



Livrable n°3.3.2.

CARACTÉRISATION STRUCTURELLE DU  
PREMIER PROTOTYPE DE SEMI-PRODUIT EN  
FIBRE BIAXIALE

2020, April

PP RESPONSABLE UoPortsmouth



European Regional Development Fund



## Partenaires

PP Leader: UoPortsmouth

Partenaires impliqués : UBS, INRA

## Contenu

### ❖ Objectifs

L'objectif de ce livrable est de caractériser l'architecture des produits semi-finis bi-axiaux développés par TV. Des méthodes d'observation (microscopie électronique, microscopie optique et nano-tomographie) seront utilisées pour mieux comprendre l'organisation structurale des préformes ainsi que pour quantifier les défauts induits par le processus de fabrication des renforts. Les échantillons développés par TV seront comparés à des échantillons de référence disponibles dans le commerce, constitués de fibres de lin et de verre.

### ❖ Matières

Sample	Producer	Fibre	Areal weight (g/sqm)
BX TV 312	TV	Flax	312
BX TV 400	TV	Flax	400
BX SS 600	Safilin	Flax	600
BX TDL 250	Terre de Lin	Flax	250
BX BC 350	B Comp	Flax	350
BX GF 600	Sicommin	Glass	600
TAPE TV	TV	Flax	x

Le dernier échantillon (TAPE TV) est le ruban de lin utilisé pour la fabrication du BX TV 312 et du BX TV 400.

### ❖ Expériences à mener

Sample	SEM (UBS and UoP)	Tomography (UoP)	Analysis of Defects (INRA)
BX TV 312	x	x	x
BX TV 400	x	x	-
BX SS 600	x	x	-
BX TDL 250	x	x	-
BX BC 350	x	x	-
BX GF 600	x	x	-
TAPE TV	-	-	x



❖ Microscope optique et analyse SEM (UoP et UBS):

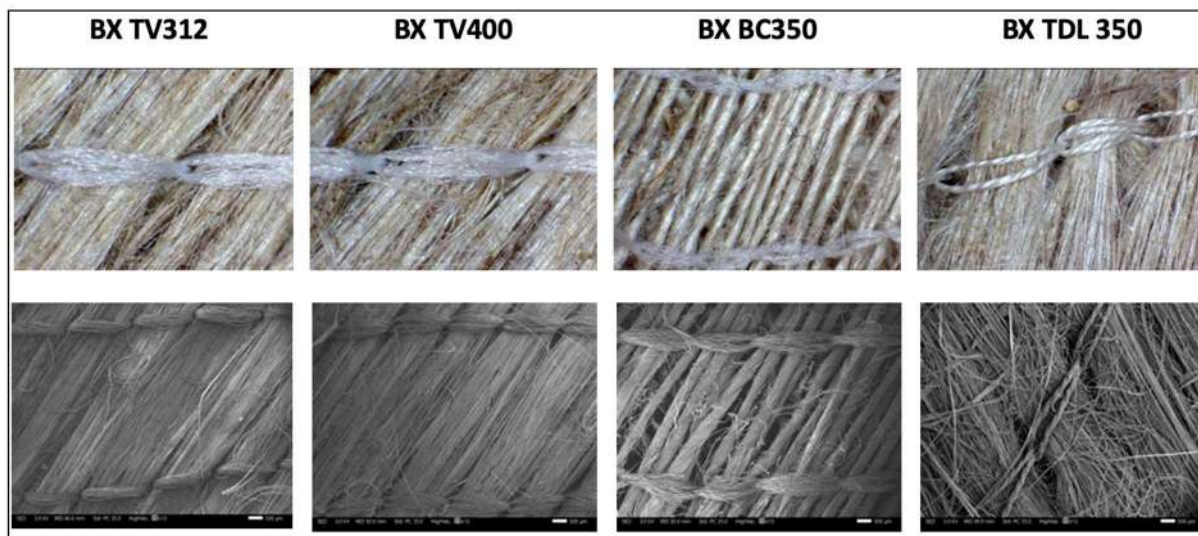


Figure 1 : Optical and SEM observation of BX TV312, BX TV400, BX BC350 and BX TDL 350 at macro scale

Ces observations permettent de bien comprendre l'organisation macroscopique des renforts. On peut noter la différence avec le produit BComp, constitué de fils beaucoup plus tordus. De même, le fil de piquage du produit Terre de Lin est également moins ouvert et probablement plus pénalisant au sein d'un composite.

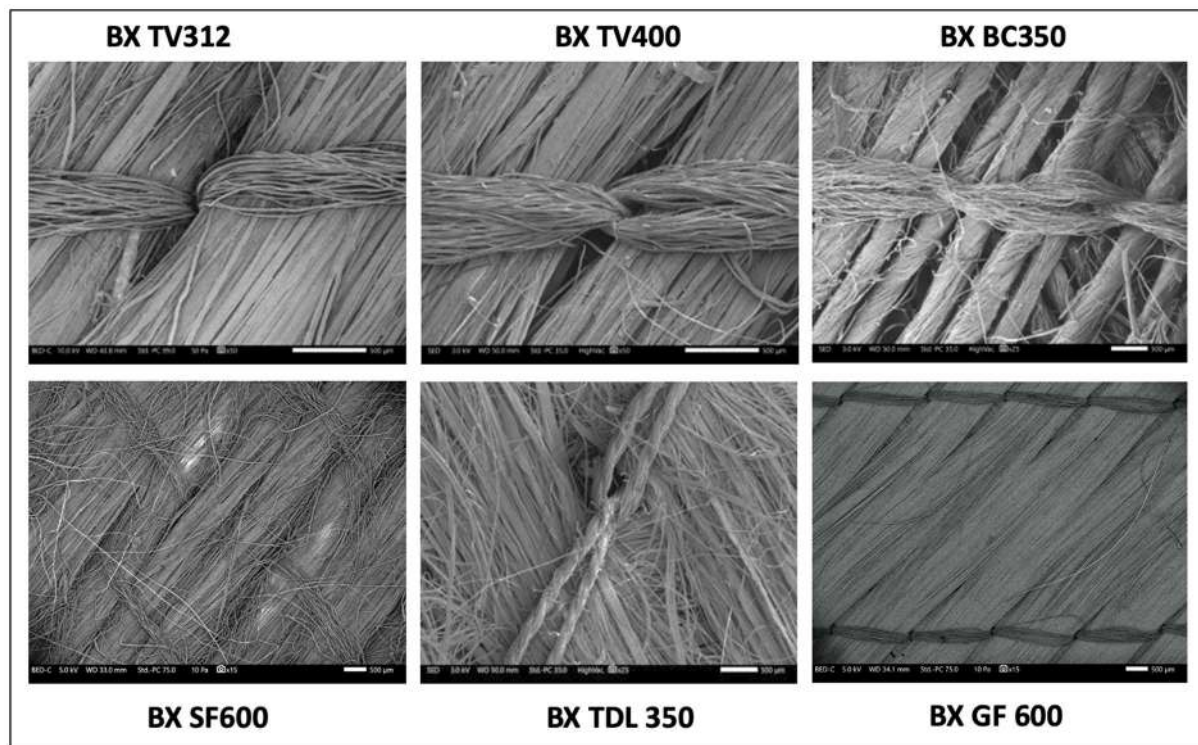


Figure 2 : More detailed optical and SEM observation of BX TV312, BX TV400, BX BC350 and BX TDL 350



Le bon alignement des fibres de lin dans les produits TV est mis en évidence, malgré quelques imperfections locales. On peut noter la différence de torsion, notamment par rapport au produit BComp. Des désorganisations locales des fibres de verre peuvent également être remarquées sur le BX GF 600.

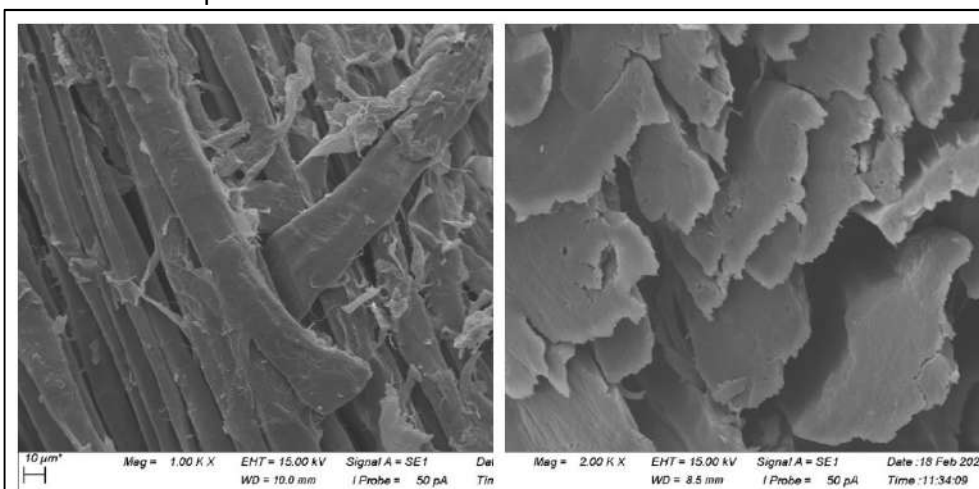


Figure 3 : SEM observation of BX BC350

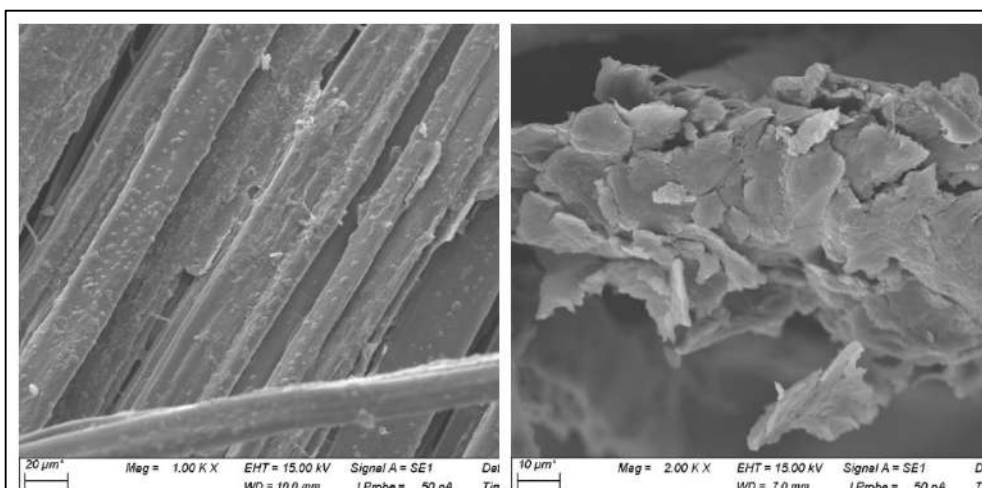


Figure 4 : SEM observation of BX TV312

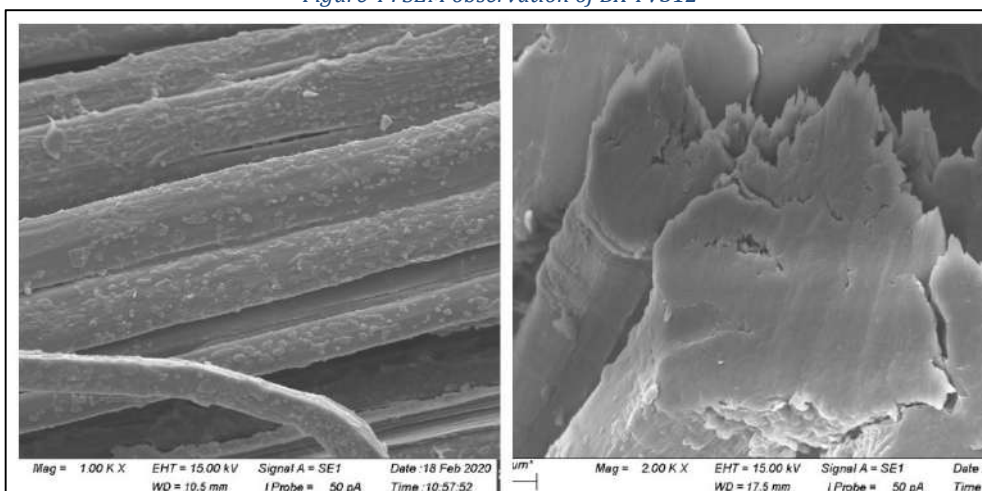


Figure 5 : SEM observation of BX TV400



Comme on peut s'y attendre pour les fibres de lin, dans l'échantillon BX BC350, le diamètre des fibres élémentaires dans un faisceau n'est pas uniforme, montrant une section transversale polygonale le long de la longueur de la fibre. Aucune impureté de surface visible n'est présente dans l'échantillon BX BC350 alors que pour les échantillons BX TV312 & BX TV400 la surface ne semble pas aussi lisse, les impuretés sont mises en évidence. Dans les échantillons BX TV312 et BX TV400, quelques lumens sont également visibles à l'extrémité des fibres.

#### ❖ Analyse tomographique (UoP):

Dans le cadre de la caractérisation des fibres, le diamètre et la distribution des trois types de préformes de fibres de lin (BX BC350 ; BX TV400 & BX TV312) ont été analysés à l'aide de la tomographie à rayons X (XCT). Les échantillons de fibres ont été scannés avec un système de tomographie par ordinateur à rayons X (XCT) Zeiss Xradia Versa 510 Microtomography avec une résolution de voxel isotrope de  $2 \mu\text{m}^3$  et  $10 \mu\text{m}^3$ .

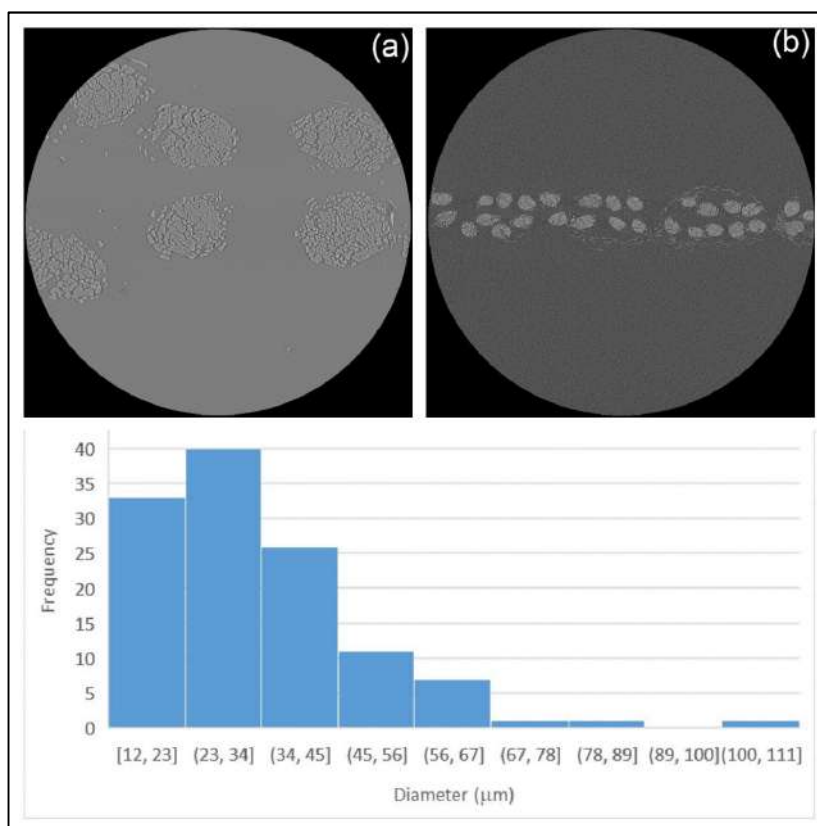


Figure 6: Cross sections of BX BC350 from the XCT image (a) at  $2 \mu\text{m}^3$  voxel size and (b) at  $10 \mu\text{m}^3$  voxel size and histogram of fibre diameter

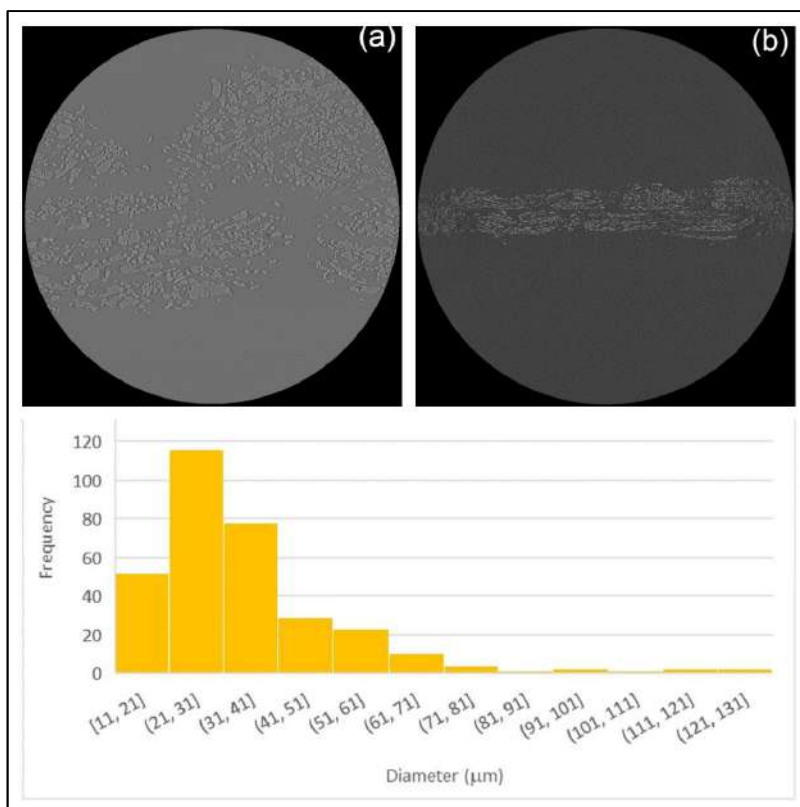


Figure 7: Cross sections of BX TV400 from the XCT image (a) at 2 μm³ voxel size and (b) at 10 μm³ voxel size and histogram of fibre diameter

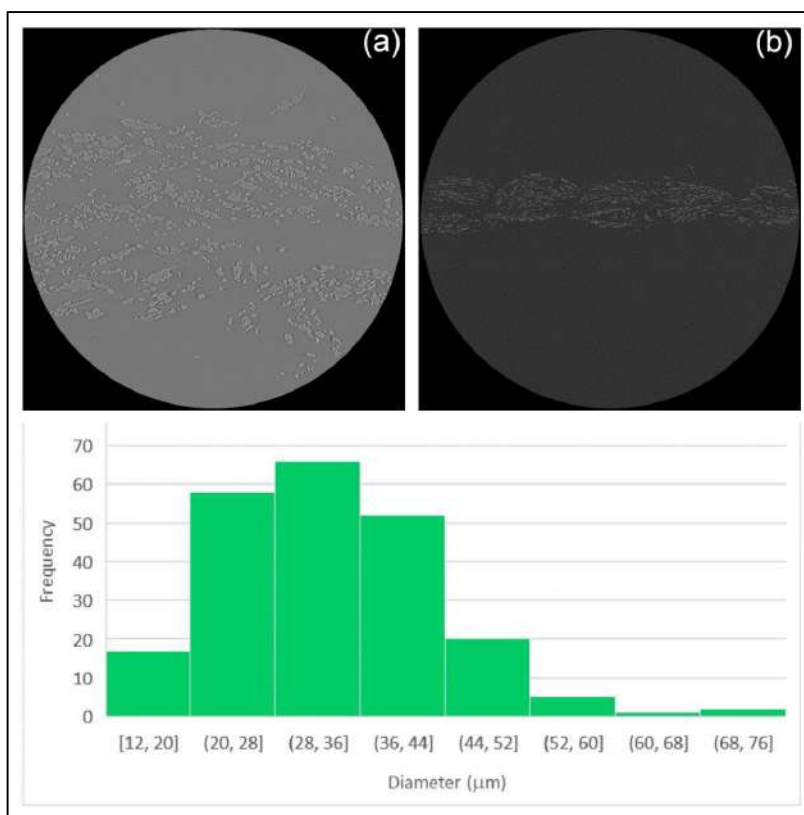


Figure 8: Cross sections of BX TV312 from the XCT image (a) at 2 μm³ voxel size and (b) at 10 μm³ voxel size and histogram of fibre diameter



Les diamètres des objets mesurés sur les différentes préformes montrent une bonne individualisation des fibres, quelle que soit la préforme considérée, ce qui témoigne de la bonne qualité initiale et du niveau de rouissage des fibres sélectionnées pour la fabrication des préformes. Concernant l'architecture générale des renforts, l'analyse tomographique montre des fils beaucoup plus cohésifs dans le cas des préformes BC350 en raison de la torsion appliquée aux rovings. Dans le cas des produits Depestele, la limite entre les rovings est moins visible, les renforts sont plus ouverts, ce qui est probablement un avantage pour l'imprégnation future des composites.

❖ **Caractérisation thermogravimétrique (TGA) (UoP):**

Pour compléter la caractérisation obtenue à partir de la micro-tomographie à rayons X et de la microscopie électronique à balayage (MEB), des tests TGA ont été effectués sur trois échantillons de lin, à savoir : BX BC350, BX TV400 et BX TV312, respectivement. Certains résultats et observations sont illustrés dans les Figures 9-13. Le tableau 1 résume les résultats de la TGA pour trois échantillons différents.

Table 1: Results from thermal gravimetrical analysis for three different types of flax fibres

Fibre types	Mass Loss at 100 °C (%)	1st Thermal Degradation Rate Peak Temperature (°C)	2nd Thermal Degradation Rate Peak Temperature (°C)
BXTV312	5.96	349.33	450.33
BXTV424	5.84	347.57	448.13
BXBC350	4.98	352.16	479.81

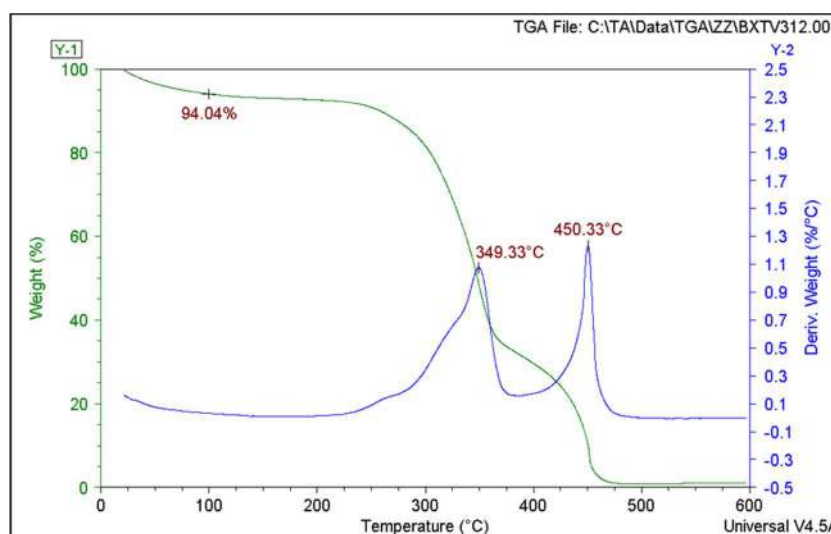


Figure 9: Thermal degradation trace of BX TV312

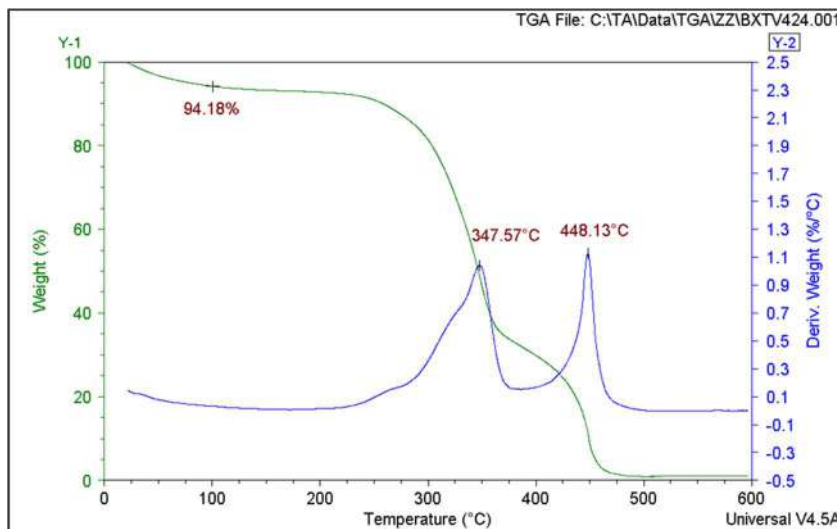


Figure 10: Thermal degradation trace of BX TV4400

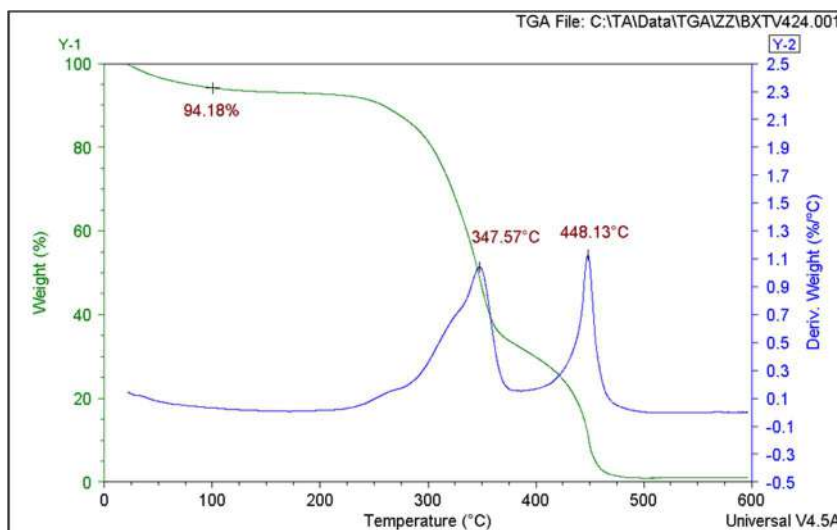


Figure 11: Thermal degradation trace of BX BC350



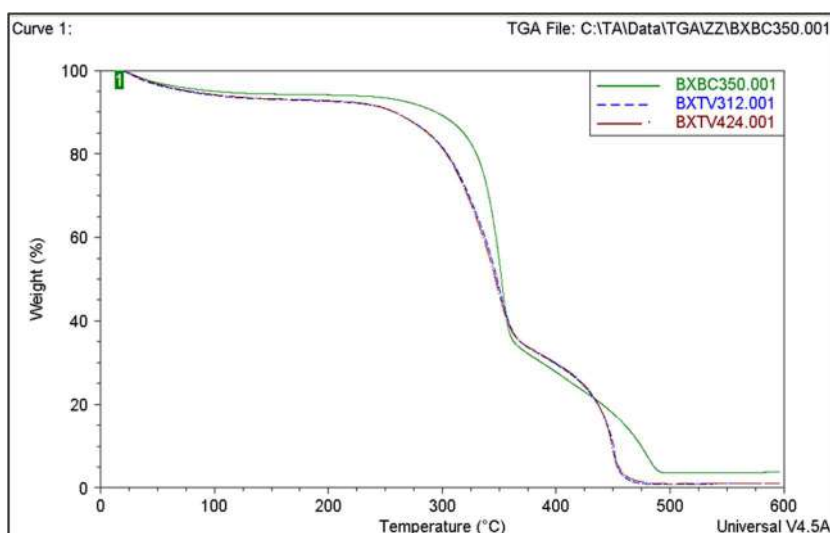


Figure 12: Comparison of mass loss trace of three flax fibres

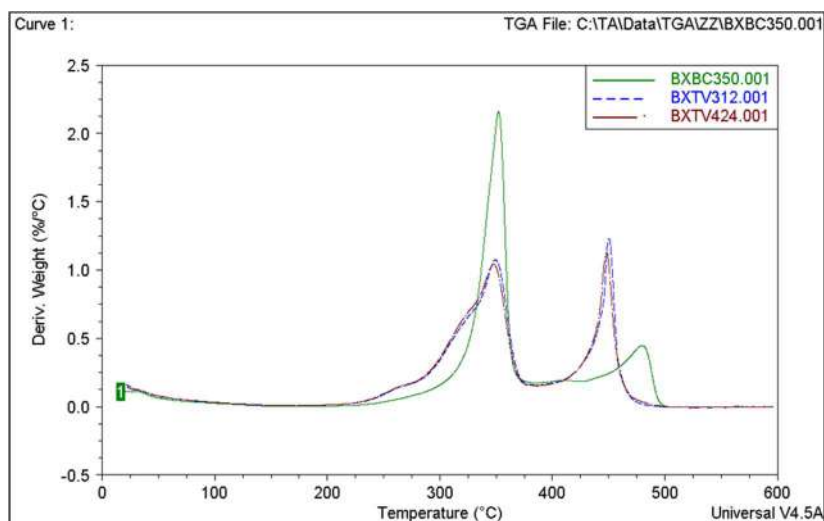


Figure 13: Comparison of the first derivative of mass loss to temperatures of three flax fibres

### Principales observations tirées des résultats des essais TGA

1. La perte de poids initiale à environ 100 °C peut être attribuée à l'humidité inhérente aux fibres de lin
2. Les fibres de lin BXTV312 et BXTV400 ont des comportements de dégradation thermique similaires et différents de ceux de la fibre de lin BXBC350
3. Les fibres de lin BXTV312 et BXTV400 ont des températures de pointe inférieures et une magnitude équilibrée par rapport à celles de la fibre de lin BXBC350
4. Après environ 240 °C, les fibres de lin commencent à se décomposer à un rythme rapide
5. La température maximale de traitement des fibres de lin se situe autour de 240 °C
6. Note : dans les diagrammes TGA, Figures 12 et 13, il faut lire BXTV400 au lieu de BXTV424



## ❖ Quantification of defects (INRA) TO DO

## Conclusion

La morphologie des préformes biaxiales développées dans le projet FLOWER a été comparée aux produits disponibles dans le commerce. Les analyses microscopiques ont montré un bon alignement des mèches de lin dans les produits FLOWER ainsi qu'un bon niveau de rouissage, comme en témoigne la division des fibres détectée en tomographie. Des analyses TGA supplémentaires ont montré un comportement thermique habituel du lin dans les préformes FLOWER, ce qui n'est pas toujours le cas pour les produits de la concurrence, peut-être en raison de l'utilisation de liants ou d'un traitement d'encollage spécifique. Les résultats TGA montrent qu'aucune perte de poids appréciable n'est observée jusqu'à 240 °C, ce qui indique une bonne stabilité thermique des fibres de lin jusqu'à cette température.