

# **Caractérisation des propriétés aux échelles fibres et voiles de renforts cardés à base de fibres de carbone recyclées**

## ***Development of fiber reinforcements with optimized properties based on recycled carbon fibers***

**Alexia Reynet<sup>1</sup>, Damien Soulat<sup>1</sup> et Ahmad Rashed Labanieh<sup>1</sup>**

1 : Univ. Lille, ENSAIT, ULR 2461 - GEMTEX - Génie et Matériaux Textiles, F-59000 Lille, France  
e-mail : alexia.reynet@ensait.fr, damien.soulat@ensait.fr, ahmad.labanieh@ensait.fr

### **Résumé**

D'ici à 2050, il est estimé, pour le seul secteur de l'aéronautique, que plus de 450 000 tonnes de déchets de composites à base de fibres de carbone seront à traiter. L'état de l'art scientifique et industriel a montré les potentialités des fibres de carbone recyclées, issues de ces déchets, à être réutilisées mais, à l'heure actuelle seulement pour des pièces semi-structurales, faute de pouvoir reconstituer des rubans/mèches continus à partir de ces fibres. Ces travaux ambitionnent de lever les verrous scientifiques et technologiques liés à l'élaboration de mèches et fils à continuité et orientation maîtrisées à partir de ces fibres de carbone. L'objectif sur ces mèches et fils est de démontrer leurs potentielles utilisations lors des étapes de tissage/tressage. Les marchés visés concernent tout autant les composites thermosettables que des thermoplastiques, qui est depuis 10 ans en constante augmentation, pour leurs potentialités au recyclage. Ces travaux d'élaboration sont associés à des tâches de caractérisation mécanique aux différentes échelles afin de maîtriser les propriétés des semi-produits élaborés.

### **Abstract**

By 2050, it is estimated that, for the aeronautics sector alone, more than 450,000 tonnes of carbon fibre composite waste will need to be processed. The state of the scientific and industrial art has shown the potential of recycled carbon fibres, derived from this waste, to be reused, but currently only for semi-structural parts, due to the inability to reconstitute continuous ribbons/strands from these fibres. The aim of these works is to remove the scientific and technological obstacles linked to the development of strands and threads with controlled continuity and orientation from these carbon fibres. The objective for these strands and threads is to demonstrate their potential uses during the weaving/braiding stages. The target markets concern both thermosetting composites and thermoplastics, which has been constantly increasing for 10 years, for their recycling potential. This development work is associated with mechanical characterization tasks at different scales in order to control the properties of the semi-finished products produced.

**Mots Clés :** Fibres de carbone recyclées, Ruban, Fils, Composites

**Keywords :** Recycled carbon fibre, Sliver, Yarn, Composite materials

## **1. Introduction**

Les polymères renforcés de fibres de carbone (PRFC) sont principalement employés dans les domaines de l'aérospatiale, de l'automobile, des sports et loisirs. Les secteurs de l'éolien et de l'aéronautique devraient connaître une augmentation rapide des déchets de PRFC, atteignant près d'un million de tonnes générées à l'échelle mondiale d'ici 2050. L'augmentation de la quantité de matériaux en fin de vie renforce la nécessité de la mise en place d'un écosystème industriel capable de valoriser ces déchets et de générer de la valeur ajoutée à des fibres de carbone issues du recyclage des composites, mais également celles issues des déchets lors de la production [1]. Plusieurs méthodes de réutilisation des fibres de carbone recyclées ont vu le jour et sont maîtrisées, comme la voie non-tissée [2] ou les voies alignées, avec notamment le préimprégné (ou prepreg) [2], mais il y a peu de recherche sur la fabrication d'un fil en passant par les étapes de cardage et d'étirage. La manipulation des fibres de carbone est cependant difficile, due au comportement fragile des fibres de carbone

désensimées. De plus, les résultats publiés sont dispersés en raison d'incertitudes liées aux limites de l'équipement de mesure, des processus expérimentaux utilisés et l'échantillonnage aléatoire, ce qui ajoute de l'incertitude aux paramètres de distribution [3]. Des travaux sur le cardage de ces fibres ont été réalisés au sein du laboratoire GEMTEX sur une carte de laboratoire [4, 5, 6, 7]. Les fibres ont été analysées selon plusieurs paramètres : ouverture manuelle des fibres, vitesse de cardage et nombre de passages dans la carte. Elles peuvent être mélangées avec d'autres fibres, notamment du polypropylène (PP), afin d'être entraînées dans la carte.

Lors de ces étapes de production, il est nécessaire de maîtriser la qualité des fibres mais également d'identifier les propriétés des voiles/rubans en termes d'homogénéité et d'orientation des fibres [4]. En effet, les fibres peuvent se casser pendant le cardage et l'étirage. Dans la carte, leur rupture peut se produire lors de l'ouverture et de la subdivision des touffes de fibres. Bien que leur rupture soit inévitable, un non-contrôle de leur qualité peut impacter l'efficacité du procédé de fabrication [8]. A l'échelle fibre, le cardage peut entraîner des défauts tels que la modification de sa longueur et de sa section transversale, ainsi que la perte de propriétés mécaniques [9, 10, 11]. A l'échelle voile, le cardage peut entraîner l'inhomogénéité de la répartition des fibres ou encore la non-maîtrise de l'orientation [4].

Lors de l'étirage, un réglage inférieur à la longueur de la fibre provoque inévitablement sa rupture. Il est donc essentiel de choisir un réglage d'étirage adapté. En général, lorsqu'une fibre se casse dans la zone d'étirage, ses extrémités libres forment des boucles ou des nœuds enchevêtrés, ce qui entraîne une perte de contribution de la fibre et une augmentation des irrégularités dans le fil produit [12]. Le contrôle de qualité des fibres est réalisé avec des tests unitaires à l'échelle fibre.

Il y a encore peu d'approches sur le comportement des semi-produits en fibres de carbone recyclées à l'échelle fibre et peu de publications sur l'influence du cardage et de l'étirage sur le comportement des fibres et sur les propriétés des voiles à base de rCF. Ainsi, l'objectif de ces travaux est la réalisation d'un fil à base de fibres de carbone recyclées afin de créer des produits avec des performances comparables à ceux utilisant des fibres de carbone vierges, dans l'optique d'un tissage ou tressage et en passant par des étapes de cardage et d'étirage. Des tâches de caractérisation mécanique aux différentes échelles y sont associées afin de maîtriser les propriétés des semi-produits élaborés.

## **2. Matériel et méthodes**

### **2.1 Caractéristiques des matières**

Les fibres de carbone étudiées sont des fibres sèches coupées à 60 mm et ouvertes industriellement. Elles sont fournies par une entreprise de recyclage de composites, qui récupère les déchets composites, mais également les chutes de production. L'origine des fibres n'est pas connue. Elles se divisent en 2 lots :

- Fibres 100% carbone issues de chutes avec l'ensimage d'origine (témoin)
- Fibres 100 % carbone recyclées traitées par vapo-thermolyse sans ensimage

L'influence du désensimage et du réensimage sur la qualité de la fibre est étudiée.

Le diamètre des fibres varie selon le type, ainsi que la forme de la section transversale. Les fibres T300 ont une forme d'haricot [12] ou d'ellipse [13, 14] selon les publications. Selon les méthodes et la longueur de la fibre, le diamètre moyen des fibres varie entre 4,96 et 15  $\mu\text{m}$  [14], avec les fibres T300 autour de 6,9  $\mu\text{m}$  [12, 13] et les fibres recyclées autour de 7.27  $\mu\text{m}$  [15]. Le diamètre des fibres de même type et de même longueur varie très peu, moins de 2% de la valeur moyenne. La

longueur des fibres entraîne une variation de leur diamètre entre 2 et 3% de la valeur moyenne pour la plupart des fibres [13].

## 2.2 Présentation des bancs de cardage et d'étirage

La première étape de revalorisation des fibres de carbone est le cardage. La carte a comme fonction principale d'ouvrir et d'individualiser les fibres jusqu'à l'obtention de fibres unitaires et de les mélanger de manière homogène, en évitant les ruptures des fibres ou la formation de paquets [16]. Pour les fibres naturelles, la carte peut éliminer des impuretés résiduelles. Le cardage peut s'effectuer sur une diversité de fibres tels que les polymères, le verre, le carbone, la céramique, les fibres naturelles ou encore les fibres de carbone recyclées [2].

Les principaux composants de la carte sont schématisés par la Figure 1 :

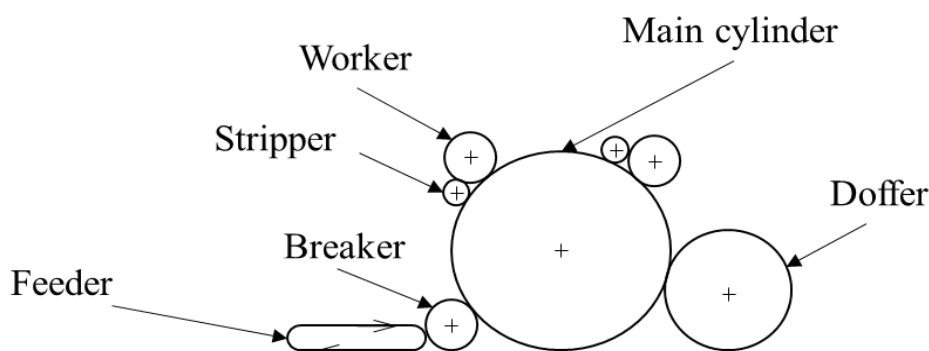


Fig. 1. Schéma simplifié d'une carte

Le tapis d'alimentation (Feeder) achemine lentement les fibres vers les rouleaux d'alimentation. Le briseur (Breaker) arrache les fibres des rouleaux d'alimentation et ouvre les paquets de fibres en plus petits paquets. Les fibres sont transférées du briseur au cylindre principal (Main cylinder) par un rouleau de transfert. Les rouleaux travailleurs (Worker) et dépouilleurs (Stripper) enlèvent des fibres du rouleau principal afin de les recarder et de les réinsérer au rouleau principal [8]. Plus il y a de rouleaux travailleurs dépouilleurs autour du cylindre principal, plus les fibres se mélangent et s'entremêlent mais plus elles se cassent et perdent leurs propriétés mécaniques [10, 11]. Les fibres sont transférées sur le peigneur (Doffer). Ce dernier possède un peigne qui pousse les fibres vers les extrémités des dents du rouleau afin que le voile se retire facilement [8]. La carte utilisée pour cette thèse est à l'échelle laboratoire. Elle possède trois rouleaux travailleurs dépouilleurs et sa vitesse est peu élevée en comparaison d'une carte industrielle. L'aspect des voiles à sa sortie est illustré par la Figure 2.



Fig. 2. Photo d'un voile 100% fibres de carbone ensimées issues de chutes de lisière (basse vitesse, 1 passage)

La deuxième étape, après le cardage, est l'étirage. Cette étape permet d'aligner les fibres, en les faisant glisser les unes sur les autres, afin d'allonger et d'amincir le voile. Les fibres individuelles ne sont pas significativement étirées, leur position relative est réarrangée grâce aux rouleaux de

vitesse différente [17]. Le premier set de rouleaux entraîne le voile dans la machine, comme illustré sur la Figure 3. Le second set de rouleaux a une vitesse plus importante que le premier set de rouleaux ce qui étire le voile. Un troisième set de rouleaux avec une vitesse supérieure au deuxième set de rouleaux peut être présent pour étirer plus le voile. Le banc d'étirage utilisé contient trois sets de rouleaux.

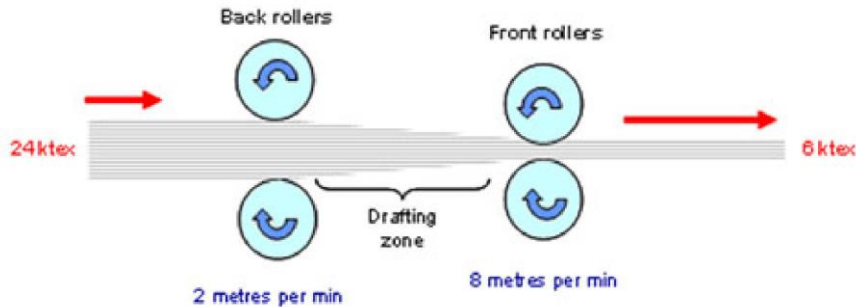


Fig. 3. Schéma simplifié d'un banc d'étirage

Afin de maîtriser l'étirage du voile, on calcule la quantité de tirage à partir du rapport des vitesses de surface ou du rapport entre la densité linéaire de la ou des bandes d'entrée et la densité linéaire de la bande de sortie [18].

### 2.3 Présentation des bancs de caractérisation

Afin d'étudier l'impact des procédés de fabrication sur les propriétés mécaniques des fibres, des tests de traction de fibre unitaire sont effectués avec la machine fibra.stress de Dia-Stron [14], illustrée par la Figure 4. Ces essais sont préférés pour les fibres recyclées en raison de la variabilité des longueurs de fibres et de l'influence de la longueur (ou du volume) des fibres sur la résistance [19].

Le module d'analyse dimensionnelle intégré mesure chaque section transversale de fibre. La machine combine un extensomètre avec un micromètre à balayage laser (LSM) pour la mesure simultanée de la traction et de l'analyse dimensionnelle, c'est-à-dire la mesure de chaque section transversale tout autour de la fibre.

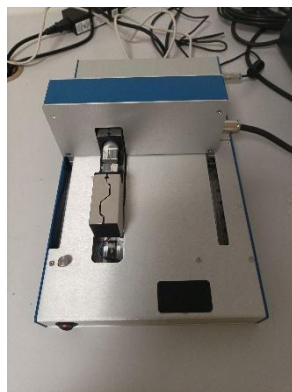


Fig. 4. Fibra-Stress (Dia-Stron).

A l'échelle microscopique, les propriétés mécaniques des fibres sont étudiées. Ces dernières permettent de caractériser la résistance et la rigidité des fibres après cardage et si le cardage dégrade ces propriétés. Les valeurs de force à la rupture, de contrainte et du module sont les données principales exploitées. La complaisance de la machine est prise en compte [20].

Concernant la mesure de la traction, la distance entre les extrémités intérieures des embouts sur la plaquette doit être identique à chaque essai afin que les valeurs soient comparables. Selon la norme NF ISO 11556, cette distance doit être de 25 millimètres. Une cinquantaine d'échantillons par type de fibre est collectée dans chaque voile ou mèche afin d'obtenir un écart de module de Weibull de  $\pm 1$  [19] et minimiser l'échantillonnage aléatoire [3]. Si la rupture de la fibre n'est pas nette, la mesure n'est pas considérée exploitable. Les valeurs ayant une valeur qui dépasse 1,5 fois l'écart interquartile au-dessus ou au-dessous des 25<sup>e</sup> et 75<sup>e</sup> centiles de la valeur médiane sont considérées aberrantes et ne sont pas incluses dans les calculs. Les nombres de tests rejetés sont précisés afin d'étudier l'homogénéité des lots de fibres [19].

La mesure commence dès les premiers stades de la précharge afin de calculer plus précisément le point zéro de la force, du déplacement, et le point de rupture de la fibre, ce qui permet au module d'être mesuré dans la phase initiale des déformations. Certains laboratoires enregistrent les données lorsque la force de traction devient effective ce qui ne prend pas en compte le déplacement nécessaire pour éliminer les retards dans la fibre et le train de charge [19]. Les données recueillies sont traitées par des méthodes statistiques s'appuyant sur des modèles de Weibull [7].

A l'échelle macroscopique, l'homogénéité massique des semi-produits est analysée. Des échantillons sont découpés à largeur égale puis pesés. Le coefficient de variation des mesures est calculé afin de conclure sur l'homogénéité du semi-produit. L'orientation dans le voile ou la mèche est mesurée à partir d'analyses d'images.

### **3. Résultats et conclusions**

Les résultats seront présentés au cours de la conférence. Les valeurs moyennes des propriétés des fibres après une étape de fabrication, c'est-à-dire après ouverture, cardage ou étirage, seront comparées aux valeurs de ces mêmes fibres avant le procédé afin d'étudier leur impact sur la qualité des fibres. Les coefficients de variation sont analysés afin d'observer si les propriétés des fibres évoluent lors de ces étapes.

L'analyse de l'évolution de ces propriétés ainsi que l'influence des paramètres des différentes matières s'inscriront dans la continuité des résultats présentés.

### **Remerciements**

Cette recherche s'inscrit dans le cadre du projet DUCHESS, qui vise à mettre en place un processus à l'échelle industrielle de recyclage et de refabrication de fibres de carbone provenant de diverses sources. Ce projet a été financé par l'État français dans le cadre de France 2030 et géré par l'ADEME.

### **Références**

- [1] J. Zhang, V.S. Chevali, H. Wang, C.H. Wang. « Current status of carbon fibre and carbon fibre composites recycling », *Composites Part B* 193108053, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2020.108053>
- [2] P.R. Barnett, H.K. Ghossein, « A Review of Recent Developments in Composites Made of Recycled Carbon Fiber Textiles ». *Textiles* 2021, 1, 433–465, 2021. <https://doi.org/10.3390/textiles1030023>
- [3] S. Joannès, F. Islam, L. Laiarinandrasana, "Uncertainty in Fibre Strength Characterisation Due to Uncertainty in Measurement and Sampling Randomness", *Applied Composite Materials*, Volume 27, pages 165–184, 2020. <https://doi.org/10.1007/s10443-020-09803-9>
- [4] J. Ivars, A. R. Labanieh, D. Soulat « Effect of the Fibre Orientation Distribution on the Mechanical and Preforming Behaviour of Nonwoven Preform Made of Recycled Carbon Fibres », *Fibers* 2021, 9, 82, 2021. <https://doi.org/10.3390/fib9120082>
- [5] J. Ivars, A.R. Labanieh, D. Soulat, K.P. Tran. « Maitrise de l'alignement et des propriétés des fibres de carbone recyclées : influence des paramètres de procédé ». *Comptes Rendus des Journées Nationales des Composites JNC 23 –3-5 juillet 2023, Besançon*. <https://hal.science/hal-04606799v1>.

- [6] E. Facon, J. Ivars, A.R. Labanieh, M.M. Salem, X, D. Soulat. “Measurement Device for tera defects during preforming of non-woven fabrics made of recycled carbon fibres”, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2023-12 ; <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2023.107961>
- [7] J.Ivars, A.R. Labanieh, K.P. Tran, D.Soulat. “Influence of carding parameters on the mechanical properties of carded recycled carbon fibers with a Weibull statistical approach”, *Proceedings of the 21th European Conference on Composite Materials, ECCM21*. 2-5th July, 2024, Nantes.
- [8] « Principles of Wool Carding », Chapter 9 of *Wool Processing*, Woolwise The Australian Wool Education Trust, <https://www.woolwise.com/wp-content/uploads/2017/07/Wool-482-582-08-T-09.pdf> (woolwise.com)
- [9] A. R. Bunsell, A. Somer, “The Tensile and Fatigue Behaviour of Carbon Fibres” In *Plastics, Rubber and Composites Processing and Applications*, Vol. 18, pp. 263–267, 1992.
- [10] G. A. Carnaby, « Fiber Breakage During Carding Part I: Theory », *Textile Research Journal*, Volume 54 Issue 6, 1984. <https://doi.org/10.1177/004051758405400602>
- [11] E. J. Wood, P. Stanley-Boden, and G. A. Carnaby, « Fiber Breakage During Carding: Part II: Evaluation », *Textile Research Journal*, Volume 54, Issue 7, 1984. <https://doi.org/10.1177/004051758405400701>
- [12] Y. Elmogahzy, R. Farag « Minimizing fiber damage caused by spinning », *Advances in Yarn Spinning Technology*, Woodhead Publishing Series in Textiles, 390-415, 2010. <https://doi.org/10.1533/9780857090218.2.390>
- [13] F. Islam, S. Joannès, S. Bucknell, Y. Leray, A. Bunsell, L. Laiarinandrasana, “Investigation of tensile strength and dimensional variation of T700 carbon fibres using an improved experimental setup”, *Textile Research Journal*, Volume 39, Issue 3-4, 2019. <https://doi.org/10.1177/0731684419873712>
- [14] F. Mesquita, S. Bucknell, Y. Leray, S. V. Lomov, Y. Swolfs, “Single carbon and glass fibre properties characterised using large data sets obtained through automated single fibre tensile testing”, *Composites: Part A* 145, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2021.106389>
- [15] B. Colombo, P. Gaiardelli, S. Dotti, F. Caretto, “An innovative spinning process for production and characterisation of ring-spun hybrid yarns from recycled carbon fibre”, *Journal of Cleaner Production* 406, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.137069>
- [16] J. Meng, A. M. Seyam, and S. K. Batra, “Carding Dynamics Part I: Previous Studies of Fiber Distribution and Movement in Carding”, *Textile Research Journal*, Volume 69, Issue 2, 1999. <https://doi.org/10.1177/004051759906900203>
- [17] S. Baz, L. Ausheyks, O. Reichert, A. Dinkelmann, H. Finckh, J. Hehl, A. Poeppel, G. T. Gresser, « Recycling of long carbon fibers, part i: development of a high aligned rcf-silver for a binder tape manufacturing process », *ECCM18 - 18th European Conference on Composite Materials*, Athens, 2018.
- [18] « Drafting and Gilling of Fibrous Assemblies », Chapter 10 of *Wool Processing*, Woolwise The Australian Wool Education Trust, <https://www.woolwise.com/wp-content/uploads/2017/07/WOOL-482-582-12-T-06.pdf> (woolwise.com)
- [19] T. Jeannin, G. Arnold, A. Bourmaud, S. Corn, E. De Luycker, P. J.J. Dumont, M. Ferreira, C. François, M. Grégoire, O. Harzallah, J. Heurtel, S. Joannès, A. Kervoelen, A. R. Labanieh, N. Le Moigne, F. Martoia, L. Orgéas, P. Ouagne, D. Soulat, A. Vivet, V. Placet, “A round-robin study on the tensile characterization of single fibres: A multifactorial analysis and recommendations for more reliable results”, *Composites: Part A* 185, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2024.108323>
- [20] E. Huguet, S. Corna, N. Le Moigne, P. Ienny, « Single-fibre tensile testing of plant fibres: Set-up compliance as a key parameter for reliable assessment of their mechanical behaviour », *Industrial Crops and Products* Volume 222, Part 3, 1, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.119762>