

# Etude du tack des préimprégnés

**K. GAUTIER**<sup>a</sup>

a. LPMT Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (EA4365) – UHA – Mulhouse  
karine.gautier@uha.fr

## Résumé :

*Lors de la fabrication de composites par dépose automatisée de bandes textiles préimprégnées de résine, le caractère collant de la bande est une caractéristique essentielle à maîtriser pour la réussite du process. Dans ce travail, l'essai probe tack est utilisé pour étudier la pégosité de préimprégnés industriels en fonction des nombreux paramètres qui la conditionne. Une étude de sensibilité est faite pour chaque paramètre autour d'une configuration définie comme référence. L'objectif de ce travail est de pouvoir fournir au fabricant des clés pour choisir des valeurs adaptées pour les paramètres process tels que les pressions de contact ou les vitesses de dépose.*

## Abstract :

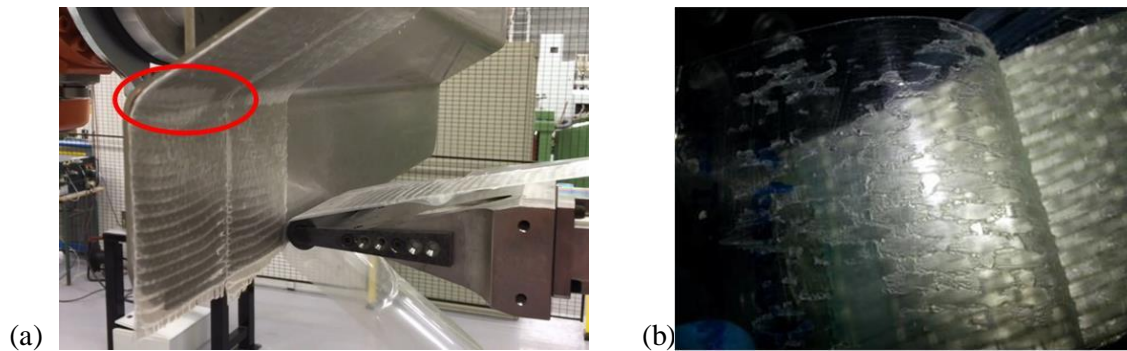
*In the manufacture of composites by automated placement of textile strips pre-impregnated with a resin, it is essential to master the adhesive properties of the tape in order to manage to produce the part. In this work, the probe tack test is used to study the tackiness of industrial prepregs according to the various parameters that condition it. A sensitivity study is performed for each parameter around a configuration defined as a reference. The goal of this work is to be able to provide the manufacturer with keys to choose appropriate values for process parameters such as contact pressures or laying rates.*

**Mots clefs : Pégosité - Préimprégné - Essai probe tack - Adhésion**

**Keywords : Tack - Prepreg - Probe tack test - Adhesion**

## 1 Introduction

Dans le process de dépose automatisée, le préimprégné, conservé entre deux films de protection, est amené jusqu'au moule ; les films sont enlevés et la bande préimprégnée est déposée sur le support par une tête robotisée. Certains incidents peuvent survenir lors de la fabrication, rendant alors impossible la réalisation de la pièce composite. Les phénomènes liés à l'adhésion de la couche à déposer sur le substrat sont des éléments de nature à compromettre le bon déroulement de l'opération de dépose [1]. Ainsi, si le matériau n'est pas assez collant il n'adhérera pas suffisamment sur le moule ou sur un pli déjà déposé (Figure 1a); s'il est trop collant, il pourra être difficile à séparer de ses films protecteurs sans endommagement (Figure 1b) et un repositionnement du matériau sera impossible.



**Figure 1.** Problèmes liés au tack – (a) Défaut d'adhésion sur le moule – (b) Transfert de résine sur le film protecteur.

On utilise le terme de tack ou pégosité pour décrire le caractère collant d'un matériau. Ce travail concerne l'étude du tack de préimprégnés industriels et de son évolution avec un ensemble de paramètres. Il vise à déterminer quels sont les grandeurs influentes, de sorte à pouvoir guider le choix des paramètres process lors de la fabrication de composites par dépose automatisée de préimprégnés. Dans une première partie, on définira la notion de tack et on décrira les tests utilisés pour le caractériser. Des courbes de comportement types seront tracées et les grandeurs utiles à la description de ce phénomène en seront extraites. Dans une deuxième partie, la liste des différents et nombreux paramètres potentiellement influents sera dressée avant de définir une configuration de référence pour les essais. Enfin, dans une troisième partie, les premiers résultats de l'étude de sensibilité seront présentés.

## 2 Le tack

### 2.1 Définition

La norme française NF L17-461 [2] définit la notion de tack ou pégosité d'un préimprégné comme étant l'« aptitude d'un produit à adhérer d'une manière temporaire sur lui-même, sur des films séparateurs et sur un substrat tel que moule métallique ». La norme américaine ASTM D907 [3] définit quant à elle le tack d'un adhésif comme « sa capacité à établir instantanément des interactions d'intensité mesurable avec une surface sous l'effet d'une faible pression de contact ». De manière générale, les adhésifs sont des matériaux viscoélastiques possédant à la fois des caractéristiques de solide et de liquide. Ainsi, ces matériaux doivent être suffisamment liquides pour établir un bon contact avec la surface sur laquelle ils sont déposés, et suffisamment solides pour résister à une contrainte mécanique. Le tack est le résultat de la combinaison de ces deux comportements.

### 2.2 Essais de caractérisation

La normalisation concernant la mesure du tack de préimprégné est rare. Seule la norme NF L17-461 [2] existe. Elle décrit un test qualitatif : on réalise un empilement de 3 plis sur un support métallique, on place ce support verticalement et on vérifie au bout d'une heure s'il y a ou non décollement du préimprégné. Cet essai est très incomplet et ne suffit pas pour décrire complètement le comportement adhésif d'un préimprégné. Il faut alors s'inspirer des tests de caractérisation d'autres matériaux collants tels que les PSA (Pressure Sensitive Adhesives) qui ont fait l'objet de nombreuses études et pour lesquels plusieurs tests ont été développés. Trois grandes familles d'essais peuvent alors être définies. Tout d'abord, on citera les essais de résistance au cisaillement qui consistent à mesurer le

temps nécessaire à la rupture d'un assemblage adhésif / substrat, par fluage. Cet essai permet de tester la cohésion du joint adhésif aux temps longs et ne correspond pas parfaitement à la définition donnée pour le tack, qui fait référence à des temps courts. La deuxième catégorie d'essais concerne les tests de pelage. Il s'agit de décoller une bande adhésive d'un substrat rigide, en exerçant une force de traction à une vitesse et sous un angle donnés. Cet essai peut être combiné avec une première phase de dépose automatique et permet de bien modéliser les phénomènes pouvant se produire lors du process qui nous intéresse. Cependant, les données extraites de cet essai sont difficilement exploitables en raison notamment de la complexité des contraintes qui se manifestent dans le front de pelage. Enfin, la dernière catégorie d'essais possibles concerne les essais de collant instantané ou tack. On notera par exemple l'essai de tack à la bille [4] qui évalue la capacité d'un adhésif à freiner le roulement d'une bille ou l'essai de tack à la boucle [5] qui mesure la force maximale à exercer pour séparer une bande adhésive souple mise en contact avec un substrat. En milieu industriel, l'opérateur exerce avec son pouce une pression normale à la surface d'un préimprégné et estime son caractère collant lors du retrait du doigt. L'essai « probe tack » défini par la norme ASTM D2979 [6] cherche à reproduire de manière quantifiable ce qui est fait de manière qualitative par l'opérateur : c'est un essai simple qui fait référence pour évaluer le tack des adhésifs sensibles à la pression (PSA) [7]. Dans cette étude, un essai inspiré de ce test sera utilisé comme méthode de caractérisation. On cherchera alors à déterminer les valeurs de la force et de l'énergie requises pour rompre les interactions établies à l'interface entre le préimprégné et un substrat.

### 2.3 Essai Probe-Tack

Des échantillons de matériau à tester sont découpés à dimension. Le support de test est nettoyé à l'acétone pour supprimer tout résidu éventuel de résine. Après évaporation de l'acétone, l'échantillon de préimprégné est déposé sur le substrat et une légère pression est exercée au rouleau ébulleur pour les faire adhérer l'un à l'autre. L'essai proprement dit se décompose alors en trois étapes distinctes. Premièrement, un poinçon plat est approché de l'échantillon à tester à une vitesse d'approche  $V_a$  jusqu'à ce qu'un effort normal donné, appelé effort de contact  $F_c$ , soit enregistré. La position du poinçon est alors maintenue constante pendant un temps dit temps de contact  $t_c$ . Dans la troisième étape, le poinçon est éloigné de la surface à tester à une vitesse  $V_s$  : c'est la phase de séparation. Les données brutes, force normale et déplacement du poinçon, sont tracées en fonction du temps (Figure 2).

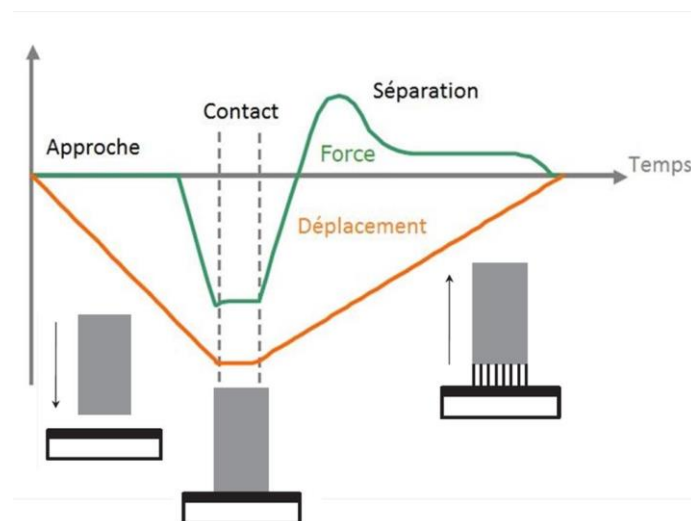


Figure 2. Force et déplacement en fonction du temps pendant l'essai de tack [1].

La difficulté de ce test réside dans la nécessité de réaliser un bon parallélisme entre la surface à tester et la surface du poinçon. De sorte à assurer cette condition, un rhéomètre plan/plan MCR 500 de marque Anton Paar a été utilisé pour réaliser les essais. Par conception, l'appareil possède un parallélisme optimum et ne nécessitant aucun réglage. La force est mesurée avec une précision de 0,005N.

Pour calculer la contrainte en traction/compression qui règne dans le matériau il faudrait estimer l'aire réelle de contact entre le préimprégné et le poinçon. Or celle-ci dépend de la rugosité des surfaces antagonistes, elle évolue au cours de l'essai et ne sera pas mesurée dans ce travail. L'aire de la surface plane du poinçon est une aire apparente de contact qui peut quant à elle être déterminée de manière non équivoque et qui sera utilisée par la suite pour calculer des contraintes nominales.

Les informations issues des essais de tack sont multiples. Les deux premières étapes de l'essai, approche et contact, permettent de juger de l'état liquide du système. En traçant l'évolution de la contrainte en fonction du temps, on note, lors du maintien en position du poinçon, la manifestation de la relaxation de la résine (Figure 3a). La troisième étape du test, la séparation, permet quant à elle d'évaluer le caractère solide du matériau en testant sa capacité à résister à un effort de traction. Pour cette étape, on tracera l'évolution de la contrainte en fonction du déplacement du poinçon. L'effort maximal de traction, appelé force de tack  $F_t$ , et la contrainte de tack  $\sigma_t$  associée, représentent la résistance de l'échantillon à l'arrachage; l'aire sous la courbe de comportement évalue l'énergie de tack  $E_t$ , énergie nécessaire à la séparation de l'assemblage préimprégné/poinçon (Figure 3b).

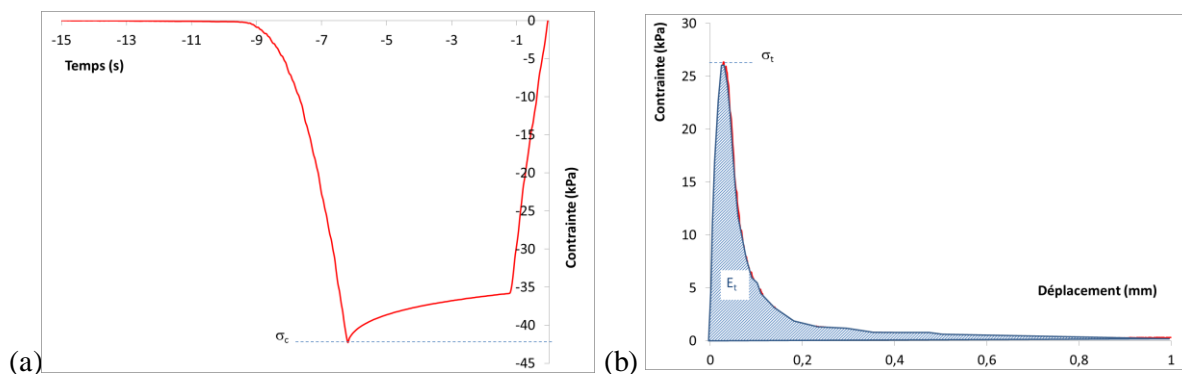


Figure 3. Courbes de comportement – (a) Etape approche et contact – (b) Etape de séparation.

### 3 Périmètre de l'étude

#### 3.1 Paramètres influents

A l'instar de ce qui a pu être observé sur les PSA, de nombreux paramètres peuvent influencer sur le tack d'un préimprégné. On citera en premier lieu les paramètres d'essai : le temps et la force de contact ou les vitesses d'approche et de séparation, assimilables à certains des paramètres du process de dépose automatisée. Les paramètres liés au contact sont également de nature à intervenir : l'aire du poinçon, sa nature (métal, film, préimprégné) et son état de surface. Dans le Tableau 1, l'ensemble des paramètres pouvant être modifiés dans le cadre de cette étude sont listés avec la gamme disponible.

Paramètre	Gamme disponible
Force de contact $F_c$ (N)	1 à 40
Temps de contact $t_c$ (s)	0 à infini
Vitesse d'approche $V_a$ ( $\mu\text{m/s}$ )	1 à 800
Vitesse de séparation $V_s$ ( $\mu\text{m/s}$ )	1 à 800
Diamètre du poinçon (mm)	8 – 15 – 25
Nature du poinçon	Aluminium – Acier – Film de protection – Préimprégné
Etat de surface du poinçon aluminium	Lisse – Profilé

**Tableau 1.** Liste des paramètres potentiellement influents.

A ces paramètres d'essai et de contact, il faut ajouter les grandeurs liées aux matériaux. En effet, contrairement à un adhésif, un matériau composite peut être façonné à la demande et les possibilités de mélange sont très grandes. Pour le renfort textile, le choix est donné entre différentes natures chimiques de fibres et différentes contextures, c'est-à-dire organisations du renfort, telles que mat, tissu ou unidirectionnel (UD). La densité surfacique du renfort ou son épaisseur, via le nombre de couches superposées et leur orientation relative, sont des paramètres qui modifient l'état de surface du préimprégné et sont donc potentiellement influents. Concernant la matrice, là encore un choix important est permis : résine thermodurcissable ou thermoplastique, polymérisant par voie thermique ou par rayonnement. La viscosité de cette résine et le degré d'avancement de la réaction de polymérisation au niveau du préimprégné joueront un rôle indéniable dans les caractéristiques de tack. Enfin, les proportions du mélange renfort/matrice sont également à considérer.

### 3.2 Configuration de référence

En raison du grand nombre de paramètres pouvant varier et de la large gamme de variation possible pour chacun de ces paramètres, une configuration de référence a été définie pour les essais. L'étude systématique du tack des préimprégnés vis à vis de chacun de ces paramètres en est à ses débuts et le travail présenté ici est une pré-étude, menée sur des préimprégnés carbone/époxy industriels pour lesquels les paramètres liés au matériau seront donc fixés. Un préimprégné à renfort unidirectionnel de chez Hexcel Composites, référence R637-2/38%/UD150/TR50, a été choisi. La fibre carbone TR50, utilisée en nappe unidirectionnelle à  $150\text{g/m}^2$ , et la résine époxy R367-2 y sont mélangées à raison de 38% massique de matrice. Pour ces matériaux, le tack est supposé convenir à un usage industriel de fabrication de composites et permettra d'obtenir des valeurs de référence pour le développement ultérieur de produits spécifiques.

On estime que, lors de l'estimation informelle du tack, un pouce exerce une force de 20 à 30N sur une surface de l'ordre d'environ  $650\text{mm}^2$  ( $1\text{inch}^2$ ) soit une pression de l'ordre de 40kPa. En choisissant le diamètre de poinçon intermédiaire (15mm) et une pression de 40kPa, la force de contact est fixée à 7N. Le tack est une caractéristique définie aux temps courts, donc le temps pour la configuration de référence est choisi à 5s. Les vitesses de séparation et d'approche seront choisies identiques et égales à  $20\mu\text{m/s}$ . Le poinçon et le support d'échantillon sont en aluminium et leur surface est lisse. Dans la suite, une étude de variabilité autour de cette configuration de référence est menée sur l'effort, le temps et l'aire de contact ainsi que sur les vitesses d'approche et de séparation de sorte à en quantifier l'influence.

## 4 Résultats

Cinq échantillons minimum sont testés pour un jeu de paramètres donné. Les contraintes et énergies de tack moyennes sont calculées d'après la moyenne arithmétique des résultats de chacun des essais. L'écart type standard, calculé dans les mêmes conditions, montre une importante dispersion de ces résultats. Ce phénomène a été observé dans des études antérieures [8][9] et s'explique en partie par une hétérogénéité du taux de résine sur une même feuille de préimprégné [8] mais aussi par le fait qu'il s'agit de phénomènes de rupture sensibles donc à la présence de défauts.

### 4.1 Influence du temps d'exposition à la température ambiante

Les produits testés sont thermodurcissables et, afin d'éviter leur polymérisation spontanée, ils doivent être conservés au froid (-18°C). Immédiatement en sortie du congélateur les échantillons de préimprégnés ne possèdent aucun tack, puis, lorsqu'ils sont exposés à la température ambiante, cette caractéristique évolue dans le temps. Afin de quantifier l'influence de ce paramètre supplémentaire, des essais ont été menés toutes les 15 minutes à compter de l'instant où les échantillons sont sortis du congélateur.

Dès 15 minutes d'exposition à la température ambiante, les valeurs optimales de contrainte et d'énergie de tack sont obtenues et évoluent très peu dans le temps : on observera une légère diminution de la contrainte maximale au cours du temps et pas de tendance nette pour l'énergie d'arrachage (Figure 4). L'écart type sur ces résultats est minimum entre 60 et 90 minutes et atteint des valeurs très importantes, du même ordre de grandeur que la valeur mesurée, pour les autres durées d'exposition. Pour la suite de l'étude, de sorte à minimiser la dispersion des résultats, les essais seront donc pratiqués au bout d'une heure d'exposition à 21°C.

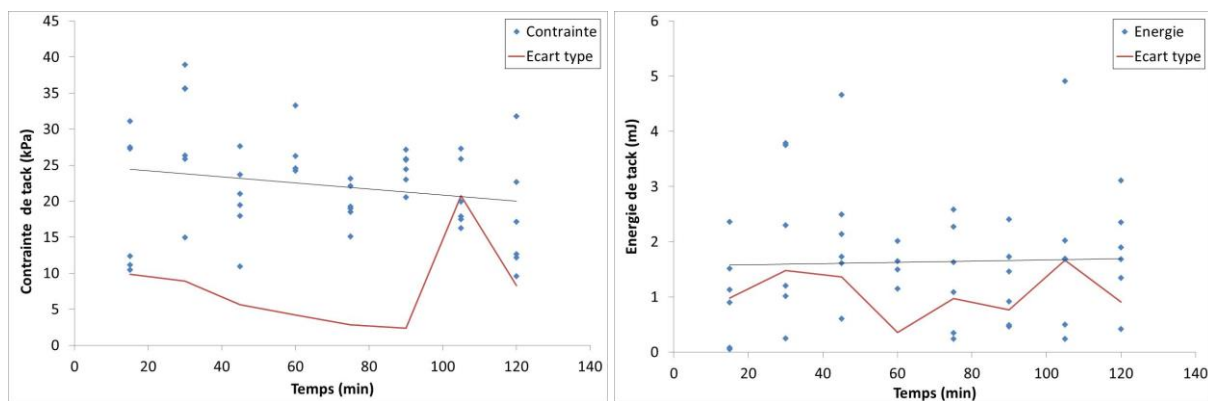
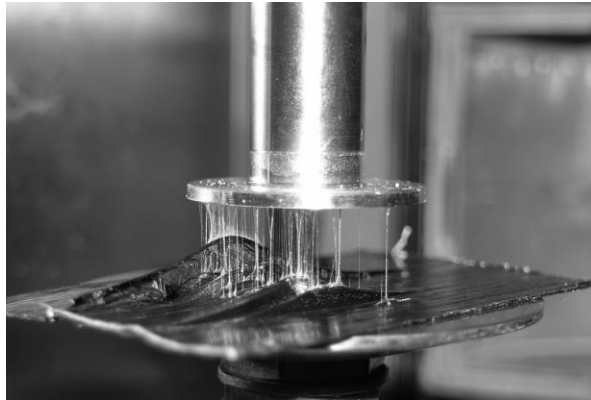


Figure 4. Influence du temps d'exposition à l'ambiante sur la contrainte et l'énergie de tack.

### 4.2 Etude de sensibilité

Une étude de sensibilité est menée sur les paramètres d'essais et de contact listés précédemment. Les premiers résultats montrent qu'en augmentant le temps ou la force de contact, on favorise la relaxation de la résine et donc on augmente l'aire réelle de contact entre le poinçon et le préimprégné. Cela implique un meilleur contact entre les deux surfaces et donc une interface plus résistante aux efforts de traction. Une analyse complète des résultats est en cours. Elle implique une compréhension fine des phénomènes microphysiques qui apparaissent dans la résine, tels que la fibrillation observée dans certaines conditions de tests (Figure 5).



**Figure 5.** Fibrillation de la résine.

## 5 Conclusion

Le tack des préimprégnés est une caractéristique qui fait intervenir à la fois les caractéristiques de solide et de liquide de matériaux visqueux. Il dépend de nombreux paramètres et est essentiel à maîtriser pour réussir les process de fabrication de composites tels que la dépose automatisée de préimprégnés. Dans cette pré-étude sur le tack de préimprégnés industriels, une étude de sensibilité a été menée sur les paramètres pouvant influencer le tack de ces matériaux. D'après les résultats de ce travail, des préconisations peuvent être fournies aux manufacturiers. Afin d'aller plus loin et de donner également des préconisations aux fournisseurs de produits semi-finis relatives au tack idéal, une étude est initiée en collaboration avec le LPIM (Laboratoire de Photochimie et d'Ingénierie Macromoléculaire) de l'Université de Haute-Alsace. L'objectif est d'étudier les paramètres matériaux qui influencent le tack en mettant en œuvre des préimprégnés dont toutes les caractéristiques peuvent être contrôlées : contexture du renfort, taux de matrice... L'utilisation d'une résine modèle, photopolymérisable permettra de régler le tack en contrôlant la dose d'irradiation et donc le degré de polymérisation de la matrice.

## Références

- [1] B. Hasiaoui, Etude et caractérisation des propriétés mécaniques de composites et de préimprégnés photopolymérisables, application à la dépose automatisée, Thèse, Université de Haute-Alsace, 2018
- [2] AFNOR, Préimprégnés - Détermination de la pégoité, NF L17-461, 1993
- [3] ASTM, Standard Terminology of Adhesives, ASTM D907, 2012
- [4] ASTM, Standard Test Method for Tack of Pressure-Sensitive Adhesives by Rolling Ball, ASTM D3121, 2006
- [5] ASTM, Standard Test Methods for Loop Tack, ASTM D6195, 2011
- [6] ASTM, Standard Test Method for Pressure-Sensitive Tack of Adhesives Using an Inverted Probe Machine, ASTM D2979, 2009
- [7] C. Creton, P. Fabre, Chapter 14 : Tack, Adhesion Science and Engineering, Elsevier Science, 2002, 535-575
- [8] A.M. Gillanders, S. Kerr, T.J. Martin, Determination of prepreg tack, International Journal of Adhesion and Adhesives, 1981, vol 1, issue 3, 125-134
- [9] O. Dubois, J.B. Le Cam, A. Beakou, Experimental analysis of prepreg tack, Experimental Mechanics, 2010, vol 50, issue 5, 599-606