré.

### 6.1 Observations générales des mésopores

L'emboîtement des couches dans un empilement multicouche est un phénomène qui exerce une influence importante sur l'épaisseur du renfort, et donc sur son taux de fibres. Par ailleurs, des études ont démontré que cette imbrication a aussi un impact sur la perméabilité. Dans cette section, l'évolution de la mésostructure de 4 configurations d'empilements est étudiée. Ces configurations sont superposées et séparées par des grilles métalliques. La Figure 6.1 montre sur le côté droit des images des 4 configurations superposées. Au total 5 observations ont été réalisées pour des taux de fibres différents. Pour chacune de ces observations, le taux de fibres de chaque configuration est calculé à partir de l'épaisseur des échantillons qui est déterminée de façon précise sur les images microtomographiques. Les grilles de séparation métalliques n'étant peut-être pas parfaitement plane ou horizontale, l'épaisseur des échantillons est mesurée sur plusieurs sections afin d'obtenir une épaisseur moyenne. Étant donné que les ensembles de plis possèdent des épaisseurs différentes, les taux de fibres des plis sont différents. Ils sont représentés pour les 5 observations réalisées sur la Figure 6.1.

Les courbes montrent que la configuration  $0^\circ/45^\circ$  est celle qui présente toujours le plus faible taux de fibres pour toutes les observations. Les configurations  $0^\circ/0^\circ$  décalé et  $0^\circ/90^\circ$  donnent les taux

de fibres les plus élevés. Le taux de fibres de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé est toujours inférieur à celui de la configuration  $0^\circ/90^\circ$ . Néanmoins, plus l'échantillon est compacté et plus les comportements des deux configurations convergent. La configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné présente un comportement intermédiaire. En effet, pour de faibles taux de fibres, le taux de fibres est très proche de celui de la configuration  $0^\circ/45^\circ$ . Plus l'échantillon est compacté, plus son comportement tend vers celui de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé. Ces observations mettent en évidence que les configurations avec imbrications des plis ont un taux de fibres plus élevé que les configurations avec une imbrication plus faible.

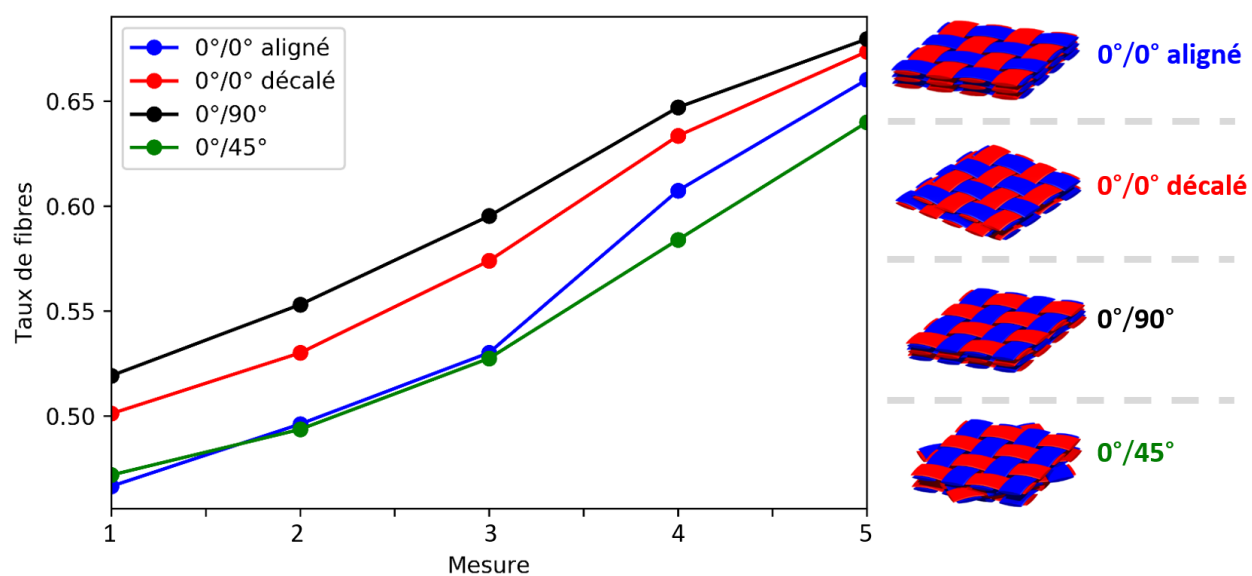


Figure 6.1 : Évolution du taux de fibres des 4 configurations observées du renfort L14012

L'imbrication des couches dans l'empilement des plis est un paramètre important. Sur la Figure 6.2 sont représentées de façon schématique les deux configurations extrêmes de l'emboîtement de plis 2D « *plain weave* ». Si les couches reposent les unes sur les autres sans s'imbriquer (Figure 6.2a), on note la présence de mésopores inter-plis qui ont la forme de conduites ou de canaux. Cependant, lorsque les plis sont légèrement décalés, ils s'emboîtent et combinent ces espaces (Figure 6.2b). Ainsi, pour un même nombre de plis, l'épaisseur d'un empilement désaligné sera donc inférieure à celle d'un empilement aligné.

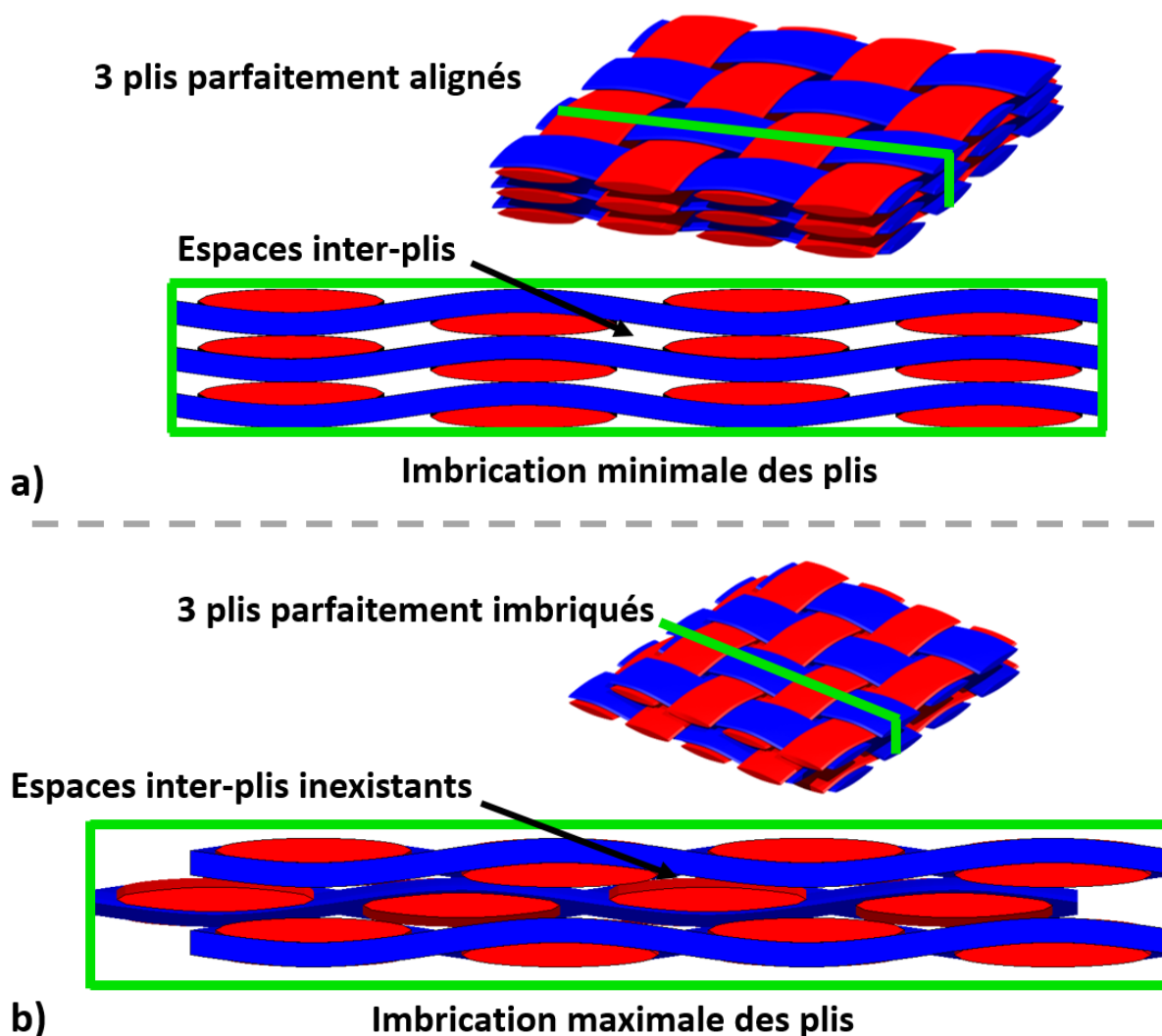


Figure 6.2 : Les deux configurations extrêmes d'imbrication de plis 2D : (a) « *nesting* » minimum; (b) « *nesting* » maximum

Les Figure 6.3, Figure 6.4, Figure 6.5 et Figure 6.6 montrent l'évolution de l'imbrication des 4 configurations de plis à partir des images de microtomographie brutes. Une description qualitative des images microtomographiques est effectuée pour chaque configuration et accompagnée d'une figure représentant la même section de l'échantillon pour le premier et le quatrième taux de fibres. Sur ces images, des torons sont identifiés manuellement par des couleurs à l'aide du logiciel FIJI



pour mieux observer les déplacements et changements de géométrie typiques des torons après compaction.

### Configuration 0°/45°

Une des configurations avec le moins d'imbrication des plis est bien évidemment celle des plis orientés à 0°/45°. En effet, comme le montre la Figure 6.3, dans cette configuration les plis ne s'emboîtent pas, que ce soit à l'état initial ou lors de la compaction. Seul un écrasement et un changement de géométrie des torons est observé, et ce même pour un taux de fibres de 58,4 %.

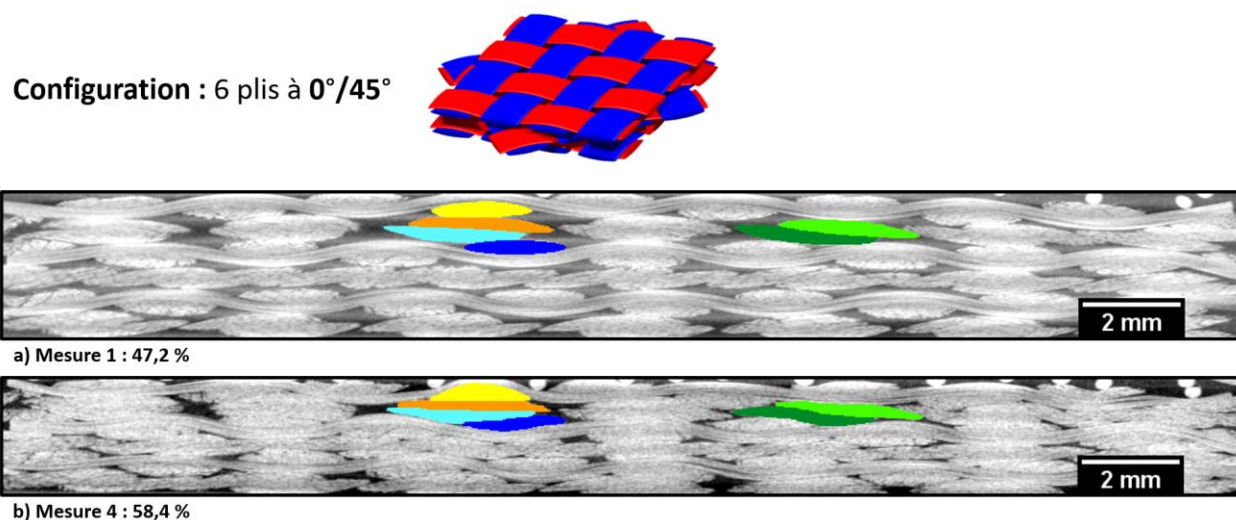


Figure 6.3 : Images de microtomographie de l'empilement de 6 plis 0°/45° pour les taux de fibres de 47,2 % et 58,4 %

### Configuration 0°/0° décalé

La configuration avec l'imbrication la plus élevée est le 0°/0° décalé. Dans cette configuration, les plis sont emboîtés les uns aux autres. Pour des taux de fibres proches du taux de fibres initial, il existe des petits espaces entre les plis, mais ceux-ci se combleront très rapidement avec la compaction. La Figure 6.4b montre très clairement que pour un taux de fibres de 63,3 %, les mésopores entre les plis ont quasiment disparus. L'empilement est donc extrêmement dense.

### Configuration 0°/90°

La configuration à 0°/90° semble très proche de la configuration 0°/0° décalé comme le montre la Figure 6.5. Ceci peut s'expliquer par l'espacement différent des torons selon la trame et la chaîne. En effet, il est possible que l'échantillon ait été coupé dans une zone où les plis étaient dans une

configuration d'emboîtement. Ainsi, un comportement similaire est observé pour les configurations  $0^\circ/90^\circ$  et  $0^\circ/0^\circ$  décalé.

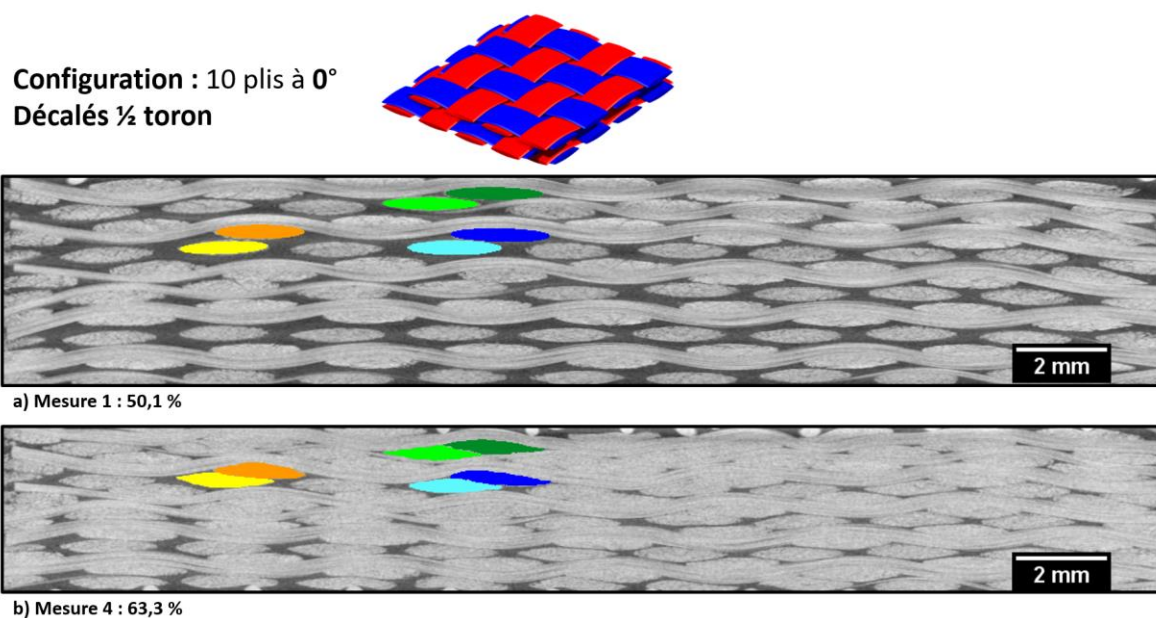


Figure 6.4 : Images de microtomographie des empilements  $0^\circ/0^\circ$  décalé (taux de fibres de 50,1 % et 63,3 %)

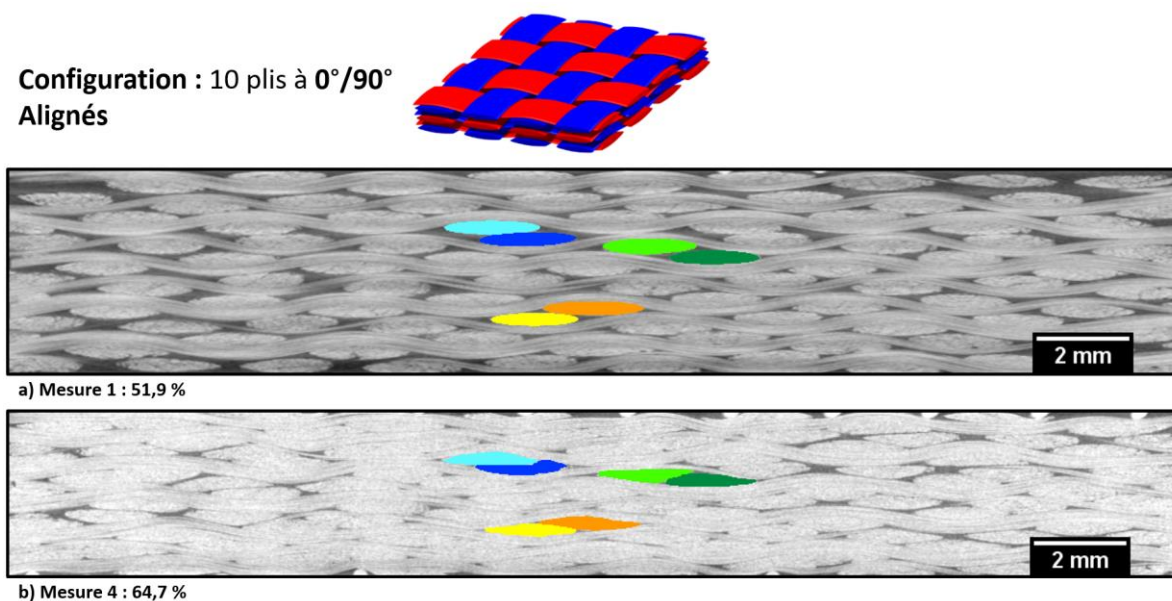


Figure 6.5 : Images de microtomographie des empilements  $0^\circ/90^\circ$  (taux de fibres de 51,9 % et 64,7 %)

### Configuration 0°/0° aligné

Pour ce qui est de la configuration 0°/0° aligné représentée sur la Figure 6.6, la courbe du taux de fibres et les images mettent en évidence que l'imbrication des plis est faible pour un taux de fibres proche du taux de fibres initial. Le comportement du taux de fibres de cette configuration est donc proche de celui de la configuration 0°/45°. Néanmoins, plus l'échantillon est compacté, contrairement à la configuration 0°/45°, plus une imbrication progressive des plis peut apparaître localement. En effet, on peut voir sur la Figure 6.6 que les torons des plis se déforment, se déplacent et peuvent dans certains cas combler des espaces inter-plis pour tendre progressivement vers une configuration 0°/0° décalé. Ce comportement est bien mis en évidence sur la courbe de la Figure 6.1, qui représente l'évolution du taux de fibres de cette configuration.

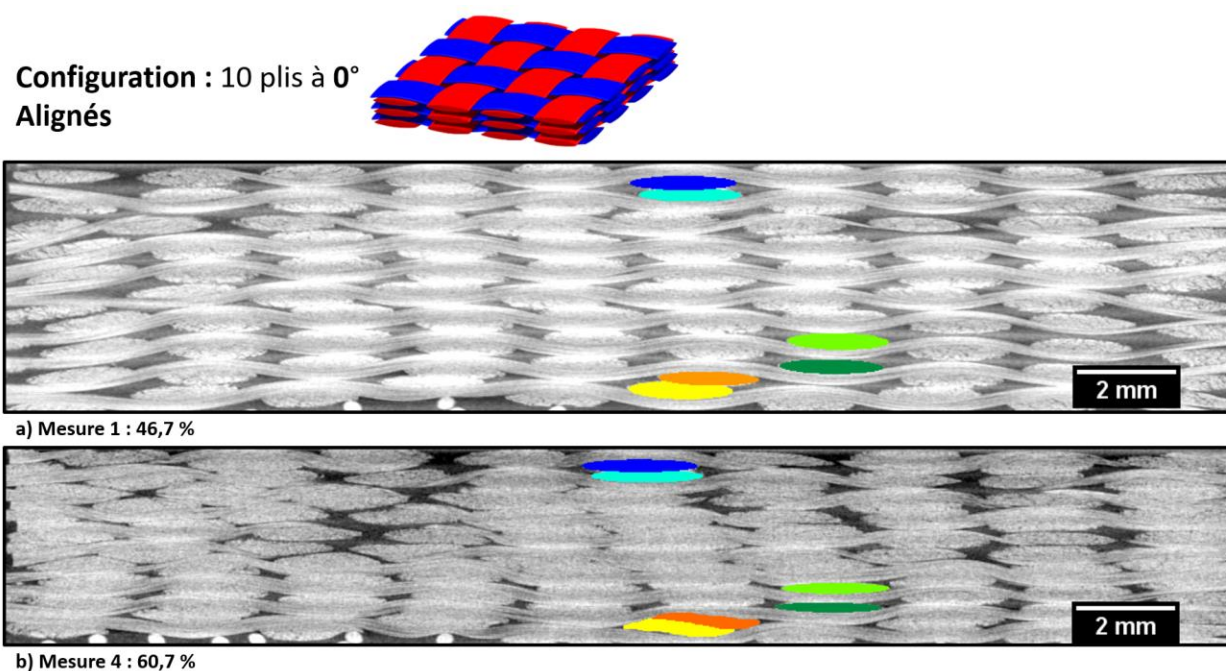


Figure 6.6 : Images de microtomographie de l'empilement 0°/0° aligné pour les taux de fibres de 46,7 % et 60,7 %

Deux conclusions préliminaires ressortent donc de cette première étude. On constate que les mésopores entre les plis sont volumineux lorsque les plis ne sont pas imbriqués (parfaitement alignés ou à 0°/45°), alors que les configurations imbriquées présentent très peu d'espace entre les plis. La taille des mésopores dépend donc fortement de l'imbrication des plis. Le comportement de

toutes les configurations possibles d'empilement de plis sous compaction est compris entre les courbes des  $0^\circ/45^\circ$  et  $0^\circ/0^\circ$  décalé, qui correspondent aux deux cas extrêmes pour tous les taux de fibres. On considère que la configuration  $0^\circ/90^\circ$  représente un cas particulier. En effet, les empilements constitués de plis avec des orientations proches (comme la configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé) se restructurent de sorte à s'imbriquer avec les plis voisins plus facilement que pour des empilements avec des plis d'orientations très différentes (par exemple la configuration  $0^\circ/45^\circ$ ). Cette seconde conclusion est primordiale. En effet, comprendre l'évolution de la structure d'un tissu sous compaction permet de mieux contrôler les phénomènes d'imprégnation pendant la phase d'injection. Dans la section suivante, une étude plus poussée des mésopores est réalisée afin de comparer les observations microtomographiques avec des résultats de porométrie.

## **6.2 Étude des mésopores et comparaison qualitative avec des résultats de porométrie**

La porométrie par drainage d'un liquide mouillant est une méthode simple et rapide pour estimer la taille des pores dans un échantillon de matériau poreux. Le principe de cette méthode s'établit comme suit : l'échantillon est complètement imbibé par un liquide mouillant afin de remplir les pores. Une pression d'air croissante est ensuite appliquée sur l'échantillon mouillé pour évacuer progressivement le liquide des pores. À partir des données mesurées, une distribution de la taille des pores est obtenue par l'équation de Laplace-Young, en supposant que les pores du milieu poreux sont cylindriques [6]. Le potentiel de la porométrie pour caractériser la double échelle de porosité des renforts fibreux a déjà été démontré. Néanmoins, une limitation de cette méthode pour les renforts fibreux est liée à l'hypothèse de cylindricité des pores. Ceci ne permet pas de tenir compte de l'irrégularité de la forme des pores ou de leur tortuosité. Par ailleurs, cette technique ne donne que la distribution des diamètres limitant des pores (Figure 6.7), définis ici comme étant le diamètre minimum des pores.

Dans ce chapitre, cette méthode est utilisée pour étudier l'influence de la compaction sur le diamètre des pores du renfort L14012. Les mesures de porométrie sont réalisées avec un poromètre 3G de « *Quantachrome Instruments* ». Un porte-échantillon a été développé spécialement pour

effectuer des mesures à travers l'épaisseur avec contrôle du taux de fibres dans le cadre de la maîtrise de Bonnard [6]. Le porte-échantillon est décrit à la Figure 6.8.

Des mesures de porométrie à travers l'épaisseur ont été réalisées par un stagiaire pour cette étude. Ces mesures ont été effectuées à différents taux de fibres sur 3 configurations d'empilement :  $0^\circ/0^\circ$  aligné,  $0^\circ/0^\circ$  décalé et  $0^\circ/45^\circ$ . Pour chacune des configurations, 3 échantillons de 6 plis circulaires de 32 mm de diamètre ont été caractérisés à quatre taux de fibres différents. L'échantillon à étudier est placé dans le porte échantillon, imbibé par le liquide mouillant (hexadécane) et compacté au taux de fibres souhaité.

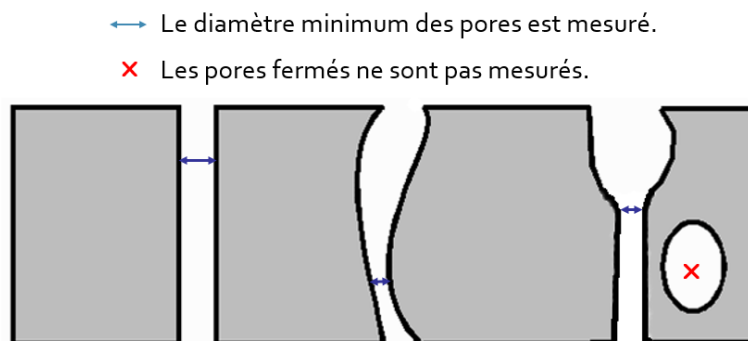


Figure 6.7 : Diamètre des pores mesuré par la méthode de drainage par un liquide mouillant [6]

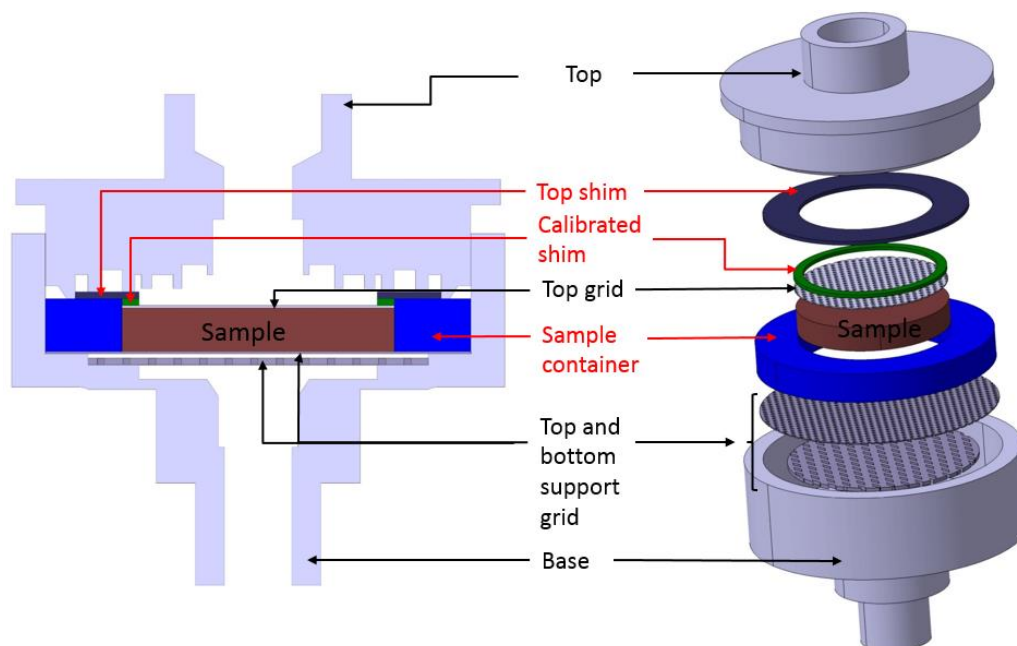


Figure 6.8 : Porte-échantillon pour la mesure à travers l'épaisseur par porométrie [6]

## 6.2.1 Description des résultats de porométrie

Dans un premier temps, on obtient la courbe du débit d'air en fonction de la pression imposée pour un échantillon mouillé. Au début de la mesure, la pression étant trop faible, le débit d'air mesuré est nul et aucun pore n'est vidé. Lorsque la pression augmente, les plus gros pores se vident (« point bulle »). Plus la pression augmente, plus les pores de petit diamètre sont drainés jusqu'à ce qu'aucun nouveau pore ne soit détecté. Une fois l'échantillon entièrement « sec », une deuxième mesure correspondant à la courbe sèche est réalisée. L'intersection de la courbe mouillée (pointillé) et de la courbe sèche (trait plein) sur la Figure 6.9 correspond aux pores de plus petite taille de l'échantillon.

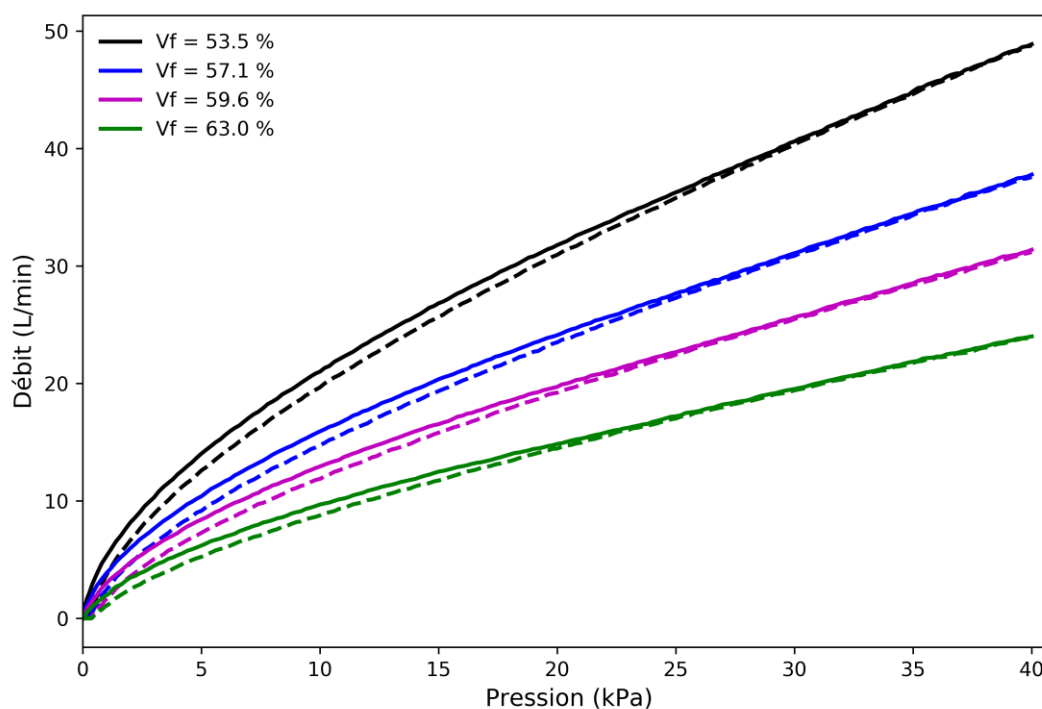


Figure 6.9 : Données expérimentales obtenues lors d'un essai de porométrie (configuration 0°/0° aligné) pour 4 taux de fibres du renfort L14012 : courbes mouillées en pointillé et courbes sèches en trait plein

À partir de ces données, une première courbe représentant le débit cumulé en fonction de la pression appliquée est obtenue en divisant la courbe humide par la courbe sèche. À l'aide de

l'équation de Laplace-Young, la courbe du débit cumulatif en fonction du diamètre limitant des pores est obtenue et représentée à la Figure 6.10. L'équation de Laplace-Young s'écrit comme suit :

$$d = \frac{4\gamma}{P}$$

où  $d$  est le diamètre du cylindre représentant les pores (diamètre limitant),  $\gamma$  la tension de surface du liquide mouillant (qui est de  $27,7 \text{ mN.m}^{-1}$  pour l'hexadecane) et  $P$  la pression capillaire.

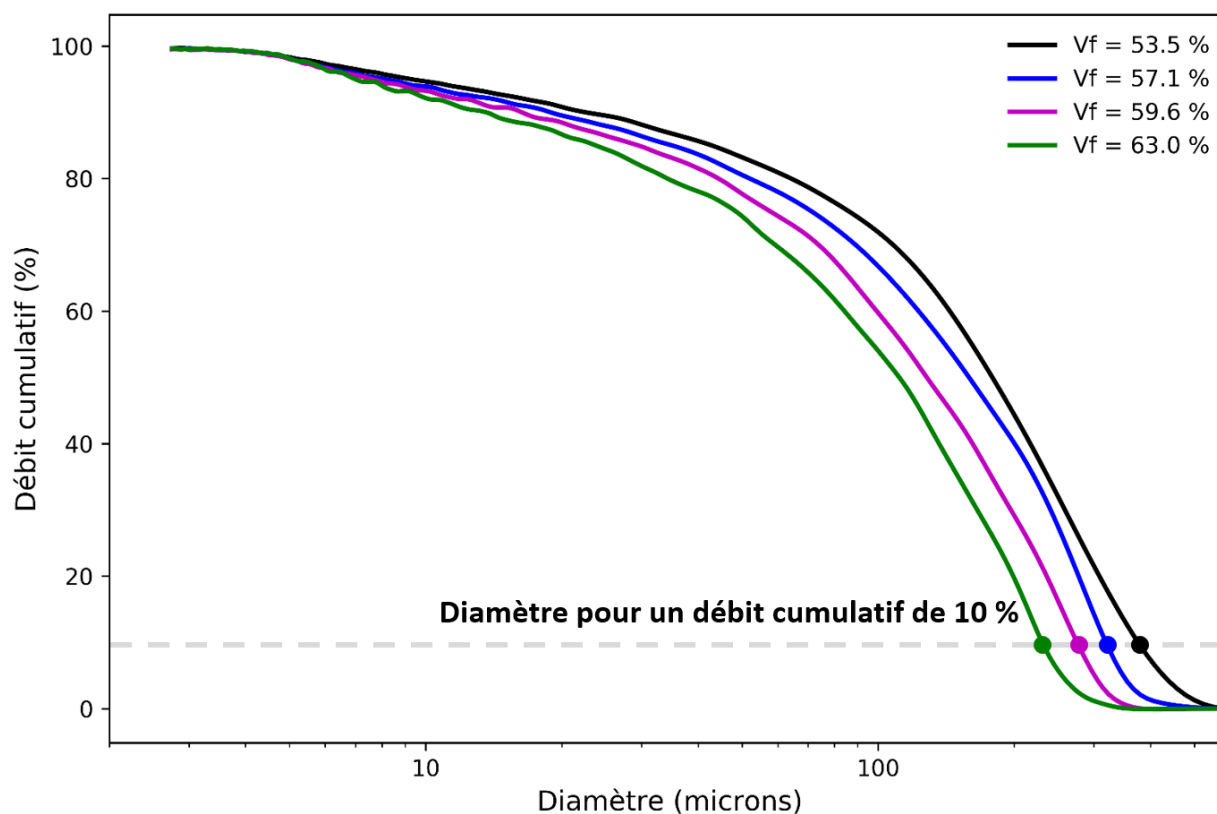


Figure 6.10 : Moyenne de la distribution cumulative du débit en fonction du diamètre des pores de 3 essais pour chacun des 4 taux de fibres du renfort L14012 (configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné)

Pour chacune des configurations, 3 échantillons ont été caractérisés à quatre taux de fibres. Pour comparer les différentes configurations d'empilement, l'évolution du diamètre moyen (3 essais par taux de fibres pour chaque configuration) correspondant à un débit cumulatif de 10 % par rapport

au taux de fibres est représentée Figure 6.11. Ceci signifie que 10 % du fluide passe par des mésopores plus gros que ce diamètre. Le choix de ce débit cumulatif est arbitraire. En effet, pour cette étude comparative, un diamètre correspondant à un autre débit cumulatif aurait pu être choisi.

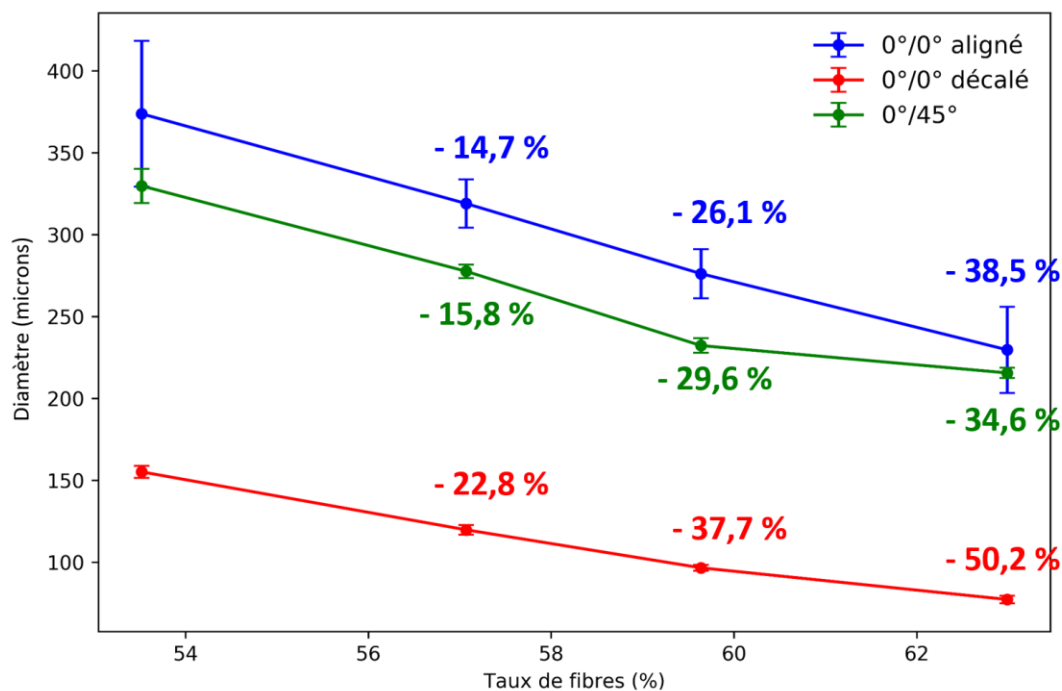


Figure 6.11 : Moyenne des diamètres correspondant à un flux cumulatif de 10 % par rapport au taux de fibres pour les 3 configurations d'empilement du renfort L14012

Les résultats de la Figure 6.11 suggèrent dans un premier temps que, pour toutes les configurations d'empilement, la compaction de l'échantillon réduit la taille des plus gros pores, ce qui illustre très clairement le phénomène de réorganisation de la structure des renforts fibreux sous compaction. Par ailleurs, cette évolution semble linéaire. Les courbes des configurations 0°/0° aligné et 0°/45° sont relativement proches, mais le 0°/45° est toujours légèrement inférieur. Les diamètres obtenus pour la configuration 0°/0° décalé sont très clairement inférieurs aux deux autres, environ 2 à 3 fois plus faibles.

Les courbes mettent également en évidence que la variabilité des diamètres obtenus est plus importante pour la configuration 0°/0° aligné, par rapport aux deux autres. Comme indiqué



précédemment, ceci pourrait être justifié par la stabilité de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé, dans laquelle les plis sont emboîtés pour tous les taux de fibres (c'est une des configurations avec une imbrication maximale des plis). De même, la configuration  $0^\circ/45^\circ$  est très stable avec une imbrication impossible des plis pour tout taux de fibres. En revanche, pour ce qui est de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné, il est impossible d'assurer un parfait alignement et une parfaite superposition des plis. Ainsi, une variabilité du tissage du pli ou/et un petit décalage dans la superposition des plis peut avoir plus d'impact sur les résultats de porométrie.

Pour mieux comprendre et visualiser les phénomènes mis en jeu lors de la compaction, les résultats présentés et interprétés ici vont être comparés avec les données de microtomographie. Notons que l'étude qui suit concerne uniquement la mésoporosité transverse, puisque les expériences de porométrie ont été réalisées uniquement à travers l'épaisseur.

### 6.2.2 Corrélation de la mésoporosité transverse du L14012 avec des résultats expérimentaux de porométrie

L'objectif de cette étude est de mieux comprendre les résultats de porométrie transverse en les comparant à la géométrie des mésopores extraite des images de microtomographie. Il a donc fallu, dans un premier temps, reconstruire le réseau 3D de mésopores. À cette fin, une segmentation (voir Chapitre 5) des niveaux de gris a été réalisée dans le but de séparer la phase « fibreuse » de l'« air » (Figure 6.12).

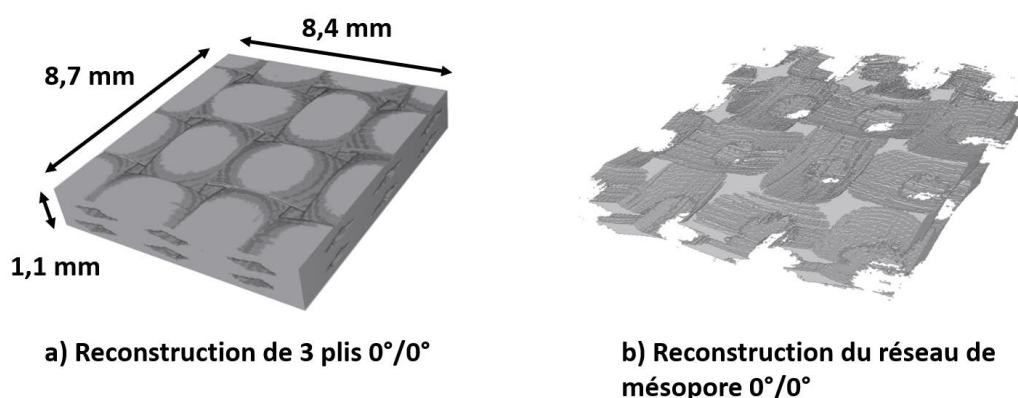


Figure 6.12 : (a) Reconstruction par seuillage de la phase fibres de 18 VERs de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné; (b) Reconstruction du réseau de mésopores  $0^\circ/0^\circ$  aligné

À partir des images de microtomographie des empilements de plis de L14012, deux zones ont été identifiées dans les mésopores : une zone intra-pli (Figure 6.13a) et une zone inter-plies (Figure 6.13b). La zone intra-pli des mésopores correspond à l'espace entre les torons de chaîne et de trame. Cet espace est généré par le tissage plus ou moins serré des torons. Les zones inter-plies, quant à elles, représentent les mésopores résultant de l'imbrication plus ou moins importante des plis dans un échantillon multi-couches. L'objectif de cette section est d'analyser l'évolution de la taille des mésopores en fonction du taux de fibres et d'identifier les zones limitantes des mésopores selon l'épaisseur.

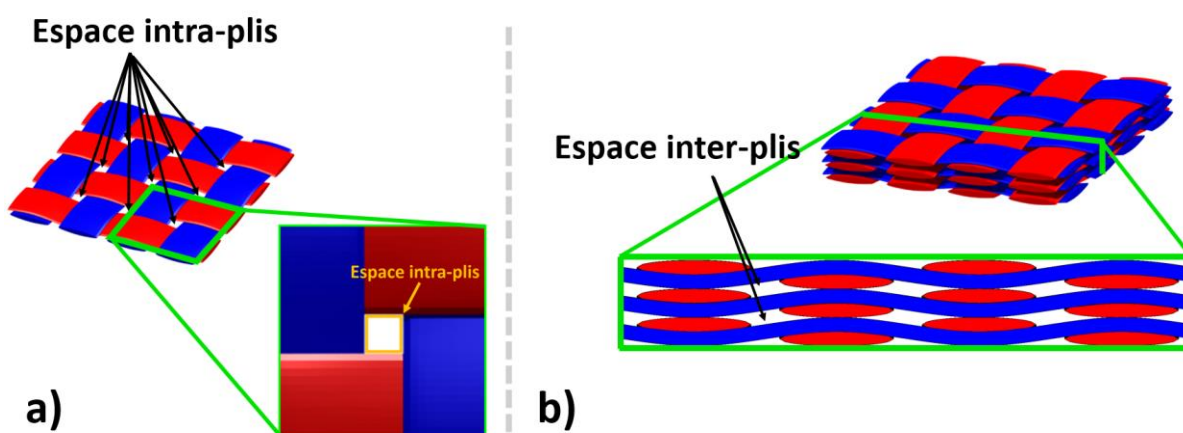


Figure 6.13 : Représentation des espaces intra-plies (a) et inter-plies (b)

Le module de FIJI, « *BoneJ / Thickness* » [61, 62], est utilisé pour étudier la taille des mésopores. Comme l'explique la Figure 6.14, ce module définit l'épaisseur en un point (ou voxel) comme le diamètre de la plus grande sphère contenant le point, qui s'insère dans la structure. Les diamètres de sphère de tous les voxels des mésopores peuvent ainsi être extraits et étudiés. Sur le modèle tridimensionnel, les voxels appartenant aux plus grosses sphères se voient attribuer une couleur blanche ou jaune, et les voxels des plus petites sphères sont colorés en violet (Figure 6.14). Une telle analyse permet d'observer la distribution de la taille des mésopores et son évolution avec le taux de fibres (voir exemples de l'Annexe D). Pour chaque configuration, les mésopores d'un empilement de 10 plis pour les configurations  $0^\circ/0^\circ$  aligné,  $0^\circ/0^\circ$  décalé et de 6 plis pour la configuration  $0^\circ/45^\circ$  sont reconstruits et étudiés à l'aide du module mentionné (Figure 6.15).

### Module « BoneJ / Thickness » : schéma explicatif

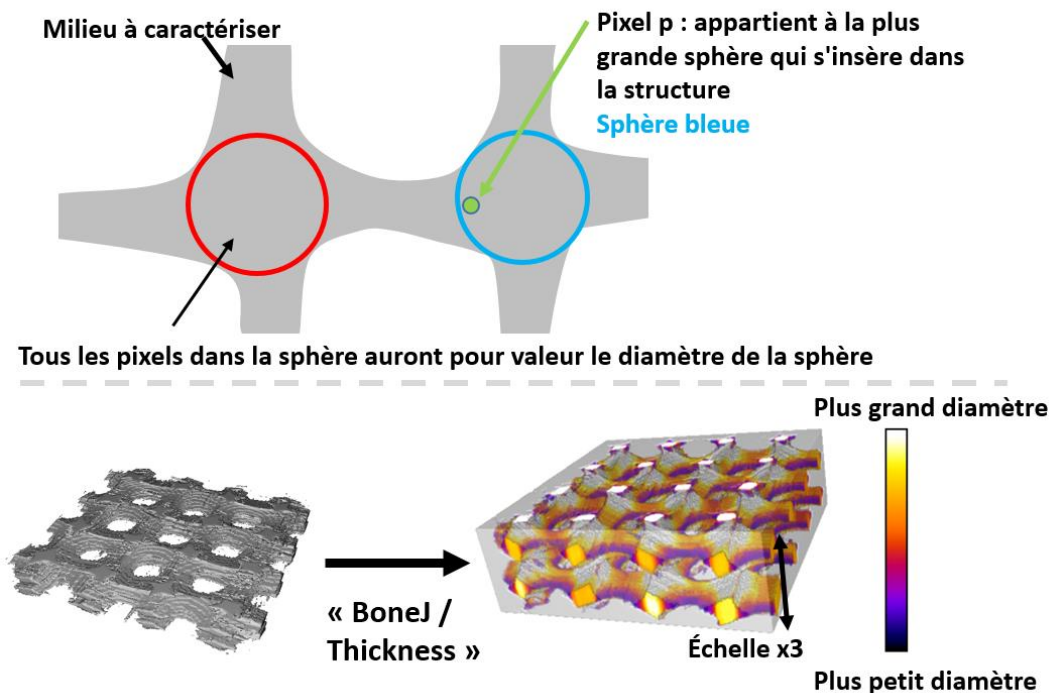


Figure 6.14 : Schéma explicatif et exemple de résultats obtenus à l'aide du module « *BoneJ / Thickness* » sur FIJI

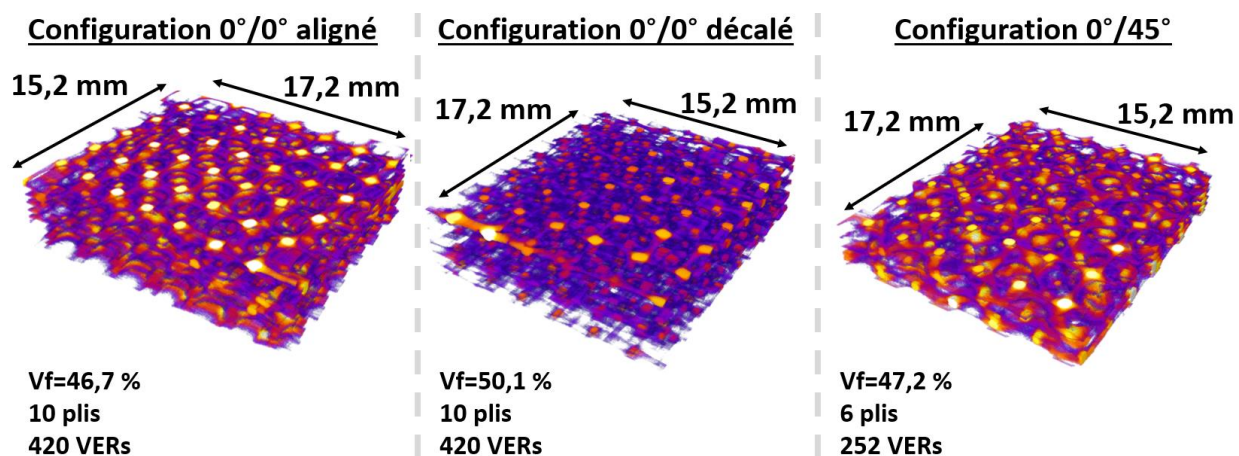


Figure 6.15 : Représentation tridimensionnelle des mésopores d'un empilement de 10 plis pour les configurations 0°/0° aligné, 0°/0° décalé et de 6 plis pour la configuration 0°/45° (aux taux de fibres de la première observation) après utilisation du module « *BoneJ / Thickness* »

Les Figure 6.16, Figure 6.17 et Figure 6.18 représentent à gauche la distribution de la taille des pores des configurations  $0^\circ/0^\circ$  aligné,  $0^\circ/0^\circ$  décalé et  $0^\circ/45^\circ$  pour 4 taux de fibres et à droite la distribution des diamètres limitants en fonction du débit relatif obtenus lors des essais de porométrie. Les pores d'un diamètre inférieur à  $44 \mu\text{m}$  (plus faible diamètre de mésopore caractérisé par microtomographie), qui correspondent aux micropores du renfort, ne sont pas représentés sur les distributions issues de la porométrie. Sur les figures issues de la microtomographie (a), les lignes oranges représentent le diamètre moyen des mésopores pour chaque taux de fibres, tandis que sur les figures de porométrie (b) la ligne orange représente le diamètre correspondant à un débit cumulé de 50 %.

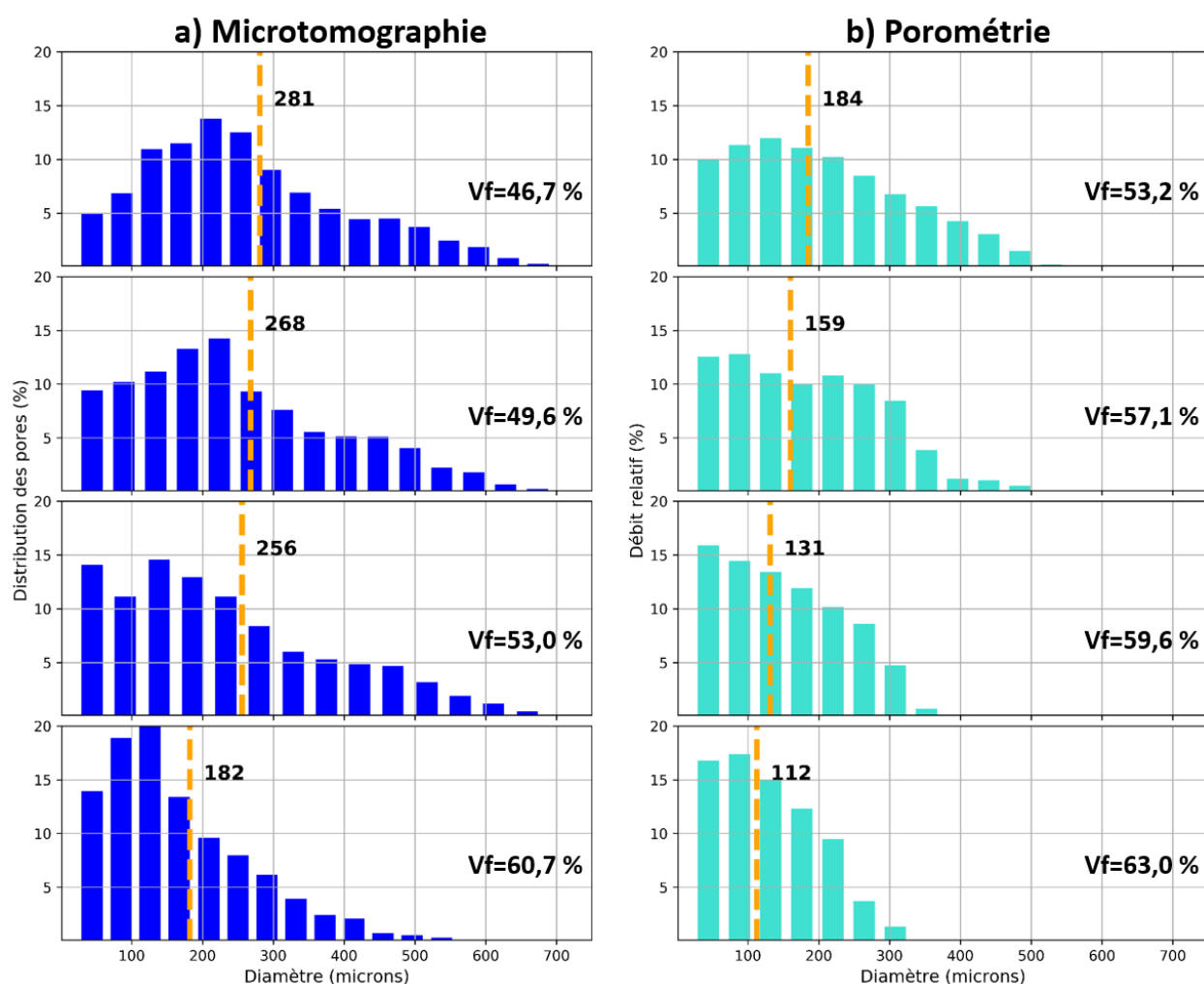


Figure 6.16 : (a) Distribution de la taille des mésopores pour 4 taux de fibres; (b) Débit relatif en fonction du diamètre des mésopores pour 4 taux de fibres, configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné du renfort

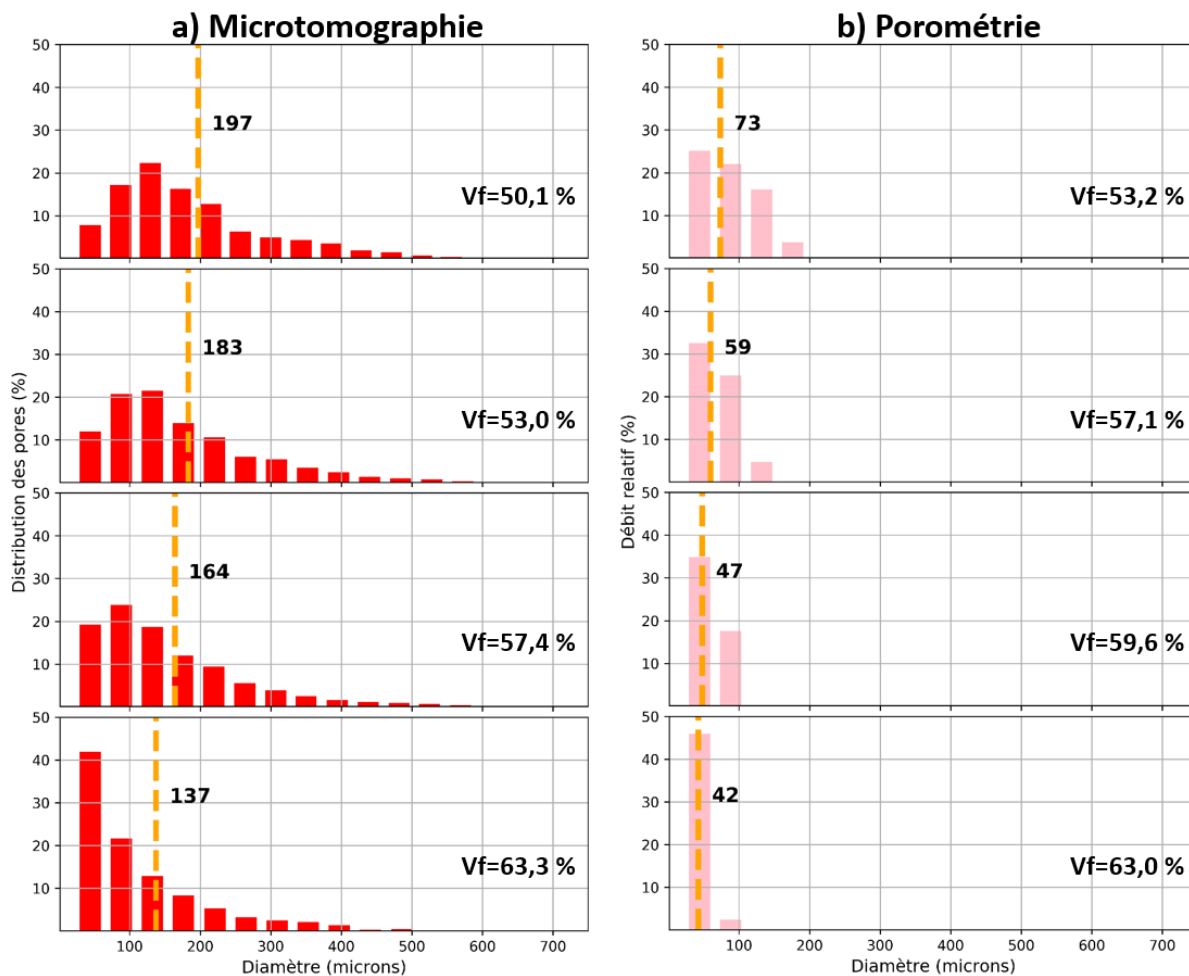


Figure 6.17 : (a) Distribution de la taille des mésopores pour 4 taux de fibres; (b) Débit relatif en fonction du diamètre des mésopores pour 4 taux de fibres, configuration  $0^{\circ}/0^{\circ}$  décalé du renfort L14012

Comme prévu, les distributions de la taille des pores obtenues par microtomographie montrent que plus le taux de fibres augmente, plus la taille moyenne des mésopores diminue. De plus, la forme des histogrammes (a) reste similaire, mais lorsque le taux de fibres augmente, un déplacement des pics vers des diamètres de pores plus faibles est observé. Il est intéressant de voir que plus le taux de fibres augmente, plus la densité des plus gros mésopores diminue alors que la densité des petits mésopores augmente. Des tendances similaires sont observées sur les résultats de porométrie (b). En effet, on note une diminution des diamètres limitants caractérisés ainsi qu'une augmentation progressive du nombre de mésopores de faible diamètre. Néanmoins les diamètres caractérisés par

porométrie restent inférieurs à ceux mesurés par microtomographie. Ce décalage peut s'expliquer, tel que précisé précédemment, parce que la porométrie donne la distribution des diamètres limitants tandis que les résultats obtenus par microtomographie représentent la distribution globale géométrique des diamètres des mésopores. Pour mieux visualiser ce décalage, l'évolution des valeurs moyennes des mésopores issues de la microtomographie et des diamètres correspondant à un débit cumulé de 50 % provenant de la porométrie est tracée sur la Figure 6.19.

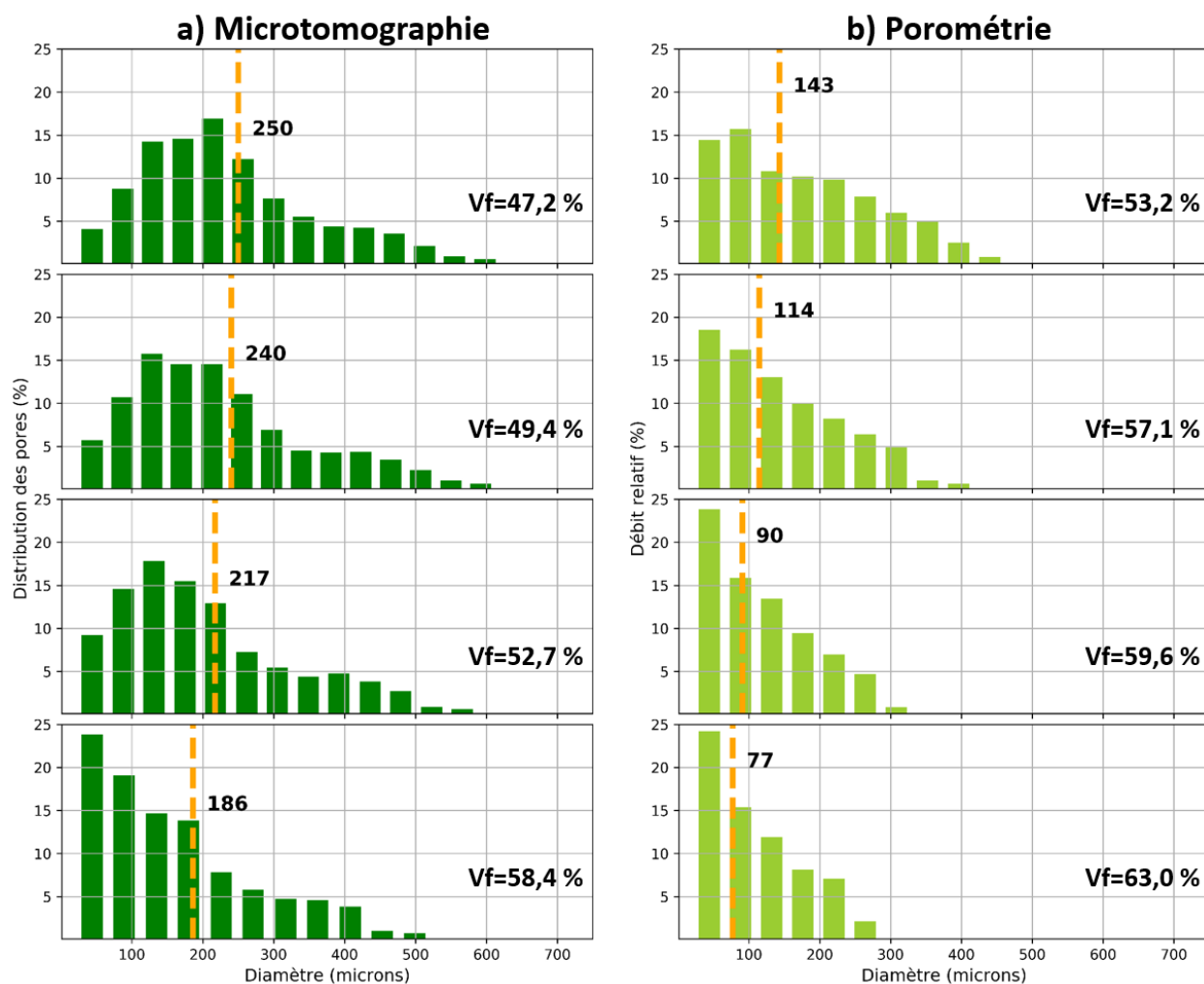


Figure 6.18 : (a) Distribution de la taille des mésopores pour 4 taux de fibres; (b) Débit relatif en fonction du diamètre des mésopores pour 4 taux de fibres, 0°/45° du renfort L14012

Sur les Figure 6.20 et Figure 6.21 sont comparées la distribution des 3 configurations à des taux de fibres proches. Tel qu'illustré sur ces figures, pour des taux de fibres similaires, la moyenne de la

taille des mésopores de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné est la plus élevée, suivi par la configuration  $0^\circ/45^\circ$  et en dernier la configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé. Les graphes mettent également en évidence que de la configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé a la plus grande densité de petits mésopores alors qu'elle a le moins de gros mésopores. Cette distribution semble correspondre à l'imbrication des plis. La configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé est en effet celle pour laquelle l'imbrication des plis est la plus importante. On peut donc s'attendre à ce que les mésopores soient plus petits. Un comportement complètement différent est observé pour la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné. Cette configuration est celle qui contient le plus de mésopores. Elle contient, de plus, beaucoup moins de petits mésopores que la configuration  $0^\circ/0^\circ$  décalé. Noter que la configuration  $0^\circ/45^\circ$  présente un comportement intermédiaire entre les deux autres configurations.

Ces courbes de distributions mettent donc en évidence la grande influence de l'imbrication sur la géométrie et la distribution des pores d'un empilement de plis de renfort L14012. Une étude qualitative d'images de section des mésopores est effectuée ensuite pour visualiser les différentes tailles de pores pour les différentes configurations considérées.

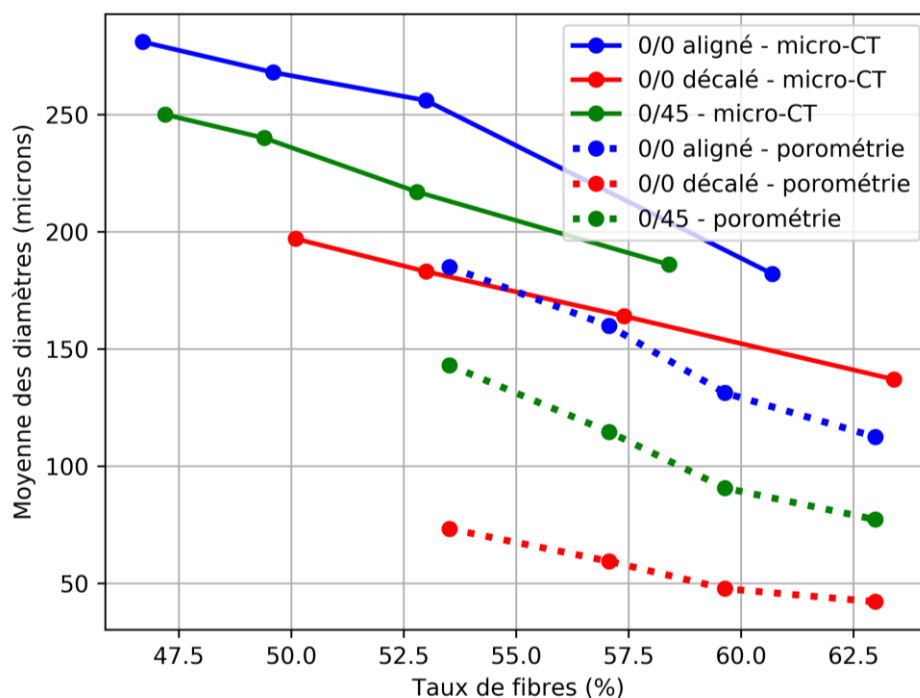


Figure 6.19 : Diamètres moyens des mésopores issues de la microtomographie et des diamètres correspondant à un débit cumulatif de 50 % issue de la porométrie pour les configurations  $0^\circ/0^\circ$  aligné,  $0^\circ/0^\circ$  décalé et  $0^\circ/45^\circ$  du renfort L14012

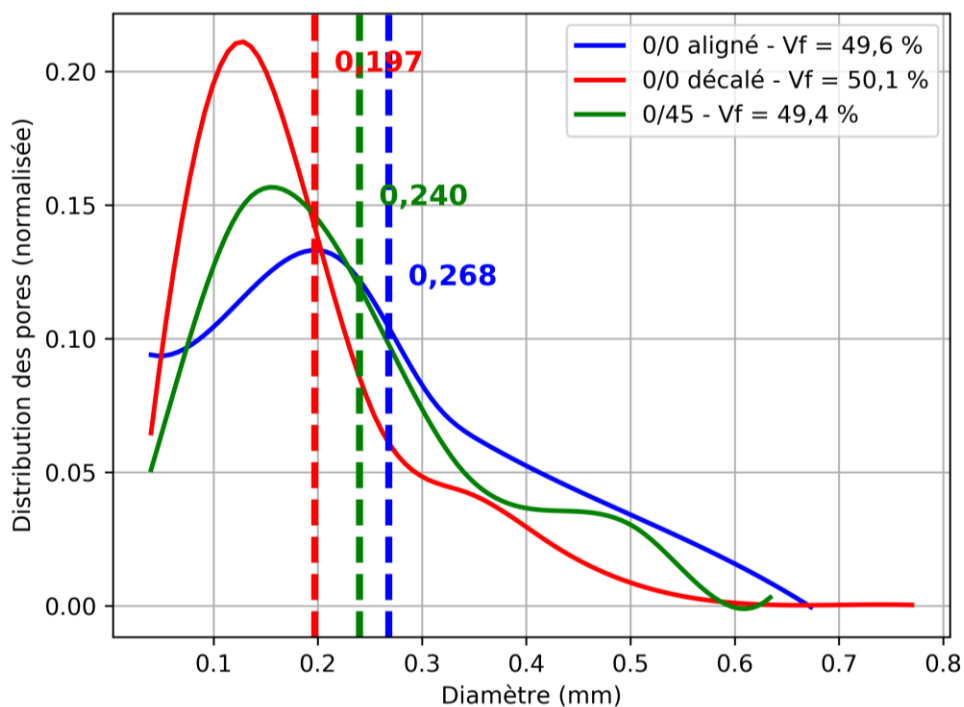


Figure 6.20 : Comparaison de la distribution de taille des mésopores des configurations 0°/0° aligné, 0°/0° décalé et 0°/45° pour des taux de fibres proches de 50% (renfort L14012)

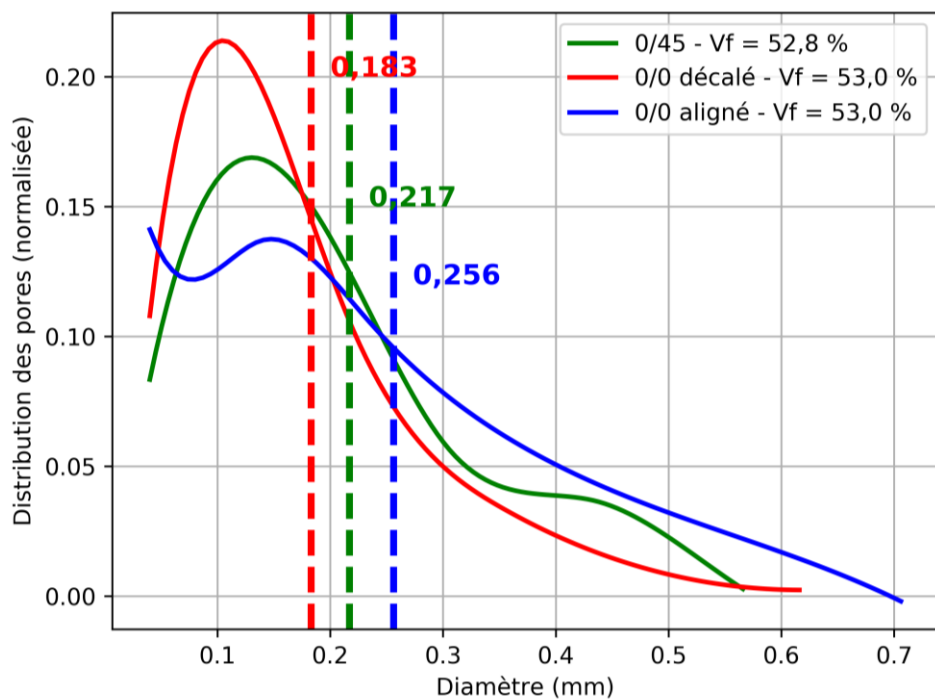


Figure 6.21 : Comparaison de la distribution de taille des mésopores des configurations 0°/0° aligné, 0°/0° décalé et 0°/45° pour des taux de fibres proches de 53 % (renfort L14012)



Pour un souci de visibilité, les mésopores sont représentés avec une échelle trois fois plus grande dans la direction de l'épaisseur sur les sections indiquées sur les Figure 6.22, Figure 6.23 et Figure 6.24.

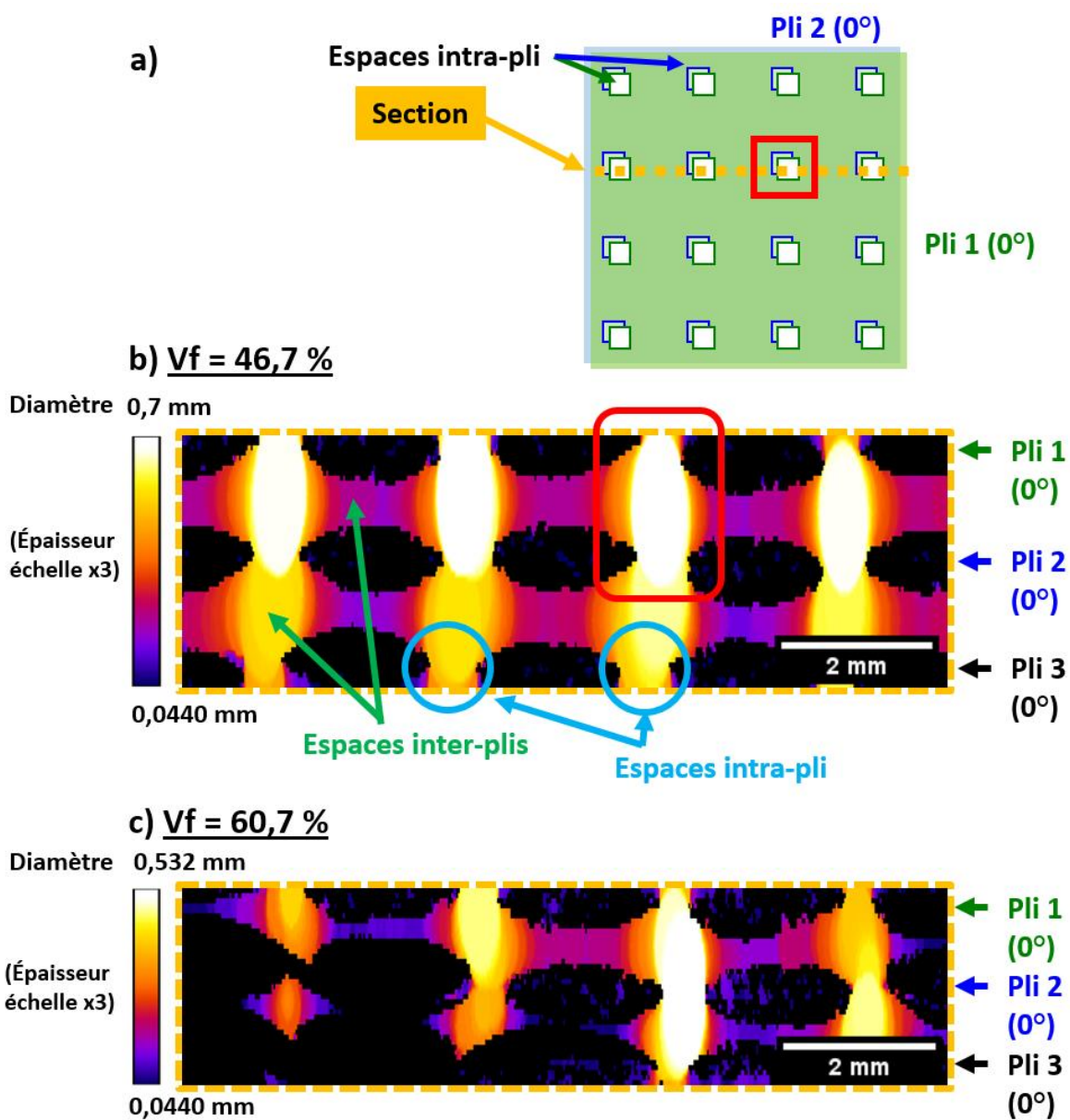


Figure 6.22 : (a) Schéma de l'empilement  $0^\circ/0^\circ$  aligné de deux plis du renfort L14012; (b) et (c) Sections des mésopores pour la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné du renfort L14012 pour des taux de fibres de 46,7 % et 60,7 % respectivement

### **Configuration 0°/0° aligné (Figure 6.22)**

Pour la configuration 0°/0° aligné (Figure 6.22), les plis sont presque parfaitement superposés. La Figure 6.22a montre que les espaces intra-pli des différents plis sont alignés ce qui implique une faible tortuosité des mésopores selon l'épaisseur pour le taux de fibres initial. Les images mettent en évidence que les gros mésopores se situent au niveau des espaces intra-pli de chacun des plis, et entre les espaces intra-pli (en jaune et blanc sur les sections). Les petits mésopores sont les espaces inter-plis entre les torons des différents plis (en violet sur les sections). Par ailleurs, l'augmentation du taux de fibres semble réduire la taille de tous les mésopores représentés sur la section mais ne semble pas avoir d'impact sur la forme générale des mésopores. Néanmoins, tel qu'indiqué précédemment, une augmentation du taux de fibres peut induire un emboîtement local des plis. La Figure 6.22 semble indiquer que les sections limitantes mesurées par porométrie transverse correspondent aux espaces intra-plis.

### **Configuration 0°/45° (Figure 6.23)**

Pour la configuration 0°/45°, du fait de la disposition des plis, les espaces intra-pli ne sont pas tous alignés. En effet, comme le montre la Figure 6.23a, il y a deux cas de superpositions des espaces intra-pli. Dans le cas « 1 », ces espaces sont presque alignés, ce qui engendre des mésopores de même forme que ceux de la configuration 0°/0° aligné. Il y a donc de gros mésopores au niveau des espaces-intra-pli et entre les espaces intra-pli des différents plis. Pour le cas « 2 », les espaces intra-plis ne sont pas superposés. Ainsi entre ces espaces intra-plis, les espaces inter-plis sont étroits. Cette configuration est donc similaire par endroit à la configuration 0°/0° aligné (cas « 1 » : alignement des espaces intra-pli) où on trouve de gros mésopores. Cependant, il présente aussi des zones d'empilement différents (cas « 2 » : non alignement des espaces intra-pli) engendrant ainsi des mésopores plus irréguliers et plus étroits que dans le cas « 1 ». Ceci pourrait expliquer la légère différence observée entre les configurations 0°/45° et 0°/0° aligné au niveau de la distribution de la taille des mésopores et des résultats de porométrie. Ces observations sont donc cohérentes avec les observations effectuées précédemment. Par ailleurs, comme pour la configuration 0°/0° aligné, l'augmentation du taux de fibres ne change pas la forme du réseau de mésopores mais entraîne une diminution globale de la taille des mésopores.

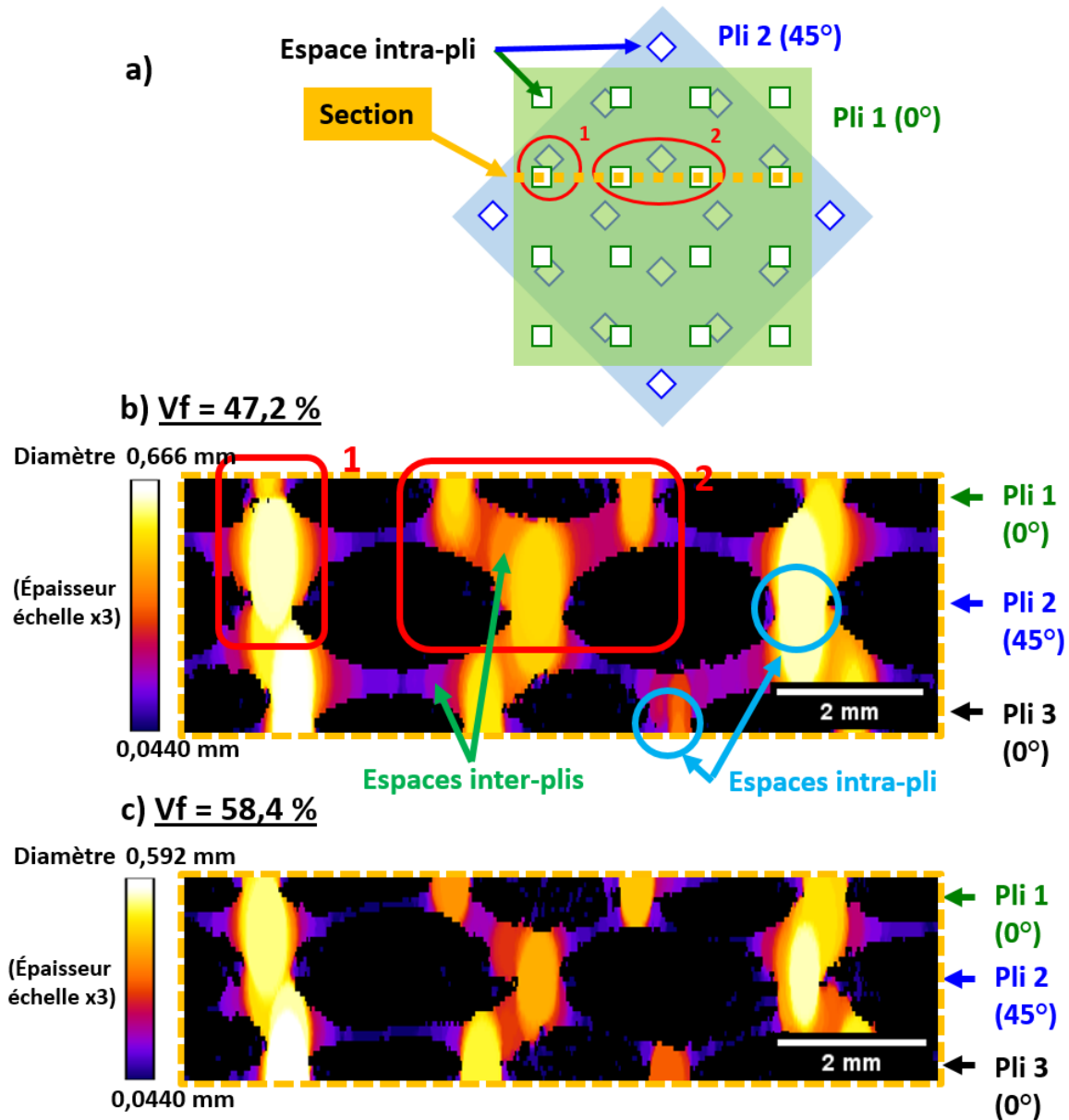


Figure 6.23 : (a) Schéma de l'empilement 0°/45° de deux plis du renfort L14012; (b) et (c) Sections des mésopores pour la configuration 0°/45° du renfort L14012 pour des taux de fibres de 47,2 % et 58,4 % respectivement

### Configuration 0°/0° décalé (Figure 6.24)

Pour la configuration 0°/0° décalé à taux de fibres initial, comme le montre la Figure 6.24a, lorsque les plis sont emboîtés, les espaces intra-plis de deux plis ne sont jamais alignés. Contrairement aux

deux autres configurations, les gros mésopores sont donc uniquement les espaces intra-pli, et tous les mésopores inter-plis sont des petits mésopores. Pour les taux de fibres plus élevés, les espaces inter-plis se combent très rapidement. De ce fait, une diminution importante des mésopores est alors observée. Ces observations concordent avec les commentaires déjà présentés lors de la comparaison des distributions de taille des pores entre les différentes configurations. Ce comportement est également observé sur les résultats de porométrie. En effet, comme précisé précédemment, le diamètre limitant obtenu par porométrie est beaucoup plus faible que les diamètres obtenus pour les deux autres configurations car les espaces inter-plis sont très étroits.

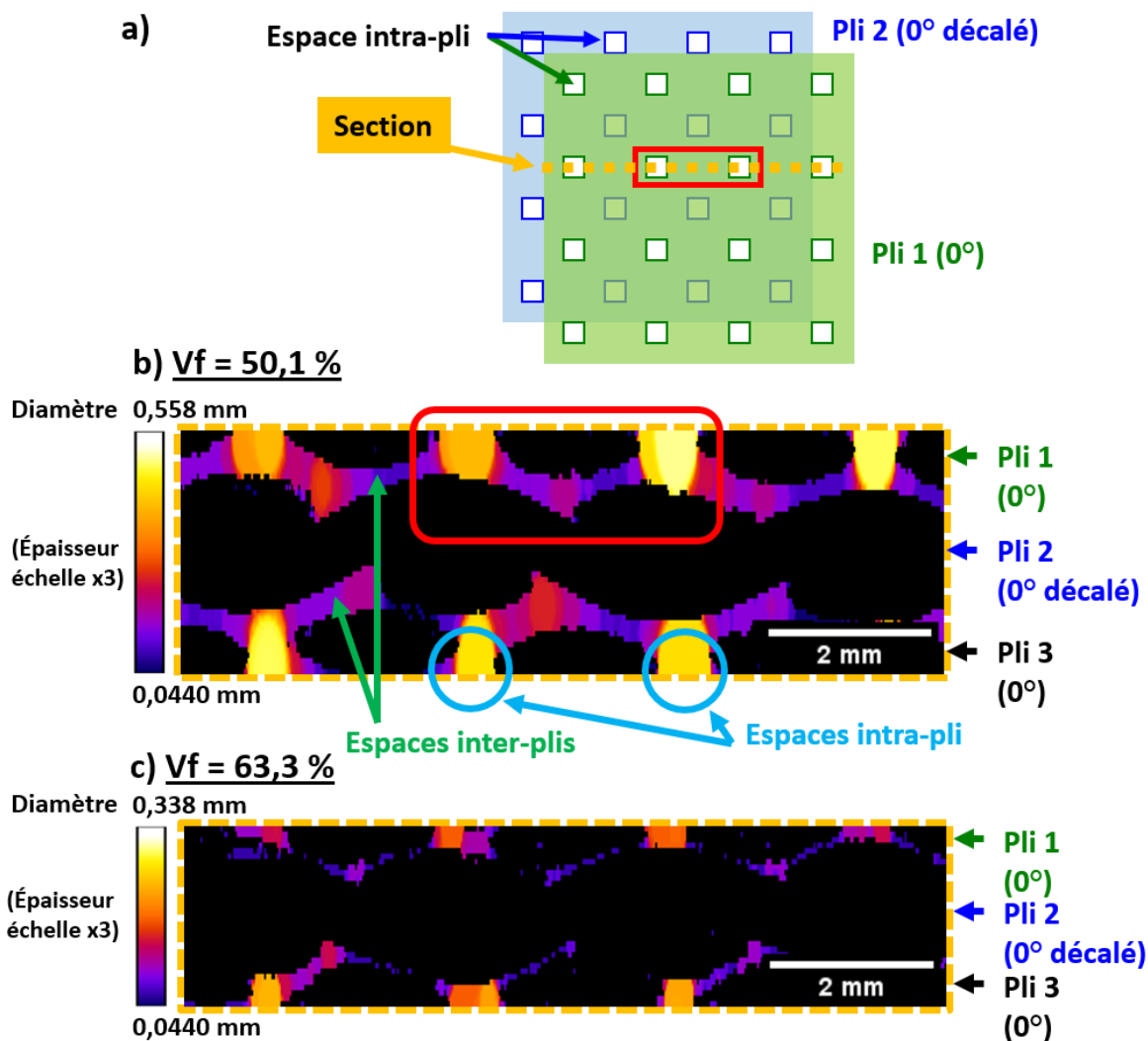


Figure 6.24 : (a) Schéma de l'empilement 0°/0° décalé de deux plis du renfort L14012; (b) et (c) Sections des mésopores pour la configuration 0°/0° décalé du renfort L14012 pour des taux de fibres de 50,1 % et 63,3 % respectivement

Pour conclure cette section, des résultats de porométrie ont été obtenus pour 3 configurations d'empilement à 4 taux de fibres. Il a ainsi été possible de déterminer l'évolution des diamètres limitants et de leur moyenne pour chacune des configurations considérées.

Les distributions des diamètres de tous les mésopores ont ensuite été extraits des images de microtomographie pour chacune des 3 configurations à différents taux de fibres. L'évolution des diamètres limitants provenant de la porométrie et des diamètres moyens issus de la microtomographie ont ainsi pu être comparés.

Enfin, au-delà de l'extraction des diamètres des mésopores, une observation qualitative des images microtomographiques a permis d'étudier la morphologie du réseau de mésopores. Ainsi, pour chacune des configurations, il a été possible de déterminer les zones où les mésopores sont les plus et les moins volumineux afin de comprendre l'influence de l'empilement des plis sur la géométrie des pores.

### **6.3 Étude de la forme des mésopores longitudinaux ( $0^\circ/0^\circ$ aligné) et comparaison avec perméabilité**

Dans la section précédente, la mésostructure des empilements de plis du renfort L14012 a été étudiée à travers l'épaisseur par microtomographie et comparée avec les résultats de porométrie transverse. On s'attachera, à présent, à étudier la mésostructure longitudinale des renforts. L'étude menée ici ne concerne que la configuration  $0^\circ/0^\circ$  aligné où les plis sont entièrement alignés. La Figure 6.25 représente le réseau structuré 3D des mésopores entre des plis de L14012 alignés. On ne s'intéresse ici qu'à cette configuration car les espaces inter-plies sont organisés sous forme de canaux, qui représentent des zones d'écoulement prioritaire pour le fluide lors de l'imprégnation. Sur la Figure 6.25 sont représentées les conduites des mésopores dans le sens trame en rouge et dans le sens chaîne en vert. L'évolution de ces conduites en fonction du taux de compaction est observée en étudiant leur diamètre limitant. La détermination de la section limitante de ces mésopores dans les directions de la trame et de la chaîne est effectuée sur un échantillon contenant 50 VERs du tissu.

Sur les Figure 6.26 et Figure 6.27 sont représentées les moyennes de l'aire et du diamètre hydraulique limitant des mésopores inter-plis pour 4 taux de fibres. Le diamètre hydraulique est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$D_h = \frac{4A}{P}$$

où  $D_h$  est le diamètre hydraulique,  $A$  l'aire de la section et  $P$  le périmètre.

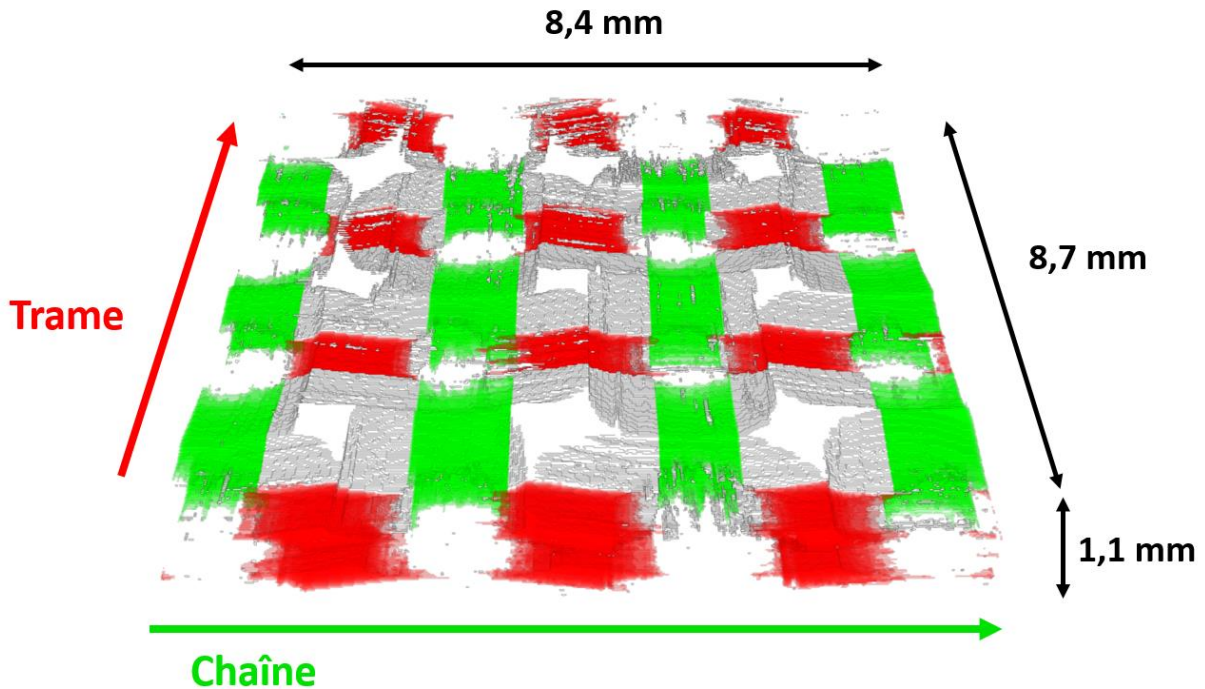


Figure 6.25 : Réseau des mésopores pour 3 plis dans la configuration 0°/0° aligné du renfort L14012 (conduites limitantes dans le sens trame en rouge et dans le sens chaîne en vert)

Le cinquième taux de fibres n'est pas représenté car le diamètre limitant est nul. En effet, comme précisé précédemment, plus le taux de fibres augmente, plus les plis vont se déplacer et se déformer pour s'emboîter (localement ou globalement). Ainsi, pour ce 5ème taux de fibres, les espaces inter-plis étant quasiment inexistant, le diamètre limitant est nul. Les résultats obtenus indiquent que la valeur moyenne des aires et diamètres hydrauliques limitants diminuent après compaction. Ceci montre donc qu'il y a une réduction des espaces inter-plis. Cette réduction des mésopores résulte de l'écrasement des plis et des torons de chaque pli, ou encore de l'emboîtement progressif des plis.

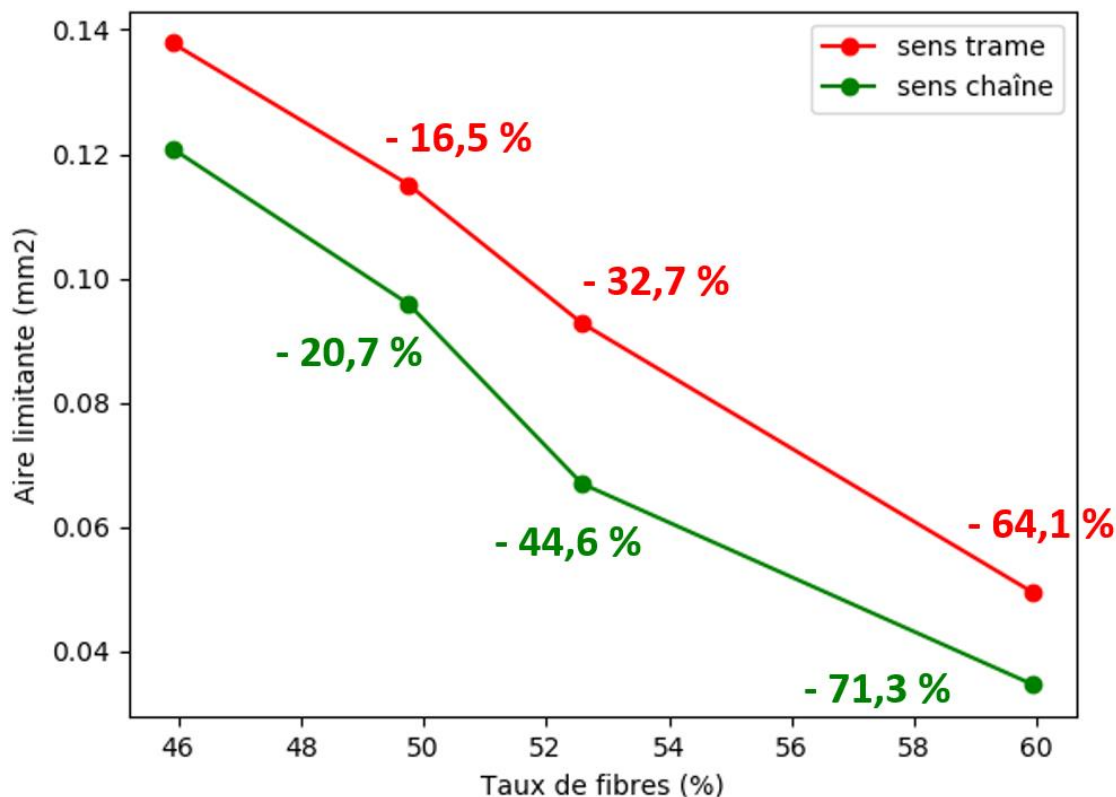


Figure 6.26 : Évolution de l'aire limitante moyenne des mésopores de la configuration 0°/0° aligné du renfort L14012

Les courbes mettent également en évidence que les mésopores dans le sens de la trame et de la chaîne sont de dimensions différentes. L'origine d'un tel comportement semble être l'espacement des torons du tissu L14012. Comme indiqué dans le Tableau 4.1 du Chapitre 4, les torons de trame et de chaîne de ce tissu sont similaires, néanmoins le nombre de torons par unité de longueur dans les sens chaîne et trame sont différents. En effet, le nombre de torons par centimètre dans le sens chaîne étant de 4 et de 3,7 dans le sens trame, il semble donc évident que les mésopores dans le sens trame sont plus volumineux. Les résultats des Figure 6.26 et Figure 6.27 semblent donc cohérents avec les caractéristiques du tissu du fournisseur.

Une comparaison de ces résultats avec ceux de porométrie dans le plan pourrait être envisagée. Un dispositif préliminaire conçu pour réaliser des mesures planaires a été développé dans le cadre de la maîtrise de B. Bonnard [6]. Toutefois, son emploi n'a pas encore été complètement validé.

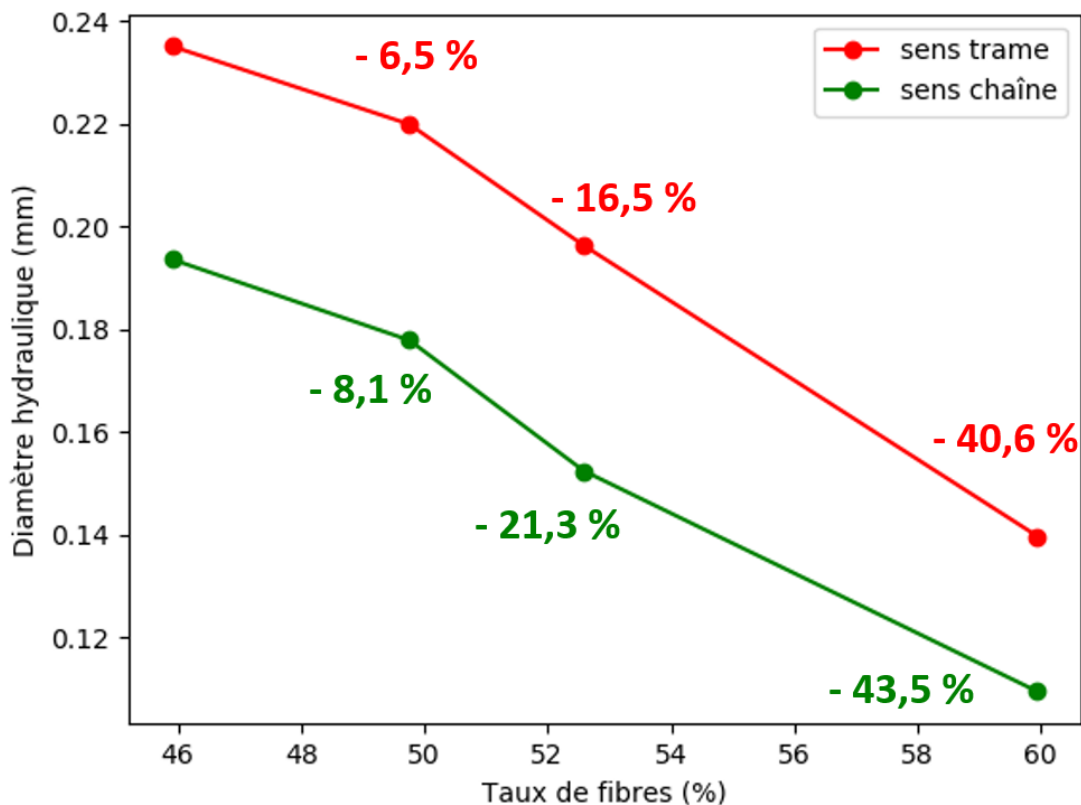


Figure 6.27 : Évolution du diamètre hydraulique limitant moyen des mésopores de la configuration 0°/0° aligné du renfort L14012

Il semble intéressant d'effectuer une comparaison de l'évolution sous compaction de la mésoporosité longitudinale et des perméabilités longitudinales du tissu. Trois mesures de perméabilité longitudinales ont été effectuées lors d'une étude antérieure dans chaque direction (trame et chaîne) à trois différents taux de fibres [63]. Le Tableau 6.1 et la Figure 6.28 présente les mesures de perméabilité unidirectionnelle obtenues pour ce tissu. Les résultats de perméabilités de Karaki [63] mettent en évidence que la perméabilité dans le sens trame est plus élevée. En effet, pour tous les taux de fibres caractérisés, on voit que la perméabilité  $K_{90}$  est environ 20% plus élevée que la perméabilité  $K_0$ . Notons, par ailleurs, qu'en moyenne les mésopores dans le sens trame sont 20 % plus gros que dans le sens chaîne. On obtient ainsi une concordance entre les résultats de perméabilité et les diamètres hydrauliques moyens mesurés par microtomographie. Une telle observation est très importante. En effet, la différence de taille des mésopores de même forme dans les directions « trame » et « chaîne » a une grande influence sur la perméabilité selon la direction



d'injection. Il serait ainsi plus simple d'imprégner un empilement  $0^\circ/0^\circ$  aligné de plis L14012 en injectant le fluide dans le sens de la trame, plutôt que selon la chaîne.

Tableau 6.1 : Résultats de perméabilité pour le renfort L14012 [63]

$V_f$ (%)	44.51	53.41	62.31
<b>Chaîne : <math>K_{0^\circ}</math> (<math>\ast 10^{-11}m^2</math>)</b>	34.1	6.65	1.14
<b>Trame : <math>K_{90^\circ}</math> (<math>\ast 10^{-11}m^2</math>)</b>	38.5	8.26	1.43

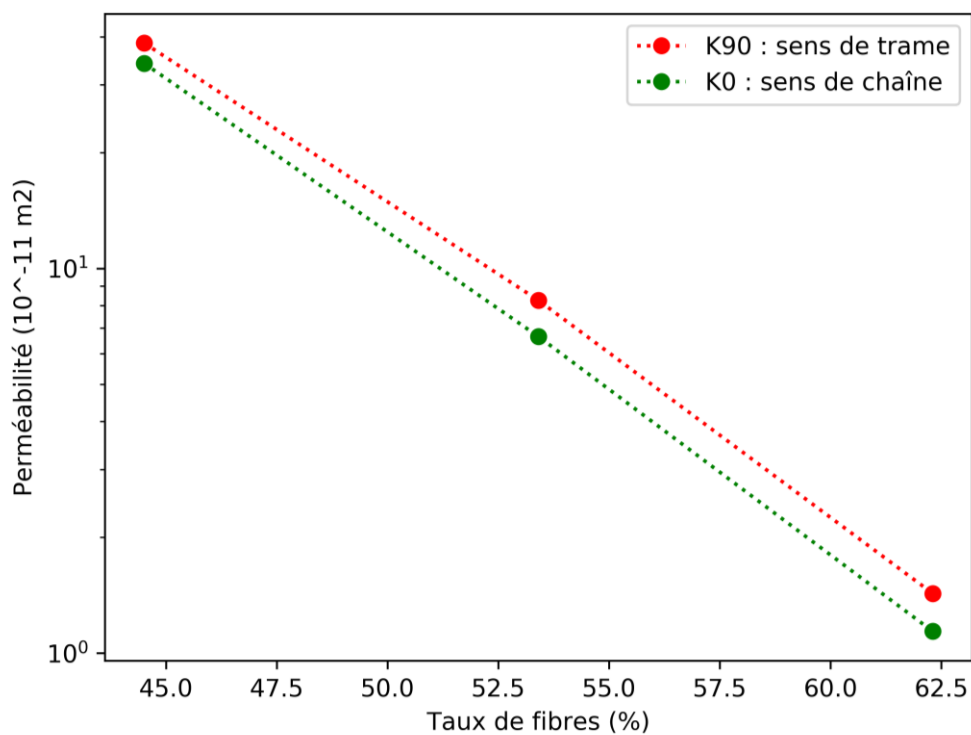


Figure 6.28 : Perméabilité du renfort TG96N60E dans le sens trame et chaîne en fonction du taux de fibres [63]

## 6.4 Synthèse

Les observations sur le renfort bidimensionnel L14012 en fibres de verre ont été analysées dans ce chapitre. Dans un premier temps, une analyse qualitative des images de microtomographie a été effectuée. Cela a permis de mettre en évidence le rôle primordial joué par l'imbrication des plis sur le taux de fibres d'un échantillon. En effet, les mésopores entre les plis sont plus volumineux lorsque les plis ne sont pas imbriqués (parfaitement alignés ou à  $0^\circ/45^\circ$ ) alors que les configurations imbriquées présentent très peu d'espace entre les plis.

Une comparaison des résultats de porométrie transverse a été effectuée avec la microtomographie pour étudier l'influence de l'empilement des plis et du taux de fibres sur la géométrie des pores. Les résultats de porométrie ont permis d'observer l'évolution des diamètres limitants et les distributions de taille de la totalité des mésopores ont été extraites des données microtomographiques. Ces études ont montré une cohérence entre les résultats de ces deux méthodes de caractérisation de la porosité d'un matériau. Pour une comparaison plus poussée entre la microtomographie et la porométrie, une alternative possible serait, par exemple, d'exporter la géométrie tridimensionnelle des mésopores à partir des données microtomographiques et de réaliser une simulation d'écoulement en milieux poreux pour identifier les sections limitantes du milieu.

Une analyse des mésopores inter-plies dans la configuration de plis alignés, et plus particulièrement des sections limitantes, a été réalisée. Elle a démontré l'anisotropie du renfort et son influence sur la perméabilité longitudinale. Une comparaison de l'évolution des mésopores inter-plies avec des résultats de perméabilité longitudinale a permis d'établir un lien entre la morphologie des mésopores et la perméabilité.

Les résultats obtenus dans ce chapitre démontrent le potentiel remarquable de la microtomographie pour caractériser la mésoporosité d'un empilement de renforts fibreux 2D. La microtomographie permet ainsi de visualiser la morphologie et de quantifier l'évolution de la taille des mésopores en fonction du taux de fibres. Le couplage de ces données avec des résultats de porométrie transverse et de perméabilité longitudinale apporte une meilleure compréhension des phénomènes qui entrent en jeu lors de la compaction des renforts fibreux. En effet, visualiser la structure poreuse d'un échantillon sous compaction en fonction des paramètres qui caractérisent l'imbrication des plis

permet de mieux comprendre et donc à terme de contrôler les phénomènes d'imprégnation pendant la phase d'injection.

## CHAPITRE 7 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Les travaux présentés dans ce mémoire ont pour but l'étude expérimentale de la structure poreuse des renforts fibreux secs ainsi que leur restructuration sous compaction à l'aide de la microtomographie aux rayons X. La compaction provoque généralement une restructuration du milieu fibreux et un changement de la géométrie des pores, qui a un impact sur les modes d'écoulement de la résine pendant l'injection. Analyser l'évolution de la géométrie des pores sous compaction peut ainsi contribuer à optimiser la fabrication des composites par les procédés d'injection sur renforts.

Dans le cadre de ce projet de maîtrise, un nouveau dispositif de compaction a été développé, qui a permis de caractériser par microtomographie différents types de renforts fibreux pour des taux de fibres compris entre 45 % et 60 %. Deux renforts d'architectures textiles différentes ont été utilisés : le renfort 3D orthogonal en fibres de verre TG96N60E et le renfort tissé 2D en fibres de verre L14012. Une procédure de traitement d'images a été mise en place pour étudier l'évolution de la mésostructure des renforts fibreux.

Pour l'étude du renfort 3D orthogonal TG96N, les mésopores caractérisés ont été séparés en deux catégories : les mésopores intra-pli (au sein d'un pli) et les mésopores inter-plis (entre les plis). Les études présentées dans ce mémoire ont abouti à plusieurs conclusions. Dans un premier temps, l'anisotropie de la distribution des mésopores intra-pli dans le renfort a été vérifiée. En effet, on a observé que les mésopores dans le sens chaîne et trame ont des formes et des répartitions différentes dans l'espace. De plus, lorsque le taux de fibres augmente, leur évolution morphologique est différente. Cette diminution de la taille des mésopores a pu être évaluée quantitativement. Une comparaison de la structure des mésopores intra-plis et de leur comportement sous compaction avec des résultats de perméabilité longitudinale a permis d'établir un lien entre la structure du renfort fibreux et son imprégnation par un fluide. Par la suite, une analyse quantitative des mésopores inter-plis a été effectuée. Cette analyse a montré que les mésopores inter-plis dans un empilement de plis alignés sont les mésopores les plus impactés par la compaction. En effet, lors de la compaction, les plis s'imbriquent petit à petit jusqu'à combler entièrement les espaces inter-plis. L'étude de l'évolution de l'imbrication des plis dans un échantillon multi-couches a permis

de mieux comprendre l'importance de ce paramètre lors de la compaction sur la forme et la taille des mésopores inter-plis.

Pour l'étude du renfort tissé « plain weave » L14012, 4 configurations d'empilement des plis ont été étudiées. Dans un premier temps, une analyse sur l'évolution du taux de fibres et une observation qualitative des images de microtomographie a été réalisée. Cela a permis de mettre en évidence que l'imbrication des plis était un paramètre qui influait grandement sur le taux de fibres d'un échantillon. Par la suite, les distributions des diamètres des mésopores ont été extraites à partir des images de microtomographie pour 3 configurations d'empilement et pour 4 différents taux de fibres. Dans un premier temps, la diminution du diamètre moyen des mésopores de toutes les configurations a été observée. Des essais de porométrie ont été effectués pour ces 3 configurations d'empilement à 4 taux de fibres. L'évolution des diamètres limitants obtenus par porométrie et des diamètres moyens issus de la microtomographie ont ainsi pu être comparés. Une tendance similaire des distributions de diamètres a été observée pour les résultats issus de la microtomographie et de la porométrie. Un léger décalage entre ces résultats a néanmoins été mis en évidence. Il est expliqué par le fait que, pour la microtomographie, on s'intéresse à la valeur moyenne des diamètres de l'intégralité des mésopores, tandis qu'en porométrie, seul le diamètre limitant des mésopores est extrait. Ces distributions ont mis en évidence l'influence de l'imbrication des plis mais également de l'empilement sur la taille et la forme des mésopores. Enfin, une étude de la géométrie des mésopores entre des plis alignés a mis en évidence l'anisotropie du renfort. Ces résultats ont été comparés avec des résultats de perméabilité longitudinale pour montrer l'impact de l'anisotropie de ce tissu sur son imprégnation en fonction du sens d'injection.

Le projet a démontré le potentiel de l'outil de microtomographie aux rayons X pour caractériser de façon non intrusive et non destructive l'influence de la compaction sur l'évolution de la mésoporosité des renforts fibreux secs. Contrairement à d'autres méthodes de caractérisation comme la porométrie ou la perméabilité, la microtomographie aux rayons X permet la reconstruction morphologique par analyse d'image des mésopores. Il est ainsi possible de visualiser l'architecture du renfort fibreux. La porométrie et la perméabilité étant des méthodes expérimentales reposant sur des processus, la comparaison avec des observations microtomographiques est compliquée. Pour une comparaison plus poussée avec ces méthodes expérimentales, il serait intéressant de simuler l'écoulement ou le drainage d'un liquide à travers la géométrie tridimensionnelle des mésopores extraite avec précision à partir des données de

microtomographie. De telles études permettraient d'identifier des limitations éventuelles des approches de caractérisation expérimentales et proposer si nécessaire des mesures correctives. L'extraction de structure par microtomographie permettrait également de développer le principe de « laboratoire virtuel », qui consiste à faire des simulations sur des modèles représentant parfaitement le matériau. De tels modèles tridimensionnels permettraient donc de limiter le nombre de manipulations expérimentales et de réduire les coûts de mise en œuvre tout en obtenant des résultats d'une précision importante.

La microtomographie aux rayons X présente cependant une limite. La résolution des observations étant fortement reliée avec la taille de l'échantillon à caractériser, la mésoporosité et la microporosité ne peuvent pas être extraites à partir d'une seule observation. Une étude complète d'un renfort à double échelle de porosité serait donc envisageable à partir d'observations à plusieurs niveaux de résolution. Une telle étude multi-échelle permettrait l'extraction d'informations sur la microporosité du milieu dans un premier temps, puis sur sa mésostructure à partir d'observations sur des plus grands échantillons.

Un des principaux axes d'amélioration à envisager serait l'optimisation de la méthode de segmentation de phases. En effet, la séparation des différentes phases présentes sur les images microtomographiques est une étape indispensable pour étudier les mésopores d'une structure fibreuse. De ce fait, le seuillage de niveau de gris représente une des étapes clef de cette étude. Néanmoins, la justification de la valeur du seuil choisie est complexe et l'erreur induite par ce choix reste inconnue. Une approche envisageable pour contrer ce manque de fiabilité consisterait à adapter le seuil de segmentation au taux de mésopores. Ce dernier peut être calculé à l'aide du taux de fibres (obtenu en mesurant l'épaisseur de l'échantillon sur des observations à faibles résolutions) et du taux de micropores. Le taux de micropores serait, par exemple, obtenu à l'aide d'observations à haute résolution sur un échantillon imprégné du même renfort (ce qui permettrait la découpe d'échantillons suffisamment petits pour atteindre de très hautes résolutions).

Par ailleurs, quelques améliorations du dispositif pourraient également être envisagées. Par exemple, il serait possible d'améliorer le système permettant de bloquer la rotation des cales (et de ce fait d'éviter le cisaillement des échantillons). En effet, pour les très hauts taux de fibres, compacter l'échantillon sans cisaillement est très compliqué car la contrainte appliquée est élevée. Un tel problème n'a pas été constaté sur les observations microtomographiques présentées dans ce

mémoire de maîtrise, mais pour des observations ultérieures effectuées sur un tissu TC67N (3D orthogonal en fibres de carbone) de Texonic, qui est beaucoup moins rigide que le TG96N60E. Le fait que les fibres de carbone ont un diamètre de 7  $\mu\text{m}$  alors que celui des fibres de verre est de 17  $\mu\text{m}$  pourrait expliquer pourquoi les torons de carbone semblent se déformer plus facilement.

Enfin, une autre amélioration envisageable serait l'ajout d'une cellule de force dans le dispositif. Cela permettrait de mesurer la contrainte appliquée sur le dispositif en temps réel. À partir de cette contrainte, il serait alors possible de connaître la contrainte de compaction pour chaque taux de fibres de chaque échantillon, plutôt que de l'estimer à partir des courbes de compaction qui correspondent à un comportement moyen. Ceci rendrait l'ensemble de cette démarche plus précise, mais permettrait également d'adapter le temps de relaxation en fonction de l'échantillon.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] P. BADEL, "Analyse mésoscopique du comportement mécanique des renforts tissés de composites utilisant la tomographie aux rayons X," LaMCoS, INSA de Lyon, 2008.
- [2] P. K. Mallick, *Fiber-reinforced composites: materials, manufacturing, and design*: CRC Press, 2008.
- [3] C. Binétruy, B. Hilaire, and J. Pabiot, "The interactions between flows occurring inside and outside fabric tows during rtm," *Composites Science and Technology*, vol. 57, pp. 587-596, 1997/01/01/ 1997.
- [4] N. Patel, V. Rohatgi, and L. James Lee, "Micro scale flow behavior and void formation mechanism during impregnation through a unidirectional stitched fiberglass mat," *Polymer Engineering and Science*, vol. vol. 35, no. 10 pp. 837-851, 1995.
- [5] J. S. Leclerc and E. Ruiz, "Porosity reduction using optimized flow velocity in Resin Transfer Molding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, pp. 1859-1868, 2008/12/01/ 2008.
- [6] B. Bonnard, "Étude expérimentale de la porosité des renforts fibreux utilisés dans les matériaux composites," École Polytechnique de Montréal, Montréal, 2016.
- [7] S. Bickerton, M. J. Buntain, and A. Somashekar, *The viscoelastic compression behavior of liquid composite molding preforms* vol. 34, 2003.
- [8] N. Vernet, "Étude des propriétés de mise en oeuvre de renforts fibreux interlock tridimensionnels," Génie mécanique, Université de Montréal, École Polytechnique de Montréal, 2013.
- [9] F. Robitaille and R. Gauvin, "Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. I: Review of experimental results," *Polymer Composites*, vol. 19, pp. 198-216, 1998.
- [10] F. Robitaille and R. Gauvin, "Compaction of textile reinforcements for composites manufacturing. III: Reorganization of the fiber network," *Polymer Composites*, vol. 20, pp. 48-61, 1999.



- [11] J. Echaabi, M. B. Nziengui, and M. Hattabi, "Compressibility and relaxation models for fibrous reinforcements in Liquid Composites Moulding," *International Journal of Material Forming*, vol. 1, pp. 851-854, April 01 2008.
- [12] G. L. Batch, S. Cumiskey, and C. W. Macosko, "Compaction of fiber reinforcements," *Polymer Composites*, vol. 23, pp. 307-318, 2002.
- [13] V. H. Hammond and A. C. Loos, "The Effects of Fluid Type and Viscosity on the Steady-State and Advancing Front Permeability Behavior of Textile Preforms," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 16, pp. 50-72, 1997.
- [14] R. S. Parnas, K. M. Flynn, and M. E. Dal-Favero, "A permeability database for composites manufacturing," *Polymer Composites*, vol. 18, pp. 623-633, 1997.
- [15] P. Ouagne and J. Bréard, "Continuous transverse permeability of fibrous media," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, pp. 22-28, 2010/01/01/ 2010.
- [16] P. Badel, E. Vidal-Sallé, E. Maire, and P. Boisse, "Simulation and tomography analysis of textile composite reinforcement deformation at the mesoscopic scale," in *12nd ESAFORM Conference*, Enschede, Netherlands, 2009, p. 6 pages.
- [17] Q. T. Nguyen, E. Vidal-Sallé, P. Boisse, C. H. Park, A. Saouab, J. Bréard, *et al.*, "Mesoscopic scale analyses of textile composite reinforcement compaction," *Composites Part B: Engineering*, vol. 44, pp. 231-241, 2013 2013.
- [18] I. Verpoest and S. V. Lomov, "Virtual textile composites software WiseTex: Integration with micro-mechanical, permeability and structural analysis," *Composites Science and Technology*, vol. 65, pp. 2563-2574, 2005/12/01/ 2005.
- [19] S. D. Green, M. Y. Matveev, A. C. Long, D. Ivanov, and S. R. Hallett, "Mechanical modelling of 3D woven composites considering realistic unit cell geometry," *Composite Structures*, vol. 118, pp. 284-293, 2014/12/01/ 2014.
- [20] A. Madra, P. Breitkopf, A. Rassineux, and F. Trochu, "Image-based model reconstruction and meshing of woven reinforcements in composites," *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol. 112, pp. 1235-1252, 2017.

- [21] S. D. Green, A. C. Long, B. S. F. El Said, and S. R. Hallett, "Numerical modelling of 3D woven preform deformations," *Composite Structures*, vol. 108, pp. 747-756, 2// 2014.
- [22] A. J. Thompson, B. El Said, D. Ivanov, J. P. H. Belnoue, and S. R. Hallett, "High fidelity modelling of the compression behaviour of 2D woven fabrics," *International Journal of Solids and Structures*, 2017/06/23/ 2017.
- [23] N. Vernet and F. Trochu, "Analysis of mesoscopic pore size in 3D-interlock fabrics and validation of a predictive permeability model," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 35, pp. 471-486, 2016.
- [24] L. Salvo, P. Cloetens, E. Maire, S. Zabler, J. J. Blandin, J.-y. Buffiere, *et al.*, *X-Ray Micro-Tomography an Attractive Characterisation Technique in Materials Science*, 2003.
- [25] J.-y. Buffiere, H. Proudhon, E. Ferrie, W. Ludwig, E. Maire, and P. Cloetens, *Three dimensional imaging of damage in structural materials using high resolution micro-tomography* vol. 238, 2005.
- [26] J. Baruchel, J. Y. Buffiere, and E. Maire, *X-ray Tomography in Material Science*: Hermes Science, 2000.
- [27] E. N. Landis and D. T. Keane, "X-ray microtomography," *Materials Characterization*, vol. 61, pp. 1305-1316, 2010/12/01/ 2010.
- [28] A. Vanaerschot, F. Panerai, A. Cassell, S. V. Lomov, D. Vandepitte, and N. N. Mansour, "Stochastic characterisation methodology for 3-D textiles based on micro-tomography," *Composite Structures*, vol. 173, pp. 44-52, 2017/08/01/ 2017.
- [29] H. Rolland, N. Saintier, and G. Robert, "Damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastic during in situ microtomography tensile tests," *Composites Part B: Engineering*, vol. 90, pp. 365-377, 2016/04/01/ 2016.
- [30] S. Ramaswamy, M. Gupta, A. Goel, U. Aaltosalmi, M. Kataja, A. Koponen, *et al.*, "The 3D structure of fabric and its relationship to liquid and vapor transport," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 241, pp. 323-333, 2004/07/14/ 2004.
- [31] S. Dietrich, J. M. Gebert, G. Stasiuk, A. Wanner, K. A. Weidenmann, O. Deutschmann, *et al.*, "Microstructure characterization of CVI-densified carbon/carbon composites with

- various fiber distributions," *Composites Science and Technology*, vol. 72, pp. 1892-1900, 2012/10/12/ 2012.
- [32] R. M. Haralick, S. R. Sternberg, and X. Zhuang, "Image Analysis Using Mathematical Morphology," *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, vol. PAMI-9, pp. 532-550, 1987.
- [33] O. d. team. *Morphological Transformations*.
- [34] K. Heim, F. Bernier, R. Pelletier, and L. P. Lefebvre, "High resolution pore size analysis in metallic powders by X-ray tomography," *Case Studies in Nondestructive Testing and Evaluation*, vol. 6, pp. 45-52, 2016/11/01/ 2016.
- [35] B.-h. Yang, A.-x. Wu, X.-x. Miao, and J.-z. Liu, "3D characterization and analysis of pore structure of packed ore particle beds based on computed tomography images," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 24, pp. 833-838, 2014/03/01/ 2014.
- [36] D. Ushizima, D. Parkinson, P. Nico, J. Ajo-Franklin, A. MacDowell, B. Kocar, *et al.*, "Statistical segmentation and porosity quantification of 3D x-ray microtomography," in *SPIE Optical Engineering + Applications*, 2011, p. 14.
- [37] P. D. Evans, O. Morrison, T. J. Senden, S. Vollmer, R. J. Roberts, A. Limaye, *et al.*, "Visualization and numerical analysis of adhesive distribution in particleboard using X-ray micro-computed tomography," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 30, pp. 754-762, 2010/12/01/ 2010.
- [38] J. P. Dunkers, F. R. Phelan, D. P. Sanders, M. J. Everett, W. H. Green, D. L. Hunston, *et al.*, "The application of optical coherence tomography to problems in polymer matrix composites," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 35, pp. 135-147, 2001/03/01/ 2001.
- [39] J. S. U. Schell, M. Renggli, G. H. v. Lenthe, R. Müller, and P. Ermanni, "Micro-computed tomography determination of glass fibre reinforced polymer meso-structure," *Composites Science and Technology*, vol. 66, p. 2022, 2006.
- [40] H. Bale, M. Blacklock, M. R. Begley, D. B. Marshall, B. N. Cox, and R. O. Ritchie, "Characterizing Three-Dimensional Textile Ceramic Composites Using Synchrotron X-Ray Micro-Computed-Tomography," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 95, pp. 392-402, 2012.

- [41] D. Ferré Sentis, L. Orgéas, P. J. J. Dumont, S. Rolland du Roscoat, M. Sager, and P. Latil, "3D in situ observations of the compressibility and pore transport in Sheet Moulding Compounds during the early stages of compression moulding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 92, pp. 51-61, 1// 2017.
- [42] P. Latil, L. Orgéas, C. Geindreau, P. J. J. Dumont, and S. Rolland du Roscoat, "Towards the 3D in situ characterisation of deformation micro-mechanisms within a compressed bundle of fibres," *Composites Science and Technology*, vol. 71, pp. 480-488, 2011/02/28/ 2011.
- [43] H. Rolland, N. Saintier, P. Wilson, J. Merzeau, and G. Robert, "In situ X-ray tomography investigation on damage mechanisms in short glass fibre reinforced thermoplastics: Effects of fibre orientation and relative humidity," *Composites Part B: Engineering*, vol. 109, pp. 170-186, 1/15/ 2017.
- [44] N. Naouar, E. Vidal-Sallé, J. Schneider, E. Maire, and P. Boisse, "Meso-scale FE analyses of textile composite reinforcement deformation based on X-ray computed tomography," *Composite Structures*, vol. 116, pp. 165-176, 2014/09/01/ 2014.
- [45] N. Naouar, E. Vidal-Salle, J. Schneider, E. Maire, and P. Boisse, "3D composite reinforcement meso F.E. analyses based on X-ray computed tomography," *Composite Structures*, vol. 132, pp. 1094-1104, 2015.
- [46] I. Straumit, S. V. Lomov, and M. Wevers, "Quantification of the internal structure and automatic generation of voxel models of textile composites from X-ray computed tomography data," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 69, pp. 150-158, 2015/02/01/ 2015.
- [47] I. Straumit, C. Hahn, E. Winterstein, B. Plank, S. V. Lomov, and M. Wevers, "Computation of permeability of a non-crimp carbon textile reinforcement based on X-ray computed tomography images," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 81, pp. 289-295, 2016/02/01/ 2016.
- [48] Y. Liu, I. Straumit, D. Vasiukov, S. Lomov, and S. Panier, *Prediction of linear and nonlinear behavior of 3D woven composite using mesoscopic voxel models reconstructed from X-ray micro-tomography* vol. 179, 2017.

- [49] R. M. Haralick and L. G. Shapiro, *Computer and Robot Vision*: Addison-Wesley Longman Publishing Co., Inc., 1992.
- [50] A. AKL, "Analyse / synthèse de champs de tenseurs de structure : application à la synthèse d'images et de volumes texturés," *Automatique, productique, signal et image, ingénierie cognitive*, Université de Bordeaux, 2016.
- [51] M. Hall, E. Frank, G. Holmes, B. Pfahringer, P. Reutemann, and I. H. Witten, "The WEKA data mining software: an update," *SIGKDD Explor. Newsl.*, vol. 11, pp. 10-18, 2009.
- [52] A. MADRA, "Analyse et visualisation de la géométrie des matériaux composites à partir de données d'imagerie 3D," *Génie Mécanique*, École Polytechnique de Montréal, 2017.
- [53] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, *et al.*, "Fiji: an open-source platform for biological-image analysis," *Nature Methods*, vol. 9, p. 676, 06/28/online 2012.
- [54] S. BOLTE and F. P. CORDELIÈRES, "A guided tour into subcellular colocalization analysis in light microscopy," *Journal of Microscopy*, vol. 224, pp. 213-232, 2006.
- [55] B. Schmid, J. Schindelin, A. Cardona, M. Longair, and M. Heisenberg, "A high-level 3D visualization API for Java and ImageJ," *BMC Bioinformatics*, vol. 11, p. 274, May 21 2010.
- [56] "Picture Thresholding Using an Iterative Selection Method," *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*, vol. 8, pp. 630-632, 1978.
- [57] D. Legland, I. Arganda-Carreras, and P. Andrey, "MorphoLibJ: integrated library and plugins for mathematical morphology with ImageJ," *Bioinformatics*, vol. 32, pp. 3532-3534, 2016.
- [58] J. Ollion, J. Cochenec, F. Loll, C. Escudé, and T. Boudier, "TANGO: a generic tool for high-throughput 3D image analysis for studying nuclear organization," *Bioinformatics*, vol. 29, pp. 1840-1841, 2013.
- [59] M. Karaki, A. Hallal, R. Younes, F. Trochu, and P. Lafon, "In-plane permeability prediction model for non-crimp and 3D orthogonal fabrics," *The Journal of The Textile Institute*, vol. 109, pp. 1110-1126, 2018/08/03 2018.

- [60] A. Tamayol and M. Bahrami, "Analytical Determination of Viscous Permeability of Fibrous Porous Media," pp. 303-311, 2008.
- [61] R. Dougherty and K. H. Kunzelmann, "Computing Local Thickness of 3D Structures with ImageJ," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 13, pp. 1678-1679, 2007.
- [62] M. Doube, M. M. Klosowski, I. Arganda-Carreras, F. P. Cordelières, R. P. Dougherty, J. S. Jackson, *et al.*, "BoneJ: Free and extensible bone image analysis in ImageJ," *Bone*, vol. 47, pp. 1076-1079, 2010/12/01/ 2010.
- [63] M. Karaki, "Permeability experiments for L14012."
- [64] D. Bate, "X Ray Micro CT : The Rules and when to break them," ed: Nikon Metrology.
- [65] *Guide d'utilisation de ImageJ (FIJI)*.
- [66] wsr@nih.gov. *Plugins sur ImageJ (FIJI)*.
- [67] F. Meyer and S. Beucher, "Morphological segmentation," *Journal of Visual Communication and Image Representation*, vol. 1, pp. 21-46, 1990/09/01/ 1990.
- [68] J.-F. Rivest, P. Soille, and S. Beucher, "Morphological gradients," in *SPIE/IS&T 1992 Symposium on Electronic Imaging: Science and Technology*, 1992, p. 12.

## ANNEXE A - ARTEFACTS EN TOMOGRAPHIE

Les images microtomographiques voient leur contraste et leur résolution dégradés par des artefacts formés à cause de la nature de l'échantillon, la source de rayons X ou de la reconstruction du volume observé. Ces artefacts peuvent impacter la précision de l'analyse de l'échantillon caractérisé.

### **Bruit :**

Chaque pixel des images de projection contient des informations sur le matériau rencontré par les rayons X allant de la source à ce pixel. Les images de projection peuvent donc être considérées comme une représentation floue du volume le long de ces lignes. Néanmoins, pour avoir une bonne reconstruction, contrer le flou dans le but d'avoir des images de microtomographie nettes, un filtre est appliqué aux images de projection. La forme mathématique du flou étant connue, son inverse peut être calculé. Ce filtre inverse supprime les informations de basse fréquence dans l'image néanmoins il amplifie les informations haute fréquence dont le bruit (Figure A.1). De ce fait, l'étape de reconstruction des images de microtomographie va amplifier tout bruit présent dans les mesures.

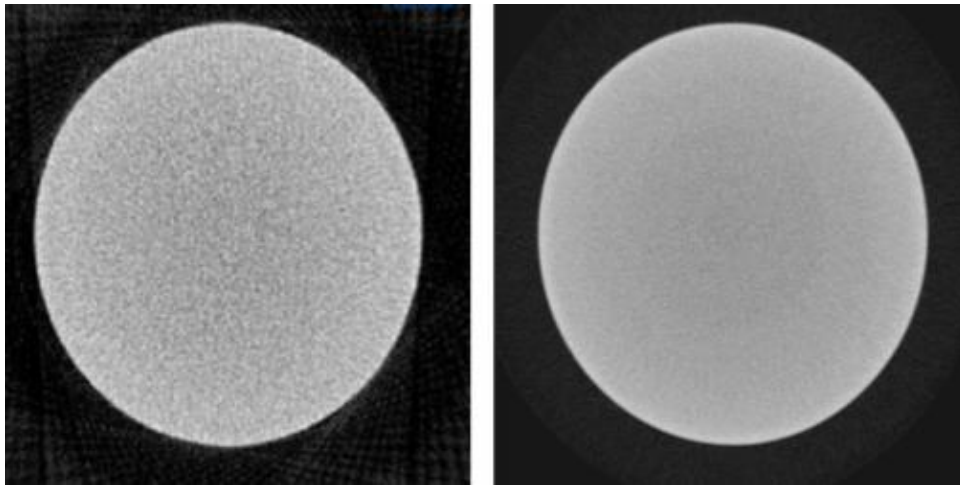


Figure A. 1 : Images de microtomographie : à gauche, avec du bruit et à droite, sans bruit [64]

### **Durcissement du faisceau :**

Cet artefact se manifeste par un rehaussement de l'intensité sur les bords des objets par rapport au centre (Figure A.2). Il est provoqué par l'augmentation de l'énergie moyenne du faisceau de rayons X lorsqu'il traverse un objet. Les photons d'énergies les plus basses vont disparaître plus rapidement que les photons de plus hautes énergies, l'artefact provient donc du caractère polychromatique du spectre incident. Il faut faire attention à cet artefact puisqu'il modifie les valeurs d'atténuation de l'objet et donc peut provoquer de grosses erreurs lors de l'analyse des images.

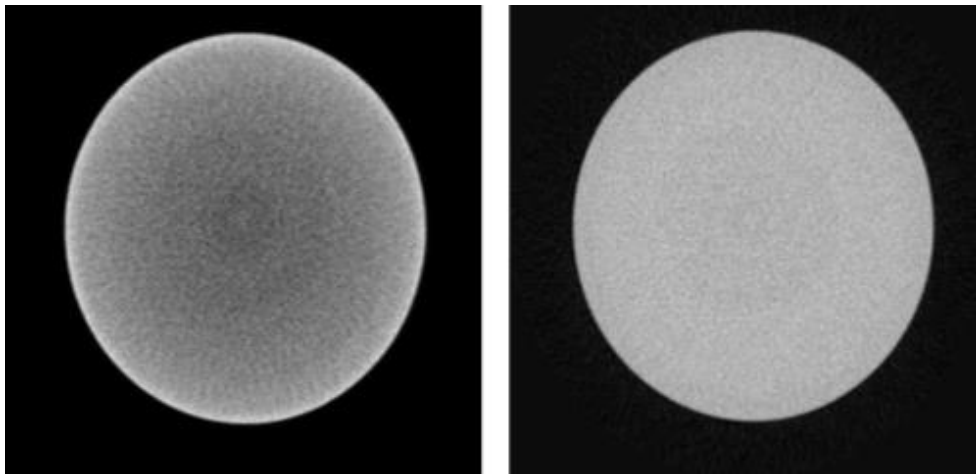


Figure A. 2 : Images de microtomographie : à gauche, avec un artefact de durcissement de faisceau et à droite, sans artefact [64]

### **Artefact en anneaux :**

Les artefacts en anneaux forment dans les images de microtomographie des cercles centrés sur l'axe de rotation. Ils correspondent à une mauvaise interprétation des données durant la phase d'acquisition des projections radiographiques. En effet, ils sont dus à la présence de pixels morts provoquant une perte d'information locale, ce qui va conduire à la présence d'anneaux centrés (Figure A.3). Un pixel défectueux sur le capteur va enregistrer des valeurs erronées dans toutes les projections radiographiques, qui vont donc provoquer cet artefact. Il est possible d'éviter la formation d'anneaux par des méthodes de traitement d'images sur les images reconstruites.



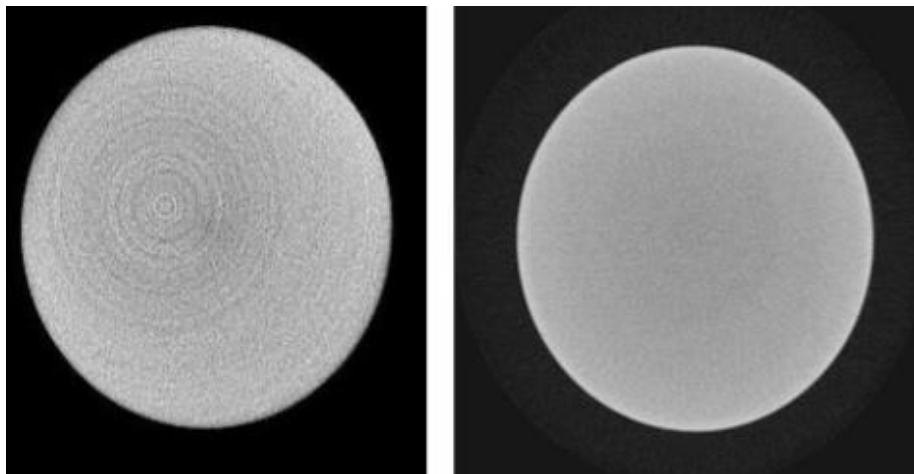


Figure A. 3 : Images de microtomographie : à gauche, avec un artefact en anneau et à droite, sans artefact [64]

#### **Volume partiel :**

Le volume partiel est un phénomène qui apparaît lorsque la résolution d'un scan de microtomographie est trop faible (Figure A.4). En effet, si la taille d'un pixel est bien plus grande que la taille d'un détail, il ne va pas être visible sur les images. Si un pixel est composé de plusieurs phases, la valeur de gris résultante va être la moyenne des densités des différents éléments. Ce phénomène engendre donc un flou au niveau des frontières entre deux phases de densité différente. Plus la résolution sera faible et plus l'artefact sera important.

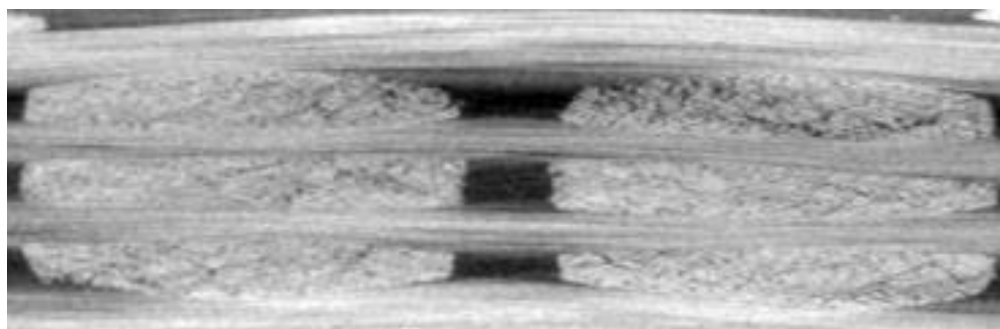


Figure A. 4 : Images de microtomographie avec un effet de volume partiel

## ANNEXE B – PRÉSENTATION FIJI

FIJI est un programme Java de traitement et d'analyse d'images pour les données d'images multidimensionnelles avec une perspective axée sur l'imagerie scientifique développé par les *National Institute of Health*. C'est un programme du domaine public téléchargeable gratuitement et disponible pour toutes les plateformes (Windows, Mac OS X et Linux). Le but principal de FIJI est d'assister la recherche principalement dans le domaine biomédical, notamment en ce qui concerne l'enregistrement d'images, la segmentation, l'extraction de caractéristiques et la visualisation tridimensionnelle.

FIJI permet de traiter des images ou séquences d'images 8 bits, 16 bits et 32 bits dans de nombreux formats, notamment TIFF, PNG, JPEG, BMP, GIF et bien d'autres. Il prend en charge les fonctions de traitement d'images courantes telles que la manipulation de contraste, la netteté, le débruitage, le seuillage des niveaux de gris, la détection des contours, l'application de filtres ou masques, etc.... On retrouve aussi les opérations de morphologie mathématique présentées section 2.2.3 : érosion, dilatation, et d'autres telles que la squelettisation. Cet outil permet le dénombrement d'objets, l'extraction de leurs caractéristiques morphologiques (surface, périmètre, centre....), et le calcul des statistiques de distribution. La calibration spatiale est disponible pour fournir des mesures dimensionnelles en unité du système métrique.

Des « *plugins* » externes peuvent être installés sur FIJI. Ces « *plugins* » écrits par les utilisateurs permettent de résoudre de nombreux problèmes de traitement et d'analyse d'image. De nombreuses méthodes avancées et très spécifiques de traitement d'images ne sont pas fournies sur l'interface originale, mais par des plugins écrits par des utilisateurs ou spécialistes de domaines spécifiques. Ces « *plugins* » sont mis à disposition gratuitement sur internet pour une libre utilisation. La véritable force de FIJI réside dans la richesse du répertoire de « *plugins* » disponibles qui étendent ses fonctionnalités à diverses études et différents domaines. FIJI permet également l'accès au code source de tous les outils internes et « *plugins* », facilitant ainsi l'amélioration et la mise en place de nouveaux outils. Une documentation est disponible pour la plupart de ces « *plugins* » sur le site des développeurs ou sur le site de FIJI (ImageJ).

Des descriptions plus détaillées et approfondies sont disponibles sur des sites cités en référence ([65, 66]).

## ANNEXE C - SÉPARATION DES MÉSOPORES D'UN RENFORT TG96N60E

Dans cette annexe est présenté brièvement le module « *MorpholibJ* » de FIJI utilisé pour segmenter les mésopores. L'algorithme segmentation par ligne de partage des eaux [67] (en anglais « *Watershed* ») assimile l'image de niveau de gris à un relief topographique et vise à détecter les différents bassins versants. Le principe général d'une cette méthode est de simuler une montée progressive du niveau d'eau (autrement dit une inondation du relief topographique) à partir des minimas du relief. C'est une technique très populaire spécialement utilisée pour segmenter les objets en contact. La méthode est en général appliquée à l'image des contours, où les contours forts peuvent considérés comme des crêtes qui séparent des vallées. Elle est donc appliquée, en général, au gradient morphologique des images à traiter. Les crêtes se placent de façon privilégiée sur les lignes de gradient élevé. Le gradient morphologique [68] d'une image est obtenu à partir des opérations morphologiques présentées à la section 2.2.3. En effet, pour le cas simplifier d'une image binaire, le gradient « externe » est obtenu en soustrayant l'image à l'image après dilation. De même pour le gradient interne, il est obtenu en soustrayant l'image éroder à l'image. Le gradient morphologique représente l'addition des gradient interne et externe.

Le module « *MorphoLibJ* » contient plusieurs sous-module utilisant cet algorithme. Dans le cadre de cette maîtrise, le sous-module utilisé est « *Morphological segmentation* ».

Le module peut être utilisé sur n'importe quelle image en niveaux de gris ou séquence d'images (8 bits ou 16 bits). L'interface du module est divisée en 4 parties (Figure C. 1). Dans la première partie est affichée l'image ou la séquence des images à traiter. Sur le côté se trouvent trois panneaux de paramètres.

### 1- Image d'entrée

Dans le premier panneau, on définit le type d'image étudiée : « *Border image* » ou « *Object image* ». Dans le cas des mésopores, la catégorie « *Object image* » est sélectionnée. Lorsque le type « *Object image* » est sélectionné, des options supplémentaires sont activées pour choisir le type (interne, externe ou morphologique) et le rayon (de l'élément structurant en pixels définit à la

section 2.2.3) à appliquer à l'image d'entrée afin d'obtenir une image de type « *border image* » pour utiliser la segmentation « *Watershed* » (Figure C. 2).

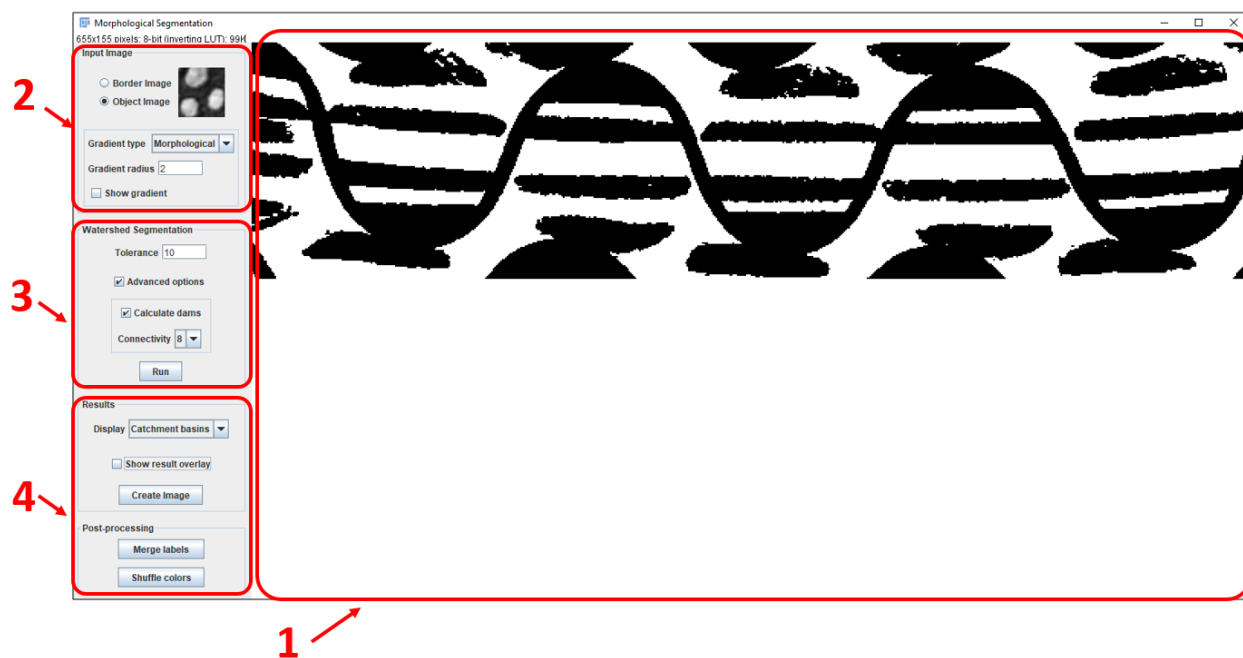


Figure C. 1 : Interface du module « *MorpholibJ* » de FIJI

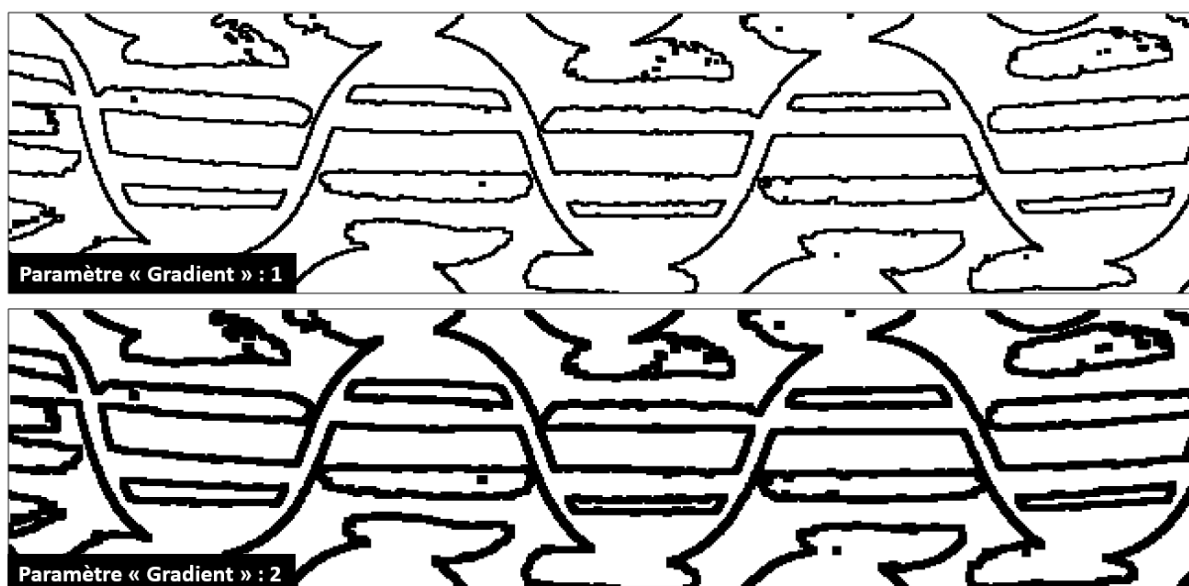


Figure C. 2 : Gradient de l'image pour des rayons différents d'élément structurant

## 2- Panneau des paramètres de la segmentation « *Watershed* »

- « *Tolerance* » : valeur dynamique d'intensité pour la recherche de minimums régionaux. Le principe consiste à définir une valeur de tolérance pour le filtrage des minimums. Les minimums étendus sont définis comme une région connectée contenant des éléments tels que la différence de la valeur de chaque élément dans la région avec la valeur maximale dans la région soit inférieure à la tolérance. Cette opération permet d'identifier des extrema plus grands, qui prennent mieux en compte le bruit dans l'image. L'augmentation de la valeur de tolérance réduit le nombre de segmentation (donc d'objets), tandis que sa diminution produit davantage de fractionnements d'objets. Dans notre cas, ce paramètre n'est pas important car les images traitées sont binaires.
- « *Calculate dams* » : lignes frontières entre les objets détectés.
- « *Connectivity* » : différentes connectivités entre les pixels ou les voxels peuvent être choisies. Pour les images 2D, les valeurs de connectivité les plus courantes sont la connectivité 4, qui considère uniquement les voisins orthogonaux d'un pixel donné, et la connectivité 8, qui considère également les diagonales. Pour les images 3D ou séquence d'images, la connectivité 6 considère uniquement les voisins orthogonaux dans les trois directions principales, alors que la connectivité 26 considère tous les voisins directs d'un voxel donné.
- « *Run* » : Lancer la segmentation.

## 3- Panneau des résultats

Dans le menu déroulant « *Display* », il est possible de choisir un rendu de segmentation spécifique. Sur la Figure C. 3 deux types de résultats sont représentés : les contours des objets (« *Overlaid dams* ») et les objets labélisés super l'image d'origine (« *Overlaid basins* »).

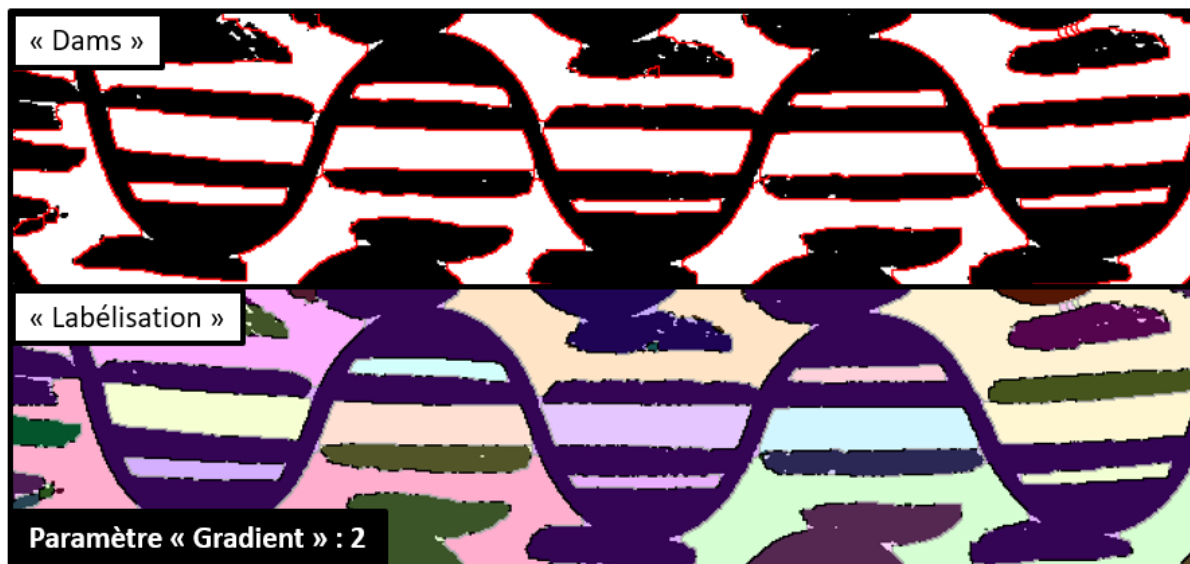


Figure C. 3 : Résultats de la segmentation « *Watershed* »

Le bouton « *Create image* » permet d'extraire la séquence d'images des résultats représentés sur le panneau 1. Il est préférable d'extraire les résultats « *Catchment basins* », qui représentent uniquement les objets labélisés (sans l'image d'origine).

#### 4- Post-traitements des résultats

Ce panneau est constitué de deux boutons. Le premier, « *Merge labels* » permet de fusionner manuellement deux objets. En effet, il peut arriver qu'un objet soit « sur-segmenté ». Il est donc possible d'utiliser l'outil « *Point tool* » de FIJI pour sélectionner les deux objets en question et les fusionner avec cette option. Le second outil de ce panneau est uniquement « visuel ». Il peut arriver, après segmentation, que deux objets se voient attribuer des couleurs similaires ou très proches. Cet outil permet donc de réattribuer des couleurs aléatoires à tous les objets détectés. Une fois les résultats extraits du module, il faut étudier les objets. À cette fin, le module 3D manager de FIJI est utilisé (Figure C. 4). Dans un premier temps, on utilise « *Add image* » qui va analyser tous les objets d'une séquence d'images. La liste des objets détectés va apparaître dans le panneau 2. Toutes les opérations qui vont suivre pourront être effectuée sur tous les objets ou juste sur les objets sélectionnés dans la liste. Une fois les objets détectés, il est possible d'extraire leurs caractéristiques morphologiques. Dans la fenêtre paramètre, il est possible de choisir d'abord les caractéristiques

des objets que l'on souhaite analyser (Figure C. 5). Le bouton « *Measure 3D* » ouvre un fichier .csv (tableau) avec toutes ces données qu'il est possible d'exporter.

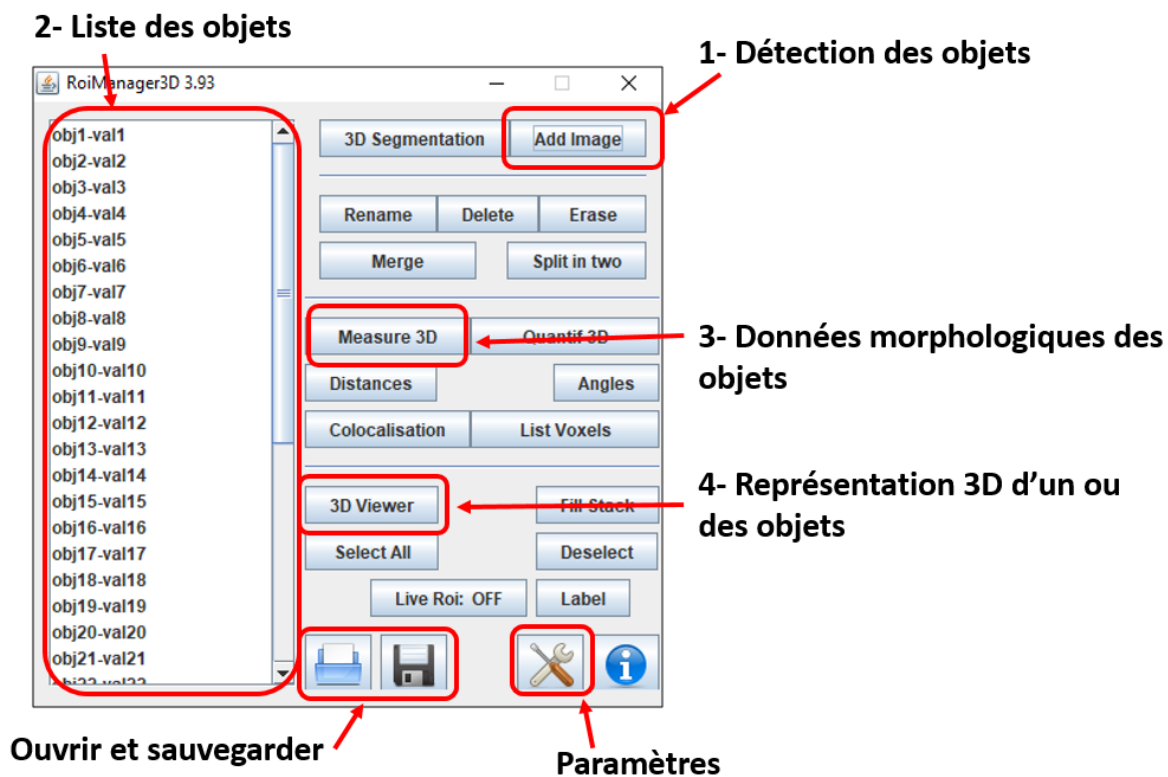


Figure C. 4 : Interface du module « *3DRoiManager* » de FIJI

Enfin, ce module permet également d'ouvrir individuellement un ou plusieurs des objets sur « *3D Viewer* » (module de FIJI pour la représentation 3D d'objets).

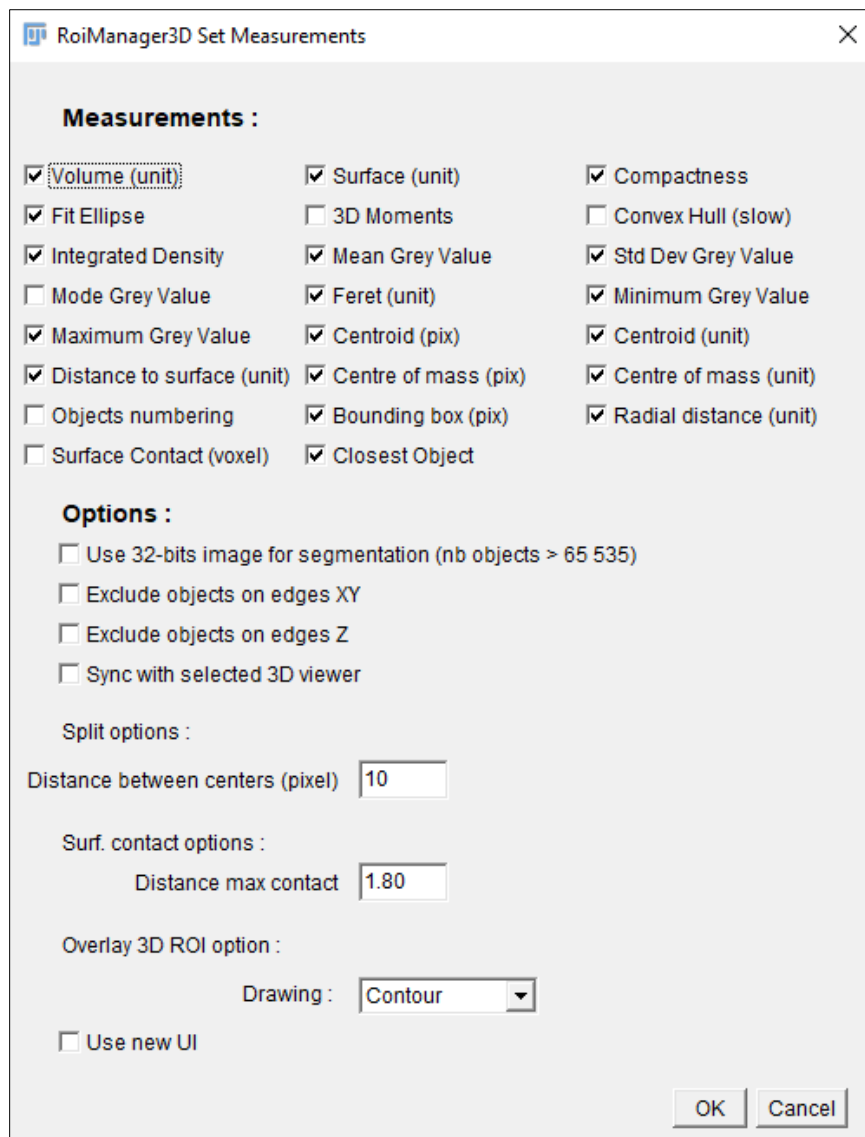


Figure C. 5 : Fenêtre « Paramètres » du module « *3DRoiManager* » de FIJI



**ANNEXE D - MÉSOPORES DE 3 CONFIGURATIONS D'EMPILEMENT  
POUR UN RENFORT L14012**

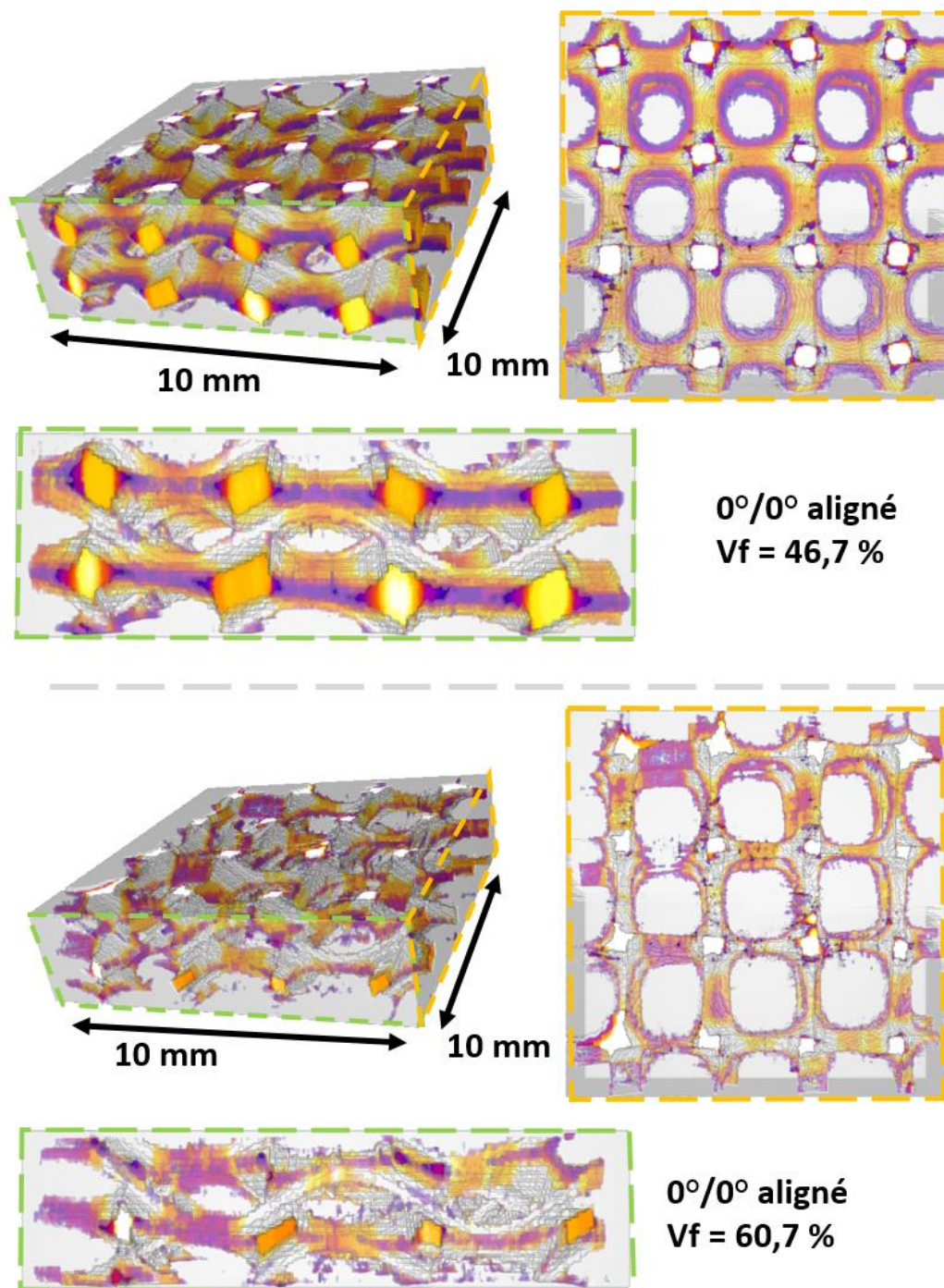


Figure D. 1: Représentation 3D des mésopores d'un empilement de 3 plis 0°/0° aligné (environ 48 VERs) pour un taux de fibres de 46,7 % et 60,7 %

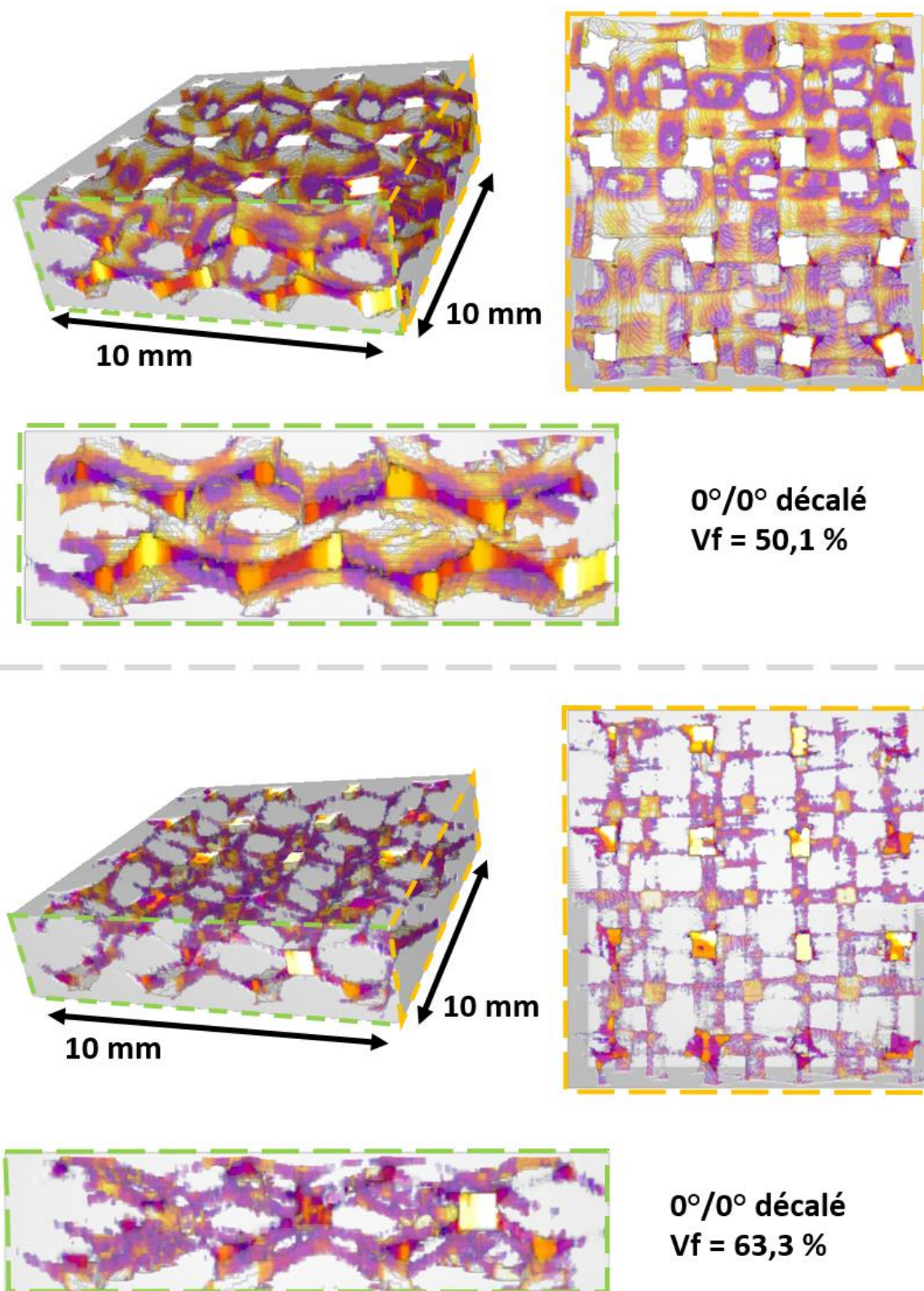


Figure D. 2: Représentation 3D des mésopores d'un empilement de 3 plis 0°/0° décalé (environ 48 VERs) pour un taux de fibres de 50,1 % et 63,3 %

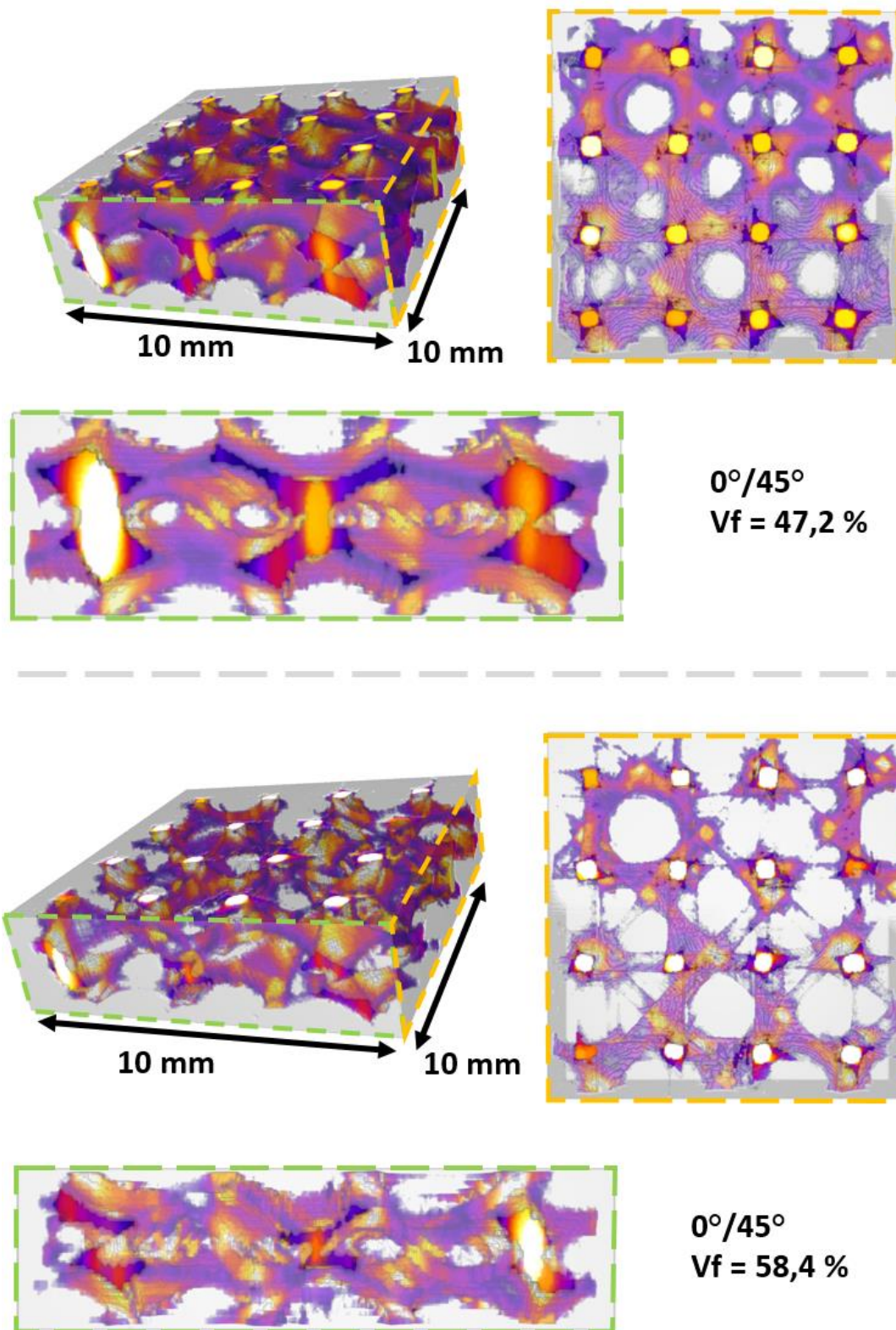


Figure D. 3: Représentation 3D des mésopores d'un empilement de 3 plis  $0^\circ/45^\circ$  (environ 48 VERs) pour un taux de fibres de 47,2 % et 58,4 %