



**HAL**  
open science

# Contribution à la définition du processus de conception et de réalisation de pièces produits à hautes caractéristiques spécifiques

Philippe Mayer

► **To cite this version:**

Philippe Mayer. Contribution à la définition du processus de conception et de réalisation de pièces produits à hautes caractéristiques spécifiques. Génie des procédés. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2017. Français. NNT : 2017ENAM0003 . tel-01735238

**HAL Id: tel-01735238**

**<https://pastel.hal.science/tel-01735238v1>**

Submitted on 15 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Science des Métiers de l'ingénieur

## Doctorat ParisTech

# THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

**Spécialité "Génie mécanique et procédés de fabrication"**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Philippe MAYER**

le 10 Février 2017

## **Contribution à la définition du processus de conception et de réalisation de pièces produits à hautes caractéristiques spécifiques**

Directeur de thèse : **Régis BIGOT**

Co-encadrement de la thèse : **Eric BECKER**

Co-encadrement de la thèse : **Henri PERRIN**

### **Jury**

**M. Rainer GADOW**, Professeur des Universités, IMTCCC, Université de Stuttgart  
**Mme. Véronique MICHAUD**, Professeur des Universités, LPAC, EPFL Lausanne  
**Mme. Florence DINZART**, Maître de Conférences HDR, LEM3, ENIM Metz  
**M. Artan SINOIMERI**, Professeur des Universités, LPMT, UHA Mulhouse  
**M. Régis BIGOT**, Professeur des Universités, LCFC, ENSAM Metz  
**M. Eric BECKER**, Maître de Conférences, LCFC, ENSAM Metz  
**M. Henri PERRIN**, Docteur, Institut de Soudure Yutz  
**M. Thierry CHAZOT**, Président de Setforge Engineering, L'Horme

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examinateur  
Examinateur  
Examinateur  
Examinateur  
Invité

**T  
H  
È  
S  
E**



A mon ami d'enfance, **Alexandre**, pour moi jamais très loin.

A ma grand-mère, **Hanelore**, partie au début de ces travaux.

**A mon frère, à mes parents, à mes grands-parents et à mes amis,**  
qui m'ont vu tomber et qui m'ont relevé.

**Merci.**



# REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier le professeur **M. Régis BIGOT** pour la confiance qu'il m'a accordée durant cette thèse sous sa direction. Je tiens également à remercier **M. Éric BECKER** pour son soutien infaillible durant ces trois ans, sa bonne humeur et ses conseils ; un grand MERCI.

Je remercie **M. Jean-Pierre CAUCHOIS**, Directeur Composite de l'Institut de Soudure pour son soutien depuis que je suis arrivé dans ses services lors de mon projet de fin d'études. J'en profite pour remercier **tous mes collègues du PPE/Institut de Soudure Composite** qui m'ont accompagné depuis 2013 dans tous nos projets.

Je tiens à remercier en particulier **Gérard, Loïc et Antoine** pour les bons moments et pour leur soutien. Merci **Antoine** pour ton aide.

Je remercie **M. le Professeur Rainer GADOW** pour avoir accepté de présider mon jury de thèse. Je tiens à remercier **Mme Florence DINZART** et **Mme la professeure Véronique MICHAUD** pour avoir accepté le rôle de rapporteur pour cette thèse. Je remercie **M. le professeur Artan SINOIMERI** pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse, mais aussi pour son aide précieuse lors de notre venue à Mulhouse.

Je tiens par ailleurs à remercier **M. Thierry CHAZOT** pour avoir accepté notre invitation à participer à ce jury de thèse.

J'en profite pour remercier **M. Jean-Marie RISSER** pour sa confiance et son soutien durant toutes ces années.

Il serait très difficile pour moi d'oublier les grands moments passés au sein du laboratoire. Je tiens tout d'abord à **remercier mes collègues** du bureau des légendes, et en particulier ;

- **Bruno** ; Je ne saurais jamais assez te remercier d'avoir été un si bon ami durant toutes ces années. Merci pour tout.

- **François** ; Je sais que tu aimes être le centre d'attention mais je ne dirais pas la suite. Merci pour ton soutien, ton accueil et ta bonne humeur durant toutes ces années.

- **Marc** ; Merci pour tous les bons moments et pour ton soutien durant toutes ces années.

Je remercie aussi **Damien**, mon copain de thèse, pour les grands moments passés à Metz comme à Paris. Pari tenu.

Je remercie **Corentin** pour tous les fous-rires dans la CLA.

Je tiens à remercier **Alex**, pour tous les bons moments passés aux ateliers ; pour son soutien sans concession - Merci.

Je remercie bien entendu tous mes collègues et amis d'AMValor et de l'ENSAM; **Catalina, JB, Florian, Sandra, Olivier, Josselin, Damien, Aurélien, Guillaume, Adrien, Laurent, Cyrille, Jean-Yves, Alain, Daniel, Lionel, Silvio, Tudor, Thomas et toutes les personnes** avec qui j'ai pu passer de bons moments lors de ces trois années.

Je remercie **Anthony** et **Seb** d'avoir été de si bons amis lors de toutes ces années depuis l'ENIM.

Enfin, je remercie toute ma famille ;

Je remercie **mes parents** pour leur soutien sans faille et pour leur confiance ; je suis très fier de vous avoir.

Je remercie **mon grand frère** qui a toujours été présent, quoi qu'il arrive.

Je remercie **mes grands-parents** pour leur soutien et pour avoir su faire briller mes yeux d'enfant depuis si longtemps.

Je remercie **ma chérie**, pour son aide durant ces moments difficiles, pour sa joie et son sourire.



# SOMMAIRE

## INTRODUCTION

### CHAPITRE 1 : BESOINS INDUSTRIELS ET PROBLEMATIQUES

I - INTRODUCTION	13
II - PERFORMANCES MECANIQUES	13
III - CONTEXTE TECHNICO-ECONOMIQUE DE MISE EN FORME DE COMPOSITES	24
IV - SYNTHESE DES PERFORMANCES	27
V - PROCEDE DE FABRICATION DE L'ETUDE	29
VI - ETAT DE L'ART	32
VII - SYNTHESE DE L'ETAT DE L'ART	42
VIII - CONCLUSION	43

### CHAPITRE 2 : MISE EN PLACE DES METHODES EXPERIMENTALES

I - INTRODUCTION	49
II - ETUDE MATIERE	50
III - MISE AU POINT EXPERIMENTALE	58
IV - PARAMETRES D'ENROULEMENT	70
V - EVALUATION DE LA MISE EN FORME	75
VI - EVALUATION DES PIECES	77
VII - CONCLUSION	83
VIII - LISTE DES FIGURES ET BIBLIOGRAPHIE	84

### CHAPITRE 3 : COMPREHENSION DE L'ECOULEMENT

I - INTRODUCTION	89
II - IMPREGNATION DES MATERIAUX COMPOSITES	90
III - ESSAIS INTERROMPUS	101
IV - GRADIENT DE TAUX VOLUMIQUE DE FIBRES	126
V - CONCLUSION	138
VI - LISTE DES FIGURES ET BIBLIOGRAPHIE	139

### CHAPITRE 4 : PARAMETRES DE CONSOLIDATION

I - INTRODUCTION	145
II - PARAMETRES EXTRINSEQUES	145
III - PLAN D'EXPERIENCE	151
IV - VERS DES MORPHOLOGIES PLUS COMPLEXES	169
V - CONCLUSION	176
VI - LISTE DES FIGURES ET BIBLIOGRAPHIE	177

## CONCLUSION

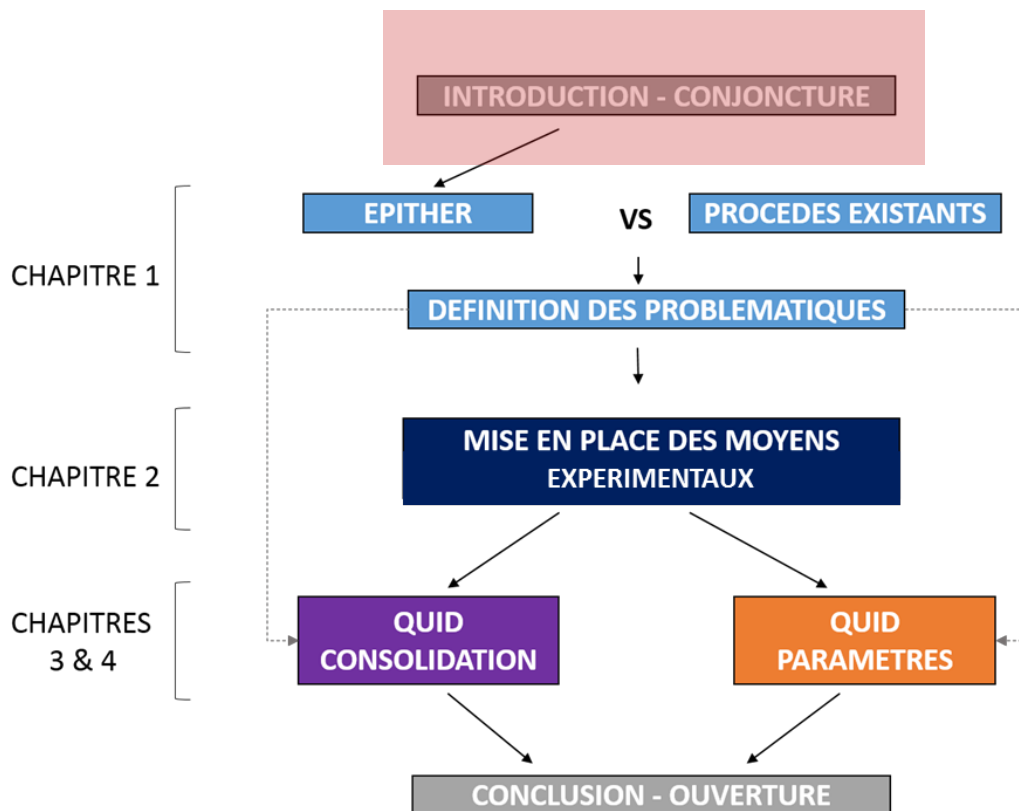




# Introduction

## MISE EN SITUATION :

Les domaines industriels du transport, comme l'automobile ou l'aéronautique, sont soumis à de nouvelles réglementations visant la réduction des émissions de CO<sub>2</sub> à l'horizon 2020. C'est dans cette conjoncture économique qu'une optimisation des organes moteurs, mais aussi des structures, est nécessaire. Une des voies d'optimisation serait l'allègement des masses embarquées par le passage en matériaux composites de pièces couramment réalisées en alliages métalliques.



## I - Contexte de l'étude

Le développement des matériaux composites a été permis, depuis les années 1950, par un certain nombre de constructeurs dans le domaine des transports, qu'ils soient automobiles comme aéronautiques. Ces matériaux doivent répondre aux exigences de cadences et de coûts déjà présents dans le cas d'utilisation de matériaux métalliques, mais aussi répondre au cahier des charges mécaniques définies par le constructeur. La compétitivité du matériau composite, comme pour tout autre matériau de construction, est ainsi évalué via le trium : coûts matière – cadences – résistance mécanique spécifique. L'état actuel des développements des procédés composites tendent vers une diminution des coûts matières ainsi qu'une augmentation des cadences de fabrication pour des pièces à utilisation structurelle. Dans le domaine de l'automobile, la cadence de production est l'élément déterminant dans le choix procédé, ce qui, sans être oublié, n'est pas le cas dans le domaine de l'aéronautique, qui privilégie communément le gain de masse à respect de cahier de charges équivalentement.

### I) 1 - Contexte automobile

Un produit automobile doit évoluer en fonction de l'évolution des besoins client, des contraintes économiques et concurrentielles, mais aussi des contraintes réglementaires imposées, cela concernant tant les émissions sonores et la sécurité que les contraintes environnementales.

D'un point de vue utilisateur, l'utilisation de composite ne doit pas représenter un défaut de fiabilité comme de sécurité, mais plutôt un apport de confort et de durabilité. L'utilisateur ne doit pas ressentir de différence de tenue, même dans le plus défavorable des cas où le véhicule est en difficulté.

Les constructeurs automobiles sont, quant à eux, soumis aux réglementations concernant les émissions de gaz à effet de serre, et notamment les limites d'émission de CO<sub>2</sub>, qui évoluent au fur et à mesure du temps, tendant vers un seuil de 95g de CO<sub>2</sub>/km prévu pour 2020. Ce seuil implique une réduction significative des émissions par rapport à celles en vigueur. Les moyennes actuelles se situent aux alentours de 130g de CO<sub>2</sub>/km contre 176 g de CO<sub>2</sub>/km en 2006. La réduction importante des émissions de CO<sub>2</sub> pourra être réalisée par la diminution des consommations de carburants en proposant :

- Des solutions technologiques comme le downsizing au niveau moteur
- L'amélioration de l'aérodynamisme des véhicules
- Des véhicules plus légers
- Des consommations moins importantes des organes secondaires (mécaniques et électroniques)

L'utilisation des composites permet d'obtenir une partie de la solution concernant la réduction des émissions de CO<sub>2</sub>, afin d'atteindre les objectifs communément définis pour 2020. La diminution de masse de 100 kg réduit la consommation d'environ 0.4L/100 km, ce qui correspond à une réduction des émissions de 10 g de CO<sub>2</sub> / km. Pour atteindre les objectifs cités précédemment, la réduction de masse, pour l'ensemble des véhicules nouvellement produits, serait ainsi d'environ 300kg. C'est à cette condition que les constructeurs automobiles seront à même d'habiller à la vente leurs nouvelles gammes de véhicules d'ici 2020. Le domaine automobile est dans son ensemble régi par un cahier des charges prioritairement orienté vers le couple COÛTS/CADENCES, ce qui dirige directement le choix des procédés de fabrication. Seuls quelques rares procédés de mise en forme composite sont compétitifs d'un point de vue cadence, actuellement dans le cadre de l'industrie automobile. D'un point de vue coût « matière », le prix reste très élevé lors de l'utilisation de fibres de carbone par exemple comme montré sur la figure 1 ; un gap étant nécessaire dans la réduction des coûts de production des fibres de carbone.

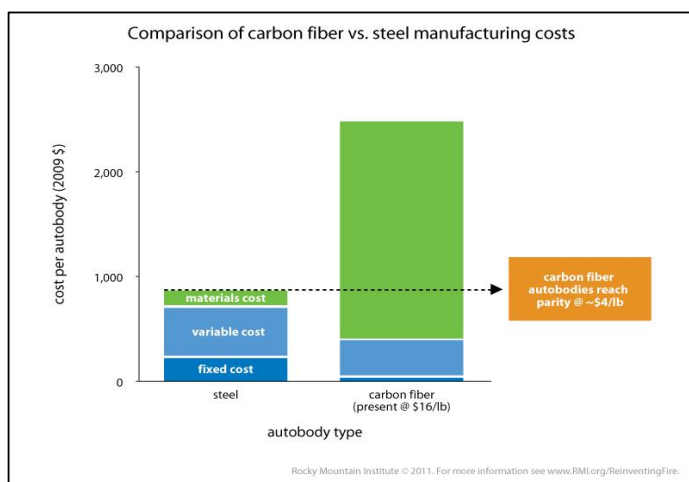


Figure 1 : Comparaison Acier Vs Carbone- Rocky- mountain institute

Il y a par ailleurs un certain nombre de problématiques dans l'utilisation des pièces composites dans le secteur automobile. Le coût direct des pièces n'est pas le seul frein à la production. En effet, le passage d'une production classique de pièces automobiles, grande série, à une production de pièces composites nécessite des moyens de mise en œuvre différents et ceci implique ainsi une réorganisation des organes et lignes de production. Le recyclage est aussi un point à considérer dès le design des pièces et le choix du matériau. Trois différents types d'organes dans les véhicules automobiles sont concernés :

- Les procédés de mise en forme composite permettent, de nos jours, le remplacement des alliages métalliques dans la fabrication d'éléments extérieurs des voitures, tels que les pièces de carrosserie et accessoires extérieurs comme les becquets, les rétroviseurs, les passages de roues, etc. Il s'agit de pièces d'habillage.

- Les applications des matériaux composites dans la fabrication de pièces semi-structurelles sont en pleine croissance. Cela concerne par exemple les poutres de pares chocs, les pédales, les carénages sous moteur, etc.
- **Les applications structurelles restent, à l'heure actuelle, très sporadiques, et constituent un axe de développement naissant dans le domaine des composites thermoplastiques à fibres continues. (Piccirelli and Giocosa 2011).**

## I) 2 - Contexte aéronautique

Contrairement au secteur automobile, le secteur aéronautique est plutôt régi par des critères liés à la performance des produits, sans pour autant oublier la notion de réduction des coûts. Celle-ci est par ailleurs directement induite par la notion de réduction de masse. Comme dans le cadre de l'automobile, un des objectifs des constructeurs est la réduction des gaz à effet de serre, mais aussi l'efficacité de ses appareils. Cette amélioration se fait par trois grands moyens différents ; l'amélioration de l'efficacité des organes de propulsion, l'allègement des structures et l'optimisation des routes de vol. L'amélioration des turbines a été permise via des bonds technologiques les 50 dernières années.

Dans le cas de notre étude, la production de pièces composites structurelles permettrait de faire un pas en avant vers l'allègement des futures structures aéronautiques. La réduction de la masse d'un avion d'une tonne représenterait un gain d'environ 6 000 tonnes de kérosène au cours de la durée de vie complète de l'avion. Cette réduction de consommation permettrait l'économie d'émission de gaz à effet de serre d'environ 20 000 tonnes, sur cette même durée de vie. L'utilisation des matériaux composites, dans la structure des avions, représentera une réduction de masse d'environ 25% à 30% de masse totale selon l'ONERA, ce qui n'est pas négligeable, à court terme comme à long terme. Cette réduction permettrait une économie équivalente à celle proposée par l'amélioration des organes de propulsion. Les gains de masse permettent l'économie de kérosène, une meilleure autonomie de vol, mais surtout l'augmentation du nombre de passagers par vols.

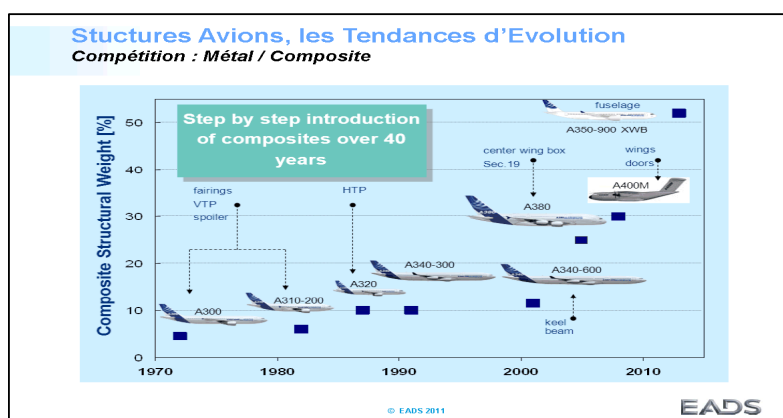


Figure 2 : Pourcentage de masse composite sur 40 ans, source: EADS

L'utilisation des composites dans les structures des avions, civils ou militaires, est passée d'environ 5% pour l'A300, dans les années 1970, à environ 50% pour l'A350 XWB, dans les années 2010. A gabarit équivalent cela représente une économie moyenne d'environ 30 tonnes pour un avion du gabarit de l'A350.

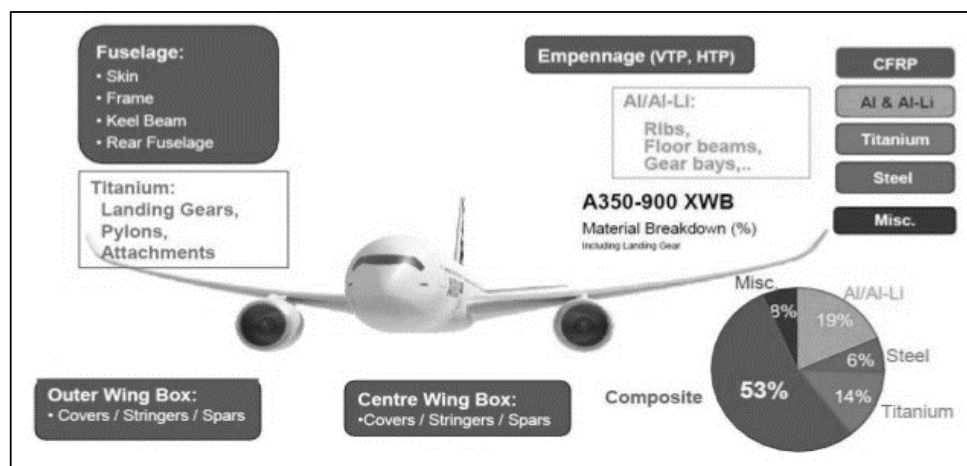


Figure 3 : Composition des futurs avions, exemple de l'A350 XWB, source : Airbus

Cette intégration progressive des composites dans l'aviation a été réalisée à différents paliers, en fonction du cahier des charges des pièces. Au départ ce sont les organes secondaires, sans fonction mécanique complexe, qui ont été testés et remplacés. L'intégration de pièces à haute résistance mécanique a été permise par la recherche dans les CFRP (Continuous fiber reinforced thermoplastic). C'est ainsi que certaines pièces de fuselage ont été réalisées via des procédés comme l'enroulement filamentaire de fibres continues par exemple. Des pièces comme les raidisseurs d'ailes, qui subissent des cas de chargements mécaniques complexes (charges, fatigue et températures extrêmes) ont été elles aussi réalisées en CFRP.

### 1) 3 - Synthèse du contexte

Dans le secteur automobile, la réalisation de pièces structurelles marquerait une grande avancée vers l'allègement des structures, et donc un pas en avant vers des voitures respectant la réglementation imposée par l'union européenne vers l'horizon 2020. L'ensemble des acteurs du secteur automobile, qu'ils soient constructeurs ou fournisseurs à différents rangs, font aujourd'hui un pas vers le domaine composite haute cadence, sans pour autant oublier les règles de conception mises en place. Ces règles métiers, tels que le forgeage, tendent à être transposées, vers les métiers du composite. Dans le secteur aéronautique, l'utilisation de matériaux composites, dans la réalisation de pièces structurelles, permettrait de remplacer les pièces aujourd'hui réalisées en titane et en aluminium. L'utilisation de composites thermoplastiques à fibres continues, permettrait, via l'utilisation maximale de l'anisotropie du matériau, un gain de masse non négligeable dans la course à l'allègement des structures.

## I) 4 - Présentation des travaux

Le contexte économique actuel oriente les besoins des constructeurs aéronautiques, comme automobiles, vers l'optimisation des différents organes transmettant des efforts ; les pièces structurales. Cette optimisation peut être réalisée par différents moyens, comme l'optimisation topologique des pièces existantes, via des boucles de simulations FEM, mais aussi par le choix d'un nouveau matériau à caractéristiques mécaniques spécifiques au moins équivalentes.

Un certain nombre de procédés de fabrication de pièces composites ont déjà permis de répondre aux caractéristiques mécaniques élevées demandées dans les domaines de l'énergie par exemple, avec la réalisation de bombonnes en fibres continues, via le procédé d'enroulement filamentaire. Ce procédé ne répond pas à une problématique de cadence élevée, contrairement aux procédés de moulages de fibres courtes souvent utilisés pour la réalisation de pièces extérieures telles que les carrosseries d'automobile. Ces pièces ne sont cependant pas structurales, et ne possèdent pas un cahier des charges mécaniques aussi contraignant qu'une pièce destinée à subir des transmissions d'effort permanent, et les signes de fatigue associés.

C'est dans ce contexte que plusieurs études ont été réalisées via un consortium nommé EPITHER, visant la réalisation de pièces structurales, à des cadences adaptées à l'aéronautique comme à l'automobile. Le procédé développé depuis 2009 a permis la mise en place de deux brevets en 2011 et 2015 stipulant les différentes étapes d'enroulements, de préformage et de mise en forme à température de fusion appelée « forgeage ». Les développements de ce procédé de mise en forme ont permis de mettre en avant un certain nombre de problèmes autour desquels gravitent les travaux de thèse.

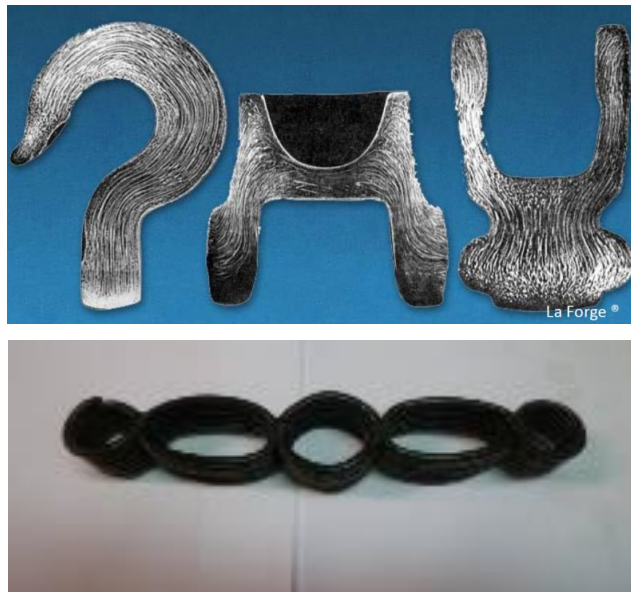
- Un essai laboratoire de mise en forme permet de montrer les différentes étapes de mises en forme réalisées via le procédé EPITHER et les défauts qui peuvent être associés à ces différentes étapes comme un gradient de taux volumique de fibres.
- L'influence des paramètres extrinsèques au procédé, liés donc à l'opérateur, comme les consignes d'effort de forgeage, ont été mis en avant afin de mieux cerner les zones d'acceptabilité à différentes configurations.

Picciorelli, Nicola, and Alain Giocosa. 2011. "Les Composites Dans L'industrie Automobile." *Techniques de L'ingénieur* 33 (0).

# Chapitre 1 : Besoins industriels et problématiques

## MISE EN SITUATION :

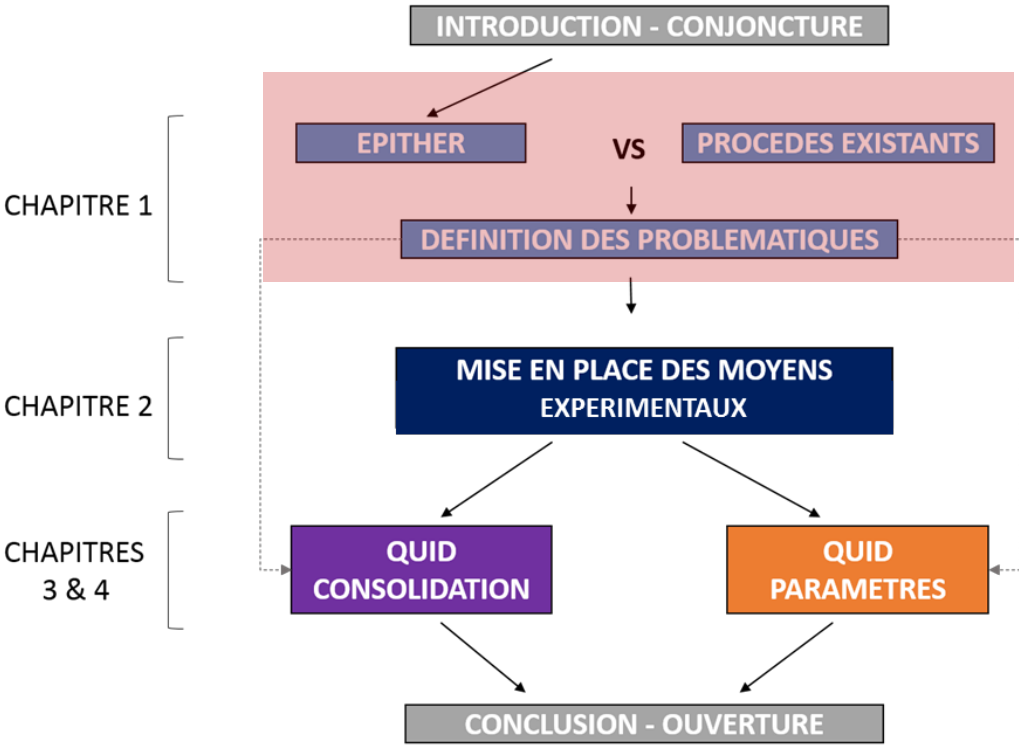
Un des défis industriels de ces dernières années réside dans l'amélioration des caractéristiques mécaniques spécifiques des structures automobiles et aéronautiques. Cette problématique a trouvé une réponse dans l'utilisation de nouveaux matériaux tels que les composites présentant des caractéristiques mécaniques intéressantes via la gestion de leur orientation.





## SOMMAIRE

I - INTRODUCTION	13
II - PERFORMANCES MECANIQUES	13
II) 1 - Améliorations par optimisation géométrique	14
II) 2 - Améliorations par optimisation des matériaux -composites	14
II) 3 - Mécanique du composite	20
II) 3) 1 - Micro-mécanique d'un pli unidirectionnel	21
II) 3) 2 - Macro-mécanique des composites	22
III - CONTEXTE TECHNICO-ECONOMIQUE DE MISE EN FORME DE COMPOSITES	24
III) 1 - Procédés et cadences composite	24
III) 2 - Temps de cycle et de mise en forme	26
IV - SYNTHÈSE DES PERFORMANCES	27
V - PROCÉDE DE FABRICATION DE L'ÉTUDE	29
V) 1 - Historique	29
V) 2 - Procédés actuels de mise en œuvre des thermoplastiques	30
V) 3 - Problématiques similaires dans procédés existants	31
VI - ÉTAT DE L'ART	32
VI) 1 - Les différentes échelles d'observation du composite	33
VI) 2 - Procédés connexes et problématiques liées	33
VI) 2) 1 - Procédés de forgeage de composite	33
VI) 2) 2 - Comparaison aux différents procédés incluant la problématique de tension de fibres	34
VI) 2) 3 - Précontrainte des fibres	37
VI) 3 - Mouvements des fibres dans un composite à l'état de fusion	41
VII - SYNTHÈSE DE L'ÉTAT DE L'ART	42
VIII - CONCLUSION	43



## I - Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'introduire les problématiques traitées dans la thèse ainsi qu'un état de l'art permettant d'apporter un certain nombre de voies d'exploration dans la résolution de ces problématiques.

Dans un premier temps, il est proposé d'introduire l'utilisation de matériaux composites par l'amélioration des performances mécaniques des produits. La notion de composite est alors explicitée afin d'introduire les définitions de couple composite et de donner les principales lois caractérisant le comportement mécanique de ces matériaux.

Les principaux procédés de fabrication composite seront par la suite expliqués, permettant d'introduire le procédé nommé EPITHER (Estampage Innovant de Pièces Thermoplastiques). Ce procédé a pour objectif la réalisation de pièces structurales, c'est-à-dire visant de hautes performances mécaniques, avec des cadences de production élevées.

La description de l'historique du projet permet de mettre en avant un panel de projets et procédés concurrents, possédant des verrous scientifiques communs, lié au type de mise en forme. Ces verrous sont introduits en fin de chapitre ainsi qu'une bibliographie permettant de donner un certain nombre de voies d'exploration pour la thèse.

## II - Performances mécaniques

Le concepteur de produits mécaniques dispose de plusieurs outils pour améliorer le rapport résistance mécanique / masse.

Une première méthode ou possibilité est de réaliser une amélioration topologique de la pièce, par exemple via des outils numériques utilisant des boucles de simulations. L'optimisation topologique consiste à trouver la bonne répartition de matière dans un volume donné soumis à des contraintes.

La seconde méthode d'amélioration se situe dans le choix et l'utilisation d'un matériau permettant d'augmenter les résistances mécaniques spécifiques, en gardant la même géométrie, ou en réalisant aussi une boucle d'amélioration. Une difficulté est la maîtrise et la possibilité de la fabrication de la géométrie du produit associée à un matériau.

## II) 1 - Améliorations par optimisation géométrique

En optimisation topographique, ou optimisation de forme, la géométrie change pour répondre à un besoin spécifique de l'utilisateur. Par exemple, la mise en place d'une nervure permet de rigidifier la pièce en gardant une géométrie de base fixe.

En optimisation topologique, la densité des éléments finis, lors de la simulation, varie de 0 à 1 en fonction des contraintes internes dues aux chargements et aux conditions aux limites. Cela permet d'obtenir une forme, image du chemin parcouru par les efforts, dans la pièce. Ce principe est couramment utilisé dans les premières phases de conception de pièces, ou seul l'encombrement, le cas de chargement et les conditions aux limites sont connues comme dans la figure 1 issue des travaux de (Duysinx, 1996) qui montrent un cas d'optimisation topologique de triangle de suspension. Les éléments ne subissant pas de chargement ont une densité proche de 0 tandis que les éléments fortement chargés sont à 1.

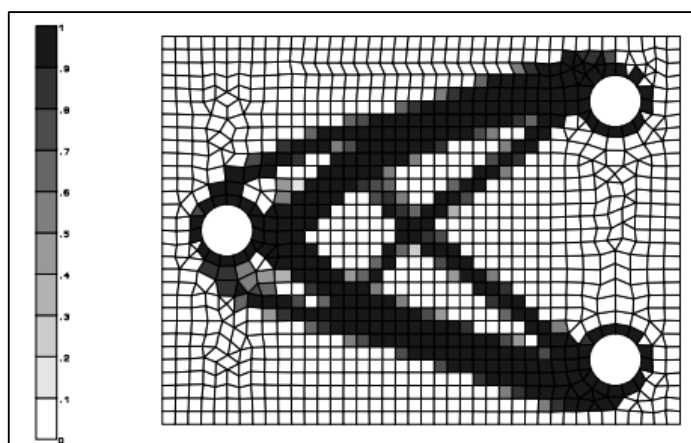


Figure 1 : Principe de l'optimisation topologique

## II) 2 - Améliorations par optimisation des matériaux -composites

Lors de la mise en place d'un cahier des charges industriel, pour la réalisation d'une nouvelle gamme de pièces composites, plusieurs critères d'industrialisation doivent être abordés. Le premier est l'environnement mécanique (et fonctions associées) de la pièce et son cas de chargement. Le second est la quantité de pièces à réaliser sur une période de production donnée, ce qui définit la cadence de mise en forme, et donc intrinsèquement oriente le choix du procédé. D'un point de vue des matériaux, l'optimisation se réalise selon :

- ✓ Le cas de chargement qui définit les résistances mécaniques nécessaires au bon fonctionnement de la pièce. L'optimisation d'un matériau, en vue d'un allègement de la structure se fait donc, au moins, à iso-caractéristiques mécaniques, en diminuant la masse volumique. Le résultat est une résistance spécifique améliorée.

Le choix du matériau s'oriente ainsi, dans le cas de l'optimisation d'une pièce métallique, vers un autre alliage ou vers les composites (cf : flèche bleue sur la figure 2). Pour exemple, l'outil académique CES Edupack permet ce genre d'utilisation, proposant au concepteur des variantes de matériaux, à caractéristiques mécaniques équivalentes, comme par exemple ici le module de Young.

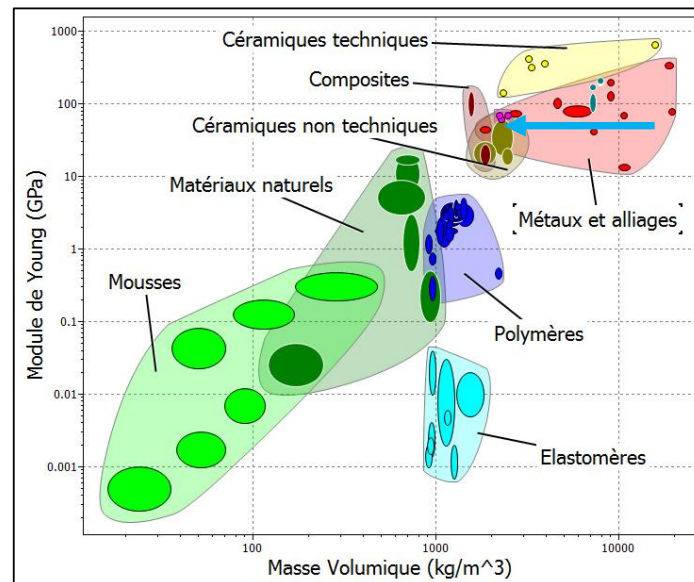


Figure 2 : Classification des matériaux - CES Edupack

Cependant il est nécessaire de ne pas omettre un certain nombre de règles dans l'optimisation matériaux :

- La première est de prendre en considération que tous les matériaux ne sont pas isotropes, et les matériaux composites en sont un bon exemple. Une pièce automobile de liaison au sol, en composite, peut très bien résister aux cas de chargements « classiques », d'une pièce couramment conçue en acier, mais n'offre que peu de résistance dans le cas d'un choc entraînant une déstructuration du matériau car elle ne permet que très peu de déformation

plastique. C'est le cas des contraintes de torsion entraînant des délaminages partiels ou complets de la pièce dans des éprouvettes unidirectionnelles.

L'anisotropie du matériau devra ainsi être optimisée en fonction des cas de chargements du produit fini.

- La seconde règle dans l'optimisation matériaux est de prendre en compte l'environnement cité dans le cahier des charges spécifique à la pièce. Cela comprend les conditions thermomécaniques d'utilisation de la pièce (exemple : résistance mécanique correcte à des températures élevées) qui orienteront le choix du couple composite. La pièce peut, par ailleurs, être soumise à des conditions de fonctionnement bien spécifiques (ex : grenailage dans une pièce de liaison au sol).

Les matériaux composites sont définis de la façon suivante :

*« Un produit composite représente l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux non miscibles. La nouvelle structure ainsi obtenue a des propriétés physiques bien supérieures à celles caractérisant le matériau de base ». (Mihaluta, 2011)*

Comme présentés sur la figure 3, ils sont constitués d'une matrice et d'un renfort. Le renfort supporte les contraintes mécaniques tandis que la matrice sert de liant, et transmet les contraintes d'un renfort à un autre.

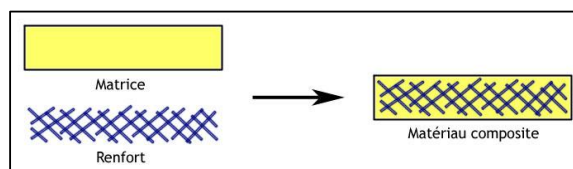


Figure 3 : Représentation d'un composite - livementor - définition d'un composite

Il existe plusieurs types de matériaux composites, en allant du bois, qui est un composite naturel, au béton armé. Les classes de composites industriels, cités dans cette étude, sont communément composés d'une matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Il existe par ailleurs des composites avec des matrices différentes comme des matrices métalliques ou céramiques (REF GADOW). Suivant l'essor du domaine de la plasturgie depuis quelques dizaines d'années, les matériaux composites s'imposent comme une alternative fiable aux alliages métalliques dans la conjoncture de réductions des masses embarquées dans les domaines du transport. Il existe un nombre considérable de composites différents grâce aux possibilités d'assemblage fibres matrice qui sont de plus en plus importants. Cependant deux grandes familles de matériaux composites sont différenciables :

- **Les composites à matrice thermdurcissable**, qui sont injectés/infusés par des procédés comme le RTM (Resin transfert molding). Ils ne peuvent pas être reformés et sont difficilement recyclables. Une fois la polymérisation réalisée, l'ensemble des liaisons entre les chaînes de polymère sont figées, et ne peuvent qu'être maintenues ou définitivement détruites. Un moyen de les recycler est donc de les broyer et de recharger une résine avec la poudre obtenue afin d'apporter des propriétés spécifiques.
- **Les composites à matrice thermoplastiques** peuvent être remis en forme. Ils sont utilisés dans les procédés de compression comme le BMC (Bulk Molding Compound) ou, plus techniques, dans les procédés comme le CFRT (Continuous Fiber Reinforced Thermoplastic). Cette famille de composite est la plus récente, et offre de nombreuses possibilités dans la mise en forme des pièces structurelles des nouveaux moyens de transport.

Dans le manuscrit et dans les différents travaux seul les composites à matrice thermoplastique sont étudiés et utilisés en raison de leur capacité de remise en forme au-dessus de la température de fusion du thermoplastique. De cette capacité est née l'idée de thermoformage composite. C'est une technique utilisée depuis longtemps dans la mise en forme de pièces de faible épaisseur, mais peu connue pour l'obtention de pièces dites massives, à fibres continues. En effet, dans la plupart des cas ce sont des plaques, préchauffées par un système infrarouge, qui sont mises en forme pour obtenir une morphologie plus complexe. Comme cité dans l'introduction, les composites thermoplastiques à fibres continues sont en plein essor dans le domaine des pièces structurelles, tant pour le domaine de l'automobile que de l'aéronautique. En plus d'être recyclables, ils doivent répondre non seulement aux cas de chargements qui leur seront imposés lors de leur cycle de vie, mais parfois aussi aux conditions extrêmes qu'ils peuvent connaître, comme des écarts de température très élevés (cas d'une pièce extérieure aéronautique). La réalisation pièce composite adaptée dépend dans ce cas du mécanicien, du plasturgiste, mais aussi du chimiste améliorant ses formulations afin d'obtenir une meilleure interface fibre matrice et de meilleures résistances aux différentes conditions d'utilisation. Le nombre de possibilités de couplage est encore augmenté par l'introduction dans la matrices de charges, fibres de verres, fibres de carbones, etc., permettant des résistances spécifiques améliorées, comme présenté dans la figure ci-dessous issue des techniques de l'ingénieur (Piccirelli and Giocosa, 2011)

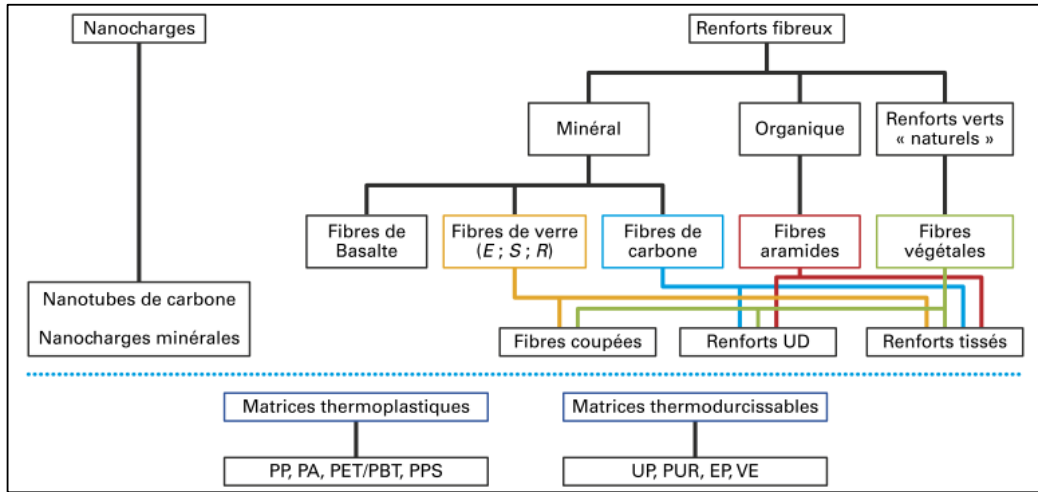


Figure 4: Différents couples composites, renforts, matrices et charges

Les renforts

Différents types de fibres sont présentes sur le marché et sont vendues et développées dans de nombreuses configurations. Il existe ainsi des fibres synthétiques et naturelles classées selon leurs résistances mécaniques. La fibre de carbone est la plus utilisée dans l’aéronautique pour des caractéristiques mécaniques spécifiques très élevées (le rapport résistance mécanique / masse volumique est très intéressant). Par ailleurs, il existe des fibres de verre, répandues dans le domaine de l’automobile, du kevlar et des fibres naturelles telles que le lin ou le chanvre. La plupart des caractéristiques mécaniques des fibres couramment utilisées, comme critères de choix, sont données dans le tableau ci-dessous.

Tableau 1 : Caractéristiques mécaniques des fibres courantes et comparaison

Nom	Masse volumique	Module de Young	Contrainte à la traction	Rigidé spécifique
Fibre de verre	2,5 g/cm <sup>3</sup>	70 GPa	1700 Mpa	28 Gpa
Fibre de carbone	1,8 g/cm <sup>3</sup>	230 à 820 Gpa	2000 à 7000 Mpa	128 à 455 Gpa
Aramide	1,4 g/cm <sup>3</sup>	130 Gpa	3000 Mpa	98 Gpa
Polyéthylène	0,97 g/cm <sup>3</sup>	170 Gpa	3000 Mpa	175 Gpa
Acier	7,8 g/cm <sup>3</sup>	210 Gpa	750 Mpa	27 Gpa
Aluminium	2,7 g/cm <sup>3</sup>	75 Gpa	260 Mpa	28 Gpa



Le conditionnement de ces matériaux est varié, les fibres sont vendues en bobines, sous différentes formes, qu’elles soient tissées ou co-mêlées torons par torons. (Une fibre co-mêlée est composée de fibres de carbones continues, mélangées à des fibres de thermoplastique. Il existe plusieurs types de co-mêlages). Elles peuvent aussi être découpées en fibres courtes et pré-mêlées avec du thermoplastique pour des procédés de mise en forme comme les BMC (Bulk molding compound) (LE, 2011). Pour les procédés visant la réalisation de pièces à hautes caractéristiques des fibres continues sont utilisées avec une maîtrise de l’anisotropie.

Les matrices

La matrice est le liant présent dans le composite. Son rôle est de figer la structure et de transmettre les efforts entre les différents renforts. La matrice polymère peut être thermoplastique ou thermodurcissable. Dans le cas d’une remise en forme ultérieure (cas de l’utilisation d’une préforme) la matrice est thermoplastique. Il existe plusieurs classes de polymères en fonction du type d’utilisation. Pour une utilisation dans des conditions spécifiques tels que de grands écarts de températures, l’utilisation de polymère à hautes performances est nécessaire. C’est ainsi qu’on retrouve des thermoplastiques à hautes températures de fusion tels que le PEEK ou le PEKK dans des utilisations aéronautiques. Les prix de ces polymères sont très élevés à cause de leurs moyens de mise en œuvre spécifiques.

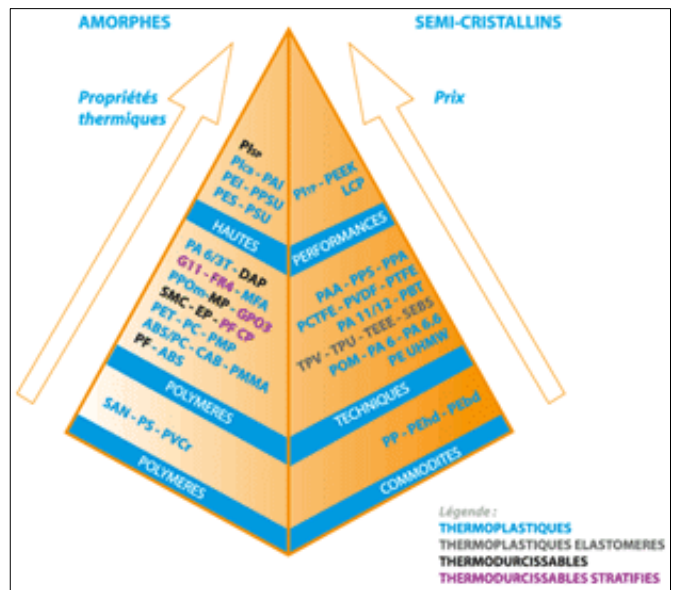


Figure 5 : Pyramide d'utilisation des polymères - Dediene Multiplasturgy

Comme montré dans la figure 5, il existe 2 grandes familles de polymères (en plus d'être thermoplastiques ou thermodurcissables) :

- les polymères amorphes comme le PMMA ou le PET où il n'y a pas de structure dans les chaînes de polymères (métaphore du plat de spaghetti)
- les polymères semi-cristallins comme le PPS où les chaînes s'ordonnent pendant la polymérisation.

Ces polymères sont définis thermiquement par trois grandeurs :

- la température de transition vitreuse qui correspond à un passage amorphe des chaînes polymères
- la température de fusion,
- la température de recristallisation.

Tableau 2 : Polymères communs – données issues de caractérisations IS Composite

Désignation	Nom	Type	T° transition vitreuse	T° cristallisation	T° fusion	Masse volumique
PPS	Polysulfure de phénylène	Semi-cristallin	90°C	243°C	285°C	1,35 g/cm <sup>3</sup>
PEEK	Polyétheréthercétone	Semi-cristallin	162°C	304°C	348°C	1,31 g/cm <sup>3</sup>
PEKK	Polyéthercétonecétone	Semi-cristallin	155 °C	277°C	332°C	1,31 g/cm <sup>3</sup>
Paht	Polyamide haute température	Semi-cristallin	155°C	232°C	271°C	-
PMMA	Polyméthacrylate de méthyle	Amorphe	-	-	135°C	1,188 g/cm <sup>3</sup>

L'étude réalisée a donc privilégié l'utilisation d'un composite aéronautique, constitué d'un thermoplastique appelé PPS (Polysulfure de phénylène), qui est généralement utilisé pour les pièces de précision grâce à sa bonne fluidité à température de fusion. Cette nécessité a été définie via un cahier des charges client, directement lié au développement du procédé de mise en forme. Il s'agit d'un cahier des charges aéronautique, ce qui correspond à la réalisation d'une pièce ayant des tenues mécaniques élevées à des températures hautes comme basses, et possédant un taux de porosité très faible.

## II) 3 - Mécanique du composite

Les performances mécaniques des pièces composites sont une variable dépendante des fibres utilisées. La performance mécanique du composite dépend ainsi de :

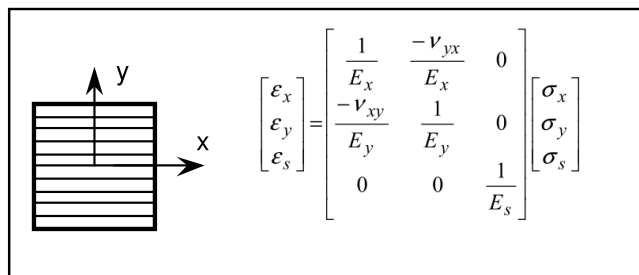
- la longueur des fibres ; courtes longues ou continues ;
- la fibre utilisée ; carbone, verre, aramide ;
- de l'orientation en fonction du chargement mécanique de la pièce.

- Le taux de fibre
- La cohésion fibre

Comme précisé précédemment la matrice thermoplastique utilisée répond quant à elle à d'autres caractéristiques mécaniques, comme la résistance à la température, à la corrosion, au froid, etc. (même lors de comparaisons de stratifiés composites avec des aciers faiblement alliés cf : (Degeratu and Bizdoaca, 2007). Pour introduire la mécanique du composite, il est proposé de définir rapidement les principales grandeurs définissant un pli unidirectionnel, puis un aspect macro-mécanique sera traité.

II) 3) 1 - Micromécanique d'un pli unidirectionnel

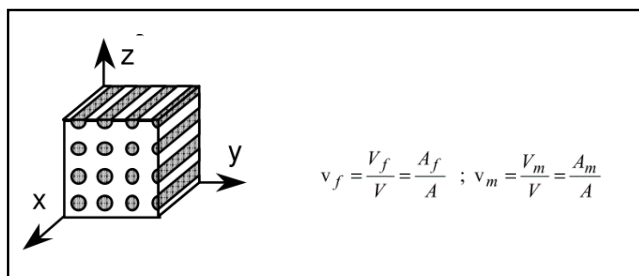
Le cas le plus élémentaire de mécanique des composites est décrit comme un pli élémentaire (qui correspond à une couche élémentaire constituée d'un alignement de fibres et de matrices). Il s'agit d'un pli unidirectionnel avec des fibres continues orientées dans le sens longitudinal du pli. L'ensemble des caractéristiques thermomécaniques sont obtenues via la loi des mélanges définissant la répartition des propriétés en fonction des taux volumiques associés à chacun des composants. La loi de Hooke, pour un volume élémentaire fini, est ainsi définie, dans le cas d'une élasticité anisotrope, comme :



The diagram shows a rectangular ply with horizontal fibers, oriented along the x-axis. A coordinate system (x, y) is shown with x pointing right and y pointing up. To the right of the diagram is a matrix equation relating the strain vector  $\begin{bmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_s \end{bmatrix}$  to the stress vector  $\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_s \end{bmatrix}$ .

$$\begin{bmatrix} \epsilon_x \\ \epsilon_y \\ \epsilon_s \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_x} & -\frac{\nu_{yx}}{E_x} & 0 \\ -\frac{\nu_{xy}}{E_y} & \frac{1}{E_y} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{E_s} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_s \end{bmatrix}$$

Avec  $E_x$  : module d'Young longitudinal,  $E_y$  : Module d'Young transversal,  $E_s$  : Module de cisaillement dans le plan et  $\nu_{xy}$  Coefficient de poisson longitudinal. La loi des mélanges est définie comme le rapport des taux volumiques de la fibre et de la matrice. Pour passer d'un taux volumique à un taux massique, il faut utiliser un rapport de densité.



The diagram shows a 3D rectangular volume element with fibers oriented along the z-axis. A coordinate system (x, y, z) is shown with x pointing left, y pointing right, and z pointing up. To the right of the diagram are equations for the volume fractions of fiber ( $v_f$ ) and matrix ( $v_m$ ).

$$v_f = \frac{V_f}{V} = \frac{A_f}{A} ; v_m = \frac{V_m}{V} = \frac{A_m}{A}$$

Avec :  $v_f$  : le taux volumique de fibres,  $v_m$  le taux volumique de matrice,  $V$  le volume total,  $V_f$  le volume occupé par les fibres,  $V_m$  le volume occupé par la matrice,  $A_f$  l'aire des fibres sur une section élémentaire,  $A_m$  l'aire de la matrice sur une section élémentaire. Si les porosités sont nulles ou négligées alors :  $v_f + v_m = 1$

Les problématiques liées au taux volumique de fibres, comme l'apparition de gradients à la suite des mises en forme seront rencontrées dans cette étude, et plus particulièrement dans le chapitre 3. La notion de taux volumique est importante dans l'équilibre mécanique des pièces car elle influence localement les résistances mécaniques en fonction de l'historique de mise en forme.

II) 3) 2 - Macro-mécanique des composites

Résistances spécifiques

Comme spécifié dans le paragraphe d'introduction des composites, l'avantage de l'utilisation de ces matériaux réside dans leurs caractéristiques mécaniques spécifiques ; il est possible de citer la résistance à la traction spécifique comme présenté sur la figure 6, ci-dessous. Avec les céramiques techniques, et dans le sens longitudinal des fibres, les matériaux composites sont très fragiles et ne possèdent quasiment pas de zone de déformation plastique. C'est encore plus vrai dans le cas spécifique des fibres de carbone continues qui ont un très grand module de Young.

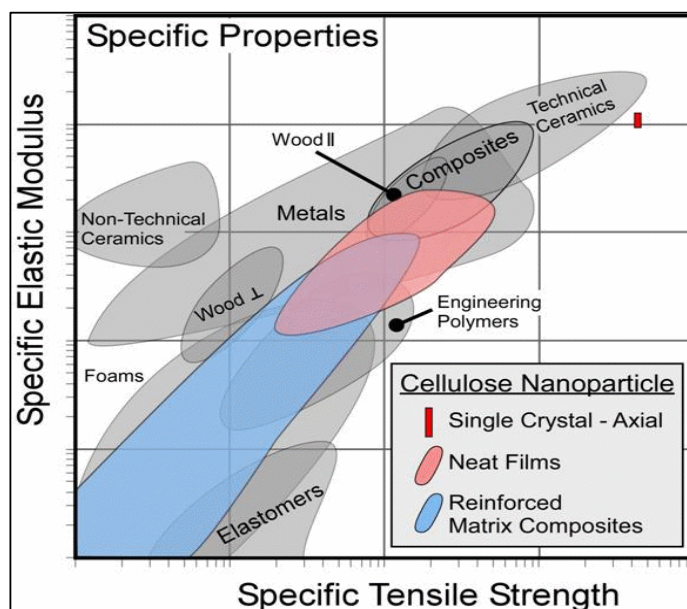


Figure 6 : Comparaison des différents matériaux en fonction de leur caractéristiques mécaniques – Source extérieure

### Taux volumique de fibre

La macro mécanique des composites est définie non seulement par couple composite utilisé (renforts/matrice) mais aussi par le rapport volumique entre ces deux éléments. Communément, le taux volumique de renforts se situe aux alentours de 40 % pour des composites de grande production comme c'est le cas dans les procédés tels que le BMC et le SMC. Ce rapport peut atteindre des valeurs élevées au-dessus desquelles le couple composite n'est plus viable. En effet la transmission des efforts entre les brins de renforts n'est plus assurée au-dessus d'un taux volumique identifié aux alentours de 70 % comme présenté dans les travaux de thèse de (Motahhari, 1998) (figure ci-après). Les études récentes tendent à se rapprocher de cette limite qui permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques spécifiques du composite. En effet, la fibre ayant en général une masse volumique inférieure à celle de la matrice, la réduction de la quantité volumique de matrice doit permettre la diminution de la densité moyenne du composite tout en augmentant ses caractéristiques mécaniques. Cette valeur seuil a cependant son importance dans l'évaluation de la santé matière finale de la pièce, dans un souci d'homogénéité des caractéristiques mécaniques. Dans le cas de mise en forme massive certaines zones peuvent présenter des défauts caractéristiques d'essorage de résine, atteignant ainsi des taux volumiques de fibres trop élevés. De tels cas sont présentés dans la suite de cette étude.

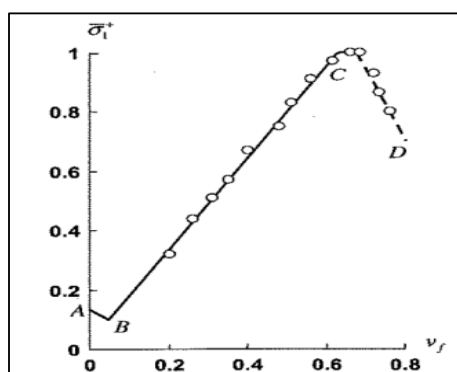


Figure 7 : Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction du taux volumique de fibres – thèse Motahhari

La macro mécanique des composites est le résultat d'un couplage entre plusieurs paramètres. Comme présenté précédemment la composition du composite a une influence capitale dans le calcul de ces macros caractéristiques mécaniques. L'orientation des fibres a elle aussi une importance capitale dans la résistance aux différents cas de chargement de la pièce finale. Les différentes recherches dans le domaine des CFRT (Continuous Fiber Reinforced Thermoplastic) tendent à utiliser au maximum les caractéristiques anisotropes du couple fibres thermoplastique. C'est le cas notamment dans les procédés comme l'enroulement filamentaire, qui sera

présenté plus tard dans cette étude, où les cas de chargement sont calculés à différentes orientations d'enroulement.

### Influence géométrique

Ce critère d'orientation des fibres est intrinsèquement lié un autre critère. Les spécificités morphologiques des pièces définissent, elles aussi, les résistances mécaniques des pièces composites produites. Les remontées de formes ou l'épaisseur des pièces sont des exemples d'utilisation et d'optimisation morphologique des pièces en vue de leur donner une résistance mécanique spécifique à un cas de chargement. Les pièces structurales, dans les domaines de l'automobile et de l'aéronautique, sont souvent dites « épaisses ». Une pièce est dite « épaisse » lorsqu'elle vérifie le critère de Tsai (Roy and Tsai, 2014) qui a étudié la mise en forme des cylindres composites massifs. La plus grande dimension de la pièce doit être équivalente à 10 fois l'épaisseur au maximum. Ce critère est valable dans le cas de son étude sur le cylindre composite formé par enroulement filamentaire et défini de façon arbitraire.

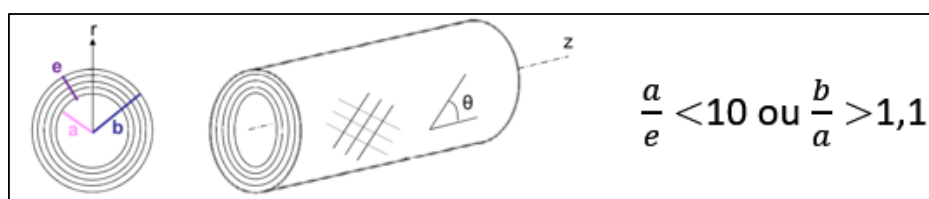


Figure 8 : Critère de Tsai

## III - Contexte technico-économique de mise en forme de composites

### III) 1 - Procédés et cadences composites

Les cadences de production dans le domaine des matériaux composites dépendent du processus de fabrication utilisé.

Dans l'industrie automobile, dans un souci de production à très haute cadence, ce sont des procédés tels que l'injection ou la compression qui sont en général prédominants. Le couple procédé de fabrication et matériau utilisé définit les caractéristiques mécaniques de la pièce finale. Dans les procédés à haute cadence se trouvent essentiellement les composites renforcés de fibres courtes avec des taux volumiques en renfort n'excédant pas les 40 %. Ces longueurs de fibres et ce taux volumique bas leurs donnent des caractéristiques mécaniques relativement basses,

très inférieures à celles pouvant être obtenues avec des fibres continues. Dans le domaine de l'aéronautique, nécessitant des cadences de production moins élevées que celle de l'automobile, les procédés utilisant des fibres continues sont prédominants comme présenté dans la figure 9 issue des techniques de l'ingénieur (Piccirelli and Giocosa, 2011).

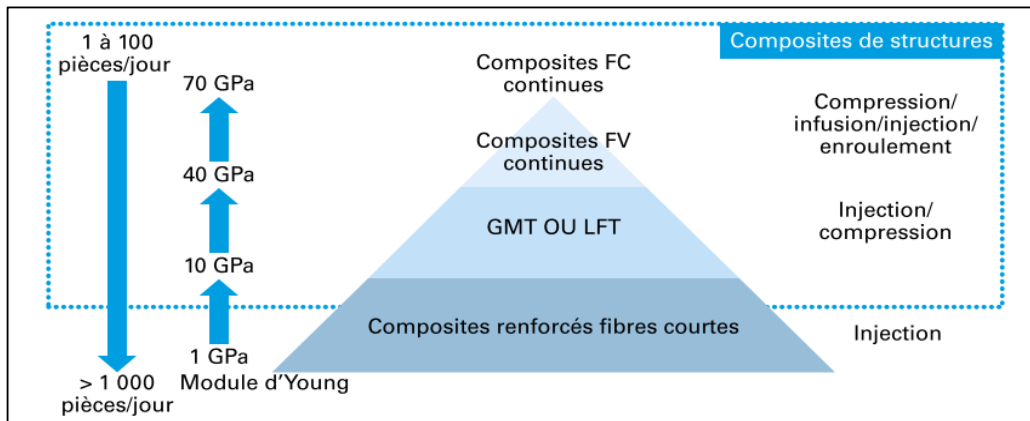


Figure 9 : Cadences et résistances mécaniques des procédés de fabrication composite- technique de l'ingénieur

Le défi de réalisation de pièces structurales dans le domaine de l'automobile réside justement dans la conciliation entre des cadences élevées et des caractéristiques mécaniques élevées via les composites à fibres continues. En terme de cadences pures, ce sont les injections et compressions de thermoplastique qui permettent la plus grande production. Sur la figure 10 ci-dessous, TP correspond à thermoplastique, TD correspond à thermodurcissable, BMC, déjà expliqué précédemment signifie Bulk Moulding Compound et RTM signifier Resin Transfer Molding.

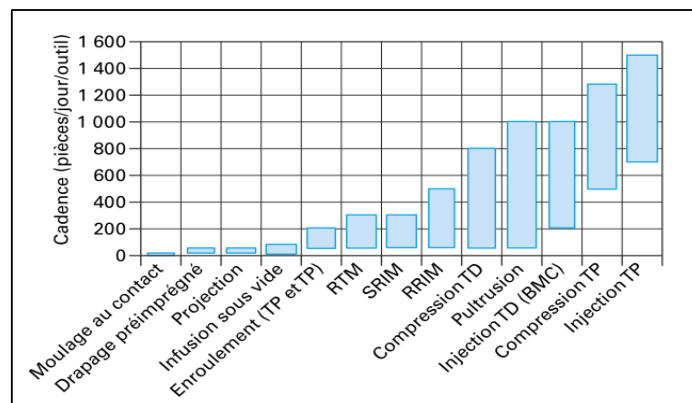


Figure 10 : Cadence estimée des différents procédés de fabrication composite, source Techniques de l'Ingénieur / Renault

### III) 2 - Temps de cycle et de mise en forme

Les temps de cycle sont propres aux procédés de mise en forme. Ils sont définis par l'ensemble des étapes de chauffe, d'imprégnation et de refroidissement nécessaire à la réalisation d'une pièce. Un certain nombre de temps sont dits incompressibles car ce sont des paramètres intrinsèques, c'est-à-dire qu'ils sont définis par le matériau lui-même.

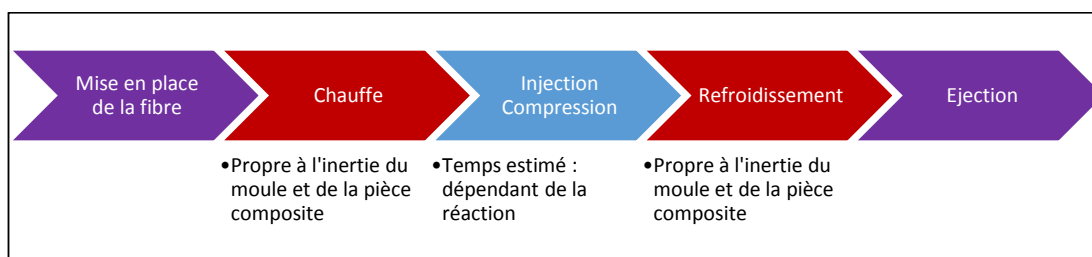


Figure 11 : Etapes générales de mise en forme

La plupart des procédés de mise en forme des composites peuvent être définis en trois étapes de mise en forme différentes correspondant à des temps spécifiques :

- Le premier type de temps est celui de la manutention des fibres sèches, pré-imprégnées ou co-mêlées. Il s'agit aussi du temps d'éjection de la pièce finie. Ce temps est limité par les capacités du robot ou de l'opérateur et peut être facilement optimisé.
- Le second type de temps est celui défini par la thermique du composite et de l'outillage.
- Le troisième et dernier type de temps est celui défini par l'injection ou la compression du composite

Un des temps incompressibles de la mise en œuvre est le temps de chauffe du composite défini par les caractéristiques thermiques du polymère et de la fibre, mais aussi par les conditions limites au niveau de la chauffe de l'outillage et les capacités calorifiques associées. Le caractère massif des pièces peut poser lui aussi un problème dans la chauffe et le refroidissement via les contraintes de recristallisation du polymère. Les cyclages thermiques des outillages permettent d'ores et déjà de répondre à un certain nombre de problématiques mais demandent des technologies coûteuses. Dans les procédés de compression à présent couramment utilisés dans l'automobile comme dans l'aéronautique, la mise en forme se réalise dans un outillage isotherme à une température inférieure à la température de recristallisation du thermoplastique. Le composite est chauffé en extérieur du moule, transformant ainsi un goulot d'étranglement en stock tampon.



Le cycle thermique de l'outillage peut être cependant nécessaire dans le cas de certaines injections ou compressions et des architectures d'outillages spécifiques sont développées en ce sens.

Des structures de refroidissement en nid d'abeilles en cours de développement permettront d'améliorer les temps de cycle thermique des outillages par le passage d'un fluide calorifuge sous pression, évitant ainsi la massivité des outillages de mise en forme classique. Un autre axe d'amélioration de temps de cycle pour la mise en forme des composites est l'injection haute pression de résine plus fluide et plus réactive.

## IV - Synthèse des performances

**Les besoins industriels des prochaines années se situent dans la réalisation de pièces mécaniques structurelles plus légères.** La fabrication de telles pièces passe par une optimisation des géométries mais aussi des caractéristiques mécaniques spécifiques du produit. Une amélioration des matériaux est plus qu'envisageable dans la conjoncture d'allègement des structures, et une solution à cette problématique est l'utilisation de matériaux composites thermoplastiques à fibres continues.

Un grand nombre de procédés de mise en forme composite permettent la réalisation de pièces à hautes performances mécaniques à des cadences faibles et non adaptées au secteur de l'automobile. Ces procédés, comme l'enroulement filamentaire ou le drapage, sont présentés dans la figure 12.

**Le défi industriel présent, dans l'aéronautique et surtout dans l'automobile, est la réalisation de pièces structurelles plus légères, en composite, à des cadences élevées.** Le mariage entre performances mécaniques et cadences de production élevées passe par l'utilisation des thermoplastiques renforcés par des fibres continues nommées CFRT (Continuous fiber reinforced thermoplastic).

Des problématiques technologiques sont d'ores et déjà identifiées dans le placement des fibres continues à haute vitesse, dans le cadre de développement d'autres procédés comme l'enroulement filamentaire.

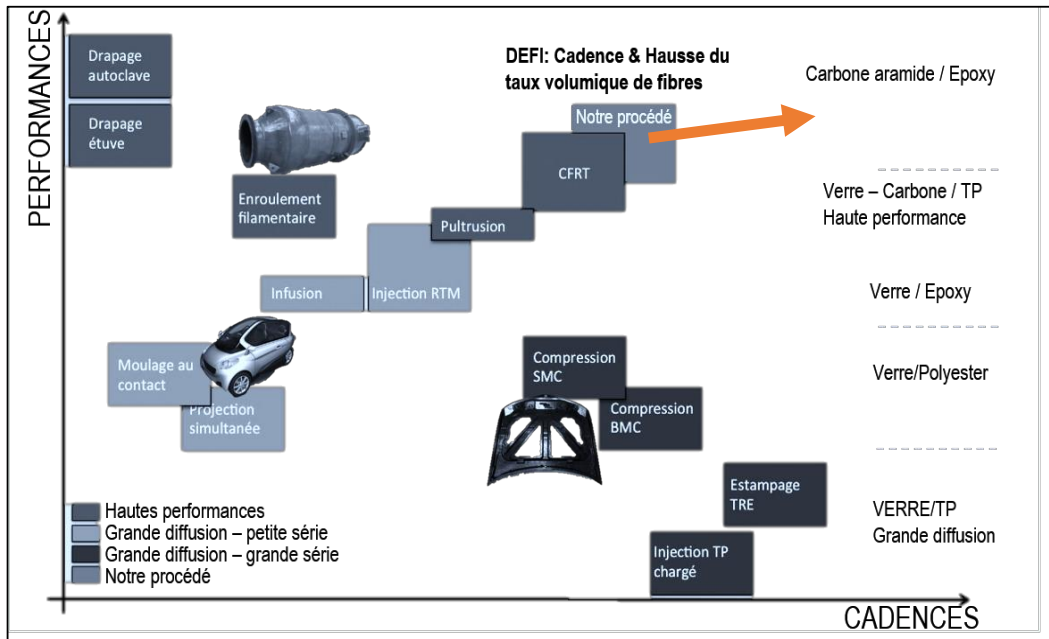


Figure 12 : Classement des procédés de mise en forme selon la cadence et les performances mécaniques

Cette thèse présente un procédé de mise en forme CFRT (Continuous fiber reinforced thermoplastic) ayant pour objectif la réalisation de pièces structurales à des cadences élevées (flèche orange sur la figure ci-dessus).

La réalisation de pièces structurales massives est possible par le développement d'un procédé répondant au cahier des charges suivant :

- utilisation maximale de l'anisotropie du composite en fonction des cas de changement
- mise en place de propriétés morphologiques complexes (maîtrise de la mise en position des fibres et de leur placement lors du procédé de mise en forme)
- réalisation de pièces à des cadences de production élevées

## V - Procédé de fabrication de l'étude

Le sujet de cette thèse est la contribution au procédé de mise en forme EPITHER, développé par un consortium.

### V) 1 - Historique

L'objectif des travaux de thèse est de contribuer à la définition du procédé de mise en forme composite massif EPITHER. Il s'agit d'un procédé développé dans le cadre d'un consortium entre trois partenaires :

- AM Valor (filiale recherche et valorisation de Arts et Métiers ParisTech)
- Institut de Soudure (anciennement PPE)
- SETFORGE du groupe Farinia.

Ce procédé a été imaginé depuis 2010 avec notamment le dépôt d'un premier brevet français en 2011 et d'un second brevet, quant à lui européen, en 2015. L'objectif du consortium est de développer un procédé de mise en forme de pièces composites massives, à hautes caractéristiques spécifiques, afin de réaliser des pièces à utilisation structurelle dans l'automobile comme dans l'aéronautique. Au départ, l'idée de ce procédé est venue de la rencontre entre un industriel de la forge et un industriel du composite. La transposition des méthodes de forge, pour la réalisation de pièces en composite massif, s'inscrit aujourd'hui dans la diversification des activités des industriels de la sidérurgie. Dans un souci de réduction des coûts une transposition des méthodes utilisées en forge est aujourd'hui envisagée. L'utilisation de l'anisotropie, à l'avantage du concepteur, est connue dans les domaines de la forge à froid à travers la gestion du fibrage des pièces forgées. (CF figure 13 ci-dessous).



Figure 13 : Fibrage de pièces en acier

Le concept de la mise en forme est simple ; une préforme morphologiquement simple est enroulée et pré-consolidée, elle est ensuite chauffée à température de fusion, déplacée dans un moule isotherme à une température inférieure à la température de cristallisation du thermoplastique, puis finalement mise en forme afin de supprimer les porosités et de lui donner des propriétés morphologiques plus complexes.

Le développement de ce nouveau procédé appelé EPITHER comporte un ensemble d'axes de recherche comme la stratégie d'enroulement des fibres continues, la préhension des préformes à fusion et le formage isotherme du composite. Un certain nombre de procédés présentent des problématiques similaires, comme la gestion de la tension des fibres dans les méthodes de mise en forme. La connaissance et la compréhension de ces problématiques permet une meilleure stabilité du procédé, ainsi qu'une gestion optimisée des caractéristiques mécaniques.

## V) 2 - Procédés actuels de mise en œuvre des thermoplastiques

Deux méthodes ont été étudiées pour réaliser les pièces selon le procédé EPITHER, en fonction de la matière première utilisée, des thermoplastiques. Cette matière première peut être disponible comme une bobine de fibres co-mêlées, avec un thermoplastique déjà enroulé avec la fibre de carbone ou de verre. Il s'agit de la voie fondue. La voie sèche, quant à elle, correspond à l'enroulement de fibres sèches, puis l'injection de résine lors de l'étape de préformage. Cette voie a été écartée au fur et à mesure des travaux par sa difficulté de mise en œuvre. En effet l'injection de pièces sèches complexes s'avère très difficile ; les chemins préférentiels de résine sont difficilement gérables et se montrent très problématiques dans le remplissage homogène de la pièce. Quelle que soit la méthode, deux opérations bien distinctes sont à l'origine du procédé de mise en forme EPITHER et sont présentées sur la figure 14.

- **Première opération** : réalisation d'ébauche simple par enroulement de fibres continues, puis finition de la préforme par **voie sèche** (injection de résine une fois les fibres sèches placées dans le moule) ou **voie fondue** (imprégnation en continu ou semi produit co-mêlé). L'ébauche ou préforme se veut comme morphologiquement simple et facilement réalisable. Elle peut être pré-consolidée ou non.

- **Deuxième opération** : forgeage de la pièce composite pour finition de la morphologie des pièces

Dans cette opération la remontée de nervures ou de rainures permet de donner des résistances spécifiques aux pièces. Cette mise en forme finale

permet de réduire le taux de porosités afin d'atteindre les critères d'acceptabilité des domaines automobiles et aéronautiques.

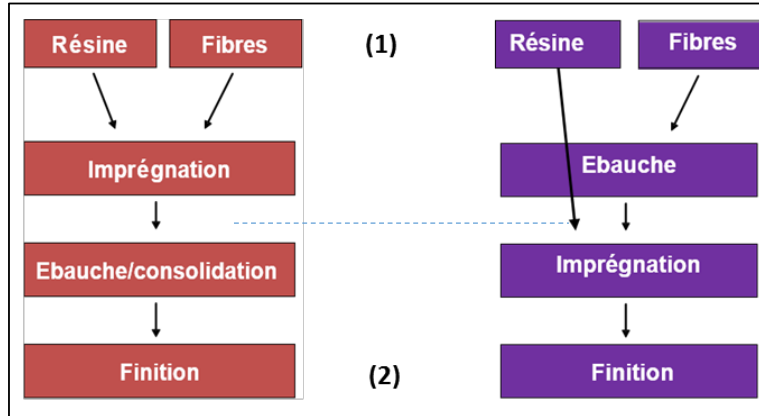
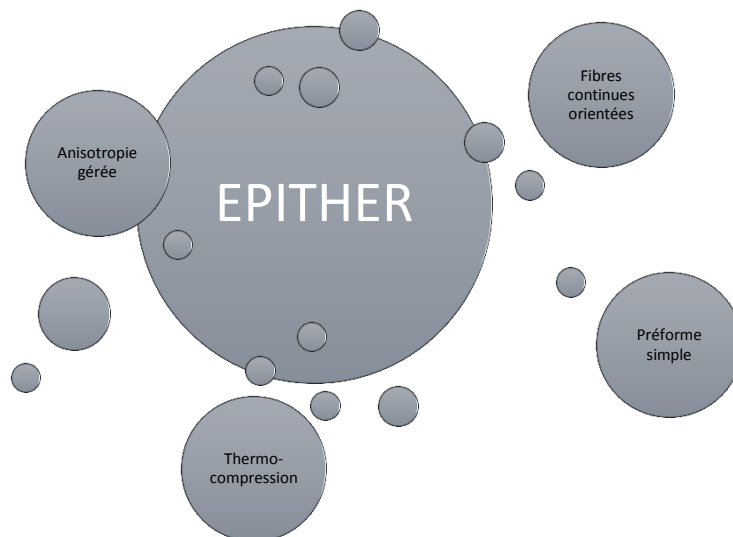


Figure 14 : Deux voies de fabrication des pièces EPITHER

### V) 3 - Problématiques similaires dans les procédés existants

Le procédé développé correspond à une thermocompression de composite épais et non de plaques. Cette thermocompression est réalisée sur des pièces à fibres continues dont l'orientation est choisie au mieux par le concepteur afin d'utiliser au mieux l'anisotropie finale de la pièce. Cette thermocompression doit apporter des propriétés morphologiques spécifiques sans perdre l'orientation des fibres ni la tension qui leurs est appliquée lors de l'opération de préformage. Un ensemble d'idées gravitent autour de ce nouveau procédé de mis en forme comme l'orientation des fibres continues, le préformage ou la réalisation de thermocompression massive.



Ces idées se retrouvent en dans un certain nombre de procédés existants.

- La gestion de l'anisotropie et l'orientation des fibres continues est une problématique étudiée dans l'enroulement filamentaire, visant la réalisation, en général, de réservoir ou de tubes en composite (Hahn, Kempner and Lee, 1993). L'enroulement filamentaire est un procédé à présent connu et une des problématiques, qui lui est couramment associée, est la gestion de la tension d'enroulement des fibres.
- La prédictibilité du mouvement des fibres lors de la mise en forme est une problématique couramment associée au procédé de thermocompression de plaques, mais aussi SMC et BMC. L'étude des mouvements des fibres continues en thermocompression n'est que très peu présente dans la littérature et sont généralement assimilée à des mouvements fluides sans coefficient de friction avec l'outillage. (Balasubramanyam, Jones and Wheeler, 1989)

L'identification des besoins industriels a permis de déterminer un ensemble de procédés connexes à notre étude. Ces procédés possèdent leurs problématiques propres qui peuvent parfois être comparées à celles rencontrées dans le procédé EPITHER mais aussi des pistes de solution. Une comparaison directe avec l'existant est nécessaire pour identifier les problématiques et verrous scientifiques de la thèse, auxquelles ne répondent pas les études existantes.

## VI - Etat de l'art

Dans l'état de l'art, il est nécessaire dans un premier temps de rappeler les différentes échelles d'observation du composite, allant de l'observation nanoscopique à structurale, afin de comprendre à quel niveau d'intégration se situent les différentes études présentées dans les différents points présentés.

Par la suite, le procédé EPITHER est comparé aux différents procédés incluant des notions de tension de fibres continues et l'apport de la précontrainte des fibres est évalué dans une certaine limite. Les phénomènes de mouvements de fibres, appelés dans la littérature «Squeezing flow », sont mis en avant ainsi que les modèles de consolidation composite courant.

## VI) 1 - Les différentes échelles d'observation du composite

Il existe cinq niveaux d'intégration dans l'observation des composites. Ces niveaux d'intégration sont présentés sur la figure 16, ci-dessous. À chaque niveau d'intégration une observation différente est nécessaire.

L'aspect multi échelles des composites est nécessaire dans la simulation mécanique des pièces composites. En effet, le modèle à une échelle structurelle est souvent lié à une homogénéisation d'un modèle réalisé à une échelle mésoscopique, qui correspond à un pli composite. L'échelle macroscopique montre plusieurs plis orientés et l'échelle structurelle détermine la pièce finale. Dans cette thèse, les caractéristiques étudiées comme les taux de porosités peuvent s'observer à des échelles microscopiques comme macroscopiques et correspondent respectivement à des micros porosités et à des macros porosités. Ces porosités seront présentées dans le chapitre suivant.

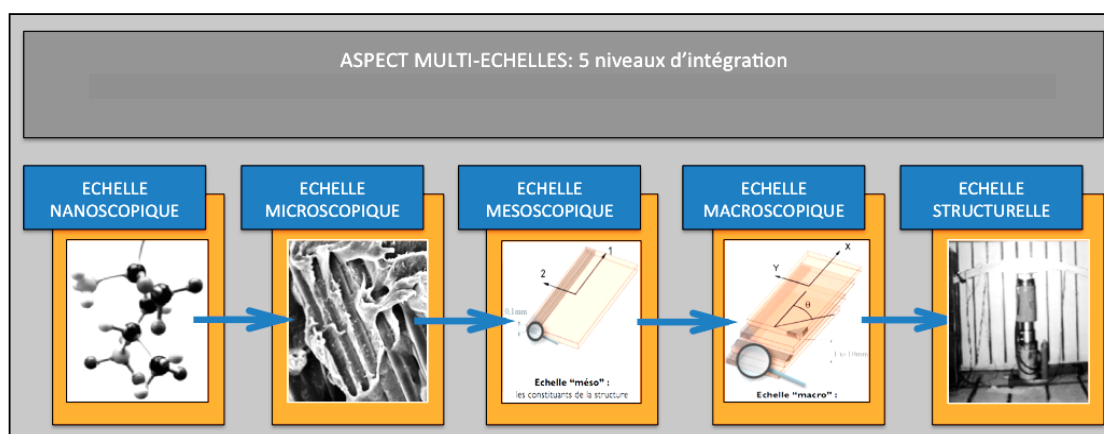


Figure 15 : Aspect multi-échelle des composites

## VI) 2 - Procédés connexes et problématiques liées

### VI) 2) 1 - Procédés de forgeage de composite

La dénomination forgeage de composite a été utilisée dans quelques cas ces dernières années. Il ne s'agit évidemment pas de forgeage, qui correspond à une déformation plastique du matériau, mais plutôt d'une thermocompression spécifique. Les procédés développés par Duqueine, Forged Composite (Feraboli *et al.*, 2010) ou Carbone Forgé, correspondent à des thermocompressions de composite à fibres longues, afin d'obtenir des pièces netshape, à utilisation semi structurelle. Les applications sont très rares et se sont limitées, pour le moment, aux loisirs et sports mécaniques. L'ensemble des procédés correspondant à une dénomination « carbone forgé » sont présentés sur la figure 16.

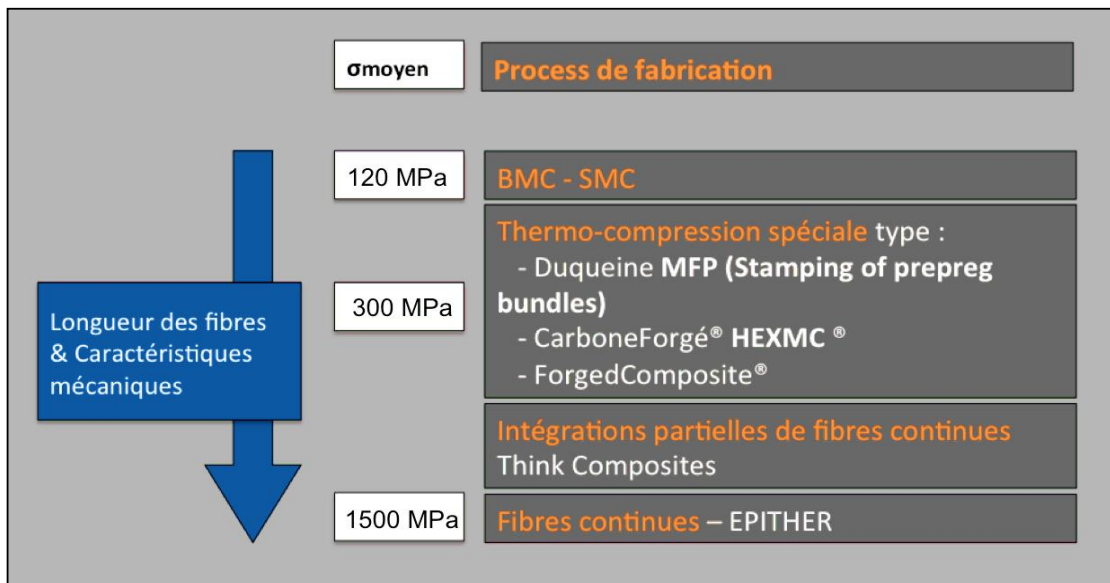


Figure 16 : EPITHER et Forgeage de composite existant



Figure 17 : Pédalier Carbone Forgé

Une pièce structurale réalisée par carbone forgé est présentée dans l'illustration, figure 17, ci-dessous. Il s'agit d'un pédalier ayant la spécificité de posséder des inserts mis en place lors de la mise en forme. D'autres pièces ont été réalisées via cette thermocompression spéciale et notamment des triangles de suspension pour Lamborghini via la société Forged-composite. Ces productions sont cependant à l'état de prototypes et restent très sporadiques. Les résistances

mécaniques sont par ailleurs inférieures à celles souhaitées dans le procédé EPITHER utilisant des fibres continues dans son ensemble.

VI) 2) 2 - Comparaison aux différents procédés incluant la problématique de tension de fibres

L'enroulement filamentaire correspond à la phase d'ébauche dans le procédé de mise en forme EPITHER. Le principe est relativement simple : une mèche de fibres (tous les types de fibres sont utilisés ; mais en général il s'agit de carbone ou de verre) est pré-impregnée d'une résine thermoplastique/thermodurcissable puis est enroulée



selon un certain angle autour d'un moule. Il s'agit de pièces de révolution de type « réservoir ou tuyaux ». Le couple résine/fibre est comprimé pour éviter les porosités et bien placer la fibre, puis est polymérisé à l'aide d'un système chauffant. Ce procédé industriel est un des rares utilisant une seule mèche de fibres continues. Il présente un intérêt certain pour les problématiques rencontrées dans le travail de thèse de par sa spécificité ; les modes de ruptures, qu'ils soient entre fibre et fibre, ou de délaminages entre la fibre et la matrice, sont caractérisés lors d'essais de résistance du matériau.

Ainsi, l'enroulement filamentaire présente un certain nombre de problématiques scientifiques, et il est possible de citer de plusieurs thématiques étudiées à travers les publications :

- La caractérisation des modes de ruptures du matériau composite;
- L'influence de la tension des fibres sur les caractéristiques mécaniques du matériau. Il s'agit du thème d'étude de (Mertiny and Ellyin, 2002)
- La modélisation par éléments finis du procédé d'enroulement filamentaire. Cette modélisation est possible via la création d'un modèle multi-échelles équivalent comme explicité dans le chapitre de modélisation des composites. Il s'agit du thème d'étude de : (Zhao *et al.*, 2001)

Dans le cas de la réalisation d'un réservoir, figure 18, les problématiques telles que l'influence de la précontrainte lors de l'enroulement, ont fait l'objet de simulations numériques et calculs analytiques (pour par exemple comprendre la contrainte imposée par la succession des couches de composite); d'essais mécaniques sur des matériaux composites précontraints ainsi que des analyses micrographiques sur échantillons.

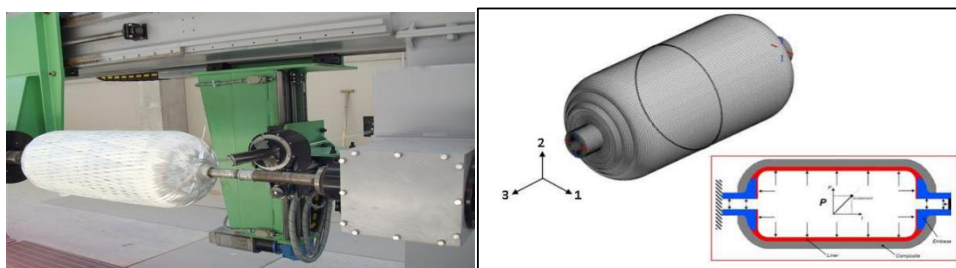


Figure 18 : Enroulement filamentaire d'un réservoir & simulation

#### Principe de fonctionnement de l'enroulement filamentaire

Les mèches de fibres subissent une pré-imprégnation (si elles ne le sont pas déjà) à travers un procédé de bain solvant. Ces fibres sont ensuite guidées et enroulées autour d'un mandrin rotatif. (Cf Figure 19) Plusieurs couches sont appliquées autour du moule, avec différents angles d'enroulement afin de créer un matériau résistant

aux contraintes dues à la pression interne du réservoir, aux chocs et à la fatigue du matériau qui peut se créer à la suite des cycles de remplissage. La polymérisation se fait au moment de l'enroulement via un système de chauffe et parfois compression des fibres. L'enroulement peut se faire de différentes façons en fonction des nécessités d'empilement de la pièce; les paramètres clé étant : l'angle d'enroulement et la force/vitesse d'enroulement comme présenté dans la figure 19 ci-dessous issue des techniques de l'ingénieur (Krawczak, 2002)

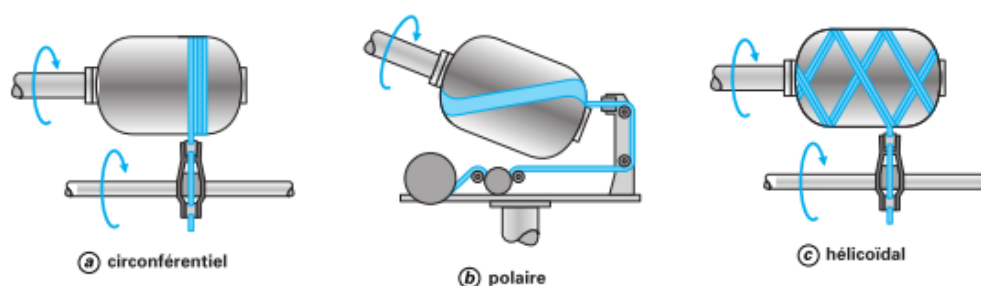


Figure 19 : Principe de l'enroulement filamentaire

#### Plusieurs types d'enroulements filamenteux

Les modes d'enroulements répondent à des critères de résistance à la contrainte différents et sont ainsi définis en fonction de l'outillage, de l'usage et de l'application. Il existe 3 types d'enroulement filamentaire ; l'enroulement polaire, l'enroulement circonférentiel, l'enroulement hélicoïdal comme présenté sur la figure 19.

L'exemple de l'enroulement filamentaire n'est pas anodin. Il s'agit d'un procédé connu, utilisant des fibres continues en optimisant l'anisotropie en fonction du cas de chargement défini dans le cahier des charges. Les techniques d'enroulement et la technologie utilisée dans le domaine de l'enroulement filamentaire fournissent une bonne approche à la réalisation de pièces simples, dans le cadre du procédé connexe à cette étude.

#### Verrous scientifiques associés

L'enroulement filamentaire est un procédé de fabrication à présent connu, maîtrisé pour certaines applications industrielles. Au cours de son développement, un certain nombre de verrous ont dû être résolus pour bien le maîtriser. C'est ainsi que des méthodes de simulation spécifiques ont été développées sur les lois de micromécaniques présentes dans les études des matériaux composites. Les

problématiques scientifiques liées à l'enroulement filamentaire peuvent être résumées des manières suivantes :

- L'optimisation des stratégies d'enroulement;
- L'influence des paramètres procédés comme la vitesse ou la force d'enroulement sur la résistance de la pièce et sa santé matière;
- L'optimisation de la simulation par éléments finis de pièces réalisées par enroulement filamentaire (Création de matériaux homogènes en fonction des directions d'enroulement);
- La création de critères spécifiques à ces modes de rupture;

La précontrainte des fibres dans le procédé d'enroulement filamentaire présente une importance capitale pour gérer les caractéristiques mécaniques de la pièce, mais aussi son taux volumique de fibres. On peut par exemple citer le travail de thèse de (Thomas, 2011), qui s'est intéressé aux mécanismes d'endommagement d'un réservoir de stockage de gaz réalisé en enroulement filamentaire, avec comme renfort un carbone HR (Haute résistance) et une matrice polyamide. Le procédé expérimental a été mis en place, avec différentes trajectoires d'enroulement, des caractérisations mécaniques à la rupture par essais de traction sur anneaux composites, ainsi que des simulations numériques par éléments finis.

#### VI) 2) 3 - Précontrainte des fibres

##### La précontrainte dans les plaques

Un certain nombre d'études, et notamment dans l'enroulement filamentaire, permettent de donner des éléments de réponse à la question : "Pourquoi précontraindre les fibres ?". Cette question a été abordée dans différents travaux de thèse comme par exemple dans le travail de (Motahhari, 1998), mais aussi, plus récemment dans la thèse de (Krishnamurthy, 2006). Les objectifs généraux sont de définir l'apport des pré-tensions des fibres dans les propriétés du matériau, mais aussi de comprendre les différentes méthodes disponibles pour réaliser des composites précontraints. Il faut, par ailleurs, réaliser une comparaison avec le matériau envisagé pour réaliser le projet de thèse ; du PEEK/PEKK (polyétheréthercétone/polyéther-kétone-hétone) ou du PPS (Polysulfure de phénylène) pour la partie aéronautique. Lors de l'enroulement des préformes, dans le procédé connexe à notre étude, la précontrainte des fibres peut avoir une influence capitale sur les propriétés morphologiques et mécaniques de la pièce. La tendance, liée à cette précontrainte lors de l'enroulement, doit être identifiée via les recherches bibliographiques sur les contraintes de fibres.

### Analogie avec le béton précontraint

La précontrainte du béton permet au matériau de résister efficacement aux contraintes mécaniques comme la traction ou la flexion présentes dans les modes de charges usuels rencontrés dans le domaine du génie civil. La figure 20 ci-dessous présente une analogie entre béton et composite.

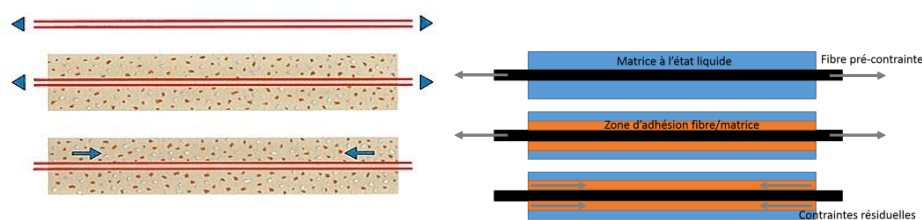


Figure 20 : Analogie béton (à gauche, cours béton précontraint) et composite (à droite)

Le principe est simple ; le béton armé (avec l'acier faisant office de renfort) subit plusieurs changements lors de sa conception comme présenté dans la figure 20 ci-dessus. Dans le cas d'un pont ; les renforts d'aciers sont contraints, le liant se fige, et les contraintes dans le béton sont libérées. L'équilibre mécanique est atteint, et les renforts métalliques précontraints appuient sur le béton, l'obligeant à travailler en compression. Ce procédé est particulièrement efficace car le béton est un matériau supportant très mal les efforts de traction (qui sont présents dans la moitié de la géométrie lors d'une flexion, dans la partie basse).

Les différences de caractéristiques thermomécaniques entre la fibre et la résine entraînent des variations non négligeables dans les conceptions de pièces composites. L'idée utilisée pour les matériaux composites est très similaire. La précontrainte des fibres, la polymérisation, la relaxation des contraintes des fibres et ainsi la compression de la matrice imposée par l'équilibre statique d'une pièce permet, selon les études (Krishnamurthy, 2006), d'obtenir une meilleure liaison renfort/matrice, mais aussi une nette amélioration des caractéristiques mécaniques. Les mécanismes en jeu dans la réalisation du béton précontraint peuvent ainsi être appliqués au composite, mais dans une certaine limite, bien sûr, celui du comportement des plaques composites (pièces fines). En effet les études pratiques ne permettent pas d'appliquer ces principes aux pièces composites massives (Rien n'a été testé d'après les études bibliographiques trouvées jusqu'à présent).

## Méthode de précontrainte

L'ensemble des études proposant la réalisation de pièces composites, à base de résine thermodurcissable ou thermoplastique, se concentrent essentiellement sur des géométries simples, permettant la caractérisation mécanique rapide, comme les plaques. Celles-ci offrent la possibilité de découper d'éprouvettes de traction/flexion normalisées, tout en utilisant un outillage simple (réduisant ainsi les coûts d'usinage). La matrice la plus couramment utilisée est l'époxy, mais dans le cadre des travaux présentés dans ce manuscrit, bien sûr, seulement des thermoplastiques (permettant le thermoformage) sont utilisés. La recherche bibliographique a permis de regrouper une grande partie des méthodes de réalisation de plaques composites à partir de fibres précontraintes ; elles ont l'avantage de fournir des résultats variés présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 3 : Ensemble des études prenant en compte la précontrainte des fibres

Auteur(s)	Année	Matériau	Objectif	Méthode	Résultats
Tuttle	1988	CA + Epoxy	Trouver l'influence de la précontrainte sur les contraintes résiduelles du matériau	/	Avec des taux volumiques de fibres arrivant à 60%, les effets de température et de polymérisation entraînent des contraintes résiduelles importantes. Précontraindre les fibres diminue cet effet (de 24MPa à 0,98MPa)
Jorge et al	1990	Verre + polyester	Caractéristiques mécaniques, sens unidirectionnel	Poids	Seuil limite de précontrainte de fibres au-dessus duquel la contrainte maximale admissible finale du matériau ne change plus. L'analyse des ruptures ne présente pas de différences entre la matière précontrainte et celles qui ne l'est pas
Shulte et Marissen	1992	CA + Epoxy	Caractéristiques mécaniques, sens unidirectionnel	V-Slot	Amélioration de la contrainte admissible et de l'allongement maximum d'environ 3%
Rose and Whitney	1993	CA + Epoxy	Modèle mathématique et mesure de la première rupture	Enroulement filamentaire	La contrainte à la rupture du premier ensemble augmente de 29% avec une précontrainte de 700MPa
Sui et al	1995	VIRALL (hybride)	Caractéristiques mécaniques, sens unidirectionnel	Thermocompression	Augmentation de certaines caractéristiques mécaniques (Young, contrainte à la rupture), mais diminution de l'allongement à la rupture
Tuttle et al	1996	CA + Epoxy	Caractéristiques mécaniques, sens unidirectionnel & fracture transverse	Cylindre hydraulique	Meilleure accroche de la matière qui permet de réduire le délaminage
Motaharri et Cameron	1997-1998-1999	Verre + Epoxy	Contrainte résiduelle, impact et flexion	Machine tension horizontale	Reduction des contraintes résiduelles, +33% d'amélioration à la résilience, amélioration de la résistance à la flexion
Zhao et Cameron	1998	Composé verre et PP	Caractéristiques mécaniques, sens unidirectionnel	Fibre alignment rig	Amélioration de la contrainte admissible et de l'allongement maximum d'environ 20%, amélioration de la résistance au délaminage d'environ 10%
Hadi et Ashton	1998	Verre + Epoxy	Caractéristiques mécaniques, sens unidirectionnel à différents taux de fibre	Enroulement filamentaire	Amélioration de la contrainte admissible et de l'allongement
Dvorak et Surorov	2000	Verre + Epoxy	Modélisation mathématique du phénomène de précontrainte de fibres et de ses influences	/	
Jevons et al	2002	Verre + Epoxy	Impact à faible vitesse, tissé	Biaxial loading machining	Faible amélioration de la résistance à l'impact
Krishnamurthy	2005-2006	Verre + Epoxy	Caractéristiques mécaniques, sens unidirectionnel, évaluation des capteurs d'efforts pour caractériser le matériau	Machine tension horizontale	Amélioration des caractéristiques mécaniques, notamment la fatigue
Schlichting et al	2010	Résines dentaires	Résistances à la flexion	Poids	Amélioration de la raideur du matériau, de la flèche maximale et de la résistance à la flexion sur des très petites éprouvettes (2mm*25mm) avec des précontraintes allant jusqu'à 300N (taux volumiques de fibres bas)

Très peu de cas d'études ont été réalisés avec des matériaux thermoplastiques. (Zhao and Cameron, 1998) ont utilisé un co-mélé Verre/Polypropylène, permettant d'obtenir des améliorations intéressantes des caractéristiques mécaniques. Ces thèses et publications comme celles de (Bekampienė, Domskienė and Širvaitienė, 2011)

représentent l'ensemble des cas d'expérimentation mise en place pour comprendre l'influence de la tension des fibres ; comme unique variable dans la fabrication de composites. Dans les cas d'enroulement filamentaire, la tension des fibres est considérée comme une variable, dépendant essentiellement de la force et de la vitesse d'enroulement. Les rares cas d'utilisation de matrices thermoplastiques n'ont cependant pas permis de comprendre l'évolution de la tension des fibres suite au procédé de thermoformage, point essentiel de notre projet.

Toutes les méthodes de précontraintes présentées dans la partie précédente permettent de mettre en avant l'influence de la tension des fibres, dans la réalisation de pièces simples. La plupart des études réalisées jusqu'à présent concernent des plaques composites, précontraintes à différents niveaux. Les essais ont été réalisés principalement avec des fibres de verre et des résines thermodurcissables comme l'époxy. Ces essais ont, dans la majorité des cas, permis d'affirmer que la précontrainte des fibres apporte une augmentation significative des caractéristiques mécaniques, jusqu'à un seuil limite de précontrainte, après lequel ces caractéristiques se dégradent.

L'influence mécanique de la précontrainte des fibres est prouvée. Cependant de nombreuses questions restent en suspens concernant l'influence de cette action de précontrainte sur les renforts.

- Quelle est l'influence de la précontrainte des fibres sur les caractéristiques mécaniques d'une pièce plus complexe qu'une plaque (type biellette) ?
- L'influence d'un thermoformage après refroidissement du matériau précontraint. Dans quelles mesures se réaliserait le relâchement interne des contraintes ?
- L'influence de la précontrainte sur des pièces plus complexes, avec des rayons courts, sur la perméabilité du matériau.

Les conclusions générales de cette étude bibliographique sont donc :

- Améliorations quasi-systématiques des caractéristiques mécaniques des pièces (20-30%) grâce en grande partie à un meilleur alignement des fibres
- Améliorations des résistances au délaminage (contact fibre résine) & Amélioration des modes de destruction des pièces composites
- Très peu d'études ont été réalisées avec des thermoplastiques.
- Aucune étude trouvée ne s'est intéressée au thermoformage
- Aucune étude trouvée ne permet de comprendre le comportement de pièces plus massives dans le cas de thermoformages}

### VI) 3 - Mouvements des fibres dans un composite à l'état de fusion

Il existe plusieurs types de mouvements lors de la mise en forme du composite à température de fusion. Dans le cas des fibres continues, l'étude de (Barnes and Cogswell, 1989) discerne quatre types de mouvements comme présenté dans l'illustration, figure 21, ci-dessous. Le premier est le passage de résine à travers les fibres ; ce phénomène s'appelle la percolation. Le deuxième, qui correspond à une remontée de nervures dans le sens transversal aux fibres s'appelle « squeezing flow » et est défini dans les études de (Barnes and Cogswell, 1989) et (Balasubramanyam, Jones and Wheeler, 1989). Ce mouvement transverse des fibres est repris dans les études de (Shuler and Advani, 1996), qui ont intégré le thermoplastique à température de fusion comme un fluide non-newtonien.

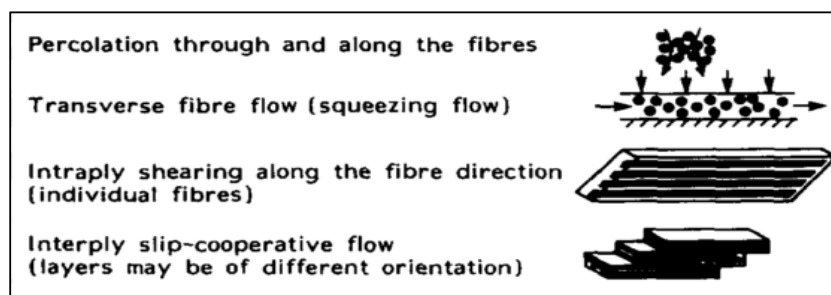
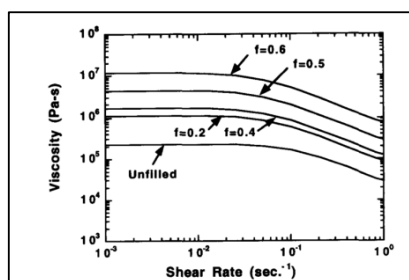


Figure 21 : Principaux mouvements relatifs fibre matrice (Barnes and Cogswell, 1989)

Un fluide non newtonien peut-être rhéo-fluidifiant, c'est-à-dire que sa viscosité diminue en augmentant le taux de cisaillement qui lui est imposé. À des taux de cisaillements bas, le caractère rhéo-fluidifiant des thermoplastiques à température de fusion n'apporte que très peu de changement dans l'imprégnation car la fluidité reste quasi constante, comme présenté dans le graphique ci-dessous issu des travaux de (Shuler and Advani, 1996).



Graphique 1 : Viscosité en fonction du taux de cisaillement, à différents taux volumiques de fibres

Cependant, à des vitesses plus élevées, qui peuvent être provoquées par des changements de forme soudains, cette caractéristique s'avère importante et doit être prise en compte.

## VII - Synthèse de l'état de l'art

Les matériaux composites sont qualifiables à différentes échelles d'observation. Dans le cas de la consolidation composite des défauts types sont observables ; les micros porosités à l'échelle microscopique et les macros porosités à l'échelle macroscopique. Un ensemble de procédés similaires au procédé de fabrication EPITHER ont été présentés dans l'état de l'art.

**Les procédés de mise en forme qui possèdent la dénomination forgeage de composites** sont des procédés de thermocompression spécifique de composites à fibres longues. Cela permet la réalisation de pièces d'habillement et de pièces semi structurelles telles qu'un pédalier d'automobile. Les résistances mécaniques proposées par ces procédés ne conviennent pas au cahier des charges défini pour la réalisation de pièces composites structurelles.

**Le procédé d'enroulement filamentaire**, utilisant lui des fibres continues, présente un certain nombre de problématiques présentées et développées par la suite. Le caractère massif de ces pièces enroulées provoque parfois des mouvements de résine de l'intérieur vers l'extérieur de la pièce, créant ainsi un gradient de taux volumique de fibres. Aussi, l'influence de la précontrainte des fibres dans la résistance mécanique finale a été démontrée via l'étude bibliographique. Une amélioration quasi systématique des propriétés mécaniques est permise via l'alignement des fibres lors de leur mise en tension. Cela impacte directement les résistances mécaniques spécifiques en les améliorant de 20 à 30 % (exemple pour le module de Young), et en améliorant aussi la résistance au délaminage grâce à un meilleur contact fibre résine. Cependant, l'absence notable d'études sur la précontrainte des composites à matrices thermoplastiques soulève un certain nombre de questions :

- que deviennent les précontraintes des fibres après thermoformage ?
- ces précontraintes évoluent-elles dans le temps ?
- la massivité des pièces a-t-elle une influence sur l'état contrainte interne de l'enroulement ?

**L'étude bibliographique des mouvements du composite avec un thermoplastique à température supérieure à celle de fusion** a permis de mettre en avant quatre modes de mouvement de la matière. La fibre étend indéformable, c'est la matrice qui entraîne ses mouvements composites. À un état de fusion sa viscosité correspond à celle d'un fluide non newtonien ; elle se fluidifie lorsque le taux de cisaillement qui lui est appliqué augmente. Ce comportement est décrit par des lois rhéologiques comme par exemple la loi de Carreau Yasuda. Ces lois sont imputables dans les logiciels de simulation de mise en forme et le logiciel CFD, mais demande des capacités de calcul importantes.



## VIII - Conclusion

La conjoncture actuelle oblige les constructeurs automobiles aéronautiques de s'orienter vers la réalisation de pièces structurelles plus légères, permettant ainsi une réduction des masses embarquées et donc à la fois une réduction des émissions de CO<sub>2</sub> et des consommations énergétiques. L'allègement des structures peut-être réalisé via une optimisation topologique ou une optimisation du matériau utilisé. Le composite donne une alternative intéressante de par ses résistances mécaniques spécifiques élevées. Cependant la mise en place des composites dans la réalisation de pièces structurelles soulève un certain nombre de problématiques. Dans un premier temps les lignes de fabrication doivent être repensées et adaptées aux métiers de la plasturgie et du composite. Dans un second temps, d'un point de vue conception, l'utilisation de composite dans la réalisation de pièces structurelles impose des efforts de calcul et de simulation de par le caractère fortement anisotrope du matériau. L'optimisation de l'anisotropie doit être pensée et appliquée via le placement de fibres continues afin de répondre aux cas de chargement imposé par le cahier des charges de la pièce. Le procédé proposé dans cette étude est un procédé de mise en forme composite visant la réalisation de pièces structurelles massives, en utilisant au maximum l'anisotropie du matériau par le dépôt de fibres sous tension mais aussi par la mise en place de morphologies complexes lors du passage de préforme à forme finale. Ce procédé de fabrication possède des similitudes avec les thermocompressions courantes via le mouvement des fibres lors de la mise en forme, mais aussi avec l'enroulement filamentaire qui impose aux concepteurs de définir des stratégies d'enroulement (chemin normal et tension).

Il en ressort, des différentes études bibliographiques réalisées, une méconnaissance de l'influence de la massivité des pièces dans le cas des thermocompressions. Seul quelque cas de pièces massives sont présentés et ne permettent pas de comprendre les modes de consolidation des pièces réalisables dans le procédé EPITHER. Par exemple, une question reste en suspens ; **y a-t-il un gradient de porosité ou de taux volumique de fibres sur la hauteur d'une pièce massive thermocompression ?**

L'écoulement des fibres continues, lors de la mise en forme, peut être corrélé à un certain nombre de lois et d'expériences citées dans la bibliographie. Cependant ces lois ne sont applicables que sur des fibres continues en absence de tension lors de la mise en forme, ce qui change complètement le modèle et ramène l'étude à la question suivante : **comment se comportent les torons tendus lors de la mise en forme afin d'obtenir des propriétés morphologiques spécifiques ?**

Les consolidations sous tension n'ont été étudiées que dans les cas de matrices thermodurcissables et dans le cas de plaques. Cela ne permet pas de comprendre le mode de consolidation permettant le passage d'une préforme enroulée sous tension à

une pièce finale morphologiquement plus complexe. Il est ainsi intéressant de répondre à la question suivante : **quels sont les modes et étapes de consolidation des préformes enroulées sous tension à température de fusion lors de la mise en forme ?**

## IX - Liste des figures et bibliographie

Figure 1 : Principe de l'optimisation topologique .....	14
Figure 2 : Classification des matériaux - CES Edupack .....	15
Figure 3 : Représentation d'un composite - livementor - définition d'un composite....	16
Figure 4: Différents couples composites, renforts, matrices et charges .....	18
Figure 5 : Pyramide d'utilisation des polymères - Dedienne Multiplasturgy .....	19
Figure 6 : Comparaison des différents matériaux en fonction de leur caractéristiques mécaniques – Source extérieure.....	22
Figure 7 : Evolution des caractéristiques mécaniques en fonction du taux volumique de fibres – thèse Motahhari .....	23
Figure 8 : Critère de Tsai.....	24
Figure 9 : Cadences et résistances mécaniques des procédés de fabrication composite- technique de l'ingénieur.....	25
Figure 10 : Cadence estimée des différents procédés de fabrication composite, source Techniques de l'Ingénieur / Renault .....	25
Figure 11 : Etapes générales de mise en forme .....	26
Figure 12 : Classement des procédés de mise en forme selon la cadence et les performances mécaniques .....	28
Figure 13 : Fibrage de pièces en acier .....	29
Figure 14 : Deux voies de fabrication des pièces EPITHER .....	31
Figure 15 : Aspect multi-échelle des composites .....	33
Figure 16 : EPITHER et Forgeage de composite existant.....	34
Figure 17 : Pédalier Carbone Forgé .....	34
Figure 18 : Enroulement filamentaire d'un réservoir & simulation .....	35
Figure 19 : Principe de l'enroulement filamentaire .....	36
Figure 20 : Analogie béton (à gauche, cours béton précontraint) et composite (à droite) .....	38
Figure 21 : Principaux mouvements relatifs fibre matrice (Barnes and Cogswell, 1989) .....	41

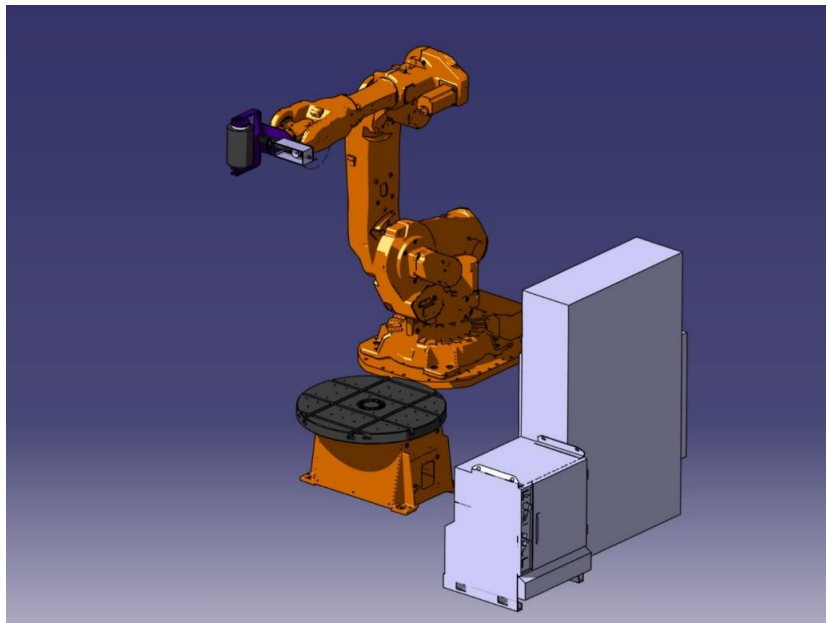
- Balasubramanyam, R., Jones, R. S. and Wheeler, a. B. (1989) 'Modelling transverse flows of reinforced thermoplastic materials', *Composites*, 20(1), pp. 33–37. doi: 10.1016/0010-4361(89)90679-4.
- Barnes, J. a. and Cogswell, F. N. (1989) 'Transverse flow processes in continuous fibre-reinforced thermoplastic composites', *Composites*, 20(1), pp. 38–42. doi: 10.1016/0010-4361(89)90680-0.
- Bekampienè, P., Domskienè, J. and Širvaitienè, A. (2011) 'The Effect of Pre-Tension on Deformation Behaviour of Natural Fabric Reinforced Composite', *ISSN 1392-1320 Material Science*, 17(1).
- Degeratu, S. and Bizdoaca, N. G. (2007) 'CONSIDERATIONS SUR LE DIMENSIONNEMENT DES PLAQUES COMPOSITES STRATIFIEES A MATRICE POLYMERE', pp. 435–438.
- Duysinx, P. (1996) 'Du milieu continu à la structure élastique'.
- Feraboli, P., Gasco, F., Wade, B., Maier, S., Kwan, R., Salmon, W., Masini, A., Deoto, L. and Reggiani, M. (2010) 'FOR THE SUSPENSION ARMS OF THE SESTO ELEMENTO', pp. 1–13.
- Hahn, H. T., Kempner, E. a. and Lee, S. S. (1993) 'The stress development during filament winding of thick cylinders', *Composites Manufacturing*, 4(3), pp. 147–156. doi: 10.1016/0956-7143(93)90099-T.
- Krawczak, P. (2002) 'Réservoirs haute pression en composites', *Techniques*.
- Krishnamurthy, S. (2006) 'Prestressed advanced fibre reinforced composites: fabrication and mechanical performance', (February).
- LE, T. T. N. (2011) 'Prevision De La Loi De Comportement Des Composites Bmc', p. 192.
- Mertiny, P. and Ellyin, F. (2002) 'Influence of the filament winding tension on physical and mechanical properties of reinforced composites', *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(12), pp. 1615–1622. doi: 10.1016/S1359-835X(02)00209-9.
- Mihaluta, M. (2011) 'Etude de la mise en œuvre industrielle d'un nouveau procédé de mise en forme de produits composites'.
- Motahhari, S. (1998) 'Fibre prestressed composites : A study of the influences of fibre prestressing on the mechanical properties of polymer matrix composites'.
- Picciorelli, N. and Giocosa, A. (2011) 'Les composites dans l'industrie automobile', *Techniques de l'ingénieur*, 33(0).
- Roy, A. K. and Tsai, S. W. (2014) 'Design of Thick Composite Cylinders', 110(August 1988). Available at: [http://pressurevesseltech.asmedigitalcollection.asme.org/data/Journals/JPVTAS/28303/255\\_1.pdf](http://pressurevesseltech.asmedigitalcollection.asme.org/data/Journals/JPVTAS/28303/255_1.pdf).
- Shuler, S. . and Advani, S. . (1996) 'Transverse squeeze flow of concentrated aligned fibers in viscous fluids', *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 65(1), pp. 47–74. doi: 10.1016/0377-0257(96)01440-1.
- Thomas, C. (2011) 'Etude des mécanismes d'endommagement des composites fibres de carbone / matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de type IV'.
- Zhao, J. and Cameron, J. (1998) 'Reinforced With Pre-stressed Glass Fibers', 19(3).
- Zhao, L., Mantell, S. C., Cohen, D. and Mcpeak, R. (2001) 'Finite element modeling of the ® lament winding process', 52.

# Chapitre 2 :

## Mise en place des méthodes expérimentales

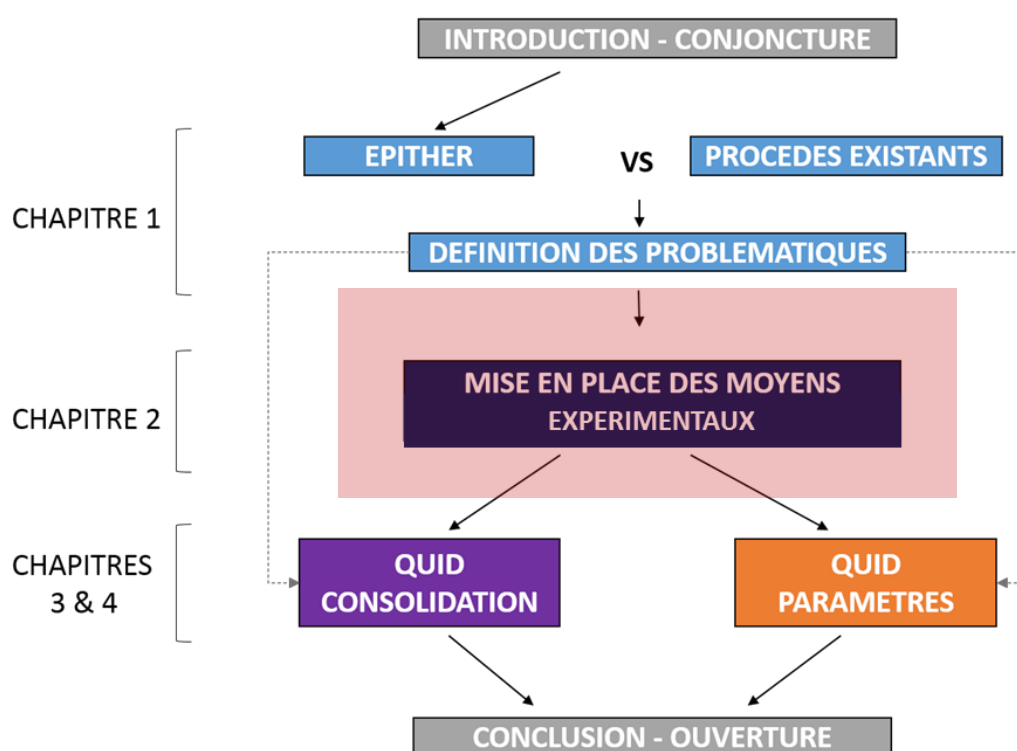
### MISE EN SITUATION :

L'objectif de ce chapitre est de présenter la démarche expérimentale établie afin de répondre aux différentes problématiques présentées dans le chapitre 1. Ce chapitre permet d'introduire les moyens de mise en forme utilisés ainsi que les moyens de contrôle sur les cylindres TOR.



## SOMMAIRE

I - INTRODUCTION	49
II - ETUDE MATIERE	50
II) 1 - <i>Présentation des différents types de matières</i>	50
II) 2 - <i>Comparaison des fibres</i>	52
II) 3 - <i>Choix du couple renfort / matrice</i>	52
II) 4 - <i>Caractérisation morphologique</i>	53
II) 5 - <i>Caractérisation mécanique</i>	54
II) 6 - <i>Caractérisation thermique</i>	56
III - MISE AU POINT EXPERIMENTALE	58
III) 1 - <i>Cahier des charges expérimental</i>	58
III) 2 - <i>Choix expérimental</i>	59
IV - PARAMETRES D'ENROULEMENT	70
IV) 1 - <i>Evaluations géométriques des paramètres d'enroulement</i>	70
IV) 2 - <i>Définition d'un zone d'acceptabilité</i>	71
V - EVALUATION DE LA MISE EN FORME	75
VI - EVALUATION DES PIECES	77
VI) 1 - <i>Données de sortie</i>	77
VI) 2 - <i>Contrôles de pièces</i>	78
VII - CONCLUSION	83
VIII - LISTE DES FIGURES ET BIBLIOGRAPHIE	84



## I - Introduction

Un certain nombre de questions restent en suspens après la réalisation de l'état de l'art. Les industries automobiles comme aéronautiques doivent s'adapter aux normes concernant l'émission de gaz à effet de serre à l'horizon 2020. Ceci nécessite un allègement des structures par une optimisation des formes et des matériaux. L'utilisation de composite dans la conjoncture d'allègement des structures se montre viable via l'utilisation de composite thermoplastique renforcé de fibres continues. Les pièces à utilisation structurelle doivent répondre, le plus souvent, à des cas de chargement complexe nécessitant à la fois une utilisation optimisée de l'anisotropie mais aussi la réalisation de produits avec des gradients morphologiques importants. À l'heure actuelle seuls quelques procédés permettent la mise en forme de telles pièces mais à des cadences qui ne sont pas adaptées aux besoins automobiles et ne répondant pas toujours à l'attente de produit structurel. La bibliographie réalisée dans le chapitre un a permis de mettre en avant un certain nombre de problématiques et verrous scientifiques qui ne sont pas traités dans l'état de l'art. Les différentes étapes de consolidation pour passer d'un état de préformé à un simple état de forme finale complexe ne sont pas décrits. L'influence de l'épaisseur et de certains changements géométriques ne sont par ailleurs pas mis en avant dans la littérature, ce qui pourtant permettrait de donner un caractère prédictif au(x) défaut(s) pouvant être rencontré(s) lors de la mise en forme. Pour répondre à ces questions, des méthodes expérimentales doivent être mises en place permettant de répondre aux différentes problématiques citées et en particulier par la réalisation de pièces expérimentales spécifiques simples dans un premier temps. Cela signifie que l'étude expérimentale doit permettre la fabrication de pièces composites épaisses, enroulées à tension constante, en une préforme simple. Cette préforme morphologiquement simple peut, selon l'outillage, après mise en forme, devenir une pièce finale à morphologie plus complexe.

Ce chapitre doit permettre d'introduire les différentes matières utilisables et le lot matériau choisi. Ce composite est ensuite caractérisé morphologiquement, mécaniquement et thermiquement afin d'obtenir l'ensemble des paramètres nécessaires à la mise en tension, à la mise en forme et à l'étude scientifique. Un cahier des charges expérimental est défini pour répondre à l'ensemble des problématiques citées à la fin du chapitre un. L'ensemble des éléments permettant de répondre au cahier des charges expérimental, à savoir l'outillage ainsi que les moyens de mise en forme, sont présentés et leurs répétabilités selon le cadre du protocole expérimental défini, sont évaluées.

Afin de comprendre et de valider l'ensemble des protocoles expérimentaux et des expériences associées, les moyens de contrôle et de caractérisation des pièces finies sont présentés à la fin du chapitre.

## II - Etude matière

### II) 1 - Présentation des différents types de matières

Dans le cadre du procédé du projet connexe à cette étude, les matières utilisées doivent être enroulées pour ensuite être consolidées ; il s'agit de la voie fondue. Il existe plusieurs types de fibres composites sur le marché, alliant fibre de carbone et résine. Les taux volumiques de fibres sont en général de 45 à 55 % avec des matrices thermoplastiques variables. Toutes ces matières correspondent à des états d'imprégnation différents allant d'un TAPE imprégné à cœur, à un ROVING possédant des fibres sèches, entourées d'une gaine de thermoplastique. (cf figure 1). Certains semi-produits se présentent dans des formes différentes, comme la fibre co-mêlée, dans laquelle s'entremêlent des fibres de thermoplastique avec des fibres de renfort.

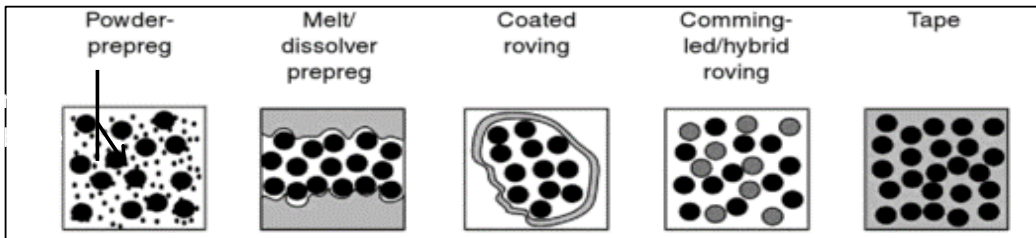


Figure 1 : Illustration des formes de matière

Dans le cadre de notre étude, trois types de matériaux peuvent être utilisés (semi-produits fournis par des partenaires historiques). Ils sont tous les trois composés de fibres de carbone ainsi que de thermoplastique mais ne présentent pas la même morphologie. Ils ont chacun un type de mise en forme et un type d'enroulement spécifique. Les trois matériaux utilisés sont 2 lots de fibres co-mêlées fournies par les sociétés par Schappe, COMFIL, et un roving appelé Towpreg, fourni par PORCHER. Les différentes matières ont été photographiées pour mettre en avant leurs différences morphologiques, fibres tissées, fibres non-tissées, partiellement aggloméré, etc. (cf figure 2).

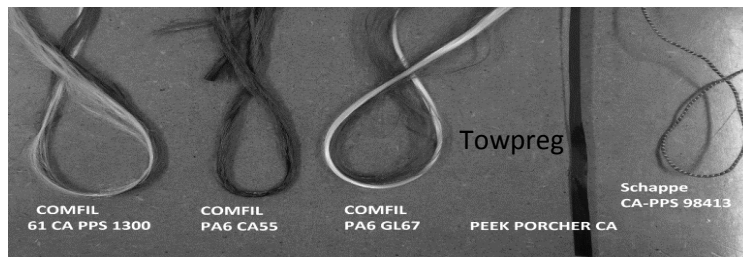
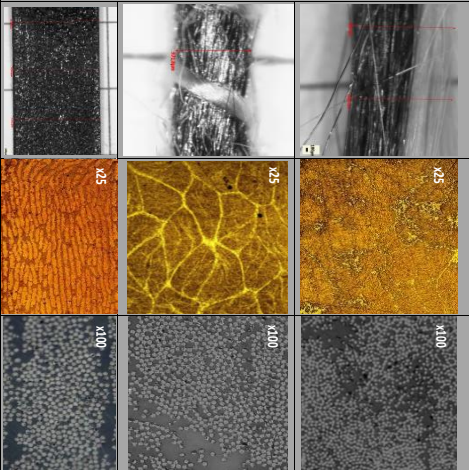


Figure 2 : Les matières disponibles pour l'étude



Type	Fournisseur	Forme	Déclinaison	Utilisation	Spécificités	THERMIQUE TP										MECANIQUE COMPOSITE					VUES MACRO ET MICRO											
			Pro-Trautau (K/°C)				Température de fusion [°C]	Température de cristallisation [°C]	Température de transition vitreuse [°C]	Température minimale d'utilisation [°C]	Température maximale d'utilisation [°C]	Conductivité thermique (W/m.K)	Spécific heat capacity (J/kg.°C)	Coefficient d'expansion thermique [1/°C]	[ $\Delta L/L_0 \Delta T$ ]	Lien DSC	Rm [MPa]	Allongement à rupture [%]	Module de Young [GPa]	Résistance à la flexion [MPa]	Déflexion maximum [%]	Module de flexion [GPa]	Micrographies									
Fibres co-mélangées continues	COMFIL	Touon	Aero	= 7	Fibres continues, pâte mélangée, filine des fibres	287	243	90	-40	240	0,54	1,15E+03	32,6				2330,9	1,1	94,5													
						CP16	544	= 4	220	/	55	-50	50	0,24	1,70E+03	90			1700,3	1,1	75,0											
						GP16	544	= 4	220	/	55	-50	50	0,24	1,70E+03	90			1090,4	1,1	20,8											
						CP15	Aero	= 7	287	243	90	-40	240	0,54	1,15E+03	32,6			1384	1,1	119,2	1392	1,4	100,6								
						CF15	Aero	= 75	348	304	150	-50	150	0,25	1,34E+03	55			1317,2	1,1	114,9											
						CP12	544	= 5/2,5	178	155	48	-50	90	0,26	1,70E+03	140			1385,5	1,1	120,2											
	Fibres co-mélangées crêpées	SCHAPPE	Touon	Aero	= 30	Fibres continues, pâte de Hiemag crêpées, sans adhésif	332	273	150	-50	150	0,25	1,34E+03	76			2382,1	1,1	105,2													
							CF15	Aero	= 75	323	304	155	-50	233	0,25	1,56E+03	55			2375,9	1,1	105,4										
	Tou-péris	PORCHER	Gilet plat	Aero	= 75	Fibres continues, pâte de Hiemag crêpées, sans adhésif	323	304	155	-50	233	0,25	1,56E+03	55			2375,9	1,1	105,4													



## II) 2 - Comparaison des fibres

Les lots de fibres disponibles peuvent être comparés selon plusieurs critères, déterminants pour l'ensemble des étapes d'enroulement et de mise en forme :

- Homogénéité avant mise en forme
- Homogénéité après mise en forme
- Facilité d'utilisation et d'enroulement
- Maintien de l'intégrité lors de la chauffe
- Orientation du toron
- Longueur des fibres

Ces critères de choix sont qualitatifs et parfois difficilement quantifiables ; c'est lors de la manipulation des fibres que l'opérateur peut se rendre compte de la facilité de mise en œuvre, en particulier l'enroulement, de telle forme de matière mais avec un mauvais maintien des fibres lors de la chauffe par exemple. L'ensemble des appréciations permettant le choix du matériau ont été rassemblées dans le tableau 1, ci-dessous. Les différents critères ont été évalués de la façon suivante : (++) correspond à une très grande facilité lors de l'utilisation (--) correspond à l'identification de difficultés lors de l'utilisation.

Tableau 1 : Evaluation qualitative des différentes matières

	Homogénéité avant mise en forme	Homogénéité MACRO après mise en forme	Homogénéité MICRO après mise en forme	Facilité d'utilisation et d'enroulement	Maintien de l'intégrité lors de la chauffe	Orientation du toron	Longueur des fibres
<b>COMFIL</b>	--	-	-	+	-	++	continues
<b>PORCHER</b>	--	-	++	-	++	-	continues
<b>SCHAPPE</b>	++	-	++	++	-	++	craquées

## II) 3 - Choix du couple renfort / matrice

Toutes les matières citées précédemment sont disponibles dans des déclinaisons aéronautiques ; les thermoplastiques étant du PPS, du PEEK ou du PEKK. Ce sont des matériaux qui possèdent des températures de fusion supérieure à 275 °C et qui présentent des températures d'utilisation maximale au-dessus de 200 °C. **La matière choisie est le lot de fibres co-mêlées craquées CA/PPS distribuée par**

**Schappe Technique pour sa facilité d'utilisation et d'enroulement.** (diamètre intérieur 50 mm et hauteur 60 mm) **Ces fibres composites ont montré une très bonne imprégnation à la suite de la mise en forme.**

Pour commencer l'ensemble des études, il est proposé de réaliser une série d'essais permettant de déterminer les caractéristiques manquantes, de qualifier et de quantifier les défauts de cette matière première.

## II) 4 - Caractérisation morphologique

Dans le cadre de fibres co-mêlées craquées C/PPS nous sommes dans une morphologie illustrée dans la figure 3 . Il s'agit de détailler les proportions de fibres et de polymères, leurs dispositions les uns par rapport aux autres et de donner des dimensions moyennes caractéristiques de ce fil composite.

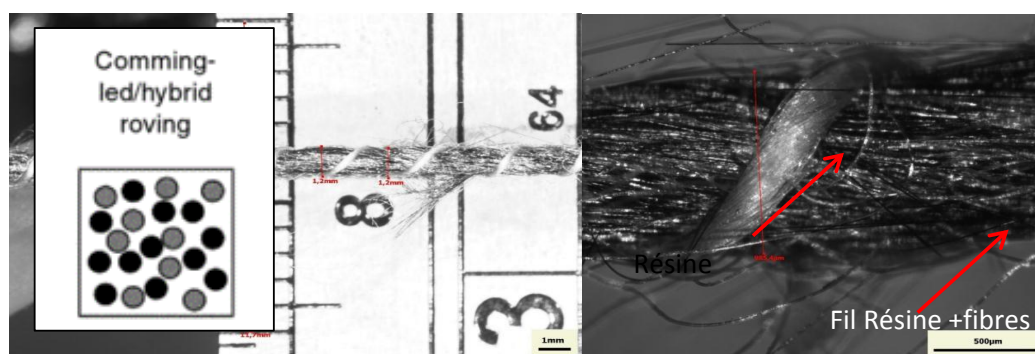


Figure 3: Vues macroscopiques de la matière première

La figure 3 montre les caractéristiques dimensionnelles et de dispositions. Il s'agit de fibres de 8 cm de long entremêlées avec un des fils de thermoplastique afin de permettre une bonne imprégnation lors de la mise en forme. Certaines irrégularités sont observables sur la fibre comme un écartement des hélicoïdales de thermoplastique, mais ce défaut est très rare et correspond en général à une portion de 20 cm très ponctuellement dans une bobine. Comme le montre la figure 3, ci-dessus, une fibre co-mêlée de CA/PPS fait environ 1 mm de diamètre et est constituée d'un grand nombre de fibres de carbone qui ont un diamètre individuel de 6  $\mu\text{m}$ .



Figure 4 : Fabrication fibres co-mêlées craquées et leur utilisation

Lors de leur processus de fabrication, comme l'illustre la figure 4, les fibres de carbone sont craquées, pour leur donner une souplesse d'utilisation, en des bouts de 4 à 12 cm. L'ensemble des fibrilles sont ensuite mélangées avec les fibres de thermoplastique pour obtenir un toron de fibres CA/PPS co-mêlées.

Ce toron est ensuite enroulé autour d'une bobine pouvant être utilisée comme produit fini ou permettant la fabrication de gaines, de tissus ou de pellets. Schappe avance de très bonnes résistances mécaniques pour ses fibres co-mêlées craquées consolidées sous la dénomination TPFL avec des résistances largement supérieures à celles annoncées pour des fibres courtes, dans le cas d'éprouvettes unidirectionnelles.

Quelques défauts peuvent apparaître dans une bobine comme une irrégularité de diamètre des fibres. Ce défaut apparaît dans le processus de fabrication du produit et n'est que très peu présent dans les bobines utilisées. Il s'agit d'un défaut ponctuel qui a mis à mal la tête d'enroulement développée et présentée par la suite.

## II) 5 - Caractérisation mécanique

### II) 5) 1 - Tenue en tension

Plusieurs tests mécaniques de tenue en tension de fibres ont été réalisés pour savoir s'il a un comportement linéaire lors du chargement. Ces tests mécaniques ont été réalisés de deux façons différentes ;

- par l'utilisation de poids morts
- mesure, par l'utilisation d'une machine de traction, et d'un montage destiné à l'analyse de fibres.

Sur la figure 5, 2 phases distinctes sont remarquables sur le tracé déplacement/force obtenue; la première entre 0 et 20N correspondant à l'alignement des fibres, et la seconde, linéaire quant à elle au-delà de 20N. Cette elongation modifie sensiblement la masse linéaire, et donc doit être prise en compte industriellement dans la maîtrise de la quantité enroulée.

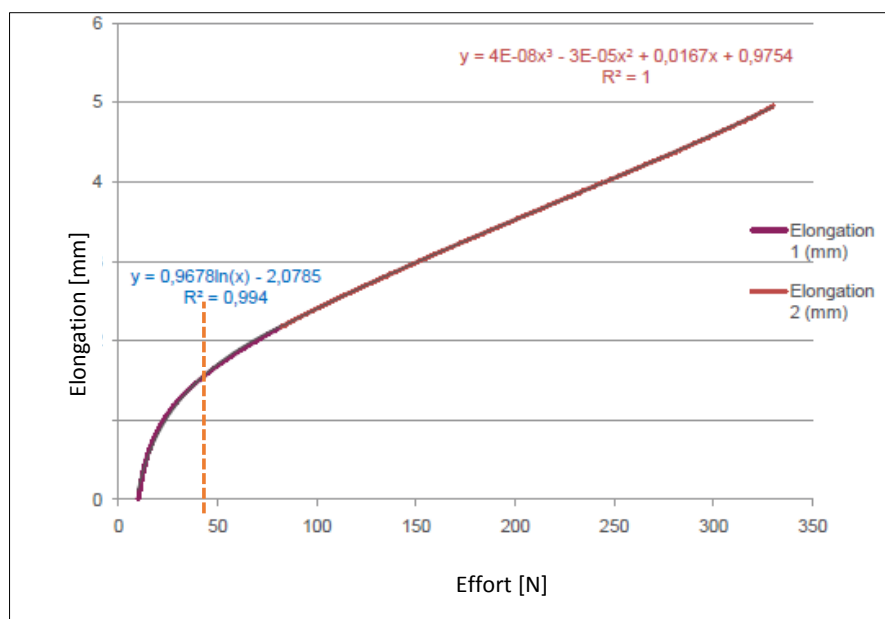


Figure 5 : Evaluation de l'influence de la tension sur l'élongation des fibres

## II) 5) 2 - Effet de la tension sur le diamètre

L'application d'une tension minimale d'enroulement (déterminée à 2mm dans les essais préliminaires d'enroulement) permet à l'ensemble des fibres de très bien se tenir. La tension maximale de la fibre lors de l'enroulement a été déterminée à 50 Newtons, tension après laquelle il commence à y avoir trop de frottements pour obtenir une fibre dans un bon état (arrachement, rupture, etc.). Le diamètre du toron varie très peu en fonction de la tension qui lui est appliquée lors de l'enroulement.

En effet, à une tension maximale d'enroulement correspondant à 50 Newton seulement 8 % de réduction de diamètre est observable correspondant à un réalignement des fibres dans le toron. Cet effet est observable dans la figure 6. Lors de ce réalignement l'angle entre les fibres tend vers des valeurs très basses, permettant ainsi au toron d'obtenir un diamètre inférieur au diamètre mesuré sans tension.

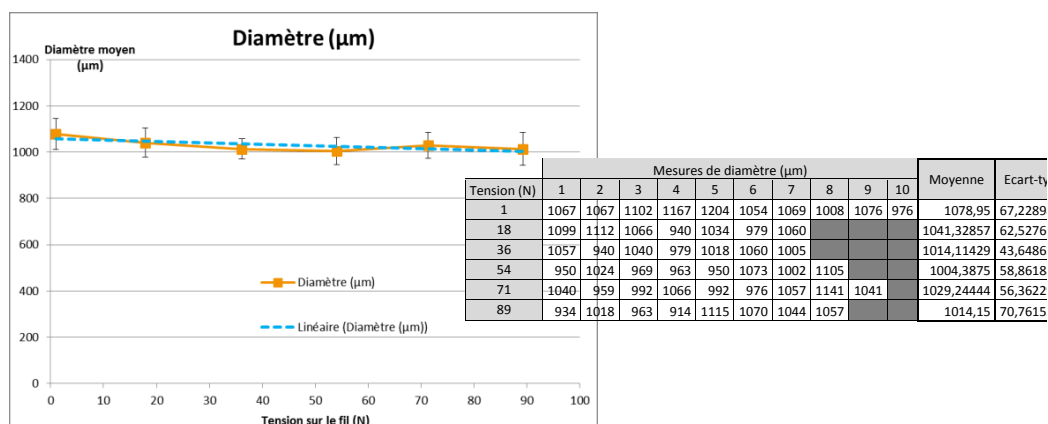


Figure 6 : Evolution du diamètre en fonction de la tension qui lui est appliquée

## II) 6 - Caractérisation thermique

Une caractérisation thermique du matériau est réalisée dans cette partie, afin de mettre en avant les températures caractéristiques de mise en forme, comme la température de fusion et de recristallisation.

### II) 6) 1 - Calorimétrie différentielle à balayage

#### Principe de fonctionnement

Une DSC (Differential scanning calorimetry) est une technique d'analyse thermique. Elle compare les échanges de chaleur d'un échantillon avec un échantillon de référence. Cela permet d'obtenir, pour les polymères, les températures de transition vitreuse ( $T_g$ ), les températures de fusion et de cristallisation, mais aussi les enthalpies de réaction permettant d'évaluer les taux de réticulation de certains polymères. Certaines réactions, comme la fusion, qui correspond au passage d'un état solide à un état liquide, sont des transitions de phase endothermique ; elles absorbent de la chaleur. Sur la DSC cela est matérialisé par un creux dans la courbe. Certaines réactions, comme la cristallisation, sont des réactions exothermiques. Sur la DSC cela est matérialisé par un pic. L'air sous la courbe correspond à une enthalpie, qui est calculée via un logiciel de traitement de courbes, et qui donne l'indication de la cristallinité du matériau.

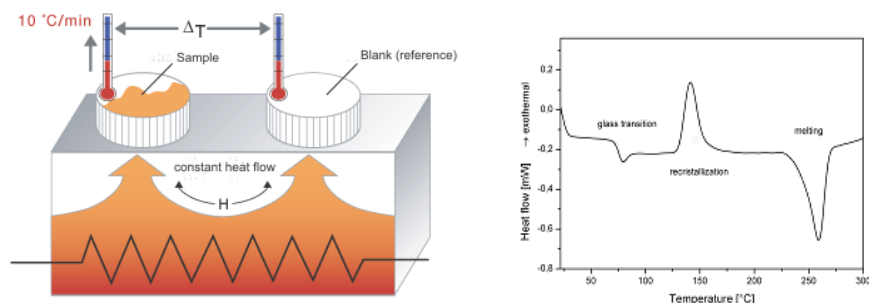


Figure 7 : Principe d'une DSC, Technical University Braunschweig

## II) 6) 2 - Analyse DSC du matériau

L'ensemble des caractéristiques thermiques du thermoplastique sont déterminées via une DSC, réalisée à l'Institut de Soudure Composite. Pour ce faire un prélèvement de composites (dimensions) est placé dans l'enceinte. Celui-ci est chauffé jusqu'à une température supérieure à la fusion (285°C) et l'échantillon est refroidi. La vitesse de chauffe comme la vitesse de refroidissement est déterminée par l'utilisateur et dans le cas de ces études DSC, il a été choisi une vitesse de chauffe de 10 °C par minute et une vitesse de refroidissement de 10 °C par minute. La courbe obtenue, figure 8, présente plusieurs caractéristiques :

- la température de transition vitreuse du thermoplastique ; le premier élément observable sur la courbe,
- la fusion du thermoplastique ; correspondant au creux,
- le pic de cristallisation.

Les différents pics correspondent à la transition thermochimique et leur intégrale correspond à l'énergie libérée lors de ces différentes phases. Le processus est répété une seconde fois afin de comparer l'état initial de la matière avec l'état final, afin de vérifier que l'ensemble de l'échantillon possède un état de cristallinité équivalent lors des deux phases. **Le thermoplastique étudié est du PPS ayant une température de fusion de 285 °C et une température de cristallisation de 220 °C.**

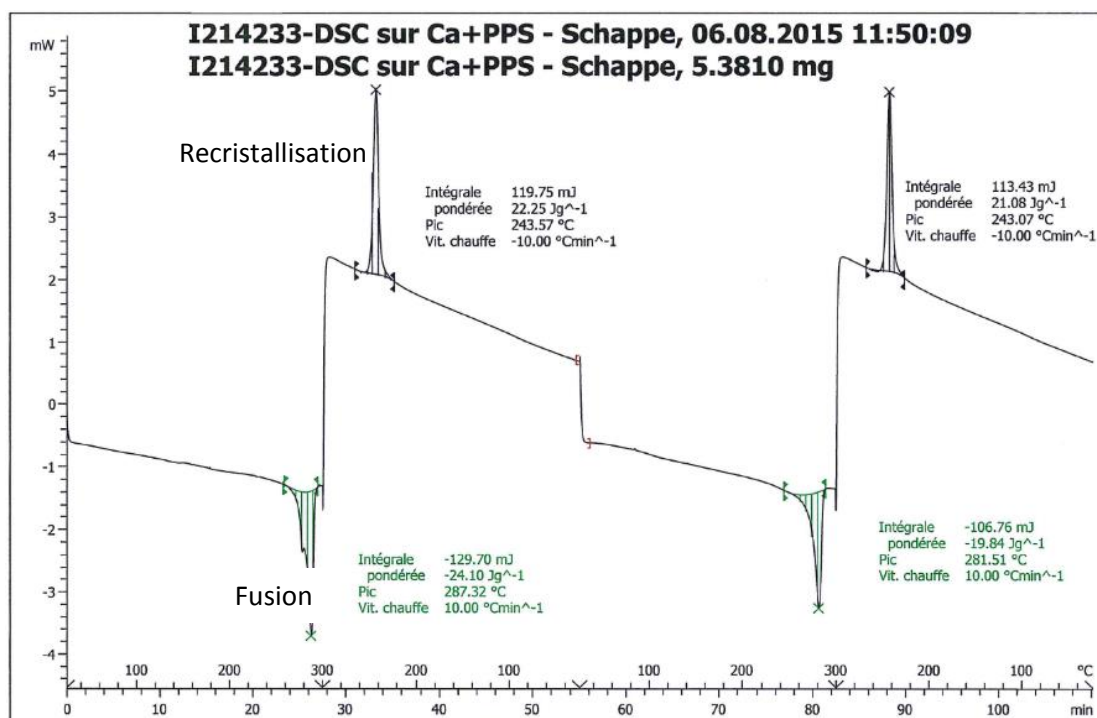


Figure 8 : DSC réalisée sur le Schappe CA/PPS

### III - Mise au point expérimentale

#### III) 1 - Cahier des charges expérimental

Pour rappel, la partie expérimentale doit répondre aux différentes problématiques abordées dans la bibliographie, concernant le procédé de mise en forme EPITHER ;

- Elle doit permettre ainsi la compréhension des phénomènes de mise en forme de pièces épaisses, et les gradients que cela implique ou non.
- Elle doit permettre par ailleurs de mettre en avant l'influence de certains paramètres de mise en forme et d'enroulement comme la tension d'enroulement.
- La réalisation d'une préforme simple doit permettre une seconde mise en forme, morphologiquement plus complexe.

Par ailleurs comme l'illustre la figure 9, et de manière générale la partie expérimentale doit répondre au cahier des charges suivant :



- Le procédé de fabrication complet, pour une pièce, doit être **rapide**. La production d'une pièce doit prendre au maximum 2 heures. Cela permet la réalisation d'un nombre conséquent de pièces, et de doubler un plan d'expérience afin d'évaluer la répétabilité du procédé.
- Tout le procédé de fabrication doit être **répétable**. L'ensemble des paramètres ou intervient l'opérateur doivent être connus et réduits à un nombre restreint. Les paramètres d'enroulement sont particulièrement impactés par l'opérateur.

Le procédé connexe à cette étude comprend 3 phases ; l'enroulement, le préformage et le forgeage de la pièce netshape.

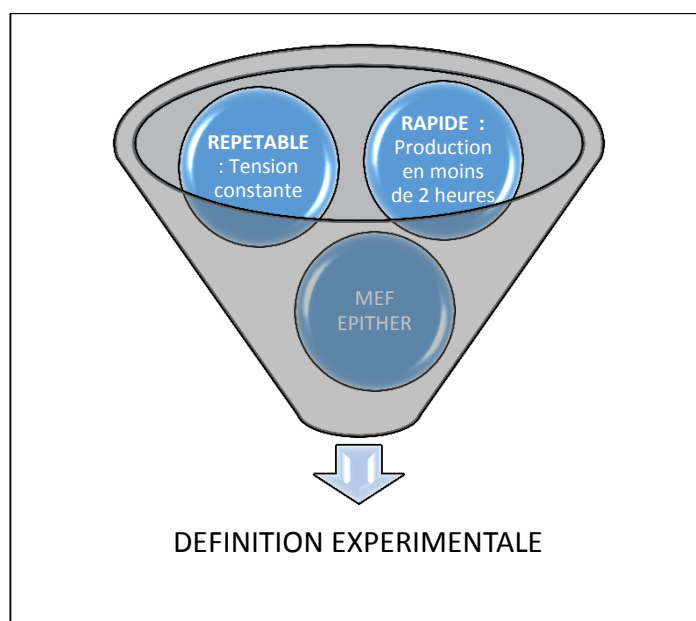


Figure 9 : Définition expérimentale

### III) 2 - Choix expérimental

#### III) 2) 1 - Choix géométrique

##### Discretisations géométriques

Trois possibilités sont envisageables dans la définition d'un cahier des charges expérimental, représentatif du procédé connexe à l'étude ; deux pièces à géométrie simple, barreau et cylindre ou une pièce à géométrie complexe, figure 10, comme une bielle par exemple.

Dans le travail expérimental de la thèse, la dernière possibilité a tout de suite été écartée pour des raisons d'automatisation de l'enroulement et de mise en place des fibres. Les difficultés actuelles de mise en forme ne permettant pas d'obtenir de pièces répétables ont aussi orienté le choix de la géométrie à réaliser dans cette étude. L'enroulement de bielles demande par ailleurs des moyens d'enroulements à tension constante qui ne sont pas encore disponibles.

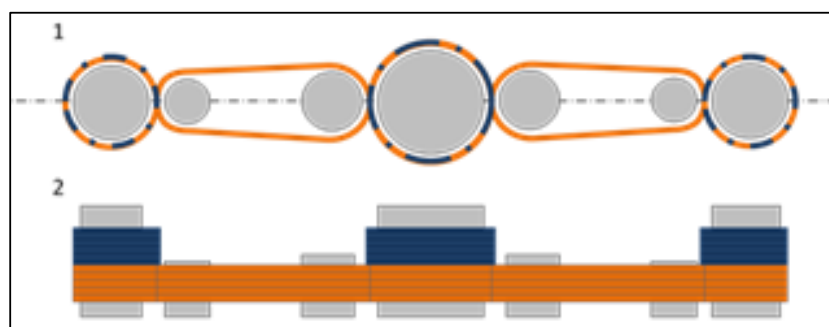


Figure 10 : Exemple de réalisation de bielle

Restent les deux possibilités de géométrie simple :

- La réalisation de barreau qui a été ponctuellement réalisée dans la mise en forme d'éprouvettes de flexion 3 points.
- La réalisation de cylindres qui semble être le moyen le plus rapide et répétable de réaliser des préformes simples à l'aide d'un système de troncantage (enroulement filamentaire à passes complètes).

Le choix de la géométrie à réaliser s'oriente donc vers la réalisation d'un cylindre composite avec un enroulement à tension constante. La gestion de la tension dans la réalisation de pièces rectilignes reste une problématique difficilement contournable dans le cas industriel. Mais cette difficulté a été écartée par le choix d'une géométrie cylindrique.

### Développement expérimental

La réalisation d'un cylindre composite peut être discrétisée en 2 étapes : l'enroulement de la fibre composite autour d'un cylindre et la mise en forme. L'enroulement est une opération de troncantage correspondant à des allers et retours lors du dépôt de la fibre. Cette étape de troncantage doit être réalisée à tension constante.

III) 2) 2 - Choix des moyens de mise en forme

#### Système d'enroulement

L'enroulement doit être répétable, c'est-à-dire, dans ce cas d'étude, que les spires doivent être jointives, sans chevauchement, à tension continue. Les premiers essais d'enroulement ont été réalisés selon un procédé manuel (figure 11).

Ce système est constitué d'un jeu de poulies et permet d'enrouler l'ensemble d'un cylindre à tension uniforme. Cependant le manque de constance dans la vitesse d'enroulement de l'opérateur rend l'opération très compliquée, ce qui entraîne des variations dans la tension.



Figure 11 : Système d'enroulement manuel

La réalisation d'un système d'enroulement automatisé ou robotisé est nécessaire. Ce système d'enroulement doit pouvoir enrouler un cylindre à différentes tensions, de façon régulière et pour des paramètres identiques de mise en forme être répétable. Cela représente environ 75 m de fibres à une tension fixe, exemple pour une valeur de 10N. La tension d'enroulement fait varier le diamètre du fil et sa longueur, comme décrit dans le paragraphe xx, et donc la masse linéique du composite, ce qui change les règles d'enroulement.

Partant d'un remplissage géométrique, à une tension supérieure, la quantité à enrouler, dans ce cas de figure, est supérieure car la masse linéique diminue. C'est une notion à prendre en compte dans le développement industriel du procédé EPITHER, selon le choix de remplissage d'une préforme. Il y a en effet 3 possibilités d'analyse du remplissage :

- **Remplissage géométrique d'une préforme** : un enroulement est considéré comme complet lorsque le gabarit est rempli.
- **Remplissage massique d'une préforme** : un enroulement est considéré comme complet lorsque la masse finale de l'enroulement est atteinte.
- **Remplissage linéaire d'une préforme** : un enroulement est considéré comme complet lorsque la longueur de fil souhaitée est atteinte.

Le choix du mode de remplissage varie en fonction du résultat recherché. Pour le plan d'expérience utilisé dans le chapitre 4, un remplissage géométrique de la pièce a permis de mettre en avant un certain nombre de comportements des différents paramètres de mise en forme. Ce mode de remplissage a aussi été utilisé lors des essais interrompus, pour ne pas observer des phénomènes de fuite de résine vers l'extérieur de la préforme, lors de la mise en forme.

#### Outillage de mise en forme

Pour réaliser des cylindres en composite, un outillage exclusivement composé de cylindres ajustés est préférable. L'ajustement vient empêcher l'infiltration de résine sans nécessité de joints, et permet un démoulage facile des pièces finies.

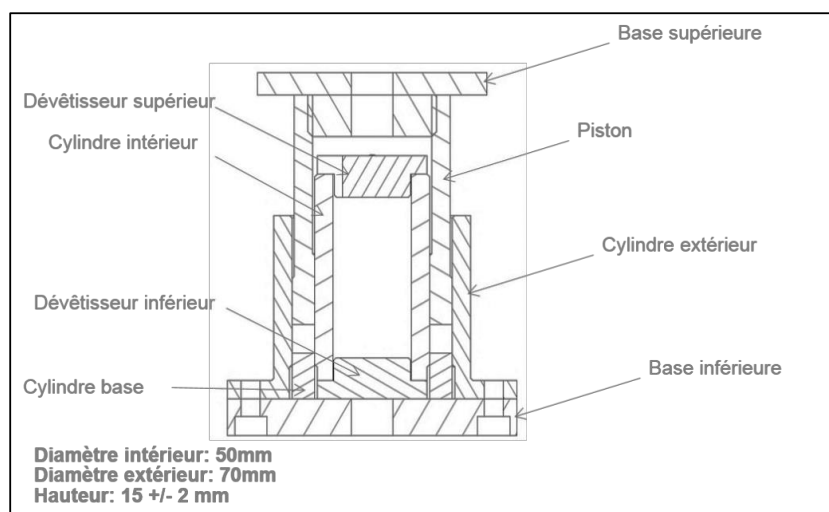


Figure 12 : Description du moule de mise en forme

Pour éviter des temps de cycles trop longs, un système de chauffe adéquat doit être mis en place, avec pour objectif une chauffe de 20°C (température ambiante) à 300°C en 20 min. Le système de refroidissement n'est pas considéré pour ce montage. Deux refroidissements restent tout de même envisageables : un refroidissement passif à température ambiante, un refroidissement à convection forcée avec un système de soufflerie.

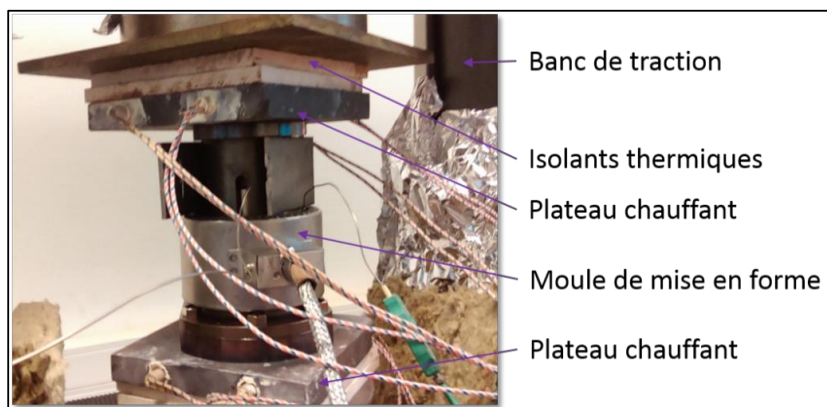


Figure 13 : Montage de mise en forme

### Moyens de mise en forme

#### III) 2) 3 - Mise au point du système d'enroulement des préformes

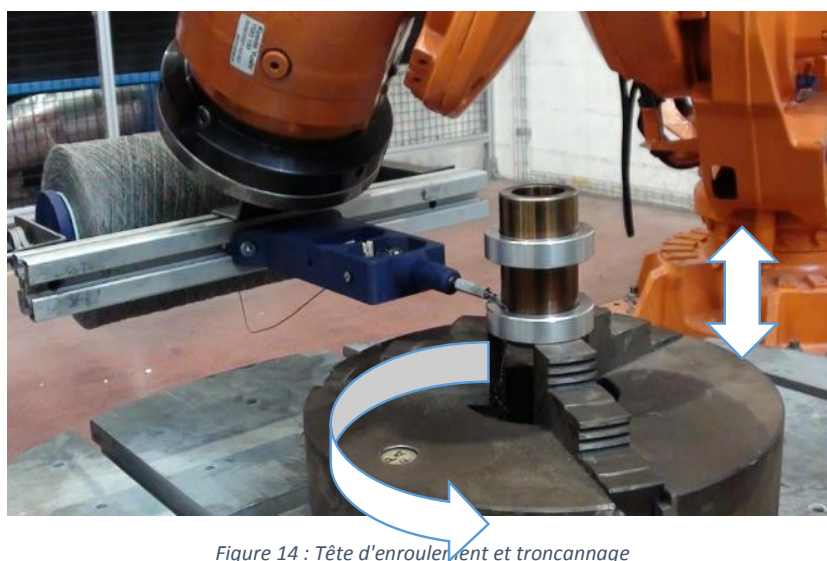


Figure 14 : Tête d'enroulement et tronçonnage

La réalisation d'un cylindre en composite nécessite plusieurs étapes. La première étape est l'enroulement des fibres autour du cylindre central. Ces fibres doivent être enroulées à une tension constante. Un premier montage a été réalisé pour pouvoir enrouler ces fibres composites à une tension constante par un utilisateur lambda. Mais cette méthode non robotisée ne permet pas d'être suffisamment répétable au niveau du nombre de spires enroulées par passes. L'opérateur enroule des cylindres à tension constante mais la position de fibres enroulées n'est pas

suffisamment régulière pour ne pas envisager un impact sur les résultats et donc sur l'analyse de l'influence des paramètres. Pour limiter et pallier à ce problème, une tête d'enroulement a été conçue afin d'enrouler de manière robotisée la quantité de fibres souhaitée (cf figure 15).

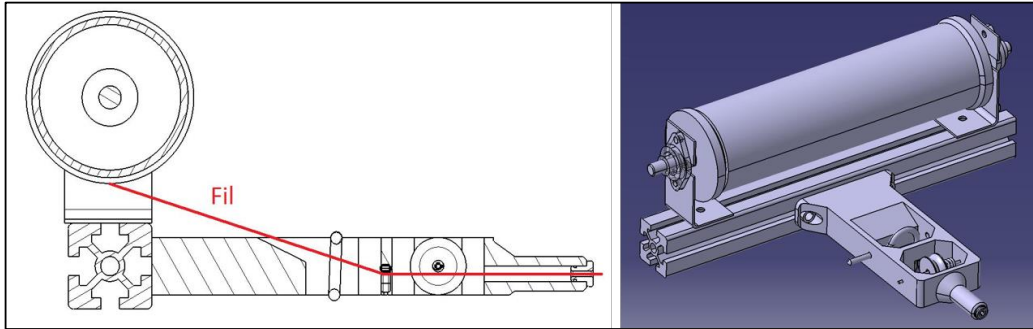


Figure 15 : Tête d'enroulement

Comme l'illustre la figure en couverture de chapitre, l'enroulement est réalisé sur une plate-forme où sont disposés un robot ABB six axes et un plateau tournant. Le cylindre sur lequel sont placés préalablement des flasques gérant la hauteur d'enroulement et mise en rotation par le mandrin motorisé tandis que le robot fait des va-et-vient verticaux. Cette méthode a permis une amélioration significative de la qualité d'enroulement. En effet, à la main, le nombre de sauts de spires est supérieur à 20 par cylindre, tandis qu'avec une tête calibrée le nombre d'erreurs par cylindre est quasi nul. Le résultat de cette amélioration concernant l'enroulement des cylindres a permis de créer des enroulements très réguliers à tension constante. Cette amélioration a aussi été réalisée via un meilleur calibrage de la tête d'enroulement ainsi que par une rigidification du montage. Cette étape est visible sur la figure 16, ci-dessous.

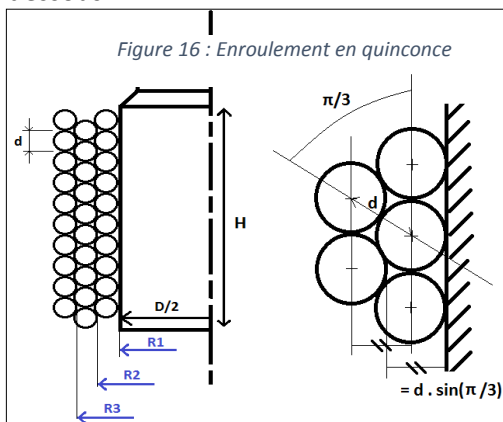


Figure 16 : Enroulement en quinconce

L'architecture d'enroulement le plus dense et le plus stable semble être celui représenté sur la figure 16, ci-contre. A chaque nouvelle passe d'enroulement, le diamètre apparent du fuseau s'épaissit et les paramètres nécessaires à son calcul sont :

- Le pas d'enroulement  $p$
- La hauteur de fusée  $H$

- Le rayon apparent de fuseau  $R_i$  pour la  $i$ -ème passe

D'après les hypothèses, le pas  $p$  est ici égal au diamètre  $d$  du fil. L'ensemble des  $R_i$  constitue une suite arithmétique. L'étude géométrique ci-contre permet de déduire que :  $R_{i+1} = R_i + d \cdot \sin\left(\frac{\pi}{3}\right)$  Le premier terme  $R_1$  vaut  $D/2$ .

L'expression générale de chaque terme est donc :  $R_i = \frac{D}{2} + (i - 1) \cdot d \cdot \sin\left(\frac{\pi}{3}\right)$   
 Comme l'illustre la figure 17a, l'amélioration des méthodes d'enroulement est nécessaire pour atteindre une répétabilité d'enroulement suffisante pour éviter les défauts récurrents comme les chevauchements de fibres. Cette amélioration a été permise par la rigidification du montage, évitant ainsi les déplacements de la tête d'enroulement lors des changements de trajectoires, figure 12b. Elle a aussi été permise par la mise en place d'une meilleure stratégie d'enroulement, en approchant au maximum la tête d'enroulement du cylindre, supprimant ainsi un maximum de libertés lors de la dépose du fil. Tout ceci a permis de créer des enroulements réguliers, à tension constante, qui présentent une meilleure santé matière, et une

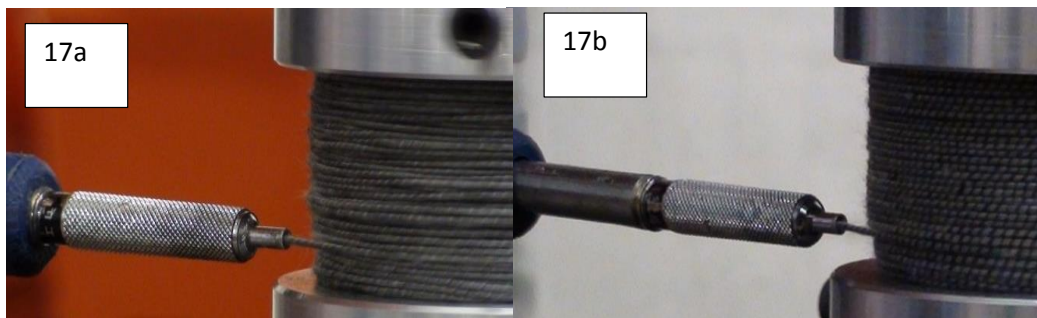


Figure 17 : Amélioration de l'enroulement ; 17a défaut d'enroulement écarts irréguliers entre les torons ; 17b défaut d'enroulement amélioré

anisotropie complètement contrôlée.

### III) 2) 4 - Outillage TOR

Comme dans le procédé de thermocompression composite, la figure 13 illustre les 4 étapes nécessaires à la fabrication d'une pièce ; le placement des fibres, la chauffe dans l'outillage, la compression/maintien, et le refroidissement/éjection. Le maintien en température peut varier en fonction du choix de l'opérateur, mais il commence toujours dès le début de la mise en forme.

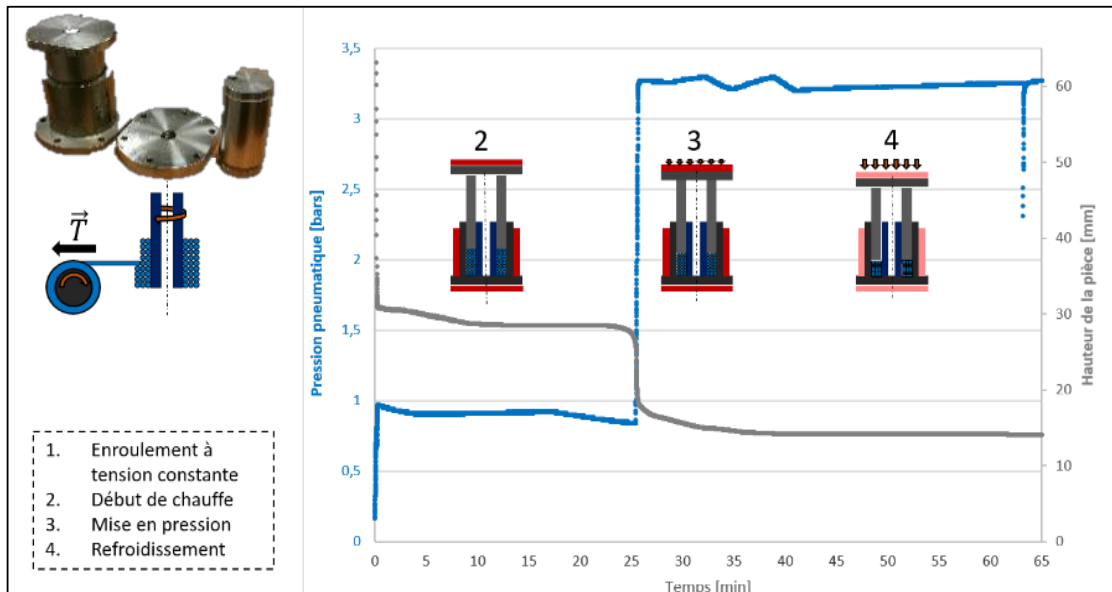


Figure 18 : Etape de réalisation d'un cylindre TOR, essais réalisés sur banc d'essais pneumatiques PPE.

Les étapes nécessaires pour réaliser un cylindre composite TOR sont les suivantes :

- **La première étape**, l'enroulement, a été décrite dans le paragraphe précédent.
- **La seconde étape** est la mise en température de l'ensemble de l'outillage ainsi que de l'enroulement. Pour atteindre la température de fusion du PPS l'ensemble de l'outillage monte en température pendant environ 25 à 30 minutes.
- **La troisième étape** est la compression du composite une fois la température de fusion atteinte à un effort donné. Cet effort est défini par l'opérateur et de son expérience associée à la pièce en cours de réalisation.
- **La quatrième et dernière étape** est le refroidissement de l'ensemble du moule et du composite jusqu'à une température inférieure à la température de recristallisation du thermoplastique. Comme décrit précédemment, cette étape peut être réalisée rapidement via un système d'air pulsé ou lentement par un refroidissement à température ambiante. Après cette étape vient le démoulage de la pièce composite sous presse à une température d'environ 200 °C.



## III) 2) 5 - Moyens de mise en forme mécaniques et thermiques

## Banc de traction compression

Afin de mettre en forme les cylindres composites, il est nécessaire d'avoir un moyen fournissant un effort constant pendant la mise en forme, dans le cas d'un pilotage en pression. Deux machines de mise en forme sont à disposition pour les essais :

- une presse classique, pilotée uniquement en pression, grâce à une source pneumatique,
- un banc de traction compression, pilotée en effort comme déplacement grâce à un système de vis sans fin.

Une série d'essais de mise en forme a été réalisée à l'aide du banc pneumatique, mais le montage du capteur de déplacement s'avère trop imprécis. De plus, le pilotage en pression pneumatique s'est montré trop variable en fonction de l'utilisation du réseau installé. Ce moyen de mise en forme ne permet pas de contrôler à la fois l'effort de déplacement et la vitesse de déplacement.

	CAPTEUR DE DEPLACEMENT	PRECISION CAPTEUR DEPLACEMENT	CAPTEUR D'EFFORT	PRECISION CAPTEUR D'EFFORT	PILOTAGE
<b>PRESSE PNEUMATIQUE</b>	Déporté	0.01 mm	jauge de pression	0.25 Bars	pression
<b>BANC TRACTION COMPRESSION</b>	Intégré	0.01 mm	intégré	0.1 N	effort déplacement

Le choix du moyen de mise en forme s'est orienté vers le banc de traction compression pilotable en effort comme en déplacement. L'utilisation directe du capteur de déplacement de traction compression a été vérifiée grâce à la mise en place d'un capteur de déplacement externe. Ceci a également permis de quantifier la déformation de la traverse lors de l'effort maximum admissible de 30 KN des essais de mise en forme. Comme l'illustre la figure 19, lors de la phase de compression la différence de déplacement est toujours inférieure au 10<sup>e</sup> de millimètre, ce qui est négligeable dans notre étude (écart inférieur à 1%).

Dans ces conditions, le banc de traction compression peut être utilisé comme moyen de mise en forme, sans rajouter de capteur de déplacement supplémentaire, car l'écart maximum entre un capteur machine et un capteur externe est inférieur à 0.1mm.

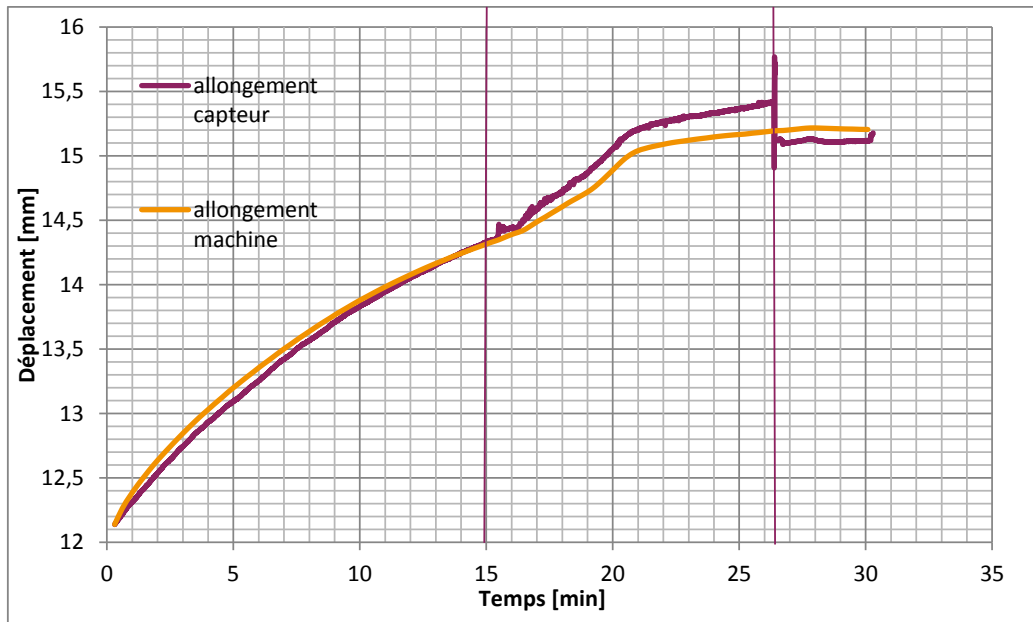


Figure 19 : Evaluation des écarts capteur laser - capteur machine

### Evaluation thermique de l'outillage

La mise en forme du cylindre n'est pas homogène s'il y a un gradient de température à l'intérieur du composite lors de l'étape de forgeage. Le risque est d'avoir seulement une partie de la pièce composite en fusion lors de la mise en forme et donc de ne pas travailler sur une pièce homogène en température et de même état rhéologique.

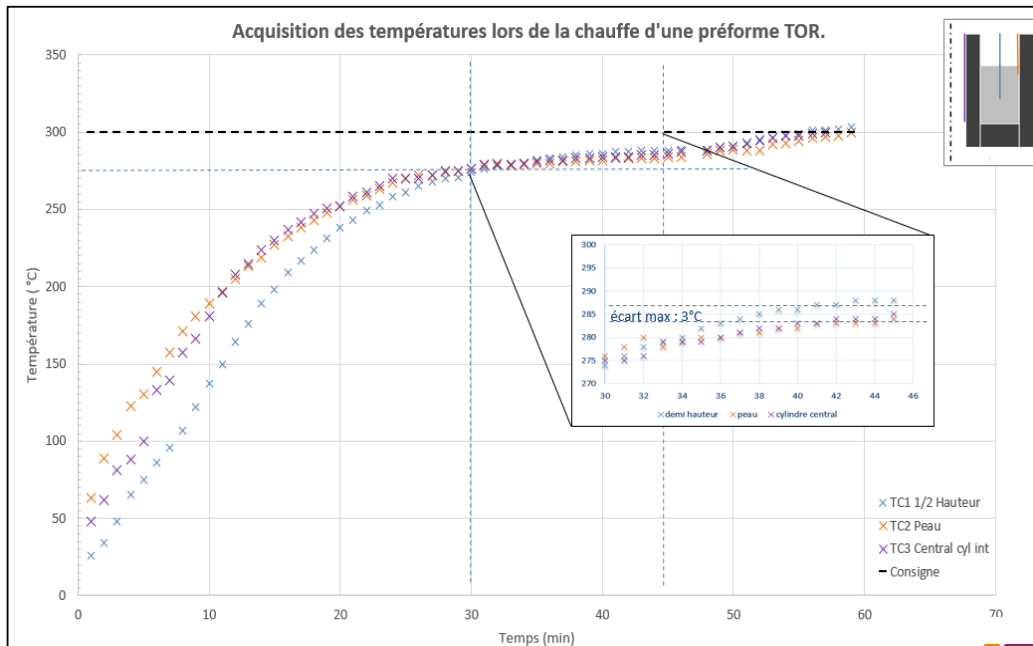


Figure 20 : Acquisition des températures lors d'une mise en forme

Pour vérifier cela des thermocouples ont été placés à l'intérieur du composite pendant toute l'étape de chauffe. Après 30 minutes de chauffage et de mise en forme, comme le montrent les relevés de températures de la figure 20 ci-dessus, le gradient de température maximum est d'environ 3 °C. Ce résultat est satisfaisant pour les températures allant de 285 °C à 315 °C. Cette vérification permet, par ailleurs, de statuer sur le caractère rhéologiquement homogène du composite lors de l'étape de mise en forme.

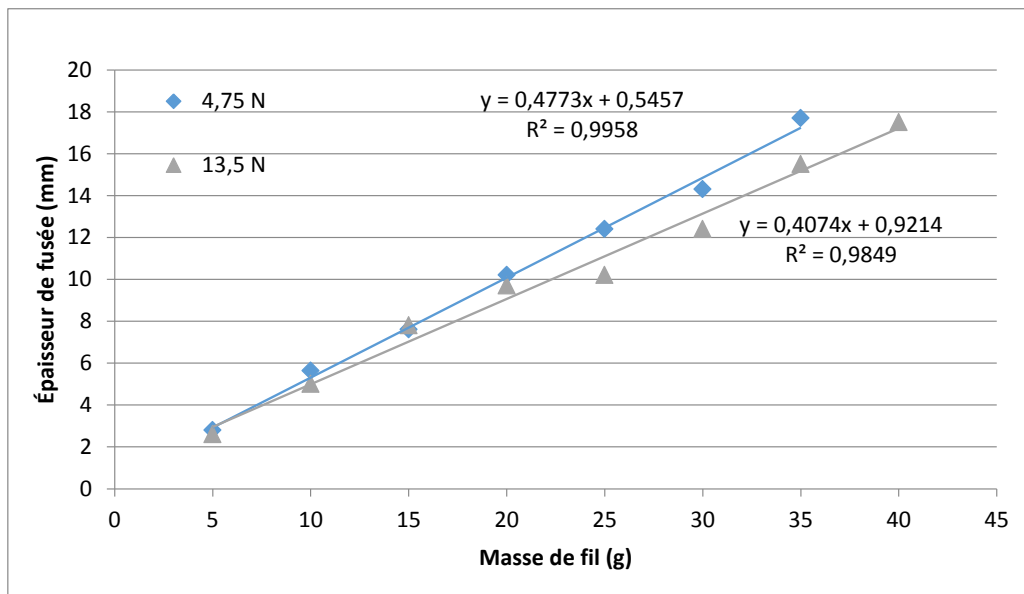
Les écarts de température entre l'intérieur et l'extérieur sont comblés avant d'atteindre la température de fusion avec ce système de chauffe.

La thermique de l'outillage est ainsi validée.

## IV - Paramètres d'enroulement

### IV) 1 - Evaluations géométriques des paramètres d'enroulement

La première inconnue rencontrée lors de l'opération de troncantage d'un cylindre, composite ou non, est l'influence de la tension imposée sur la géométrie finale de l'enroulement. Le fil composite possède une zone élastique correspondant, comme précisé dans le chapitre 1, à l'alignement des fibres craquées. En effet, lorsque la tension d'enroulement augmente, la masse linéaire du fil diminue. Cette variation de masse entraîne un changement direct sur l'épaisseur de la fusée (épaisseur de l'enroulement, à une hauteur fixée). Lorsque la tension augmente, la densité de l'enroulement augmente, il y a moins de porosité, et donc la quantité de matière dans un volume fixé augmente. Cette variation doit être quantifiée et a été réalisée lors d'enroulements à différentes tensions. Le graphique 1 représente le résultat de cette étude pour deux tensions : 4.75N qui correspond à la valeur quasi-minimale acceptée par la tête d'enroulement et 13.5N, seuil au-dessus duquel la densité d'enroulement est quasi maximale (il n'y a plus d'influence de la tension sur la masse linéaire, cf test de mise en tension de fil composite dans l'étude matière).



Graphique 1:Épaisseur de la fusée en fonction de la masse enroulée

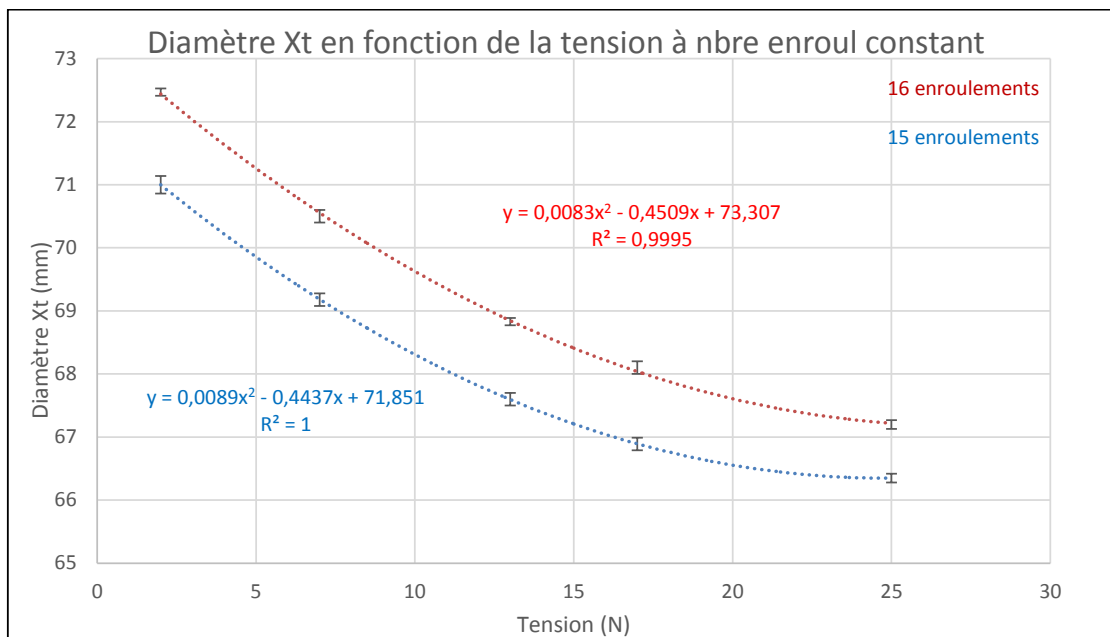
Pour traiter ce problème, il est nécessaire de réaliser une courbe 3D du diamètre extérieur en fonction de la tension du fil imposé et du nombre d'enroulements. Il est impossible d'arrêter un enroulement au milieu d'une phase de

montée et descente ; seul un nombre entier d'enroulements est admissible. Cette courbe est seulement valable pour la matière utilisée. La méthode de détermination d'un enroulement reste cependant similaire et doit être réalisée à chaque changement de matière.

#### IV) 2 - Définition d'un zone d'acceptabilité

##### IV) 2) 1 - Traitement du problème

La méthode est simple, le diamètre extérieur de l'enroulement est mesuré à un nombre d'enroulements constants, mais à différentes tensions. Le graphique 2, ci-dessous, montre le diamètre extérieur en fonction de la tension à 15 et 16 enroulements, ce qui correspond en général au 70 mm souhaités. Une dizaine de mesures ont été réalisées à cinq tensions ce qui permet de définir une zone d'acceptabilité. Pour obtenir un diamètre extérieur de 70 mm il faudra donc 15 enroulements à une tension d'enroulement de 5N, ou 16 enroulements à une tension d'environ 8N.



Graphique 2 : Diamètre en fonction de la tension à 15 et 16 enroulements

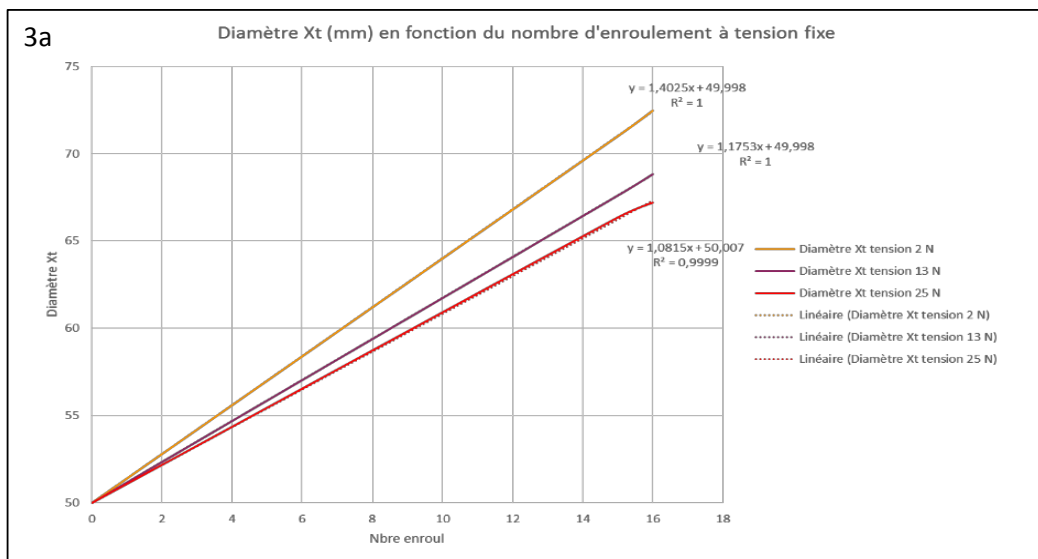
Ce graphique a permis, dans un premier temps, de vérifier qu'il y a une limite à la tension applicable. Après 30 N, le fil composite se détériore à cause des frottements trop importants dans la tête d'enroulement. Vers 25 N aucun changement n'est

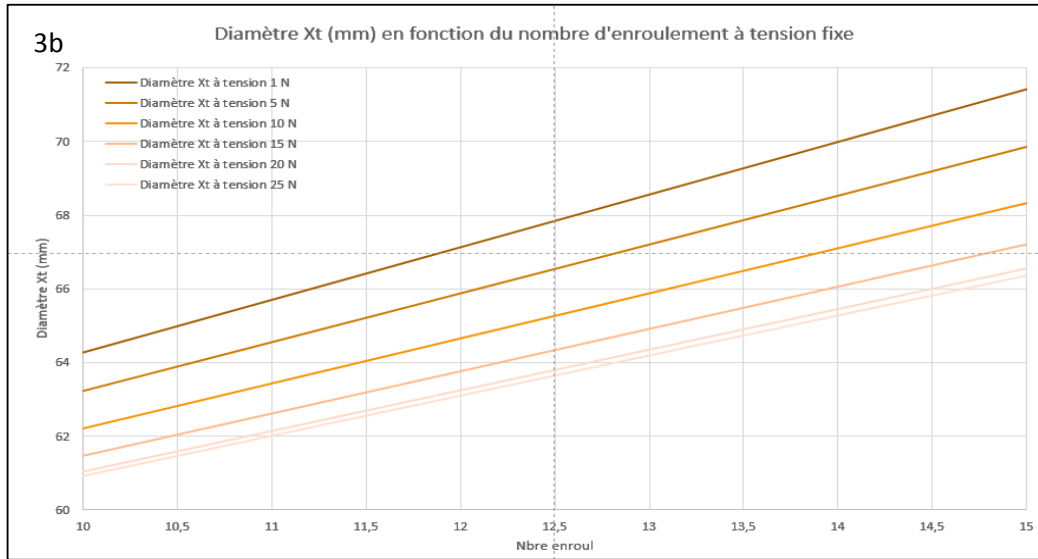
observable dans le diamètre, il s'agit donc d'une tension limite au-dessus de laquelle les dimensions des fibres restent inchangées. La masse linéaire de la fibre est constante. Cette méthode a été généralisée afin de connaître le nombre d'enroulements à tension fixe, à n'importe quel diamètre, afin d'obtenir in fine un tableau définissant la zone d'acceptabilité d'enroulements à n'importe quelle tension. Cette étape est nécessaire pour réaliser des cylindres comparables et doit être répétée pour chaque changement de matière. D'un point de vue industriel la réalisation d'abaques d'enroulements comme une fonction de la tension, des dimensions, et du nombre d'enroulements, est inévitable afin de bien calibrer la réalisation d'une pièce donnée.

IV) 2) 2 - Réalisation d'abaques d'enroulements

Mesures et interpolations

Les valeurs de tension maximales et minimales ont été fixées respectivement à 25N et 2N. Ses valeurs correspondent aux limites de la tête d'enroulement avant détérioration du produit ou mouvement des fibres. Une série de données, comme celles précisées dans le graphique du paragraphe précédent, ont permis l'interpolation des données entre 2N et 25N. Ces interpolations ont pu être vérifiées au courant des différents enroulements réalisés dans le cadre de la thèse. Les mesures correspondent aux graphiques 3 présentés ci-dessous, et le modèle d'enroulement est validé.





Graphique 3 : Interpolations des diamètres, à différentes tensions d'enroulement. 3a 0 à 18N, 3b 10 à 15N

Ce modèle d'enroulement a permis, dans le cas de l'enroulement d'un cylindre TOR de diamètre extérieur 70 mm, d'obtenir l'ensemble des diamètres pour des tensions allant 1N à 25N. Dans le tableau 2, ci-dessous, l'ensemble des données permettant la réalisation de cylindre de 70 mm de diamètre extérieur (à plus ou moins 0,5 mm) ont été surlignées en jaune. À très basse tension seulement 14 à 15 enroulements sont nécessaires, tandis que pour une tension plus élevée 18 enroulements peuvent être envisagés.

Sans la réalisation de ces tableaux définissant les quantités d'enroulements à une tension donnée, l'opérateur s'expose à l'apparition de défauts caractéristiques comme le fluage de matière vers l'extérieur dans le cas d'un nombre d'enroulements trop insuffisants, ou comme un diamètre extérieur trop élevé dû à un nombre d'enroulements trop élevés à une tension faible.

Tableau 2 : Diamètre extérieur en fonction du nombre d'enroulement et de la tension d'enroulement appliquée

coeff corr	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1.02082441	58,1147385	59,3248495	60,5603502	61,8214836	63,1088759	64,4230849	65,7648568	67,1341668	68,5321196	69,9582388	71,414162	72,9034	74,4175701	75,9713551	77,5534155	79,1684179
1.02082441	57,7762196	58,9793751	60,2075856	61,4613729	62,7412695	64,0478192	65,3815711	66,7431096	68,1339955	69,5518248	71,0002	72,4768	73,9799614	75,5205502	77,0932209	78,6986415
1.02082441	57,4521855	58,6485951	59,8699153	61,1166708	62,3893892	63,6886112	65,0148888	66,3687853	67,7508758	69,1617476	70,602	72,0552	73,5557068	75,0874608	76,6511126	78,2447265
1.02082441	57,142636	58,3325975	59,5473392	60,7873773	62,0532383	63,3454602	64,6645918	66,0119356	67,3858375	68,7891076	70,2216	71,6566	73,1488062	74,6720867	76,2270886	77,8147423
1.02082441	56,8475717	58,03852	59,2398574	60,4734923	61,7328169	63,0183662	64,3306863	65,6703947	67,0378804	68,4339045	69,859	71,275	72,7592596	74,2744428	75,8211489	77,4000794
1.02082441	56,5669912	57,746652	58,9324999	60,1750159	61,428125	62,7032292	64,0131722	65,3402085	66,7070045	68,0961383	69,5142	70,9104	72,387067	73,8944847	75,4332396	77,0041471
1.02082441	56,3008858	57,472652	58,6491482	60,0019482	61,3391625	62,6123493	63,9120494	65,038815	66,3932098	67,775809	69,1877	70,5628	72,0322285	73,5322569	75,0635225	76,6262758
1.02082441	56,0492827	57,213282	58,379858	60,004282	61,624289	63,234289	64,824289	66,394289	67,944289	69,474289	70,984289	72,474289	73,944289	75,394289	76,824289	78,234289
1.02082441	55,8121592	56,97	58,12	59,26	60,40	61,54	62,68	63,82	64,96	66,10	67,24	68,38	69,52	70,66	71,80	72,94
1.02082441	55,5895179	56,74	57,88	59,02	60,16	61,30	62,44	63,58	64,72	65,86	67,00	68,14	69,28	70,42	71,56	72,70
1.02082441	55,3813614	56,53	57,68	58,83	60,00	61,16	62,32	63,48	64,64	65,80	66,96	68,12	69,28	70,44	71,60	72,76
1.02082441	55,1876895	56,33	57,48	58,64	59,80	60,96	62,12	63,28	64,44	65,60	66,76	67,92	69,08	70,24	71,40	72,56
1.02082441	55,005024	56,15	57,30	58,46	59,62	60,78	61,94	63,10	64,26	65,42	66,58	67,74	68,90	70,06	71,22	72,38
1.02082441	54,8437999	55,98	57,13	58,28	59,44	60,60	61,76	62,92	64,08	65,24	66,40	67,56	68,72	69,88	71,04	72,20
1.02082441	54,6958202	55,83	56,98	58,14	59,30	60,46	61,62	62,78	63,94	65,10	66,26	67,42	68,58	69,74	70,90	72,06
1.02082441	54,5578491	55,69	56,84	58,00	59,16	60,32	61,48	62,64	63,80	64,96	66,12	67,28	68,44	69,60	70,76	71,92
1.02082441	54,4366008	55,57	56,72	57,88	59,04	60,20	61,36	62,52	63,68	64,84	66,00	67,16	68,32	69,48	70,64	71,80
1.02082441	54,3298372	55,46	56,61	57,77	58,93	60,09	61,25	62,41	63,57	64,73	65,89	67,05	68,21	69,37	70,53	71,69
1.02082441	54,237582	55,36	56,50	57,66	58,82	59,98	61,14	62,30	63,46	64,62	65,78	66,94	68,10	69,26	70,42	71,58
1.02082441	54,159764	55,28	56,42	57,58	58,74	59,90	61,06	62,22	63,38	64,54	65,70	66,86	68,02	69,18	70,34	71,50
1.02082441	54,095454	55,22	56,36	57,52	58,68	59,84	61,00	62,16	63,32	64,48	65,64	66,80	67,96	69,12	70,28	71,44
1.02082441	54,0476296	55,17	56,31	57,47	58,63	59,79	60,95	62,11	63,27	64,43	65,59	66,75	67,91	69,07	70,23	71,39
1.02082441	54,0132895	55,13	56,29	57,45	58,61	59,77	60,93	62,09	63,25	64,41	65,57	66,73	67,89	69,05	70,21	71,37
1.02082441	53,993434	55,11	56,26	57,42	58,58	59,74	60,90	62,06	63,22	64,38	65,54	66,70	67,86	69,02	70,18	71,34
1.02082441	53,9880263	55,12	56,26	57,41	58,57	59,72	60,88	62,04	63,20	64,36	65,52	66,68	67,84	69,00	70,16	71,32

La tension correspond à la colonne bleue et le nombre de passes (qui doit être un nombre entier) correspond à la ligne orange. La réalisation de ce type de tableau est nécessaire lors de la réception de nouveaux semi-produits, afin d'obtenir des enroulements quantifiables et répétables. Cette méthode est applicable non seulement dans le cas du TOR, mais aussi dans le cas industriel impliquant l'enroulement de fibres continues.

#### Synthèse de l'enroulement pour un co-mêlé SCHAPPE C/PPS

Le nombre d'enroulements nécessaires pour réaliser un cylindre est déterminé par le diamètre à atteindre et la tension d'enroulement qui est appliquée à la fibre lors de l'opération. En raisonnant en longueur de fibre comme en masse enroulée, ou en volume rempli, la mise en place d'abaques pour différentes matières est nécessaire. Sans la réalisation de ces abaques l'opérateur s'expose à l'apparition de défauts caractéristiques de manque de matière ou de matière trop lâche pouvant se déplacer lors de la mise en forme. Ces deux défauts sont directement visualisables après la mise en forme comme dans la figure 21, ci-dessous.



Figure 21 : Défauts caractéristiques d'un mauvais remplissage

Afin de mieux maîtriser l'enroulement et de réaliser des pièces répétables, à partir du tableau présenté précédemment, un graphique du diamètre en fonction de la tension du nombre d'enroulements, figure 22, a été réalisé pour les fibres co-mêlées Schappe CA/PPS de la référence utilisée. Ce travail doit être répété pour toute matière enroulée. Cette démarche générique est nécessaire dans la maîtrise du procédé et de sa compréhension.



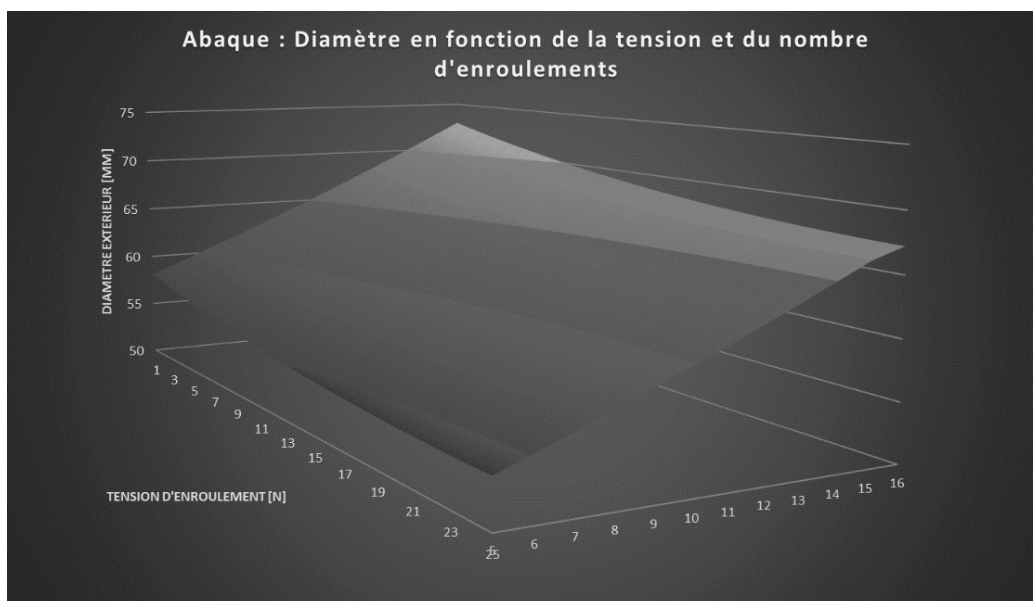


Figure 22 : Graphique d'enroulement pour la fibre Schappe CA/PPS

## V - Evaluation de la mise en forme

Les répétabilité géométrique & morphologique des pièces est la condition sine qua non à respecter pour passer aux différentes analyses prévues dans cette étude (données de sortie).

Dans cette partie, il est ainsi proposé de vérifier les courbes de mise en forme de différents couples de TOR réalisés à différentes dates, avec les mêmes paramètres de mise en forme.

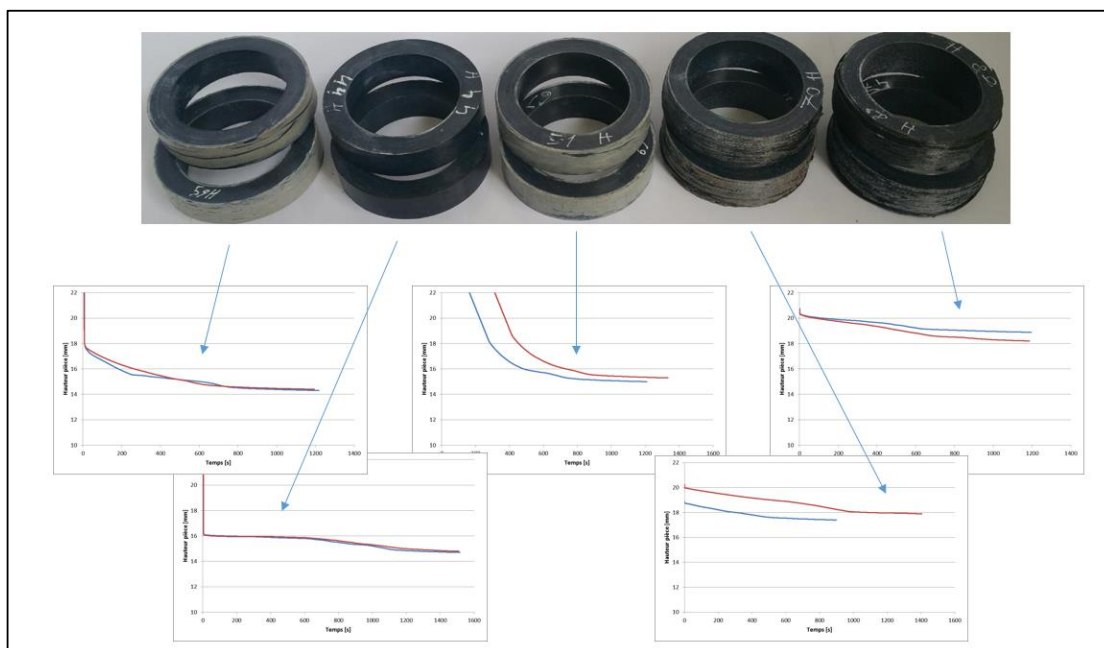


Figure 23 : Evaluation des répétabilités lors des mises en forme

La figure 23 ci-dessus présente les résultats obtenus suite aux mises en forme de « couples » de pièces réalisées dans les mêmes conditions deux à deux.

Il apparaît que pour une configuration donnée de paramètres procédés (température, tension d'enroulement, effort de mise en forme, temps de maintien & vitesse de mise en forme), la réponse en effort relevé par le banc de traction au cours du temps (graphiques de la figure 26) est toujours cohérente entre deux essais similaires. Le couple de pièces « jumelles » (mêmes paramètres procédés) possède par ailleurs les mêmes caractéristiques morphologiques comme :

- Le suage de matière en extérieur, dans le cas d'enroulements insuffisants
- L'absence de suage, et le mauvais remplissage de la forme, dans le cas d'une température de mise en forme trop basse
- Etc.

L'ensemble de ces défauts de mise en forme ont pu être identifiés à travers le plan d'expérience présenté dans le chapitre 4.

## VI - Evaluation des pièces

Un ensemble de paramètres de sortie peuvent être évalués dans le cadre de la mise en forme de TOR. La partie suivante décrit les moyens de contrôle des pièces.

### VI) 1 - Données de sortie

La figure 24 ci-dessous présente l'ensemble des entrées du système de mise en forme. Les paramètres d'entrées concernent les paramètres d'enroulement et la matière utilisée. Les paramètres procédés sont définis comme des paramètres contrôlables et seront, pour la plupart, des paramètres à gérer lors de la définition d'un plan d'expérience.

Deux paramètres ne sont pas contrôlables avec le montage expérimental utilisé. Il s'agit des vitesses de chauffe et de refroidissement. Ils sont cependant quantifiés et les méthodes de chauffe et de refroidissement restent les mêmes tout au long des essais (utilisation des mêmes plateaux chauffants et cylindres chauffants, refroidissement à air comprimé au même volume, au même endroit)

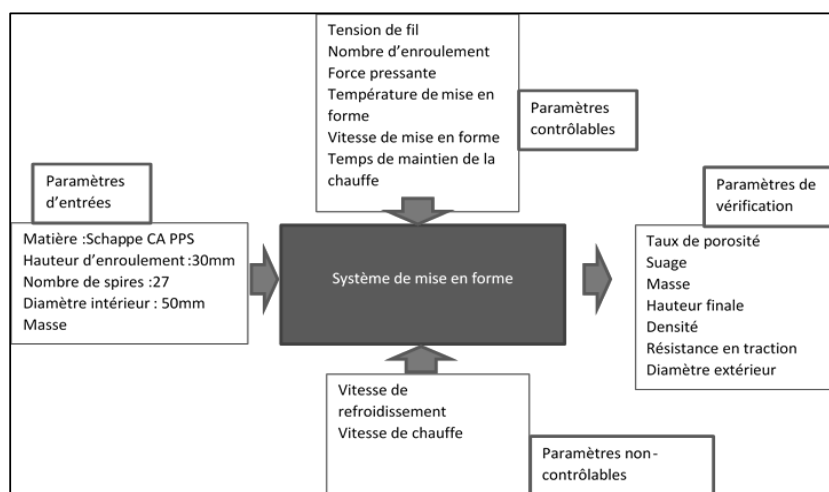


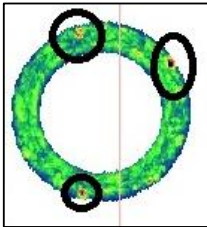
Figure 24 : Entrées et sorties du système de mise en forme

Les données de sorties géométriques et morphologiques sont mesurées via le système GOM présenté dans un paragraphe suivant. Les quantités de suage et de porosités sont quant à elles quantifiées via des microscopies locales ou des mesures macroscopiques (cf : chapitre 3). La caractérisation mécanique des TOR est réalisée via un montage présenté dans un paragraphe suivant.

## VI) 2 - Contrôles de pièces

### VI) 2) 1 - Essais non destructifs

#### CND – US



La santé matière des pièces est vérifiée via un passage aux ultrasons, qui permet de mettre en avant des défauts caractéristiques comme le délaminage ou les amas de résine. Ces défauts sont aussi visualisables via un passage en tomographie qui fournit une cartographie 3D des échantillons et leurs défauts associés.

Figure 25 : Ultrasons et défauts associés

### VI) 2) 2 - Essais destructifs

#### GOM

L'ensemble des cylindres possèdent une contrainte interne, propre à leurs conditions de mise en forme. Cette contrainte interne est évaluable via deux séries de mesures. La première série de mesures est réalisée sur des cylindres complets. La seconde série de mesure est réalisée sur des cylindres découpés, dans lesquels la contrainte interne peut s'exprimer. Cette contrainte interne a toujours l'effet de refermer le cylindre sur lui-même, ce qui est rapidement quantifiable via les mesures de diamètres intérieurs et extérieurs. L'écart obtenu est ensuite affiché sur le cylindre coupé, avec en rouge un écart positif, et en bleu un écart négatif. Un exemple de mesures est montré sur la figure ci-dessous.

L'ensemble des cylindres réalisés sont mesurés via GOM, qui est un système de mesure par stéréovision. Un ensemble d'acquisitions permet de donner un 3D de la pièce réelle, qui est comparée à une pièce théorique. De cette comparaison, l'ensemble des mesures couramment réalisées en métrologie peuvent être obtenues. Dans le cas de la mise en forme de cylindres les données qui sont traitées prioritairement sont les différentes dimensions de la pièce et leur cylindricité. Des mesures de volume permettent par ailleurs d'obtenir une première donnée sur le taux de consolidation

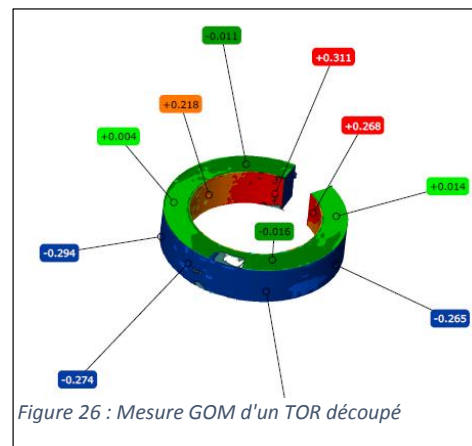


Figure 26 : Mesure GOM d'un TOR découpé

des pièces et, in fine, le taux de porosité associé via une mesure de la masse finale de la pièce et un calcul de densité.

Test de Cochran sur volume et hauteur

Le moyen de mesure GOM, par stéréovision, fournit à l'utilisateur un ensemble de valeurs géométriques dont la répétabilité doit être évaluée. Un test de Cochran permet de valider la répétabilité du moyen de contrôle, à travers plusieurs séries de mesures. Il s'agit d'un test statistique basé sur la variabilité des variances. Il permet d'identifier l'existence de valeurs aberrantes dans une série de mesures à une valeur alpha critique (usuellement 1% et 5%). Le tableau ci-dessous reprend le test sur 6 séries de mesures de 6 TOR différents.

Tableau 3 : Test de Cochran sur la mesure du volume.

N° Mesure	56	44	39	66	52	70
1	27691,63	27360,49	29017,89	28961,74	29455,19	29506,29
2	27691,5	27376,08	29014,03	28995,07	29502,52	29478,15
3	27661,35	27377,54	28999,98	29000,96	29472,55	29464,95
4	27736,94	27320,16	29017,3	28995,86	29425,22	29488,82
5	27619,85	27314,06	29042,04	28966,52	29524,07	29492,92
6	27702,14	27319,08	29002,87	29019,28	29477,11	29450,79
Effectif :	6	6	6	6	6	6
Moyenne :	27683,9017	27344,5683	29015,685	28989,905	29476,11	29480,32
Variance de répétabilité :	1574,87142	901,959137	223,13331	477,47367	1207,75236	403,68352
<b>Test de Cochran</b>						
C =	0,32886052		0,32886052			
alpha =	1%		5%			
Seuil Cc =	0,52		0,445			
	bonne répétabilité		bonne répétabilité			
Ecart type de répétabilité : 27,0345146						

Le test de Cochran valide la répétabilité du moyen de contrôle, tant pour la mesure du volume que pour la mesure de la hauteur de la pièce, comme cela est présenté sur la figure ci-dessous.

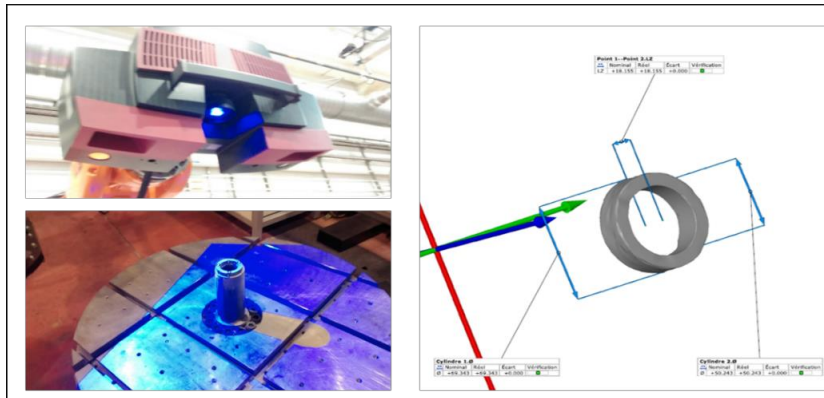


Figure 27 : Moyens de mesure GOM et résultats CAO analysés en sortie

### Caractérisation mécanique

La méthode de caractérisation mécanique des cylindres est basée sur une publication de (Kim and Lee 2007) qui développe un moyen de caractérisation similaire à celle de notre étude. Le moyen de fabrication de leur cylindre composite diffère cependant de notre moyen de mise en forme comme présenté sur la figure ci-dessous. Le matériau de leur étude est un pré-imprégné composite  $\pm 45^\circ$ .

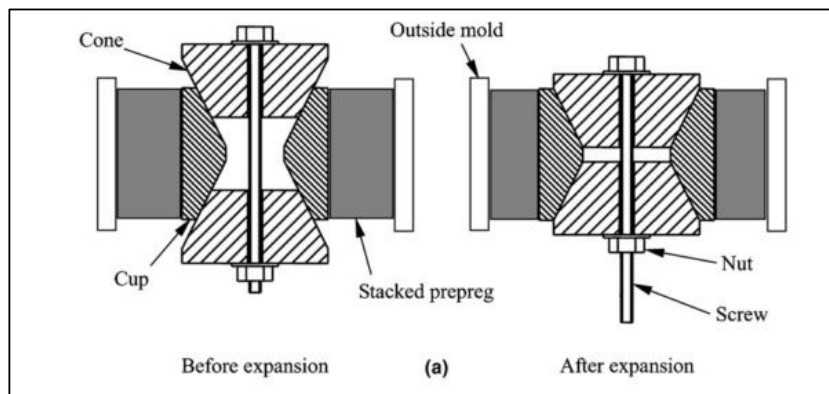


Figure 28 : Méthode de fabrication de cylindre composite par Kim et Lee

Les cylindres sont découpés et un essai mécanique de traction pure permet de quantifier la quantité de contraintes internes présente à la suite de la mise en forme. Cet essai permet aussi la quantification des déformations lorsque le palier élastique est dépassé. Il est possible de placer soit des jauges de déformations sur le composite,

comme dans les travaux de Kim et Lee, soit d'utiliser un traitement d'image, capable de quantifier les déformations dans le plan au cours de l'essai (c'est ce qui a été réalisé dans cette étude).

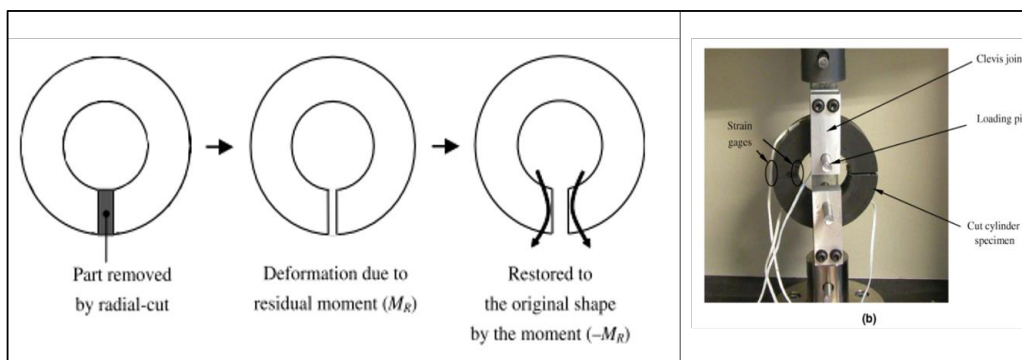


Figure 29 : Test de l'anneau présenté par Kim et Lee -2007

#### Caractérisation microscopique

La caractérisation de la santé matière passe par une micrographie de l'échantillon. La figure 30 permet de visualiser un échantillon de composite à différentes échelles d'observation. Il s'agit d'un composite qui a été passé au microscope à balayage électronique. Il est important de bien distinguer deux zones caractéristiques :

- les zones Inter torons ; plus claires sur l'image correspondant aux jointures entre les différents fils, cette zone est créée lors de la mise en forme.
- Les zones intra torons ; en gris sur l'image correspondant au fil consolidé.

Au premier grossissement l'ensemble des torons est visible, il s'agit de l'échelle macroscopique. Au grossissement fois 500 les fibres sont discernables, il s'agit de l'échelle microscopique. Le taux volumique de fibre est mesurable à partir d'un grossissement fois 500. Il consiste via une méthode de traitement d'images à isoler les fibres de la résine car elle ne reflète pas la lumière de la même façon. Cette méthode est explicitée dans l'article de (Santulli et al. 2002)

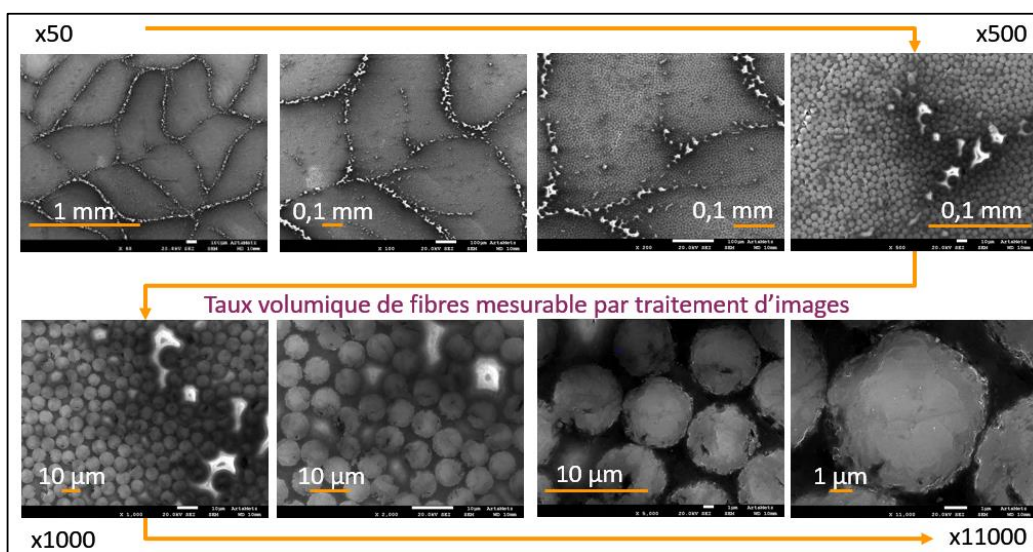


Figure 30 : Composite à différentes échelles d'observation

Il s'agit d'une méthode de seuillage de gris qui permet d'isoler les fibres de la résine est une mesure directe de l'ère des fibres par rapport au reste de l'échantillon. Le rapport aire des fibres sur aire totale correspond au taux volumique de fibres de l'échantillon. Le taux de porosité est lui aussi mesurable mais s'avère plus compliqué car il est parfois difficile de discerner, à faible grossissement, des fibres cassées d'une porosité. Cependant avec un fort grossissement la porosité est facilement détectable. Il est possible de l'identifier en réalisant plusieurs mises au point ; une porosité est un creux dans la matière.



## VII - Conclusion

L'identification des problématiques dans le chapitre précédent a permis de mettre en avant les données de sortie à qualifier dans la réalisation de cylindres TOR. Il apparait 3 catégories de données à analyser :

- Les données de mise en forme par le suivi des efforts de mise en forme en fonction du temps
- Les données géométriques et morphologiques des pièces mises en forme, tels que la hauteur, le volume ou l'état de surface extérieure de la pièce réalisée.
- Les données issues des essais mécaniques pour qualifier les cylindres réalisés en fonction des paramètres procédés.

L'ensemble des méthodes de caractérisation des pièces ont été définies et testées dans ce chapitre. La répétabilité du moyen de mise en forme, condition nécessaire dans la réalisation, de pièce a été mise en avant via une série de mise en forme de pièces jumelles (possédant le même historique de procédé de mise en forme). Le moyen de mise en forme, présenté dans ce chapitre a donc été validé, tant thermiquement que mécaniquement.

La caractérisation géométrique et morphologique des cylindres a été vérifiée via une série d'essais visant à qualifier le moyen de mesure par stéréoscopie.

Un test mécanique, permettant l'analyse des cylindres a été identifié dans la bibliographie via l'article de (Kim and Lee 2007), permettant de quantifier les contraintes résiduelles présentes dans les cylindres à la suite de la mise en forme. Les cylindres réalisés dans leur étude présentent les mêmes défauts dus à la mise en forme que ceux parfois obtenus lors du refroidissement trop rapide des cylindres TOR.

## VIII - Liste des figures et bibliographie

Figure 1 : Illustration des formes de matière .....	50
Figure 2 : Les matières disponibles pour l'étude.....	50
Figure 3: Vues macroscopiques de la matière première.....	53
Figure 4 : Fabrication fibres co-mêlées craquées et leur utilisation .....	54
Figure 5 : Evaluation de l'influence de la tension sur l'élongation des fibres .....	55
Figure 6 : Evolution du diamètre en fonction de la tension qui lui est appliquée .....	56
Figure 7 : Principe d'une DSC, Technical University Braunschweig.....	57
Figure 8 : DSC réalisée sur le Schappe CA/PPS.....	58
Figure 9 : Définition expérimentale.....	59
Figure 10 : Exemple de réalisation de bielle.....	60
Figure 11 : Système d'enroulement manuel .....	61
Figure 12 : Description du moule de mise en forme .....	62
Figure 13 : Montage de mise en forme .....	63
Figure 14 : Tête d'enroulement et tronçonnage .....	63
Figure 15 : Tête d'enroulement.....	64
Figure 16 : Enroulement en quinconce .....	64
Figure 17 : Amélioration de l'enroulement ; 17a défaut d'enroulement écarts irréguliers entre les torons ; 17b défaut d'enroulement amélioré.....	65
Figure 18 : Etape de réalisation d'un cylindre TOR, essais réalisés sur banc d'essais pneumatiques PPE.....	66
Figure 19 : Evaluation des écarts capteur laser - capteur machine .....	68
Figure 20 : Acquisition des températures lors d'une mise en forme .....	69
Figure 21 : Défauts caractéristiques d'un mauvais remplissage .....	74
Figure 22 : Graphique d'enroulement pour la fibre Schappe CA/PPS.....	75
Figure 23 : Evaluation des répétabilités lors des mises en forme.....	76
Figure 24 : Entrées et sorties du système de mise en forme .....	77
Figure 25 : Ultrasons et défauts associés .....	78
Figure 26 : Mesure GOM d'un TOR découpé .....	78
Figure 27 : Moyen de mesure GOM et résultats CAO analysé en sortie.....	80
Figure 28 : Méthode de fabrication de cylindre composite par Kim et Lee.....	80
Figure 29 : Test de l'anneau présenté par Kim et Lee -2007.....	81
Figure 30 : Composite à différentes échelles d'observation .....	82

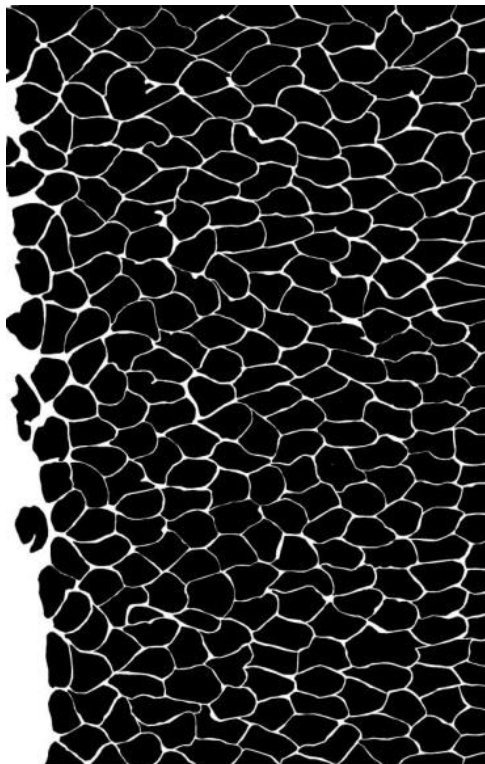
- Kim, Jong Woon, and Dai Gil Lee. 2007. "Measurement of Residual Stresses in Thick Composite Cylinders by the Radial-Cut-Cylinder-Bending Method." *Composite Structures* 77 (4): 444–56. doi:10.1016/j.compstruct.2005.07.020.
- Santulli, C, R Garcia Gil, A C Long, M J Clifford, Reading Whiteknights, P O Box Reading, and Berks Rg. 2002. "VOID CONTENT MEASUREMENTS IN E- GLASS / POLYPROPYLENE COMPOSITES USING IMAGE ANALYSIS FROM OPTICAL MICROGRAPHS Voids Are among the Most Common Manufacturing Induced Defects in Polymer Matrix Composites . Void Formation Can Be due to a Number of Reasons ,," *Science and Engineering of Composite Materials* 10 (2): 1–25.

# Chapitre 3 :

## Compréhension de l'écoulement

### MISE EN SITUATION :

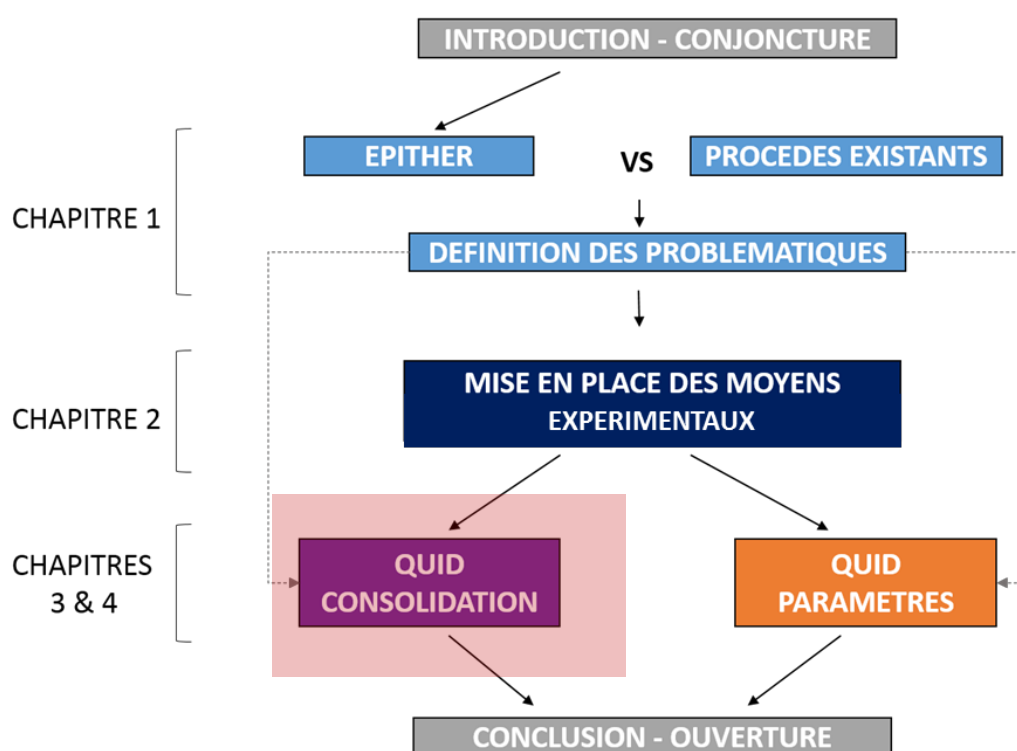
L'objectif de ce chapitre est de mettre en avant le comportement du composite lors de la mise en forme spécifique à EPITHER. Les mécanismes de consolidation avec et sans préforme seront mis en lumière ainsi que l'influence du type de matière première.



## SOMMAIRE

SOMMAIRE	87
I - INTRODUCTION	89
II - IMPREGNATION DES MATERIAUX COMPOSITES	90
II) 1 - <i>Etapes d'imprégnation</i>	91
II) 2 - <i>Imprégnation spécifique aux fibres co-mêlées</i>	94
II) 2) 1 - Définition de la consolidation	94
II) 2) 2 - Identification du mode d'imprégnation de fibres co-mêlées	94
II) 2) 3 - Défauts associés à la consolidation de fibres co-mêlées	96
II) 2) 4 - Modèles d'imprégnation et de consolidation de fibres co-mêlées	97
II) 2) 5 - Synthèse des modèles de consolidation	100
II) 3 - <i>Synthèse bibliographique sur l'imprégnation composite</i>	100
II) 3) 1 - Conclusions sur l'imprégnation composite	100
II) 3) 2 - Conclusion sur l'imprégnation des fibres co-mêlées	100
III - ESSAIS INTERROMPUS	101
III) 1 - <i>Principe</i>	102
III) 2 - <i>Eprouvettes de flexion trois points</i>	103
III) 2) 1 - Présentation de la mise en forme	103
III) 2) 2 - Premières observations	105
III) 2) 3 - Observation et résultats qualitatifs des microscopies	107
III) 2) 4 - Mesures et analyses - Quantitatif	108
III) 3 - <i>TOR sous tension</i>	112
III) 3) 1 - Présentation de la mise en forme	112
III) 3) 2 - Premières observations	113
III) 3) 3 - Qualitatif	114
III) 3) 4 - Mesures et analyses – Quantitatif	118
III) 4 - <i>Comparaison</i>	123
III) 5 - <i>Conclusion essais des essais interrompus</i>	125
IV - GRADIENT DE TAUX VOLUMIQUE DE FIBRES	126
IV) 1 - <i>Explication de la problématique</i>	126
IV) 2 - <i>Méthode de mise en évidence d'un gradient</i>	129
IV) 2) 1 - Cartographie par analyse macro des images	129
IV) 2) 2 - Vérification de la méthode	130
IV) 2) 3 - Analyse des défauts	131
IV) 2) 4 - Mesures préalables	132
IV) 3 - <i>Approche macro du gradient</i>	133
IV) 3) 1 - Première approche	133
IV) 3) 2 - Analyses brutes des aires des torons	134
IV) 4 - <i>Méthode affinée</i>	135
V - CONCLUSION	138
VI - LISTE DES FIGURES ET BIBLIOGRAPHIE	139

La mise en place de moyens expérimentaux a permis de créer 2 cas d'études dans ce chapitre visant la compréhension de la consolidation d'une pièce.



## I - Introduction

Le mode d'imprégnation composite, avec la méthode de fabrication présentée dans le chapitre précédent, reste peu connu. La méthode d'enroulement utilisée permet le maintien de la tension des fibres tout au long des phases de fabrication des pièces. Pour maîtriser le procédé de mise en forme, le mode d'imprégnation d'une fibre tendue doit être identifié et caractérisé ainsi que ses différentes étapes. La réalisation de pièces composites plus complexes peut par ailleurs entraîner des changements lors des différentes phases d'imprégnation, en raison des propriétés morphologiques spécifiques demandées, de l'écoulement et des gradients qui en résultent.

Pour répondre à ces problématiques, il est proposé de réaliser, dans un premier temps deux séries d'essais interrompus permettant de visualiser et de quantifier les différentes phases d'imprégnation :

- Une série d'essais interrompus sur des composites consolidés sans tension.
- Une série d'essais interrompus de TOR avec gestion de la tension d'enroulement.

Cette méthode permet de qualifier les défauts observables sur les pièces dans le cas d'un enroulement présentant des problèmes d'homogénéité, par exemple. Comme il est possible de l'observer, elle a l'avantage d'être visuelle, avant même la réalisation de mesure, par analyse d'images.

La création d'un gradient de taux volumique de fibres est présentée dans un second temps afin d'observer et de caractériser l'apparition de défauts de remplissage pouvant être également le résultat d'une mauvaise gestion de l'enroulement.

Dans un dernier temps, deux types de remontées de nervure dans l'enroulement cylindrique sont présentées; une nervure circonferentielle intérieure et une nervure circonferentielle supérieure. Ces deux mises en forme rappellent les fonctions du brevet mis en place par le consortium EPITHER au courant de l'année 2015, « procédé de fabrication de pièces en composite », et permettent une première approche vers des fabrications de pièces à morphologies plus complexes et leur faisabilité.

## II - Imprégnation des matériaux composites

La fabrication de pièces composites massives, dans le cadre de cette étude, correspond à une succession d'étapes d'enroulement, de consolidation, et de mise en forme. La compréhension des deux dernières étapes est nécessaire afin de maîtriser des séries de mises en forme plus complexes. L'étape de consolidation correspond à une imprégnation des fibres par le thermoplastique à température de fusion. Cette étape est spécifique à la fois à la matière utilisée, mais aussi au procédé de fabrication car elle dépend des conditions de mise en forme (température, temps, vitesse, effort, etc). La bibliographie, présentée dans les paragraphes suivants, permet :

- Dans un premier temps, d'identifier les étapes générales d'imprégnation de pièces composites déjà étudiées,
- Dans un second temps les spécificités d'imprégnation liées à la morphologie des fibres co-mêlées sont décrites, ainsi que les modèles qui leurs sont associés.

Un certain nombre de différences liées au procédé seront mises en exergue. Le thermoplastique à chaud possède un comportement spécifique, et non linéaire, comme présenté dans la publication de (Shuler and Advani 1996) décrivant le phénomène appelé « squeezing flow » dans le cadre de la mise en forme d'un composite thermoplastique. Il met en avant le modèle de Carreau décrivant le comportement du PEEK à température de fusion ; il s'agit d'un fluide non newtonien dont la viscosité varie en fonction du taux de cisaillement lui étant appliqué. Ce modèle est par la suite complété avec une thermo-dépendance nommée Carreau-Yasuda. Dans le dernier chapitre de la thèse est présentée une première implantation d'un modèle Carreau-Yasuda dans un logiciel de simulation.

Cette complexité des écoulements de fluides non-newtoniens dans les milieux poreux, comme celui d'un enroulement de fibres co-mêlées, nécessite la mise en place d'essais permettant une compréhension et une modélisation phénoménologique de l'imprégnation du composite afin de maîtriser le résultat sur le produit en fonction des paramètres produits et de mise en forme. La réalisation de deux ensembles d'essais interrompus permet ainsi de qualifier et quantifier le mode d'imprégnation spécifique à la consolidation des fibres co-mêlées enroulées, par la mesure des défauts (macroporosités et microporosités), lors des mises en forme. Ces mesures de défauts sont réalisées par analyse d'images comme présenté dans le chapitre 2, stipulant les moyens de mise en forme et d'analyse.



## II) 1 - Etapes d'imprégnation

Avant de décrire les étapes d'imprégnation d'une pièce composite telle que le TOR, il est nécessaire d'introduire les différentes étapes d'imprégnation usuelles. Dans les procédés de mise en forme composite par thermocompression, l'imprégnation est présentée comme la succession des étapes suivantes :

- La première, correspond à une compression des fibres ou du textile s'il s'agit d'une matière tissée.
- La seconde, correspond à une macro imprégnation.
- La dernière, correspond à une micro imprégnation.

L'ensemble de ces étapes d'imprégnation est décrite dans l'article de (Maffezzoli, Gennaro, and Greco 2010), traitant des macros et micros imprégnations dans la fabrication de composites à matrices thermoplastiques (semi-produit fibres comêlées). La macro-imprégnation est ainsi décrite comme le passage de matrice à travers les torons de fibres, permettant d'éliminer les larges zones sèches. La micro-imprégnation est décrite comme le passage de matrice à l'intérieur des torons de fibres, autour des fibrilles, permettant d'éliminer les microporosités et d'améliorer le contact final fibre matrice. L'amélioration de ce contact permet la bonne transition des efforts dans la pièce. Ce mode d'imprégnation est présenté dans la bibliographie dans le cas de consolidation réalisée lors de thermocompression, c'est-à-dire lors de l'imprégnation de thermoplastique à température de fusion d'un tissu composite. L'exemple bibliographique représentant bien ces différentes étapes d'imprégnation est l'étude de (Christmann, Mitschang, and Medina 2015). Les auteurs ont réalisé des essais d'imprégnation non-isobare d'un textile sec, sur lequel est déposée une feuille de thermoplastique. L'ensemble est monté à température de fusion pour être comprimé afin d'imprégner le textile de thermoplastique fondu, et former la pièce composite à différentes configurations, comme présenté sur la figure 1, ci-dessous.

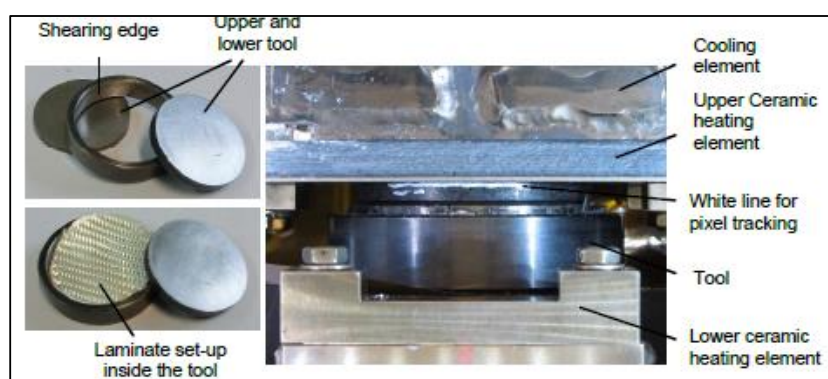


Figure 1 : Manipulation utilisée par Christmann

L'ensemble des étapes de mise en forme, détaillant la compression du tissu, la macro-imprégnation et la micro-imprégnation sont décrites dans la figure 2. Elles correspondent à un relevé d'épaisseur réalisé dans le cadre de l'étude de (Christmann, Mitschang, and Medina 2015). La dernière partie de la courbe correspond au retrait dû à l'expansion thermique. Aucun essai interrompu n'a été réalisé dans le cadre de l'étude de Christmann.

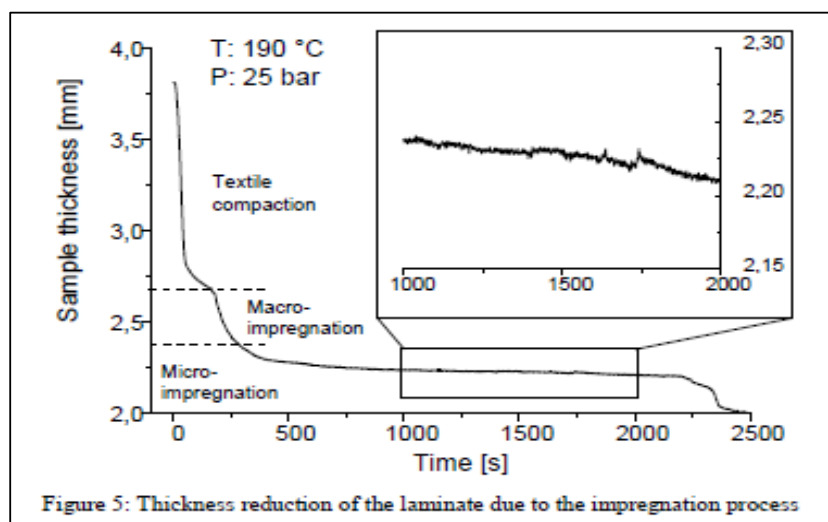


Figure 2 : Les différentes phases d'imprégnation

L'imprégnation est souvent décrite par la loi de Darcy correspondant à une loi de perméabilité. La perméabilité correspond à la capacité d'un milieu à se laisser traverser par un fluide. Cette loi est principalement utilisée dans le cadre de test de perméabilité de tissus, afin de gérer l'ajustement des paramètres procédés, comme en RTM (Resin Transfert Molding) par exemple. Les principales différences entre la loi de Darcy et une imprégnation thermoplastique sont présentées dans le tableau suivant, issu de cette même publication. (Variabilité de la viscosité dans le cas réel d'imprégnation de thermoplastique)

Tableau 1 : Différences entre Darcy et imprégnation thermoplastique

D'Arcys Law		Thermoplastic impregnation process
Polymer flow through	↔	Polymer saturation
Constant permeability	↔	Variable permeability
Constant viscosity	↔	Temperature dependent viscosity

Dans le cas d'une injection, d'une infusion ou d'une mise en forme par procédé RTM, la macro-imprégnation du tissu se réalise en premier, pour finir par une micro-

imprégnation comme le présente la figure 3. La succession de ces étapes d'imprégnation définit le mode d'imprégnation pouvant être :

- Macro-prioritaire dans le cas où l'imprégnation se réalise d'abord par la fermeture des macro-porosités. Il s'agit du cas le plus courant, et le couramment trouvé à l'heure actuelle dans la bibliographie.
- Micro-prioritaire dans le cas où l'imprégnation se réalise d'abord par la fermeture des micro-porosités.

Dans le cadre de l'étude de Christmann, l'auteur décrit l'imprégnation propre à son expérience comme macro-prioritaire. La mise en place d'un modèle d'imprégnation a permis la comparaison des états de santé matière du composite à différentes configurations du procédé, présentant ainsi des qualités d'imprégnation équivalentes à 5 bars comme à 25 bars de consolidation.

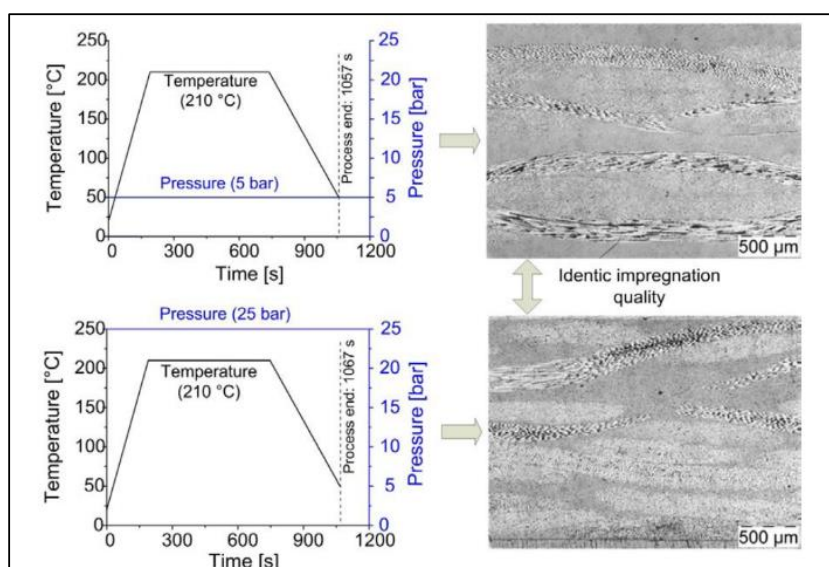


Figure 3 : Présentation des qualités d'imprégnation à différentes pressions de mise en forme - Christmann

Cette donnée ne donne pas forcément d'indication quant aux pressions de mise en forme nécessaires, car il ne s'agit ni du même mode d'imprégnation ni des mêmes matériaux. Cependant, il est intéressant de relever que des qualités d'imprégnation similaires peuvent être obtenues à faibles pressions de mise en forme, comme à des pressions plus élevées (respectivement 5 bars et 25 bars dans le cas d'étude de Christmann).

## II) 2 - Imprégnation spécifique aux fibres co-mêlées

L'imprégnation des fibres co-mêlées est un peu plus spécifique que le mode d'imprégnation cité précédemment. La phase d'imprégnation intervient lors de la consolidation des pièces.

### II) 2) 1 - Définition de la consolidation

L'article de (West and Pipes 1971) permet de donner la définition suivante de la consolidation et du procédé de consolidation : "The consolidation process results in the debulking or compaction of the woven or stitched material, the impregnation and wetting of the reinforcing fibers with molten matrix, and the elimination of voids within the material. A normal processing cycle consists of heating the material above the melting point of the matrix fibers, applying sufficient pressure to reduce the thickness of the laminate to the fully consolidated thickness, and then cooling below the glass transition temperature of the matrix while maintaining pressure."

La consolidation est donc une succession d'étapes comme la compression du tissu, l'élimination des porosités par l'imprégnation du thermoplastique à température de fusion. La morphologie des fibres co-mêlées en font un cas particulier.

### II) 2) 2 - Identification du mode d'imprégnation de fibres co-mêlées

La consolidation du composite est identifiée dans l'article de (Bernet and Michaud 2001) présentant les principales étapes de compression et d'imprégnation des torons comme présenté sur la figure 4, ci-dessous.

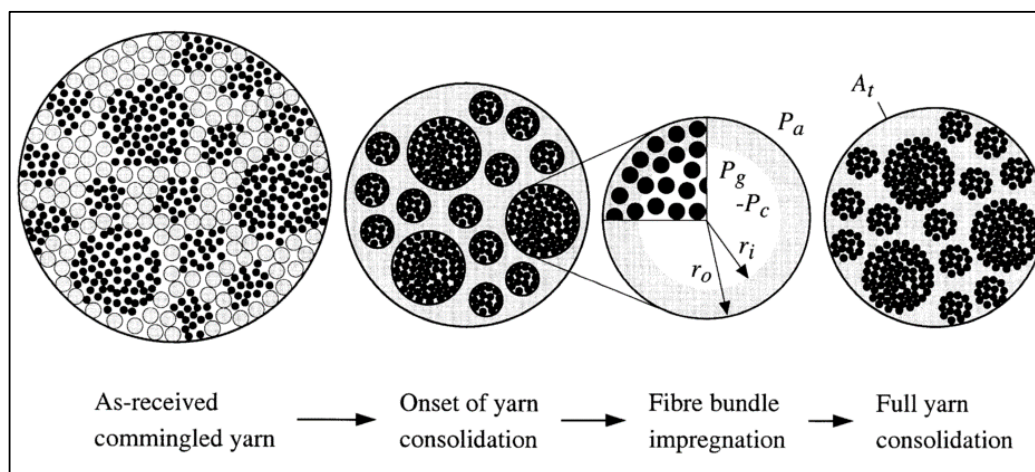


Figure 4 : Consolidation du co-mêlé – Bernet et al.

Dans le cas de fibres co-mêlées, la consolidation du composite passe par l'évacuation des porosités dans la matrice, et l'ordonnancement des fibres en réseau ressemblant à un nid d'abeilles. La figure 5, présentée dans les travaux de (West and Pipes 1971).

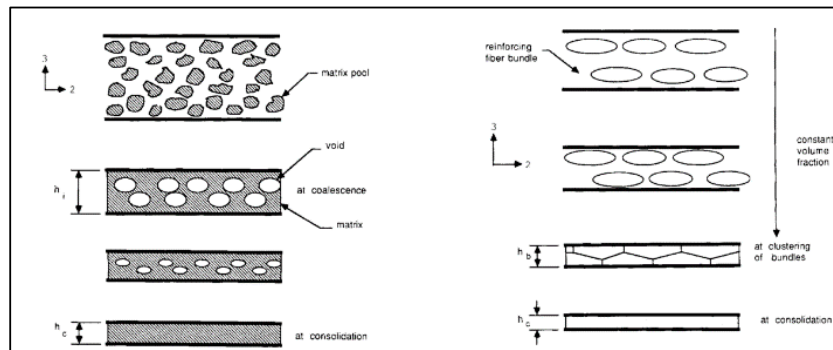


Figure 5 : Mise en forme séparée de la matrice et des fibres (West and Pipes)

Ce réseau en forme de « nid d'abeilles » est observable sur les consolidations réalisées via le procédé sur les TOR comme le présente la figure 6. Cet échantillon a été prélevé au centre d'un TOR. Cette organisation se retrouve principalement dans le cas d'enroulements robotisés, qui permet une très bonne répétabilité dans les paramètres de troncantage telles que la tension d'enroulement ou la régularité de l'avance d'enroulement.

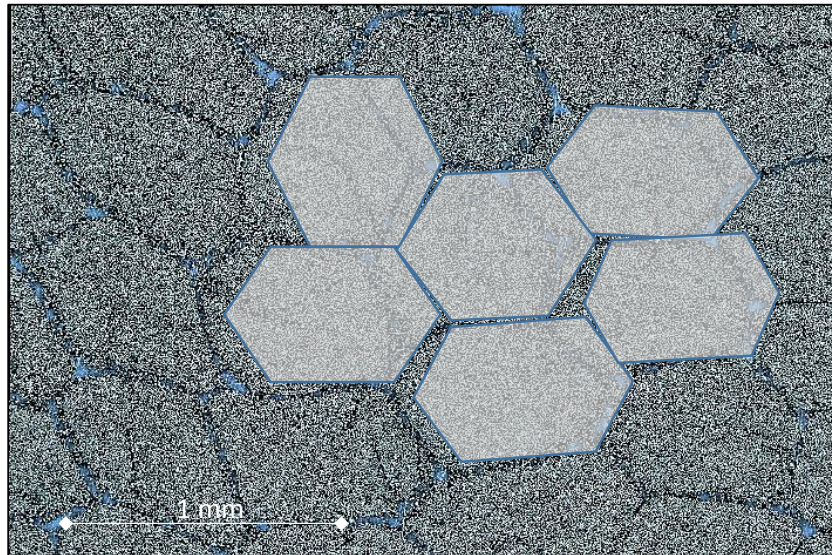


Figure 6 : Composite à la fin de la consolidation issue d'un TOR

Dans le cas de consolidations plus complexes, comme par exemple la réalisation d'une bielle constituée de parties planes et de cylindres enroulés, les modes de consolidation de ces différentes géométries peuvent varier, et notamment lors de changement de tension dans l'enroulement pouvant être induit par un défaut matière ou un changement de trajectoire du robot ou de l'opérateur. Cela signifie qu'une pièce complexe n'est pas forcément définie par un mode de consolidation uniforme, mais par plusieurs nuances de consolidation macro/micro prioritaires en fonction de la géométrie et du moyen de mise en forme. L'imprégnation de fibres telles que celles utilisées a déjà été traitée dans la bibliographie. L'étude de Bernet (Bernet et al. 1999) a permis de mettre en évidence l'ensemble des phénomènes régissant l'imprégnation des fibres co-mêlées lors de la consolidation.

## II) 2) 3 - Défauts associés à la consolidation de fibres co-mêlées

Les défauts d'imprégnation entraînent des porosités associées différentes. La différence peut être observée sur les deux figures ci-dessous, mettant en avant les porosités inter-torons, dans le cas d'un défaut de compaction initial et intra-torons dans le cas d'un défaut de compaction et d'imprégnation issu d'un essai TOR à très basse pression.

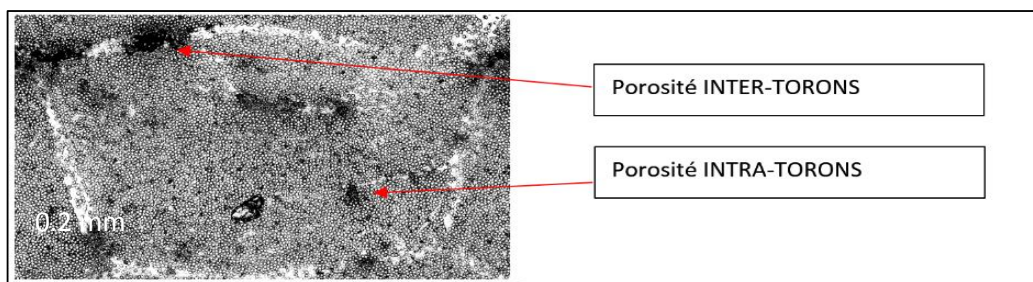


Figure 7 : Porosités intra-torons et inter-torons

La figure 8, ci-dessous, est issue des travaux de Nicolas Bernet, qui met en avant le manque de consolidation d'une zone à l'intérieur d'un toron composite dans l'article (Bernet and Michaud 2001), mettant ainsi en évidence ce qui est appelé en français et en anglais respectivement « porosité intra-toron / intra-bundle porosity ».

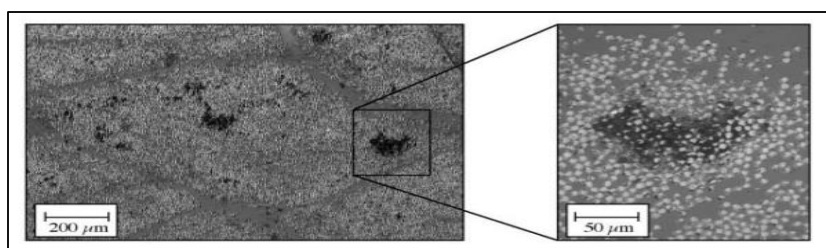


Figure 8 : Illustration d'une porosité intra-torons, Bernet

II) 2) 4 - Modèles d'imprégnation et de consolidation de fibres co-mêlées

Quelques recherches bibliographiques ont permis de mettre en avant les principaux modèles de consolidation utilisés lors de l'utilisation de fibres co-mêlées.

Modèle de Gutowski

Le Modèle de Gutowski (Gutowski et al. 1987) est souvent cité dans les différentes bibliographies et correspond à une entrée de la plupart des modèles de consolidation. Il définit le taux volumique de fibres en fonction d'un certain nombre de paramètres comme l'ordonnement du réseau fibreux, le taux volumique de fibres initial ou le taux volumique de fibres maximum atteignable (dépendant bien évidemment de l'ordonnement du réseau de fibres). Les figures ci-dessous présentent l'expérimental et les résultats obtenus par Gutowski.

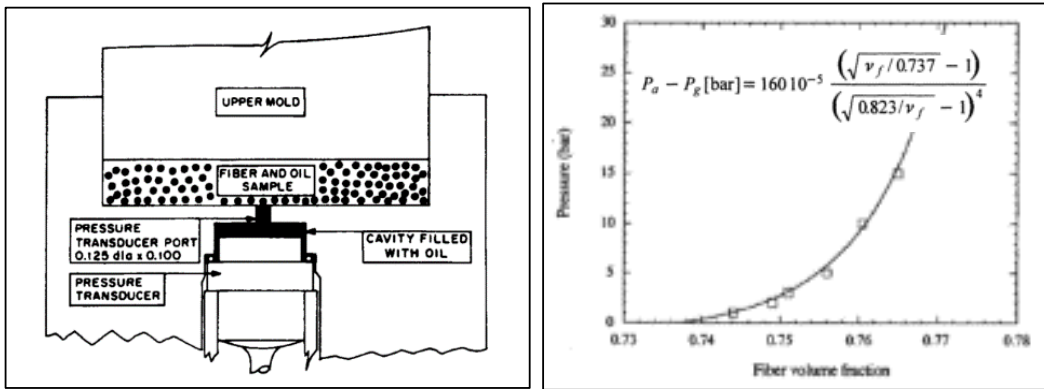
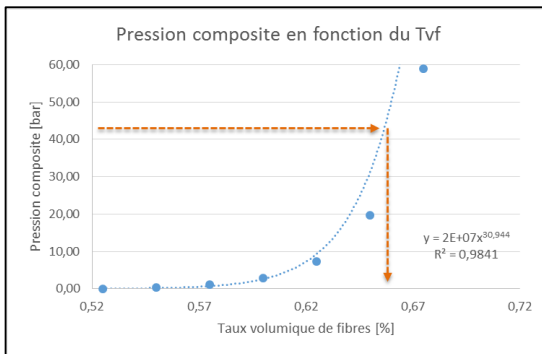


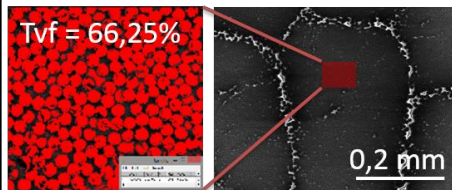
Figure 9 : A gauche : Méthode de détermination de l'effort en fonction du taux volumique de fibres, A droite : Pression de mise en forme en fonction du taux volumique de fibres – Gutowski et al..

L'intérêt de ce modèle peut être évalué dans le cadre de défauts de mises en forme forcée. En effet, la réalisation (procédé de mise en forme similaire) d'une éprouvette à bords libres a permis de vérifier ce modèle.

Le modèle se vérifie particulièrement bien dans le cas d'étude d'une fibre co-mêlée C/PSP avec un taux volumique de fibres initial de 50% à 55%. La mise en pression du composite à 45 bars a permis d'obtenir une pièce composite avec un taux de fibres final d'environ 65%.



Graphique 1: application du modèle de Gutowski



Ce modèle peut être une bonne voie d'exploration dans le traitement de défauts de mise en forme, par la cartographie des taux volumiques de fibres. Une partie est dédiée à ce traitement dans ce chapitre.

### Modèle de Van West

Les différents types de porosités, issues de la mise en forme, ont été identifiés dans la littérature via la mise en place d'essais de consolidation de fibres co-mêlées comme dans l'étude de (West and Pipes 1971), qui présente le modèle suivant : une succession de trois étapes ; la compression inter-torons, qui peut correspondre à l'étape de compression du tissu, la compression intra-torons, puis l'imprégnation.

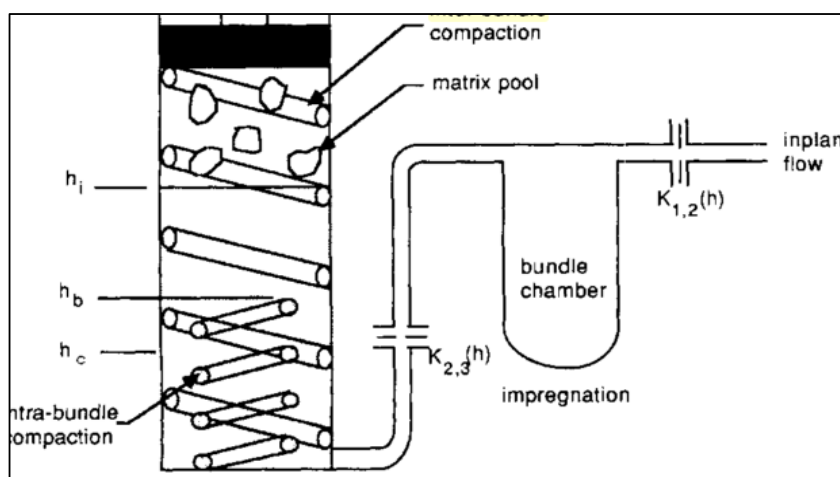


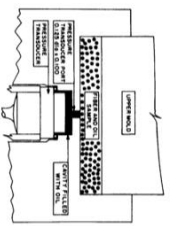
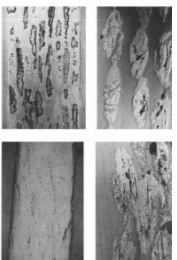
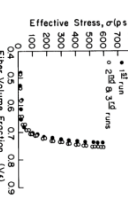
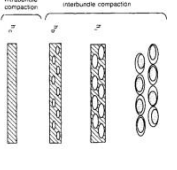
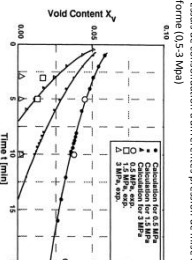
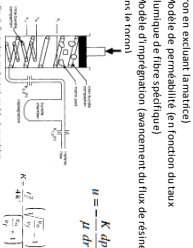
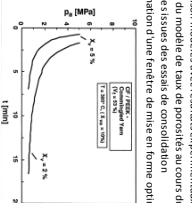
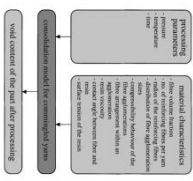
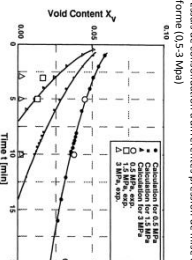
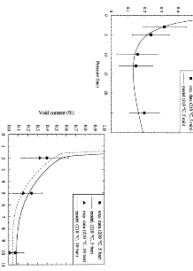
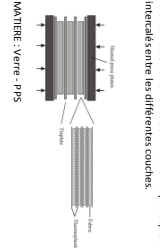
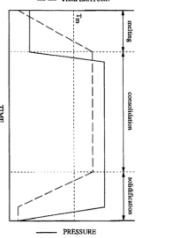
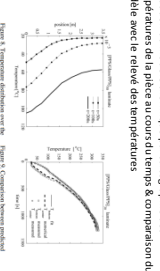


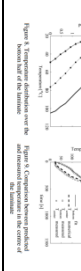
Figure 10 : Modèle de consolidation proposé par West

Ces états de consolidation renseignent sur :

- Le taux volumique de porosité général du composite, qui correspond au rapport entre la hauteur atteinte lors de l'essai et la hauteur finale de consolidation. Ce taux de porosité correspond cependant à une approximation, car le taux de porosité final de l'échantillon est considéré comme nul à la fin de la mise en forme. C'est une hypothèse qui peut parfois être écartée par l'apparition de défauts de mise en forme.
- Le taux de porosité intra-torons, définissant l'état de macro-imprégnation du composite.
- Le taux de porosité inter-torons, définissant l'état de micro-imprégnation du composite.



II) 2) 5 - Synthèse des modèles de consolidation

Modèle	Cas d'étude	Paramètres process	Description modèle	Résultats	Références publications	Remarques
<p>1</p> <p>(Gutowski et al. 1987)</p>	<p>Matière : fibres graphite - huile</p>  <p>Consolidation de piles fibres graphite - huile</p> <p>Consolidation de piles 0.30 de fibres composites</p>	<p>Table paramétrique à différentes pressions et à différents temps de maintien en étuve.</p>  <p>L'huile s'échappe</p>	<p><b>Modèle décomposé en deux parties :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Modèle de flux visqueux de résine dans le réseau de fibres</li> <li>Modèle de déformation du réseau de fibres</li> </ul>	<p>Comparaison de la pression à l'intérieur de la résine aux équations de Carman-Kozeny (constante de perméabilité du toron) effort en fonction du VV</p> 	<p>AAVAL: (Grouve &amp; Akkerman 2009) (Van West et al. 1991) (Bernet et al. 1999) (Thomann &amp; Ernani 2006) (Richard et al. 2002) (Thomann &amp; Ernani 2009) (Gutowski et al. 1987) (Ye &amp; Friedrich 2006)</p>	<p>Les différents hauteurs peuvent être mesurées à partir des étapes de consolidations réalisées dans la thèse</p>
<p>2</p> <p>(Van West et al. 1991)</p>	<p>Matière : Carbone - PEK</p>  <p>Consolidation de torons de fibres carbone-PEEK</p>	<p>Essai de consolidation à différentes pressions de mise en forme (0.5-3 MPa)</p>  <p>Modèle de taux de porosité en fonction du temps, de la viscosité, et de la pression appliquée :</p> $X_v(t) = X_{v0} \left( 1 - \frac{P}{P_0} \sqrt{\frac{R \cdot (1 - V_f)^3}{2 \mu \eta_0}} \cdot t \right)$ 	<p><b>Modèle décomposé en trois parties :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Modèle de déformation du toron</li> <li>Modèle de perméabilité (en fonction du taux volumique de fibres spécifique)</li> <li>Modèle d'imprégnation (avancement du flux de résine dans le toron)</li> </ul> $H = -K \frac{dP}{dV}$	<p>Comparaison modèle avec résultats expérimentaux. Recalage du modèle de taux de porosités au cours du temps avec détermination d'une fenêtre de mise en forme optimale</p> 	<p>AAQNT: (Van West et al. 1991) (Gutowski et al. 1987)</p>	<p>Le modèle est basé sur des travaux plus anciens, réalisés par Van West et par Gutowski.</p>
<p>3</p> <p>(Klinkmüller et al. 1995)</p>	<p>Matière : Carbone - PEEK</p> <p>Verre - PP</p> 	<p>Essai de consolidation à différentes pressions de mise en forme (0.5-3 MPa)</p> 	<p><b>Modèle décomposé en deux parties :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Modèle thermique pour le changement de viscosité du PPS</li> <li>Modèle d'imprégnation (loi de Darcy pour la micro-imprégnation)</li> </ul> $P_2 - P_1 [\text{bar}] = 160 \cdot 10^{-6} \cdot \left( \frac{\sqrt{V_f / (0.257 - V_f)}}{(0.823 \sqrt{V_f - 1})} \right)^2$ $K_F = C \cdot \left( \frac{P}{P_{lim}} - 1 \right)^{1.5}$ $X_v = \frac{2kV_f^2(1-V_f)}{A_1 + 2kV_f^2(1-V_f)} + \frac{2kV_f^2(1-V_f)}{A_1 + 2kV_f^2(1-V_f)}$	<p>Validation du modèle thermique par cartographie des températures de la pièce au cours du temps &amp; comparaison du modèle avec le relevé des températures</p> 	<p>AAQNT: (Klinkmüller et al. 1995) (Bernet et al. 1999) (Gutowski et al. 1987)</p> <p>AAVAL: (Thomann &amp; Ernani 2009) (Richard et al. 2002)</p>	<p>Bernet a repris les données de Gutowski et al. 1987 et a fait des mesures de données de Gutowski, Richard, Klinkmüller</p>
<p>4</p> <p>(Bernet et al. 1999)</p>	<p>Matière : Carbone - PA12</p> <p>Piles de fibres de verres avec films thermoplastiques intercalés entre les différentes couches.</p> 	<p>Essai de consolidation à différentes pressions de mise en forme (0.5-3 MPa)</p> 	<p><b>Modèle décomposé en deux parties :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Modèle thermique pour le changement de viscosité du PPS</li> <li>Modèle d'imprégnation (loi de Darcy pour la micro-imprégnation)</li> </ul> $H = -K \frac{dP}{dV}$	<p>Validation du modèle thermique par cartographie des températures de la pièce au cours du temps &amp; comparaison du modèle avec le relevé des températures</p> 	<p>AAQNT: (Bernet et al. 1999) (Gutowski et al. 1987) (Ye &amp; Friedrich 2006)</p>	<p>Intéressant de voir les étapes de consolidation, on peut les comparer aux étapes de consolidations présentées dans la thèse</p>
<p>5</p> <p>(Grouve &amp; Akkerman 2009)</p>	<p>Matière : Verre - PPS</p> 	<p>Essai de consolidation à différentes pressions de mise en forme (0.5-3 MPa)</p> 	<p><b>Modèle décomposé en deux parties :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>Modèle thermique pour le changement de viscosité du PPS</li> <li>Modèle d'imprégnation (loi de Darcy pour la micro-imprégnation)</li> </ul> $H = -K \frac{dP}{dV}$	<p>Validation du modèle thermique par cartographie des températures de la pièce au cours du temps &amp; comparaison du modèle avec le relevé des températures</p> 	<p>AAQNT: (Grouve &amp; Akkerman 2009) (Van West et al. 1991) (Bernet et al. 1999) (Thomann &amp; Ernani 2006) (Richard et al. 2002) (Thomann &amp; Ernani 2009) (Gutowski et al. 1987) (Ye &amp; Friedrich 2006)</p>	<p>Intéressant de voir les étapes de consolidation, on peut les comparer aux étapes de consolidations présentées dans la thèse</p>

## II) 3 - Synthèse bibliographique sur l'imprégnation composite

La bibliographie a permis de mettre en avant les principaux mécanismes d'imprégnation des pièces composites.

### II) 3) 1 - Conclusions sur l'imprégnation composite

Les modèles d'imprégnation composite dépendent évidemment des matériaux utilisés, et plus spécifiquement des points suivants :

- **Type de réseau fibreux** : les fibres se présentent comme dans un tissu, une fibre unidirectionnelle
- **Mélange initial entre renfort et matrice** : l'imprégnation d'une fibre initialement co-mêlée diffère d'une imprégnation via le procédé RTM.
- **Type de matrice utilisée** : certaines matrices thermoplastiques ont des fluidités à température de fusion favorables à l'imprégnation du composite.

Les modèles d'imprégnation composite peuvent être expérimentaux et/ou analytiques. L'imprégnation est généralement macro-prioritaire dans le cas des consolidations de composites.

### II) 3) 2 - Conclusion sur l'imprégnation des fibres co-mêlées

Dans le cadre de consolidation de fibres co-mêlées, la santé matière et l'état d'imprégnation est une variable dépendant des éléments suivants :

- **Les paramètres du procédé** : la température, la pression et le temps de mise en forme (paramètres dit extrinsèques)
- **Les paramètres matériaux** : l'organisation du réseau fibreux, la taille des agglomérats de fibres et de résine, la viscosité de la matrice à température de fusion, le taux volumique de fibres, etc. (paramètres intrinsèques)

Les modèles de consolidations de fibres co-mêlées sont des modèles expérimentaux comme celui de (Grouve and Akkerman 2009). L'indicateur de santé matière utilisé dans tous les cas d'imprégnation composite est le taux de porosité. Il est mesuré par analyse d'images ou par densitométrie. L'imprégnation est généralement macro-prioritaire dans le cas des consolidations de composites à fibres co-mêlées

### III - Essais interrompus

La bibliographie présente des modèles de consolidations de fibres co-mêlées comme celles utilisées dans cette étude.

Cependant ces modèles de consolidations ne considèrent pas la tension des fibres apportées lors de l'étape d'enroulement. L'influence de la tension sur l'imprégnation des fibres reste méconnue et un essai interrompu sous tension permet de donner une tendance d'imprégnation comparable à un essai interrompu sans tension de fibres. L'objectif de cette partie est ainsi de montrer, qualifier et quantifier les différentes étapes de consolidation afin de contribuer à la compréhension du procédé de fabrication proposé dans cette étude. Très peu d'essais interrompus se retrouvent dans la bibliographie. L'article de (Grouve and Akkerman 2009) présente 3 états d'imprégnation dans la figure 11 ci-dessous. Ces trois états correspondent aux phases d'imprégnation suivantes :

- Début de l'imprégnation : présence de porosités inter-torons et intra-torons.
- Milieu de l'imprégnation : présence de porosités intra-torons.
- Fin de l'imprégnation : taux de porosités quasi-nul.

L'auteur définit ainsi une imprégnation macro-prioritaire, car l'ensemble des porosités inter-torons est chassé avant les porosités intra-torons. Malheureusement, l'ensemble des conditions de mise en forme ne sont pas connues.

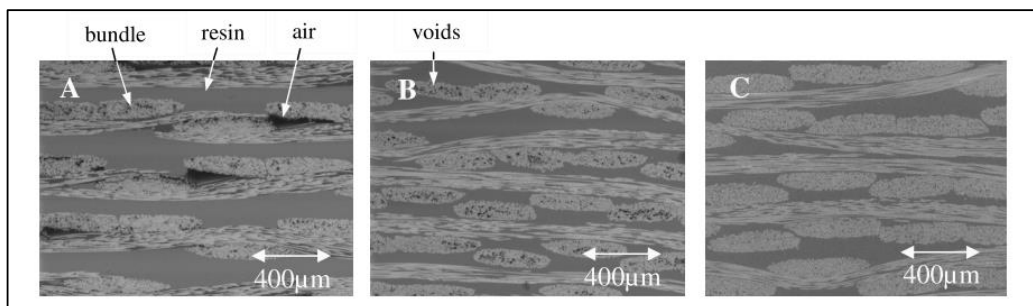
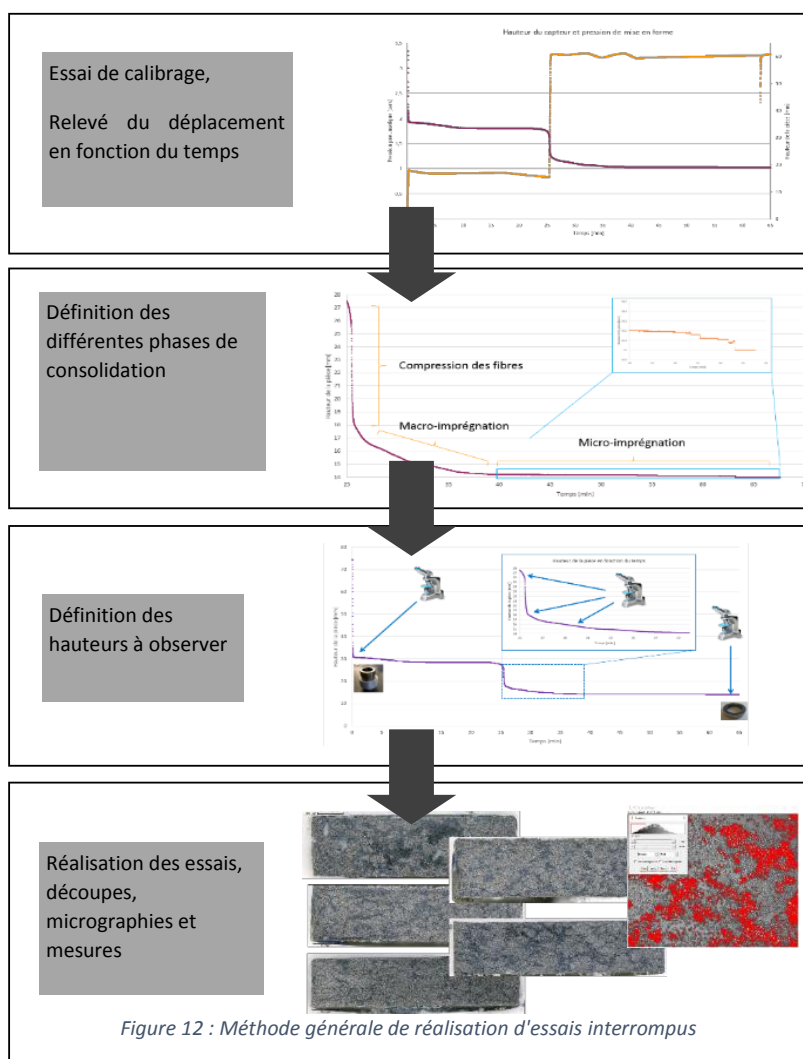


Figure 11 : Etat d'imprégnations issu de l'article de Grouve et Akkerman

Les taux de porosités relevés dans la bibliographie correspondent à des taux de porosités finaux. Le taux de porosité est ainsi une image directe des paramètres procédés choisis pour la mise en forme. L'évolution des taux de porosité inter-torons et intra-torons n'est pas connue, seule une tendance macro-prioritaire ou micro-prioritaire est identifiée.

### III) 1 - Principe

Lors d'une mise en forme composite, le déplacement de la partie mobile du moyen de mise en forme est relevé. Il est ensuite défini plusieurs hauteurs de mise en forme, correspondant à plusieurs états de consolidation différents. Les échantillons obtenus sont ensuite découpés et cartographiés au microscope optique. Dans les essais réalisés, au minimum 3 états de consolidations sont analysés. L'ensemble des échantillons sont micrographiés et les images ont été assemblées pour avoir une vue d'ensemble via le logiciel ImageJ et son plugin MosaicJ. Ceci permet d'observer macroscopiquement les différents états de consolidation des fibres co-mêlées craquées. Chaque vue macroscopique est composée d'une trentaine de micrographies. La méthode complète est présentée sur la figure 12 ci-dessous.



### III) 2 - Eprouvettes de flexion trois points

#### III) 2) 1 - Présentation de la mise en forme

La matrice, initialement prévue pour réaliser des éprouvettes de traction a été recyclée en un outillage permettant la réalisation de barreaux. Ces barreaux sont fabriqués par lots de 5 afin de réaliser des éprouvettes de flexion trois points. L'objectif est de réaliser des lots de caractérisation de matière dans les conditions du procédé EPITHER. Cinq éprouvettes ont été réalisées dans le cadre de ces essais interrompus. La réalisation de plusieurs éprouvettes en même temps doit permettre, lors des essais mécaniques, de tester la répétabilité de la mise en forme. Le moule utilisé permet la réalisation de cinq éprouvettes simultanément et supposées identiques si les différents gradients, thermiques et de pression, sont considérés faibles. Le procédé de fabrication est décrit dans la figure 13 ci-dessous, selon les étapes suivantes:

- Une quantité déterminée de brins sont coupés et disposés dans le moule avant la mise en forme.
- Le tout est chauffé et une fois la température de fusion du thermoplastique atteinte la mise en forme est réalisée. Le tout est maintenu à température pendant un temps de maintien déterminé.
- Les éprouvettes sont retirées du moule.

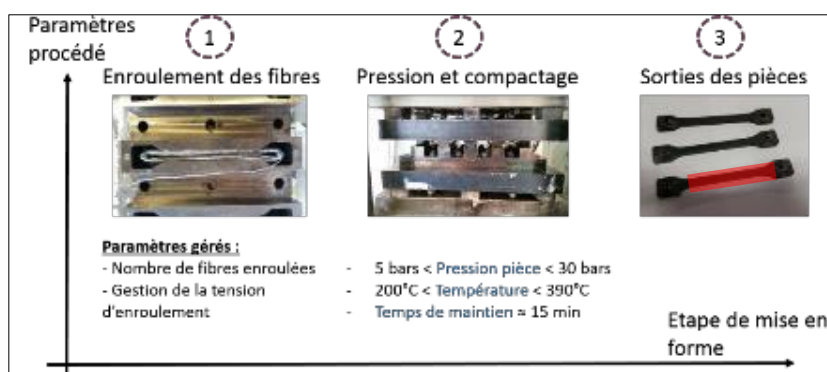


Figure 13 : Mise en forme des éprouvettes

Une fois les éprouvettes mises en forme, elles sont découpées (zone en rouge sur la figure 13) pour être testées mécaniquement par un essai de flexion 3 points, ou découpées pour la réalisation de micrographies permettant de qualifier l'état de santé matière. Différentes échelles d'observation sont à prendre en compte dans l'analyse des échantillons, tant pour le TOR que pour les éprouvettes barreaux. A une échelle

macroscopique, les ensembles de torons sont visibles. Cette échelle permet de quantifier l'état de macro-imprégnation du composite, ainsi que sa consolidation générale. Les agglomérats de résines pures sont visibles, les aires des torons et des zones inter-torons sont mesurables. L'aire d'un toron permet de réaliser une mesure de taux volumique de fibres. Ce taux peut par ailleurs être obtenu pas prélèvement local d'images et analyses d'images grâce à un seuillage (voir chapitre 2).

L'ensemble des échelles d'observation sont présentées dans l'illustration ci-dessous ; elles sont corrélées avec les vues obtenues à différents grossissements du composite obtenu lors des essais.

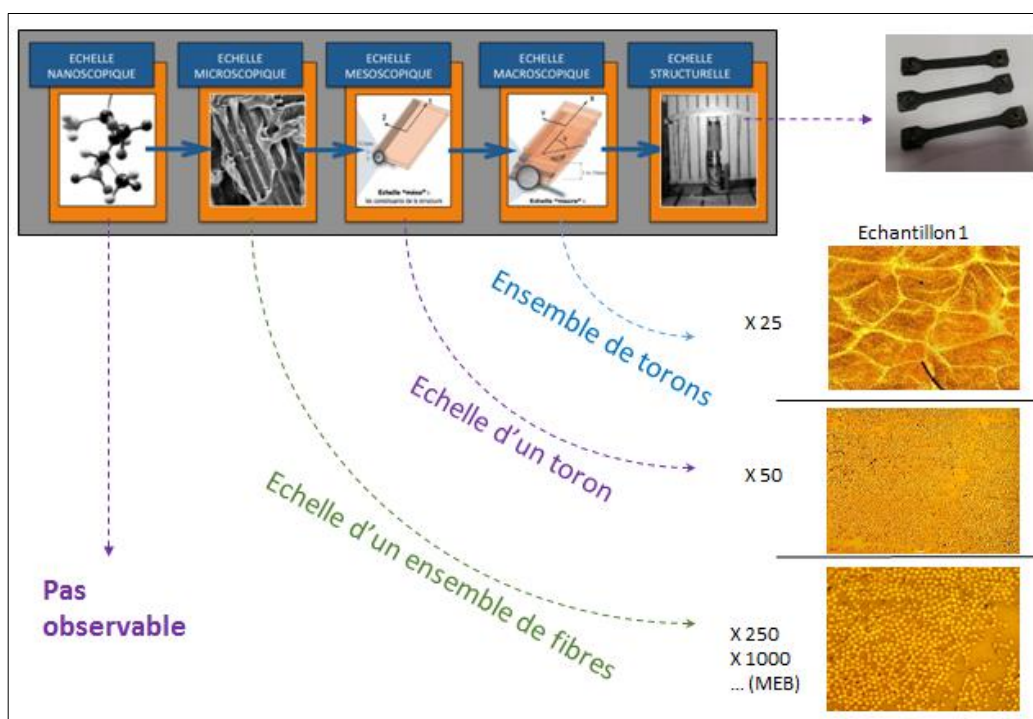


Figure 14 : Echelle d'observation du composite

Dans un premier temps, le composite est toujours caractérisé à une échelle macroscopique, qui permet la visualisation rapide de différents états de consolidation. S'il existe des défauts observables à un état macroscopique, alors le composite est d'ores et déjà invalidé pour les étapes de contrôle de santé matière.

## III) 2) 2 - Premières observations

Des éprouvettes de flexion trois points sont réalisées afin de mettre en évidence les caractéristiques mécaniques des fibres co-mêlées utilisées. Ces éprouvettes ne présentent pas de répétabilité satisfaisante pour présenter les caractéristiques mécaniques ; les écarts types sur les efforts des différents essais sont très élevés. Cependant, ce moule de mise en forme a permis de réaliser une série d'essais interrompus, permettant de qualifier et de quantifier les différentes étapes de mise en forme. Les taux de porosités inter-torons, quantifiables à une échelle mésoscopique (cf figure 16) et les taux de porosités intra-torons, quantifiables à une échelle microscopique ont été déterminés lors des différents états de consolidation observés.

Il existe deux types de porosités dans ces cas de consolidation composite. Ces deux types de porosités sont présentés dans l'article de (Santulli et al., n.d.). L'auteur s'est intéressé aux mesures des porosités par l'analyse d'images, dans le cas de consolidations de fibres co-mêlées et définit les deux types de porosités observables :

- A une échelle microscopique les microporosités sont présentes à l'intérieur des torons (porosités intra-torons).
- A une échelle macroscopique les macroporosités sont présentes entre les différents torons observables (porosités inter-torons).

Ces différents défauts de mise en forme sont observables dans la figure 15 à différentes échelles. L'échantillon 5 correspond à un état de mise en forme peu avancé tandis que l'échantillon 1 correspond à un état de mise en forme complet.

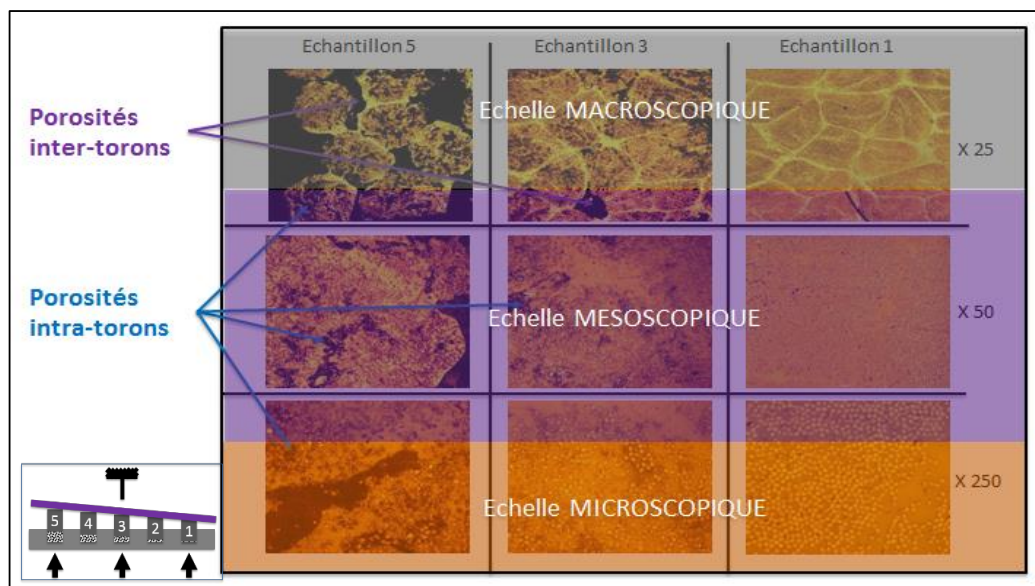


Figure 15 : Porosités inter-torons et intra-torons à différentes échelles d'observation

Un lot de mises en forme interrompues a permis la visualisation des différents états de consolidation et ainsi a mis en évidence les états d'imprégnation macroscopiques et microscopiques. Les échantillons sont réalisés via un jeu de cales permettant d'obtenir 5 hauteurs différentes, en passant par des états de consolidation allant de 140% de la hauteur finale à 100% de la hauteur finale (cf figure 16).

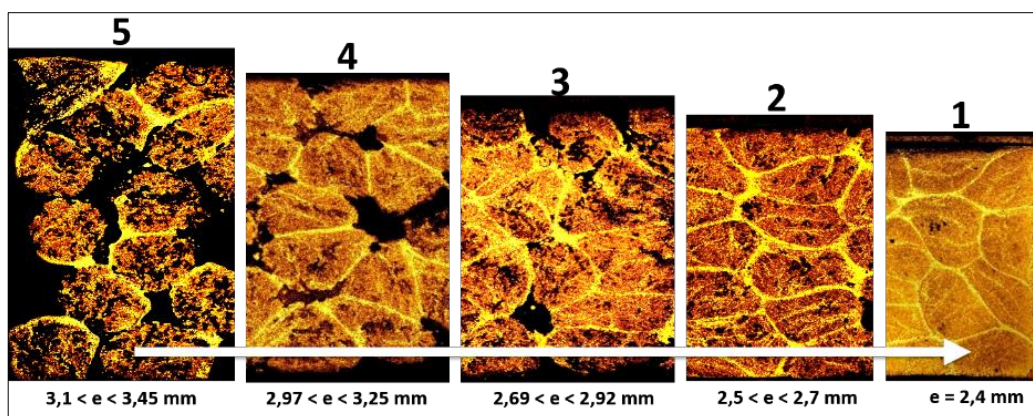


Figure 16 : Essais interrompus

Plusieurs observations peuvent être réalisées :

- Les porosités, qu'elles soient macroscopiques ou microscopiques peuvent être observées sur toute la hauteur des échantillons, sans gradient spécifique.
- Les porosités inter-torons et intra-torons sont présentes dès le début de la consolidation.
- Les porosités inter-torons sont chassées en premier.
- Les zones inter-torons s'affinent dans la dernière étape de la consolidation, ce qui correspond à une imprégnation du toron en matrice. Cette étape correspond à celle décrite dans la bibliographie, notamment dans l'article de (M. Wysocki, Toll, and Larsson 2007) (cf figure 17).

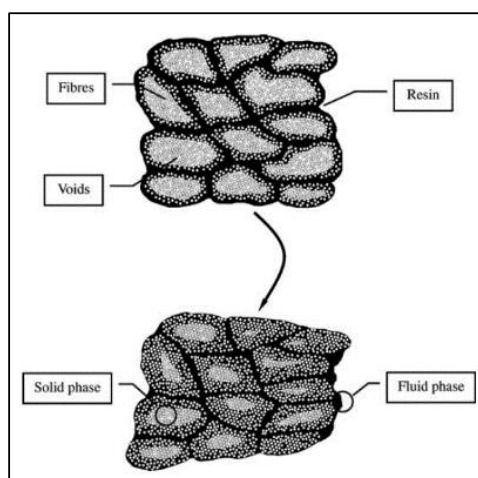


Figure 17 : Mode d'imprégnation présenté dans l'article de Wysocki



## III) 2) 3 - Observations et résultats qualitatifs des microscopies

L'ensemble des micrographies sont réalisées à différents grossissements afin de qualifier et quantifier les porosités inter-torons, observables à faibles grossissements (x25), et les porosités intra-torons, observables à plus fort grossissement (x50). Les différentes observations sont présentées dans la figure 18, ci-dessous. Les hauteurs des trois échantillons ont été définies comme des hauteurs relatives, 1 étant la hauteur finale de consolidation, 1.4 correspondant à l'échantillon 5 (première hauteur relevée dans l'essai interrompu)

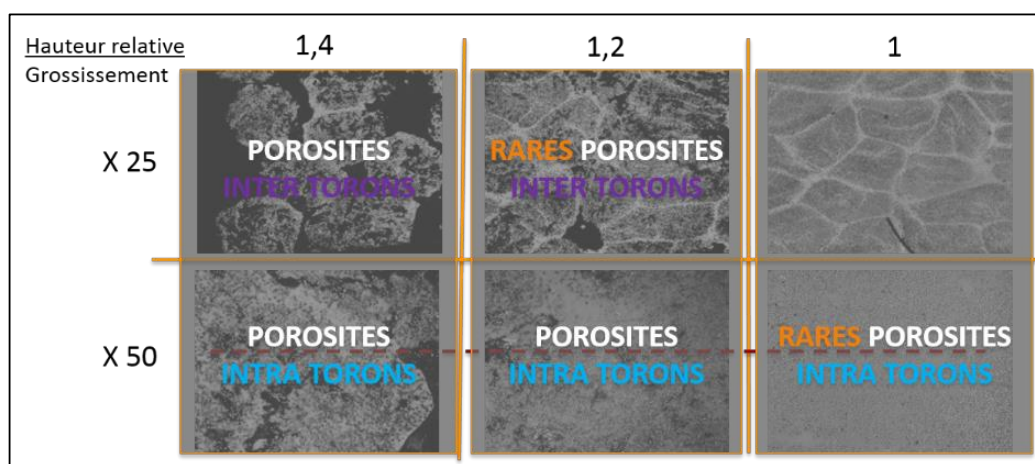


Figure 18 : Observation des porosités à travers les essais interrompus

Les observations sont les suivantes :

- A une hauteur relative de 1.4 ; l'échantillon présente des porosités inter-torons et intra-torons en grand nombre.
- A une hauteur relative de 1.2 ; l'échantillon présente quelques rares porosités inter-torons et des porosités intra-torons.
- A une hauteur relative de 1, correspondant à une consolidation complète de la pièce, l'échantillon présente quelques rares porosités intra-torons. Ces porosités correspondent à un défaut d'imprégnation couramment présenté dans la bibliographie, citant l'article de (Bernet and Michaud 2001). Une porosité est enfermée à l'intérieur du toron, et ne peut s'échapper à la fin de la consolidation, tandis que l'ensemble des porosités inter-torons ont totalement disparu.

La première conclusion, issue de cette qualification du mode d'imprégnation, est qu'il correspond à un mode macro-prioritaire, comme cela est présenté couramment pour la plupart des procédés de fabrication composite.

## III) 2) 4 - Mesures et analyses - Quantitatif

## Taux de porosités général en fonction des étapes de consolidation

Dans le cas des éprouvettes de flexion trois points réalisés dans le cadre de cette étude, l'ensemble des porosités ont été mesurées via le logiciel ImageJ, avec un seuillage des couleurs comme dans la figure 19.

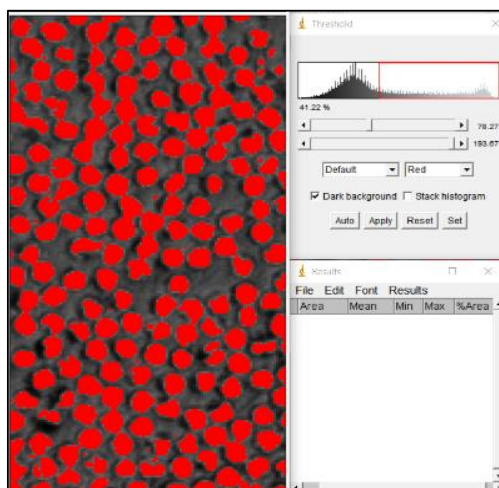


Figure 19 : Seuillage des couleurs

Ces mesures peuvent être réalisées via des prélèvements locaux pour avoir un taux volumique précis d'un ensemble intra-torons, et via des prélèvements plus globaux, afin d'obtenir une image du taux volumique général de la pièce. Bien sûr, le résultat taux volumique obtenu en fonction d'une surface de l'échantillon est supposé représentatif de l'ensemble des épaisseurs constituant le volume. L'erreur de mesure dépend grandement de l'échantillon, des fibres à analyser et de la matrice. Une fibre co-mêlée craquée est plus difficile à évaluer qu'une fibre continue (facies de découpe parfois peu régulier). Elle dépend aussi de la qualité de polissage, c'est pourquoi l'ensemble des prélèvements sont réalisés dans le même laps de temps, afin d'éviter la dégradation de la surface de l'échantillon (au temps, à la poussière et aux rayures), et donc des mesures de taux volumiques de fibres.

Le tableau suivant présente une évaluation des taux de porosités théoriques en fonction de la hauteur de l'échantillon. Les hypothèses suivantes sont utilisées :

- Le taux volumique de fibres est de 50% (le fournisseur indique un taux volumique de fibres à 55%±5%, la valeur basse a été utilisée.)
- La largeur de l'échantillon est constante, et est de 8 mm, ce qui correspond à la largeur de base de l'échantillon.

- Le taux de porosité final est fixé à 0.5% ce qui correspond à la valeur maximale acceptable dans notre cas d'étude.
- Le composite est incompressible, ce qui signifie que l'aire finale du composite, à la fin de la consolidation, correspond à l'aire du composite dans toutes les étapes de mise en forme, sans prendre en compte le taux de porosités. Cette hypothèse signifie que toutes les évacuations de matrices sont exclues.

La partie « calcul » du tableau 2 ci-dessous correspond à une évaluation d'aires des torons (valeur haute et valeur basse en fonction des hauteurs mesurées). Cette partie permet d'obtenir les résultats théoriques obtenus dans les dernières colonnes du tableau 2, ci-dessous. Ces taux de porosités théoriques sont simplement des rapports d'aires, calculés à partir de l'aire finale de l'échantillon, et du taux de porosités mini et maxi associés. Une extrapolation permet d'obtenir les taux de porosités volumiques théoriques, en prenant en compte les hypothèses citées précédemment.

Tableau 2 : Calculs des taux de porosités théoriques à différentes étapes

Taux de porosités théoriques en fonction de la hauteur									
HYPOTHESES			CALCULS				RESULTATS THEORIQUES		
Echantillon	Taux volumique de fibres	Largeur de l'échantillon [mm]	Epaisseur basse de l'échantillon [mm]	Epaisseur haute de l'échantillon [mm]	Aire basse de l'échantillon [mm <sup>2</sup> ]	Aire haute de l'échantillon [mm <sup>2</sup> ]	Taux de porosité min	Taux de porosité max	Moyenne taux de porosité
1	50%	8	2,4	2,4	19,20	19,39	0,0%	1,0%	0,5%
2	50%	8	2,5	2,7	20,00	21,60	3,1%	11,4%	7,3%
3	50%	8	2,7	2,9	21,52	23,36	11,0%	20,5%	15,7%
4	50%	8	3,0	3,3	23,76	26,00	22,5%	34,1%	28,3%
5	50%	8	3,1	3,5	24,80	27,60	27,9%	42,3%	35,1%

Comme précisé précédemment les mesures sont réalisées via le logiciel ImageJ et correspondent à une mesure de couleur après seuillage. Les écarts observés entre la théorie et la mesure sont faibles et sont indiqués sur dans le tableau 3, ci-dessous, et sont présentés dans la figure 20.

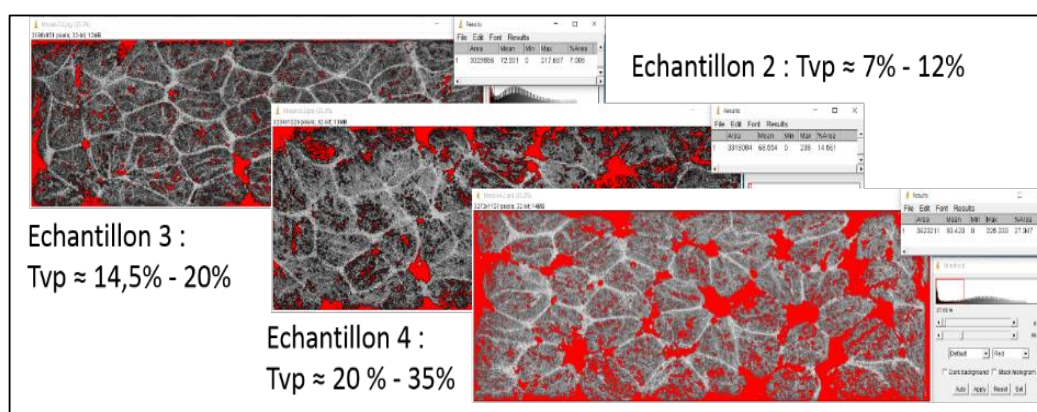


Figure 20 : Evaluation des taux de porosités globaux, via ImageJ

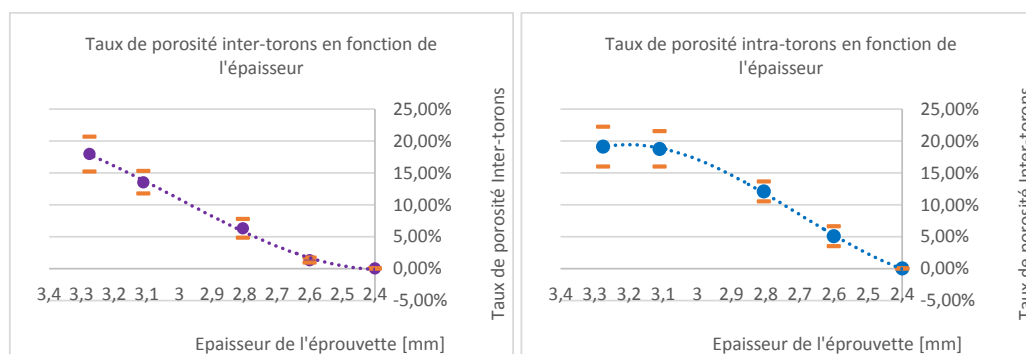
Avec un maximum de 4 % de taux de porosité observé entre la théorie moyenne et la mesure, cet écart correspond en grande partie à l'appréciation de l'opérateur mais aussi aux erreurs qui peuvent être induites par le seuillage de l'échantillon, et surtout dans le cas d'une fibre co-mêlée craquée.

Tableau 3 : Evaluation des écarts entre les taux de porosités théoriques et les taux de porosités mesurés via ImageJ

Moyenne taux de porosité théoriques, calculs géométriques	Moyenne des taux de porosité mesurés par ImageJ	Ecart
0,5%	0,00%	0,50%
7,3%	6,38%	0,88%
15,7%	18,39%	-2,67%
28,3%	32,30%	-4,00%
35,1%	36,04%	-0,93%

### Détermination du mode d'imprégnation

Le calcul théorique permet d'avoir une première quantification des taux de porosités, mais ne permet aucune distinction entre les taux de porosités inter-torons et intra-torons. Seul des relevés locaux permettent de réaliser cette distinction. Ces relevés locaux ont été réalisés afin de déterminer précisément le caractère macro-prioritaire ou micro-prioritaire du mode d'imprégnation du composite. Il apparaît que la quantité de porosités inter-torons est équivalente à la quantité de porosités intra-torons au début de la mise en forme. Le taux de porosités intra-torons est par la suite plus élevé. Ce mode d'imprégnation est expliqué par l'absence de tension dans les fibres lors de la mise en forme. Cette absence de tension ne favorise pas la capillarité du thermoplastique le long des fibres de carbone et les macros porosités sont donc comblées en premier. Ce mode d'imprégnation n'est pas spécifique au procédé de mise en forme présenté dans cette étude mais cette répartition est intéressante pour la suite des travaux qui doivent permettre la mise en œuvre de la comparaison avec le mode d'imprégnation de fibres sous tension continue.



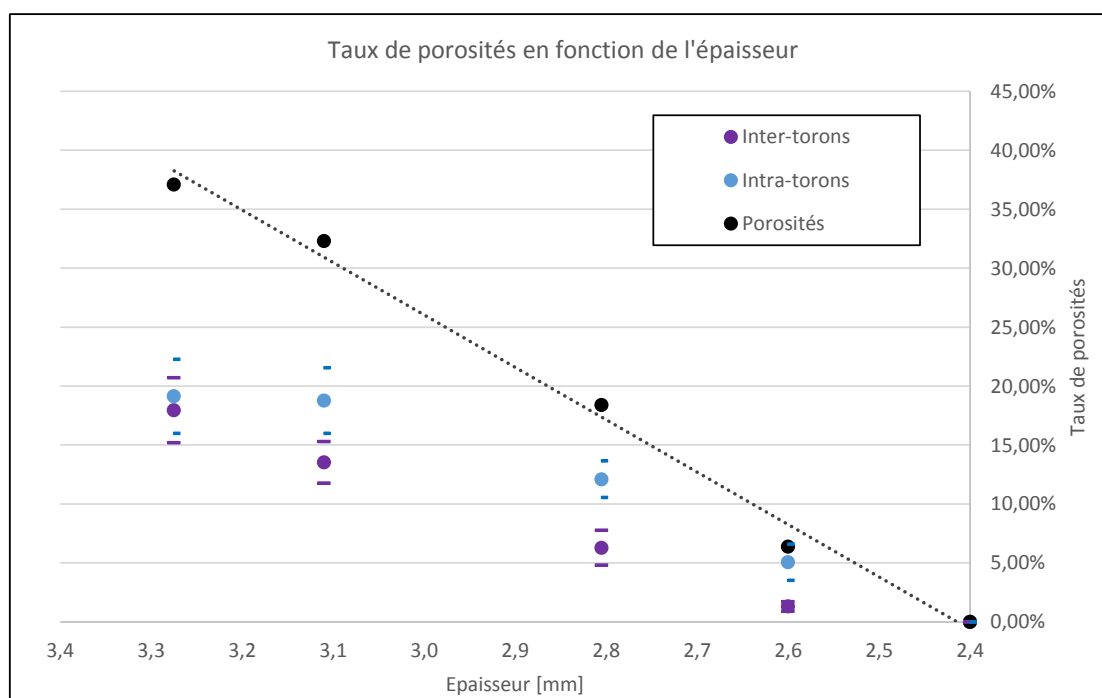
Graphique 2 : Evaluation des taux de porosités inter-torons (à gauche) et intra-torons (à droite), par prélèvements locaux et analyse d'images.

### Conclusion sur les essais interrompus sans maintien en tension

Dans le cas d'une consolidation de fibres co-mêlées craquées, sans maintien en tension, les données obtenues lors de ces relevés ont permis de conclure que :

- Le mode d'imprégnation est macro-prioritaire.
- Les taux de porosités inter-torons et intra-torons sont équivalents au début de la mise en forme et représentent à eux deux environ 40% de taux de porosités.
- Ce taux de porosités est équivalent à un état de préforme (cf chapitre suivant)
- Les porosités inter-torons sont les premières à disparaître.
- Les porosités intra-torons sont les dernières présentes, et correspondent à des défauts d'imprégnation caractéristiques.
- Le taux de porosités final est proche de 0%.
- Les calculs d'aires permettent une première approximation du taux de porosités global des échantillons, mais des prélèvements locaux doivent corroborer ces mesures.

L'ensemble des mesures ont été répertoriées dans le graphique ci-dessous.



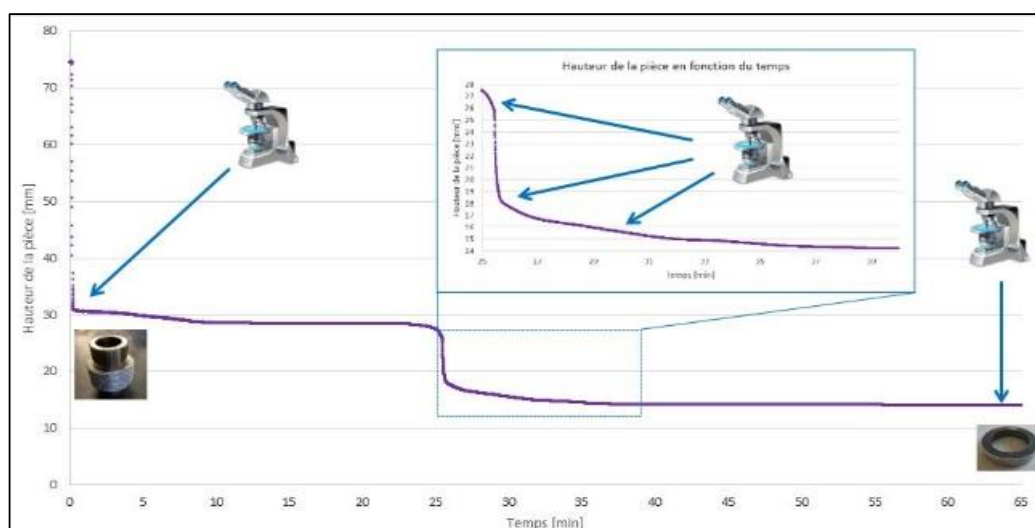
Graphique 3 : Taux de porosités en fonction de l'épaisseur de mise en forme.

### III) 3 - TOR sous tension

L'objectif de cette série d'essais interrompus est de comparer une mise en forme avec tension avec une mise en forme sans tension. Cette série d'essais interrompus permet, à nouveau, de qualifier le mode d'imprégnation à travers les étapes de fermeture des macros et micro porosités.

#### III) 3) 1 - Présentation de la mise en forme

Avant de réaliser un plan d'expérience sur les méthodes de mise en forme des cylindres, et pour compléter les travaux engagés sur les éprouvettes sans maintien de tension des fibres, une série d'essais interrompus est réalisée dans le cadre de la mise en forme TOR. Un premier relevé de déplacement en fonction du temps a permis de caractériser la mise en forme. La zone concernée par les essais interrompus a été définie et visible sur le graphique 3, ci-dessous. Les étapes initiales et finales de mise en forme sont aussi analysées par la suite pour cette série d'essais interrompus.



Graphique 4 : Hauteur de mise en forme d'une pièce TOR, en fonction du temps. Détermination des essais interrompus

La définition des hauteurs d'essais interrompus est aussi réalisée sur cales d'épaisseur en raison de la presse utilisée qui est pilotable, soit en effort, soit en déplacement, et qui ne permet pas de maintien en effort à déplacement fixé. L'utilisation de cales lors des mises en forme et le refroidissement rapide des échantillons fixent au maximum les hauteurs à tester tout en maintenant la pression sur la pièce. Le pilotage en effort a été calculé afin d'avoir la même pression sur le TOR que sur une des cinq éprouvettes sur les essais interrompus sans maintien en tension (ensemble des essais interrompus à pression équivalente).

## III) 3) 2 - Premières observations

A la différence des consolidations réalisées précédemment, les TOR sont réalisés de la façon suivante :

- Les fibres composites sont enroulées autour du cylindre central, avec une tension d'enroulement définie par l'opérateur, via la tête d'enroulement. La tension pour ces échantillons a été définie à une valeur intermédiaire (environ 13N) afin d'évaluer l'influence de la tension, sans pour autant arriver aux extrêmes envisageables pour la tête d'enroulement.
- Les fibres enroulées sous tensions sont placées dans le moule de mise en forme.
- L'ensemble est porté à une température supérieure à celle de la fusion (300°C dans les cas des essais interrompus)
- Une pression intermédiaire de mise en forme est fixée afin d'atteindre la hauteur, réglée avec des cales de buté.

Une fois refroidis, les cylindres TOR sont découpés, enrobés, polis et micrographiés. Un premier aperçu des résultats est visible sur la figure 21, ci-dessous.

Un défaut de remplissage caractéristique est par ailleurs présent sur la deuxième micrographie figure, ci-dessous, en bleu. L'enroulement extérieur est insuffisant, entraînant un défaut de remplissage de la pièce, lors de sa dernière phase de consolidation. Ce défaut n'entraîne pas de différence dans l'analyse de cette étape de l'essai interrompu, mais intervient dans la dernière étape de la consolidation.

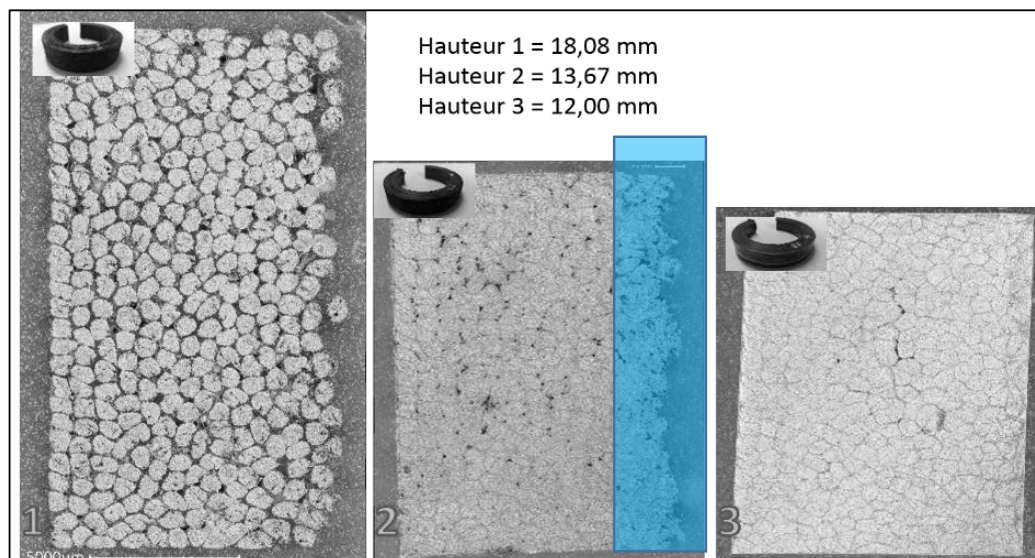


Figure 21 : Essais interrompus cylindres TOR

## III) 3) 3 - Qualitatif

Comme dans le cas des essais interrompus les échantillons prélevés sont tout d'abord observés qualitativement, permettant ainsi de définir le mode d'imprégnation, au cours des différentes phases de consolidation. Les hauteurs relatives sont les mêmes que celles observées dans les essais interrompus précédents. La figure 22, ci-dessous, présente les différentes porosités observables lors des essais interrompus. Voici les premières observations :

- Au début de la consolidation, l'échantillon présente des porosités inter-torons et quelques rares porosités intra-torons.
- Au milieu de la consolidation, à une hauteur relative de 1,2, l'échantillon présente quelques rares porosités inter-torons. Les microporosités semblent avoir disparues.
- A la fin de la consolidation, à une hauteur relative de 1, l'échantillon présente un taux de porosités quasi-nul.

L'ensemble de ces observations s'opposent à celles réalisées dans la première vague d'essais interrompus, sur éprouvettes réalisées sans maintien de tension. Quelques éléments semblent difficiles à identifier dans les échantillons, comme les zones inter-torons, mélangeant parfois porosités et matrice solidifiée.

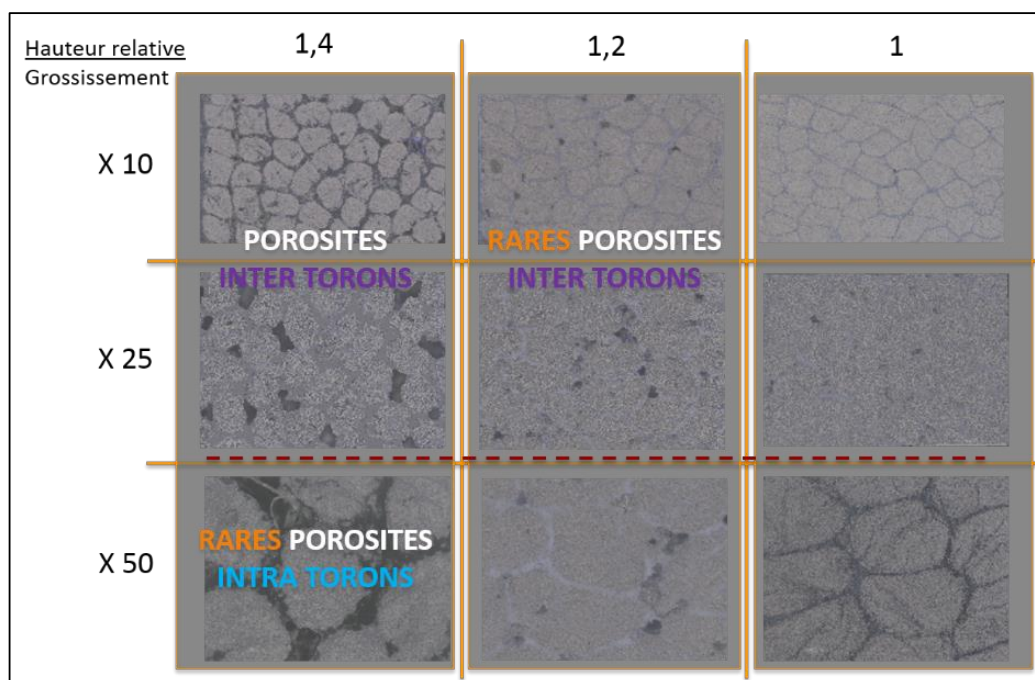


Figure 22 : Observation des porosités à travers les essais interrompus



### Identification des constituants

L'identification des différents constituants, a été permis grâce à des grossissements intermédiaires, comme par exemple sur la figure 2, ci-dessous.

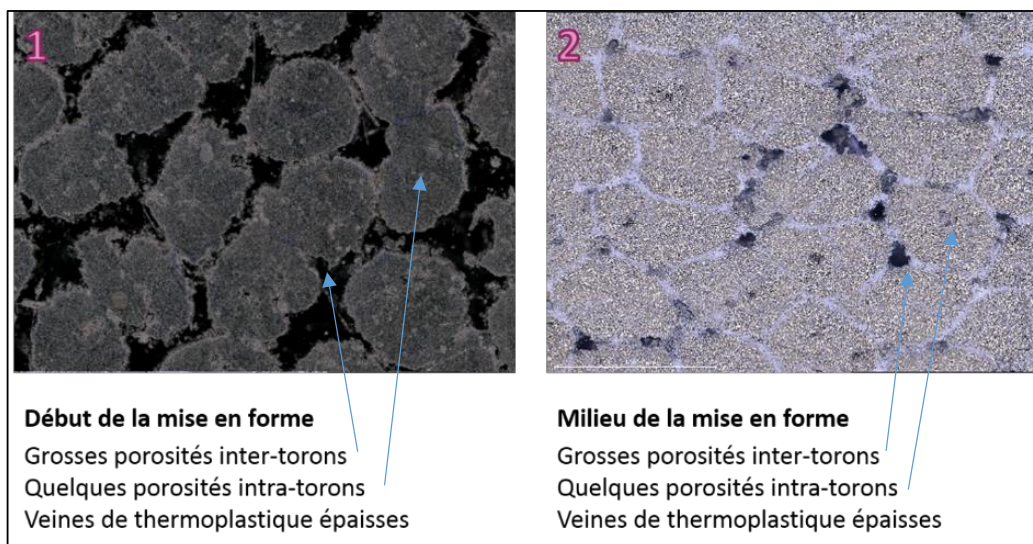


Figure 23 : Etats de consolidation à hauteur relatives de 1.4 et de 1.2, grossissement x50

Lors de la première étape de consolidation, quelques rares microporosités sont observables (pour rappel : porosités intra-torons), tandis que les porosités inter-torons occupent une bonne partie de la surface de l'échantillon observé. Lors de la seconde étape de consolidation observée, quelques porosités intra-torons sont tout de même observables en même temps que la fermeture des zones inter-torons.

La visualisation de défauts intra-torons à une hauteur relative de 1.2 est un défaut identifié dans la bibliographie, et notamment dans l'article de (Maciej Wysocki, Larsson, and Toll 2005), présentant l'emprisonnement d'air au milieu du toron, après consolidation (cas de la figure 22, partie droite).

A la fin de la consolidation, dans la figure 24, au plus fort grossissement, des canaux de matrice sont observables dans la structure du toron. Il s'agit aussi d'un cas présent dans la bibliographie, et cité par (Maciej Wysocki, Larsson, and Toll 2005) dans leur article.

Certaines zones restent cependant difficilement identifiables dans les premières étapes de mise en forme, et les frontières composite/porosités et matrice/fibres restent parfois flous. Le tableau suivant récapitule l'ensemble des identifications d'éléments réalisés à l'aide d'un EDX (Energy Dispersive X-ray), installé sur le microscope à balayage électronique présent dans le laboratoire (figure 24).

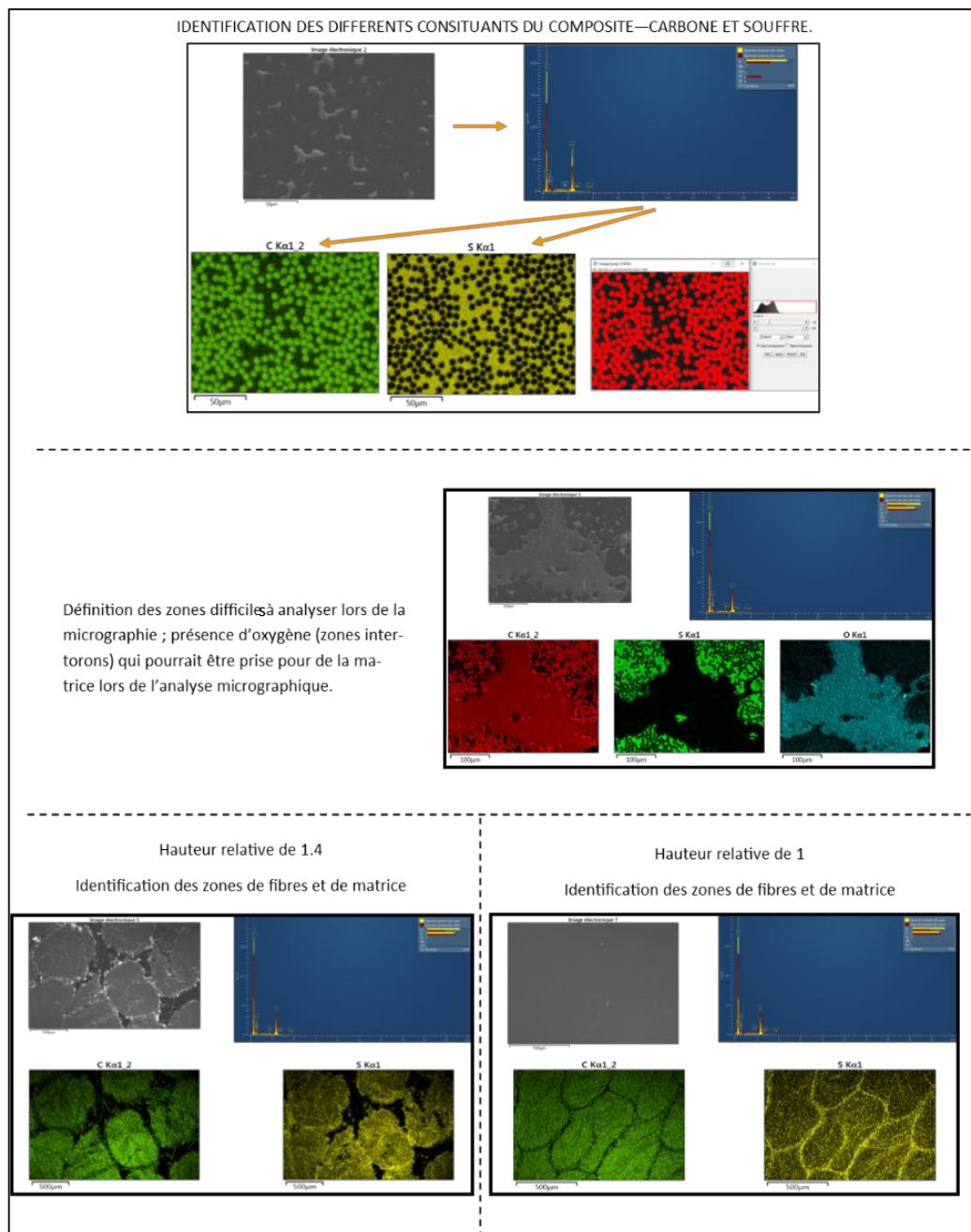


Figure 24 : Identification des défauts, par analyse de composition

### Validité des essais interrompus

Deux TOR interrompus ont été réalisés dans les mêmes conditions afin de comparer les porosités obtenues, caractérisant la qualité d'imprégnation et la santé matière. Les paramètres de mise en forme sont les suivants :

- Quantité de matière enroulée équivalente, à nombre de passes & spires équivalentes
- Température 300°C avec vitesse de chauffe équivalente
- Effort de mise en forme de 3000 N
- Vitesse de mise en forme de 10 mm/s

Le mode d'imprégnation reste le même dans les deux cas de mise en forme, comme présenté dans la figure 24, ci-dessous. La plupart des porosités observables sont des macroporosités, induites par la fermeture des zones inter-torons. Le remplissage extérieur est parfois incomplet, présentant ainsi une zone (figure 25, coté extérieur des cylindres) où les torons présentent des défauts de consolidation spécifiques. Ce défaut apparaît lors du cumul de défauts d'enroulements, entraînant parfois des creux de matières, visualisables après la mise en forme, et caractérisés par l'apparition de veines thermoplastiques à l'extérieur de la pièce.

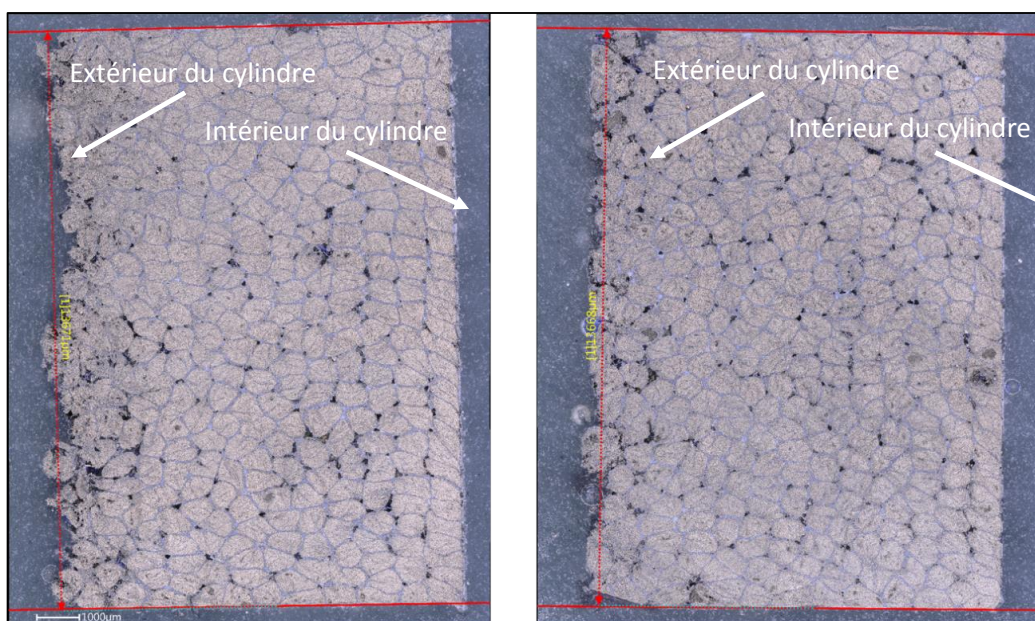
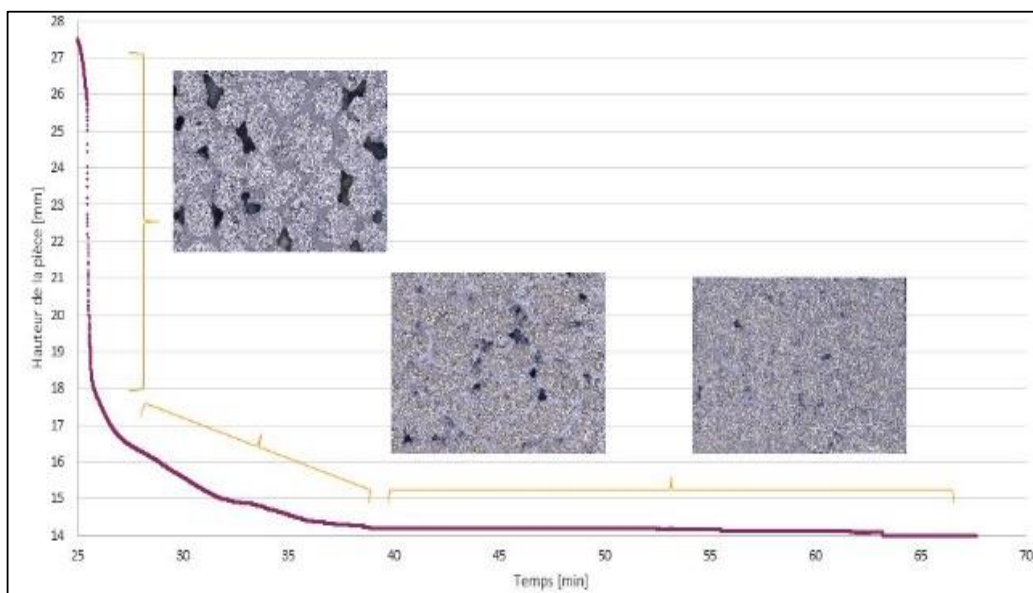


Figure 25 : 2 TOR interrompus, obtenus dans les mêmes conditions

## III) 3) 4 - Mesures et analyses – Quantitatif

Les différentes phases d'imprégnation ont été identifiées à la suite de la première analyse des essais interrompus, comme présenté sur la figure 25, ci-dessous. Cette première analyse met en avant une première remarque : l'enroulement et le maintien en tension de la fibre lors de la mise en forme a une influence sur le mode d'imprégnation du composite, faisant varier la répartition des différents taux de porosités au cours de la consolidation. Les porosités inter-torons sont visualisables sur le graphique 5 ci-dessous et diminuent au cours de la consolidation. Les porosités intra-torons sont difficilement discernables et ne se présentent pas comme dans la première série d'essais interrompus.



Graphique 5 : Micrographies en fonction de la hauteur de la pièce

A première vue, en observant les différences entre les essais sur TOR et sur barreaux sans maintien de tension, la contrainte appliquée aux fibres lors de l'enroulement a une influence indéniable sur les différents taux de porosités au cours de la consolidation, et ainsi sur le mode d'imprégnation. Celui-ci, habituellement défini comme macro-prioritaire, semble changer. L'influence de la tension est quantifiable par mesure d'aire des torons.

### Taux de porosités général en fonction des étapes de consolidation

Le rapport des hauteurs entre les essais sur les éprouvettes sans maintien en tension et les TOR avec maintien en tension d'enroulement est sensiblement équivalent comme présenté dans le tableau 4 ci-dessous.

Tableau 4 : Evaluation des descentes dans les deux cas d'étude

Essai	H TOR [mm]	H Barreau [mm]
Début	18,08	3,4
Fin	12.6	2,4
Descente	5.48	1
Rapport Hinitiale /Hfinale	1.5	1.41
% de descente / consolidation	30.3%	29,41

Puisque la même matière dans les deux cas d'étude a été utilisée, pour un rapport de hauteur de mise en forme équivalent, les échantillons TOR et F3P possèdent une densité équivalente et donc un taux de porosités général équivalent. Pour une hauteur initiale de 1.4, correspondant à la première étape de mise en forme étudiée, dans ces séries d'essais interrompus, les échantillons TOR possèdent un taux de porosités équivalent à celui calculé dans le cas des éprouvettes sans maintien en tension des fibres ; environ 35 à 40%, si l'on considère la porosité finale de l'échantillon comme quasi-nulle et négligeable.

Cependant, la répartition des différentes porosités a été modifiée par l'apport de la tension dans la mise en forme. Cette modification de répartition de porosités doit être quantifiée ; c'est un cas industriel qui peut se présenter dans la réalisation d'une pièce complexe. Le cas industriel, présenté en fin de partie, permet d'illustrer ce propos, mélangeant à la fois les deux modes d'imprégnation rencontrés dans ces différents essais interrompus.

### Détermination du mode d'imprégnation

L'influence de la tension sur l'imprégnation des fibres est déterminée de la façon suivante :

- Le taux de porosités intra-torons est simplement quantifié via des mesures d'aires, permettant de déterminer l'état de consolidation de chaque toron mesuré.
- Un échantillon conséquent de prélèvement est réalisé afin de moyennner les mesures sur une population nombreuse.
- Le taux de porosité intra-torons final, mesuré comme quasi nul, permet de remonter au taux de porosité initial global, via un rapport d'aire des torons tels que :

$$\text{Taux de porosité initial} = \frac{\sum \text{Aire toron initial} / \text{nombre de torons} - \sum \text{Aire toron final} / \text{nombre de torons}}{\sum \text{Aire toron initial} / \text{nombre de torons}} \times 100$$

L'ensemble des prélèvements ont été réalisés comme présentés sur la figure 26, ci-dessous. Deux zones de prélèvements ont été sélectionnées dans l'étape finale et initiale, avec 15 mesures d'aires dans chaque prélèvement afin d'évaluer les dispersions et d'obtenir une moyenne fiable. Ces mesures sont réalisées via un logiciel intégré au système d'acquisition d'images sur le microscope optique, par l'opérateur qui réalise les micrographies.

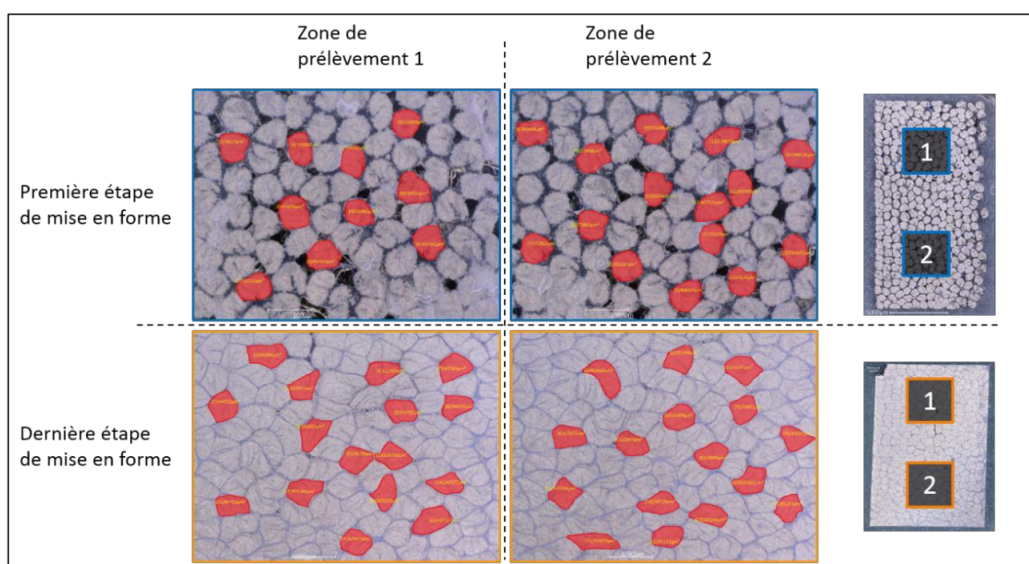
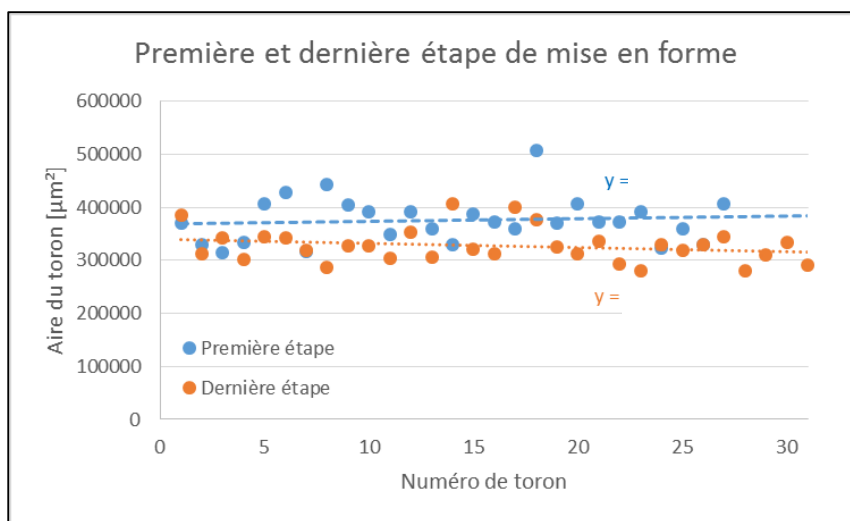


Figure 26 : Détermination du taux de porosités intra-torons

Les résultats des mesures sont présentés dans le graphique 6, ci-dessous. L'aire moyenne des torons dans la première étape de mise en forme, correspondant à une hauteur relative de 1.4, est présentée en bleu dans le graphique. L'aire moyenne des torons dans la dernière étape de mise en forme, correspondant à une hauteur relative de 1, est présentée en orange sur le graphique 6 ci-dessous.



Graphique 6 : Aire des torons en fonction de l'étape de mise en forme

L'analyse de ce graphique permet de mettre en avant les points suivants :

- L'aire finale d'un toron consolidé est égale à environ  $340100 \mu\text{m}^2$  soit  $0.34 \text{ mm}^2$
- L'aire initiale d'un toron lors de la première étape de mise en forme est égale à environ  $370000 \mu\text{m}^2$  soit  $0.37 \text{ mm}^2$ .
- Cette différence d'aire correspond à un taux de porosités intra-torons relativement faible alors que la hauteur relative est de 1.4. Ce taux de porosités est compris entre 8 et 12% en fonction de la moyenne utilisée.
- Ce taux de porosités permet de déduire le taux de porosités inter-torons lors de la première étape de mise en forme ; elle est égale à environ 30%

L'ensemble de ces différences permet de mettre en évidence un mode de consolidation apparaissant cette fois comme micro-prioritaire (diminution des micro-porosités au détriment des macro-porosités).

### Conclusion sur les essais interrompus avec maintien en tension

Les essais interrompus sur cylindres TOR ont permis de mettre en avant un mode de consolidation sensiblement différent de celui observé jusqu'à présent dans les différents modèles d'imprégnation de fibres co-mêlées trouvés dans la bibliographie.

L'analyse des constituants a permis d'identifier les différentes entités parfois compliquées à définir à travers de simples analyses micrographiques. Les défauts de remplissages types ont été identifiés, comme un défaut de remplissage lié au manque de régularité du procédé d'enroulement. Ce défaut peut être lié à une mauvaise gestion du pas d'enroulement, comme le présente la figure 28, ci-dessous. Il s'agit dans la plupart des cas d'un cumul de défauts, dû à des enchevêtrements de fibres au cours de l'enroulement. Le cumul des défauts entraînent des décalages de plus en plus conséquents, jusqu'à obtenir un enroulement extérieur irrégulier. Ce défaut a pu être stabilisé via les différentes boucles d'optimisations d'enroulements, en vue du plan d'expérience présenté dans le chapitre suivant.

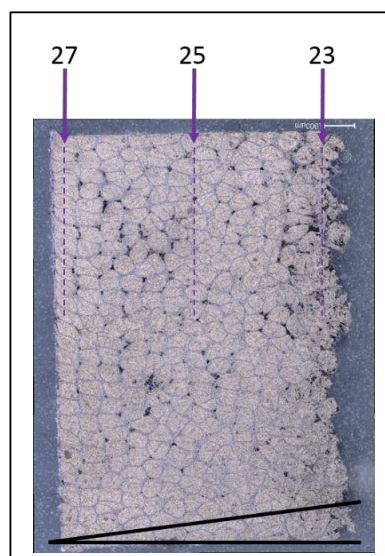


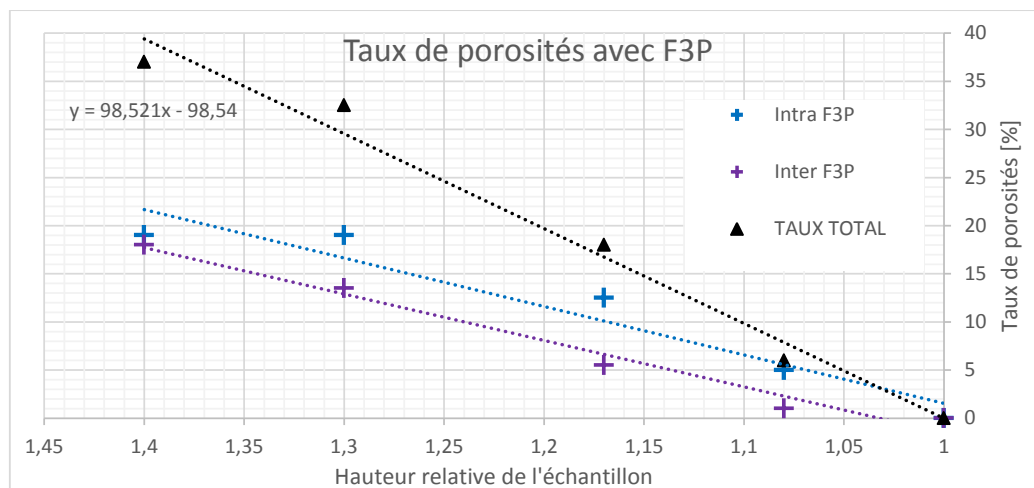
Figure 27 : Nombre d'enroulement sur une colonne

L'analyse des répartitions des défauts lors de la mise en forme a mis en avant une inversion des tendances dans l'ordre de fermeture des porosités. La tension mise en place lors de l'enroulement crée des torons plus fermés, qui s'imprègnent plus rapidement à cœur lors des premières étapes de la consolidation. Cet effet est un cumul d'une capillarité accrue par l'alignement des fibres et de la tension qui tend à concentrer le toron sur lui-même.



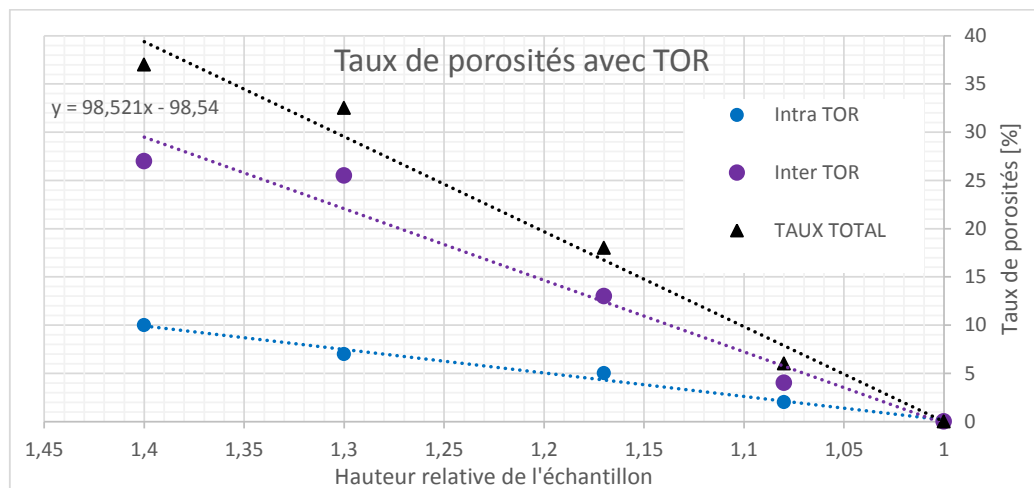
### III) 4 - Comparaison

Afin de comparer les deux cas d'études, il est bon de rappeler les deux graphiques concernés : Le graphique 7, ci-dessous, met en avant la répartition des différents taux de porosités dans les essais interrompus sur éprouvettes sans maintien de tension.



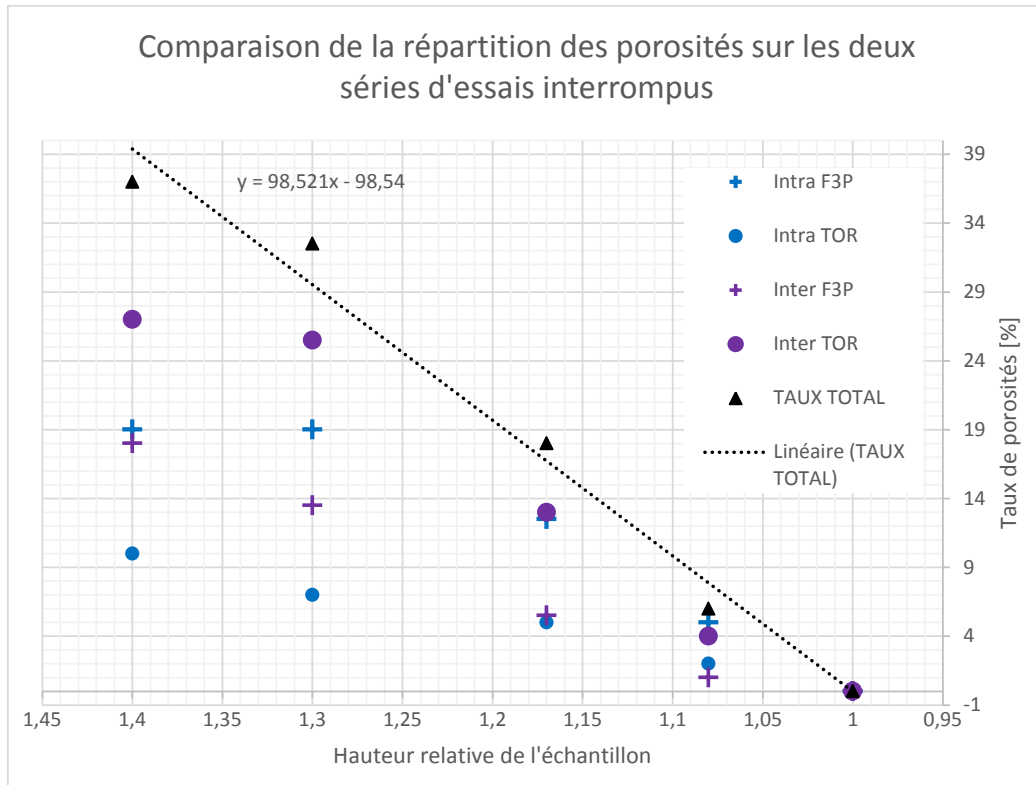
Graphique 7 : Taux de porosités inter et intra torons dans les essais F3P

Les porosités inter-torons sont moins importantes au début de la mise en forme que les porosités intra-torons dans le cas de la première série d'essais interrompus comme le présente le graphique 8 ci-dessus. C'est la configuration contraire, avec maintien de tension, dans le cas des essais interrompus TOR, comme le présente le graphique 8, ci-dessous.



Graphique 8 : Taux de porosités inter et intra torons dans les essais TOR

Les deux cas d'essais interrompus ont été replacés dans le même graphique 9 pour conclure cette comparaison.



Graphique 9 : Comparaison TOR et F3P

Le taux de porosités initial, d'environ 40 %, représente un état de consolidation peu avancé. Cet état de consolidation, avec un taux de porosités très important, peut être qualifié de préforme. La pièce se maintient bien et ce genre de préforme peut être directement placé dans le moule de mise en forme. L'évolution globale du taux de porosités évolue de la même manière dans les deux cas de mise en forme pour une hauteur relative identique.

### III) 5 - Conclusion des essais interrompus

La présence de différents modes de consolidation pour la même matière permet d'envisager un cas de figure similaire dans la réalisation de pièces industrielles à morphologies complexes. Dans le cas de mise en forme d'une bielle, la structure peut être décomposée en éléments correspondant aux deux cas de mise en forme interrompus utilisés dans le chapitre :

- Des parties planes, difficiles à maintenir à tension constante lors de l'enroulement.
- Des parties cylindriques, avec un maintien en tension assuré.

Ces deux différentes parties sont identifiées sur l'exemple de bielle présenté dans la figure 30 ci-dessous. La partie orange représente les éléments avec un maintien en tension complexe, les parties bleues représentent les éléments similaires au TOR.

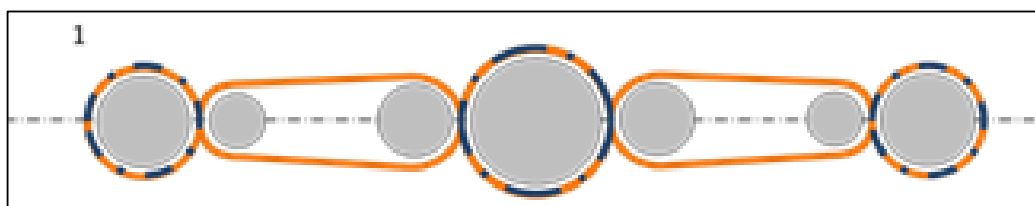


Figure 28 : Exemple de bielle réalisée avec le même procédé de mise en forme

La réalisation d'essais interrompus dans le cadre d'un procédé industriel permet ainsi de mieux comprendre l'imprégnation du composite au cours de la consolidation, mais aussi les défauts associés.

- Un déséquilibre dans le placement des fibres, lors de la réalisation de pièces industrielles à morphologies complexes, peut être identifié par l'évaluation et la cartographie du taux de porosité déterminé lors d'essais de mise en forme interrompus.
- Le mode d'imprégnation des différentes parties caractérise l'état de contrainte des fibres au cours de la mise en forme, et la tension associée. La réalisation d'essais interrompus a ainsi permis de comprendre l'influence directe de l'enroulement des fibres lors de la mise en forme de TOR.

## IV - Gradient de taux volumique de fibres

### IV) 1 - Explication de la problématique

Le procédé EPITHER vise la mise en forme de pièces massives, pour la réalisation de pièces structurales. La mise en forme de pièces massives, par un procédé de thermocompression, est peu traitée d'après la recherche bibliographique effectuée. L'impact de l'épaisseur des pièces sur la santé matière à la suite de la mise en forme est méconnu. La figure 29, ci-dessous, présente l'analyse d'un gradient de taux volumique de fibres sur la hauteur de la pièce. L'ensemble des mesures sont réalisées par prélèvements numériques locaux et seuillage d'images.

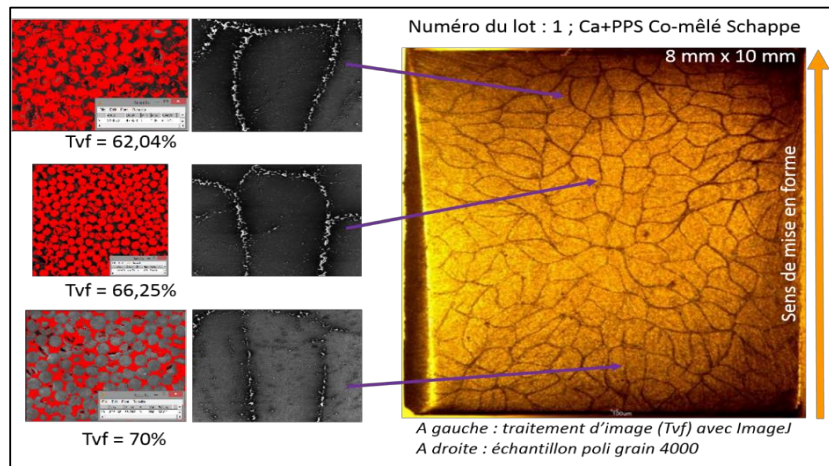


Figure 29 : Gradient de taux volumique de fibres dans la pièce

Le gradient de taux volumique de fibres a une influence directe sur les propriétés mécaniques du composite, comme présenté sur la figure 30, ci-dessous.

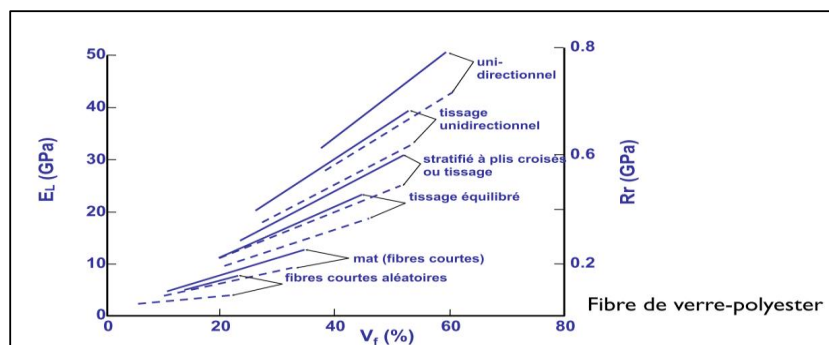


Figure 30 : Résistances mécaniques en fonction du taux volumique de fibres et du type de renfort

Cela signifie qu'une pièce possédant un gradient de taux volumique de fibres avec une étendue de 10% sur sa hauteur, présentera un écart important de ses caractéristiques mécaniques. Un écart de taux volumique de fibres signifie la présence d'une variation de densités. Cela crée directement un déséquilibre structurel au niveau des propriétés mécaniques, dans le cas de chargements statiques, mais aussi des différences importantes dans les moments d'inertie dans le cas de chargements dynamiques. L'identification des gradients peut être réalisée via plusieurs méthodes :

- **Les prélèvements physiques** d'échantillons sur la section, et la réalisation de densitométries afin d'obtenir directement le taux volumique de fibres associé à l'échantillon. La densitométrie est réalisée par la pesée de l'échantillon dans l'eau et en dehors de l'eau. La comparaison des deux mesures permet de remonter à la densité, permettant ainsi d'obtenir les taux volumiques réels de l'échantillon prélevé. Cette méthode est couramment utilisée dans le cadre de vérifications, mais est limitée à la précision de la balance utilisée, à la finesse de l'outil de découpe et de mesure.
- **La micrographie des échantillons** permet de réaliser une cartographie complète de l'échantillon, mais le travail de micrographies peut présenter des désavantages. La réalisation d'une cartographie complète s'avère laborieuse et parfois incertaine puisqu'il s'agit d'une épaisseur du volume que l'on doit considérer comme représentative de ce dernier. En effet le résultat taux volumique obtenu dépend des points suivants :
  - La quantité de micrographies effectuées (permettant d'avoir une moyenne à l'intérieur du toron).
  - La position des micrographies à l'intérieur du toron.
  - L'appréciation de l'opérateur dans la réalisation du seuillage permettant d'obtenir le taux volumique de fibres. Ce seuillage est difficilement automatisable, il faudrait toujours les mêmes couleurs d'échantillons, les mêmes balances des blancs sur les images obtenues (c'est-à-dire les mêmes conditions d'éclairage et de température).
  - L'analyse de fibres co-mêlées craquées est plus délicate que celle de fibres continues, comme présenté sur la figure 31. Les contrastes sont naturellement plus accentués et la différence de couleur entre la fibre et la matrice est ainsi facile à mettre en avant. Les fibres continues se découpent plus proprement, offrant ainsi des fibrilles en forme de

cercles réguliers, qui sont plus facilement discernables lors de l'analyse, contrairement aux fibres co-mêlées craquées.

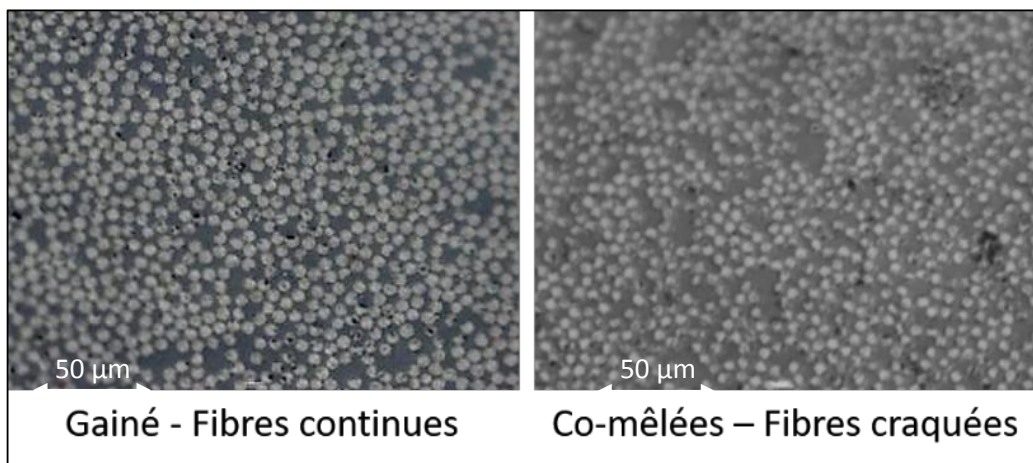


Figure 31 : Différence d'acquisition entre fibres continues et craquées

- **La cartographie par analyse macro des images** permet de déterminer, dans le cas d'une pièce composite réalisée à partir de fibres co-mêlées, les surfaces de chaque toron à partir d'une vue d'ensemble assez précise de l'échantillon. Cette méthode possède les avantages suivants :
  - o Elle permet l'obtention d'une cartographie complète des taux volumiques de fibres de chacun des torons permettant ainsi, via un traitement de données, l'obtention d'une cartographie complète de l'échantillon.
  - o C'est une méthode pouvant être en partie automatisable via un traitement des images, permettant l'analyse rapide de certaines pièces ; et plus particulièrement les remontées de nervures. Elle permet l'analyse de toutes les formes générales de pièces.

*Les limites de cette méthode sont les suivantes :*

- o Comme il s'agit d'une mesure d'aire de torons, cette méthode ne permet pas l'analyse d'autres formes de matériaux que les co-mêlées craquées. Les matériaux doivent présenter une structure « torons ».
- o Elle ne permet pas l'analyse des zones inter-torons. Une étape supplémentaire doit être rajoutée par l'opérateur pour mesurer manuellement les zones inter-torons.
- o Cette méthode doit être réalisée avec une coupe droite de l'échantillon sur toute sa surface (découpe perpendiculaire aux fibres) sans quoi les résultats ne seront pas fiables.

## IV) 2 - Méthode de mise en évidence d'un gradient

### IV) 2) 1 - Cartographie par analyse macro des images

La méthode de cartographies macro des images est composée des différentes étapes suivantes :

- Découpe, polissage et micrographie complète de l'échantillon.
- Assemblage des images via un software (MosaicJ ou le logiciel intégré au Keyence).
- Réglage des échelles de mesures.
- Tracé des torons (manuels ou automatisés).
- Mesures des aires et des centres de gravités de chaque toron.
- Implantation des données dans la routine dans un logiciel de calcul formel (modèle développé pour Mathematica).
- Lancement du calcul formel et obtention des résultats de cartographie.

La méthode de mesure a été éprouvée dans le cas d'un gradient forcé, réalisé sur un échantillon TOR. Cette pièce a été réalisée avec 3 passes d'enroulements en moins, permettant ainsi une absence de remplissage sur le diamètre extérieur. Ce vide tend à être comblé lors de la mise en forme par des fibres ou de la résine pure. La mise en forme d'un enroulement interrompu permet de mettre en avant un gradient dans la pièce, dans l'organisation des torons et dans leurs tailles.

Ce gradient est directement lié aux conditions de mise en forme, mais ne dépend pas d'un gradient de température (cette hypothèse a été écartée dans le chapitre 3). Il ne dépend pas de la régularité dans la tension d'enroulement, car réalisé avec une tête d'enroulement calibrée pour un coefficient de frottement constant et donc une tension d'enroulement appliquée comme quasi-constante (peut varier très sporadiquement en fonction des irrégularités de la fibre composite utilisée). Le gradient obtenu est donc une variable directe des champs de pressions dans la pièce.

Dans un premier temps, la méthode de mesure a été éprouvée avec une comparaison entre mesure macro des torons et mesure micro des taux volumiques de fibres, par prélèvement locaux et seuillage d'images.

Cette méthode permet de mettre en avant une analyse des défauts de mise en forme locaux. Une méthode générale de mesure est présentée pour arriver par la suite à une méthode affinée, permettant l'analyse des mises en forme EPITHER à travers l'analyse macro des échantillons.

## IV) 2) 2 - Vérification de la méthode

Un prélèvement local permet de vérifier le taux volumique de fibre de la zone ainsi que le taux de porosité qui lui est associé. Sur la figure 32, ci-dessous, la zone prélevée correspond à un taux volumique très faible, d'environ 40% prélevé dans le toron orange sur l'image de gauche. Cette couleur correspond à une aire élevée du toron et donc à un taux volumique de fibres bas.

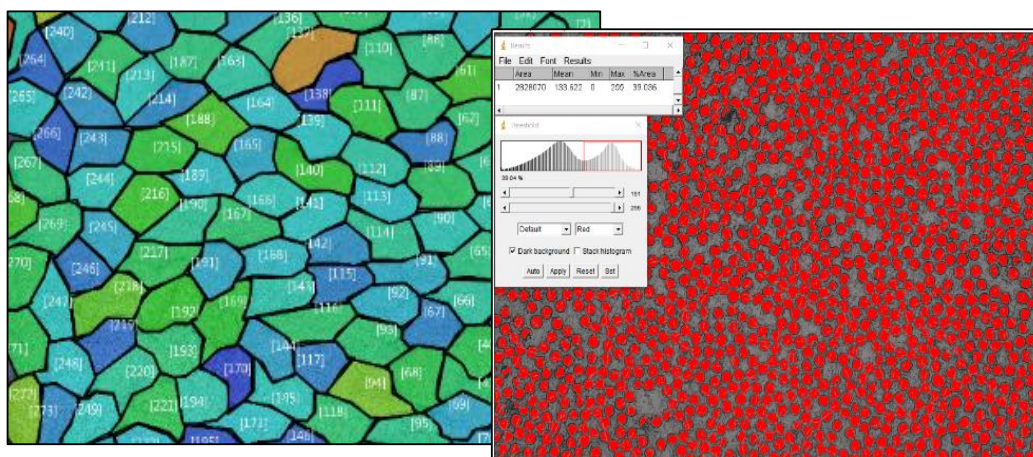


Figure 32 : Prélèvement local pour vérification du taux volumique de fibres

Cette méthode est basée sur les hypothèses suivantes :

- Un taux volumique de fibres constant.
- Aucune fibre ne peut transiter d'un toron à un autre.
- Seules les zones de fibres sont analysées dans le toron, les zones de thermoplastiques purs dans les parties inter-torons ne sont pas considérées (ces zones seront imputables dans une analyse par la suite)

L'objectif de cette méthode n'est donc pas de donner en tous les points d'une coupe une mesure du taux volumique de fibre, mais plutôt de mettre en avant le gradient associé à la mise en forme ; le prélèvement d'échantillons et les mesures locales étant toujours plus précis que cette méthode. Les taux volumiques de fibres anormalement bas par rapport aux données de base de la fibre utilisée correspondent à une différente imprégnation du toron en thermoplastique fondu ou à un défaut de remplissage caractéristique de porosités inter-toron.



## IV) 2) 3 - Analyse des défauts

La figure 33 ci-dessous permet de mettre en avant l'identification des défauts liés à la mise en forme des pièces. La zone orange présente un défaut caractéristique avec des porosités intra-torons prédominantes. Les couleurs représentent les tailles des torons mesurés. (Bleu plus petite, et rouge plus grande)

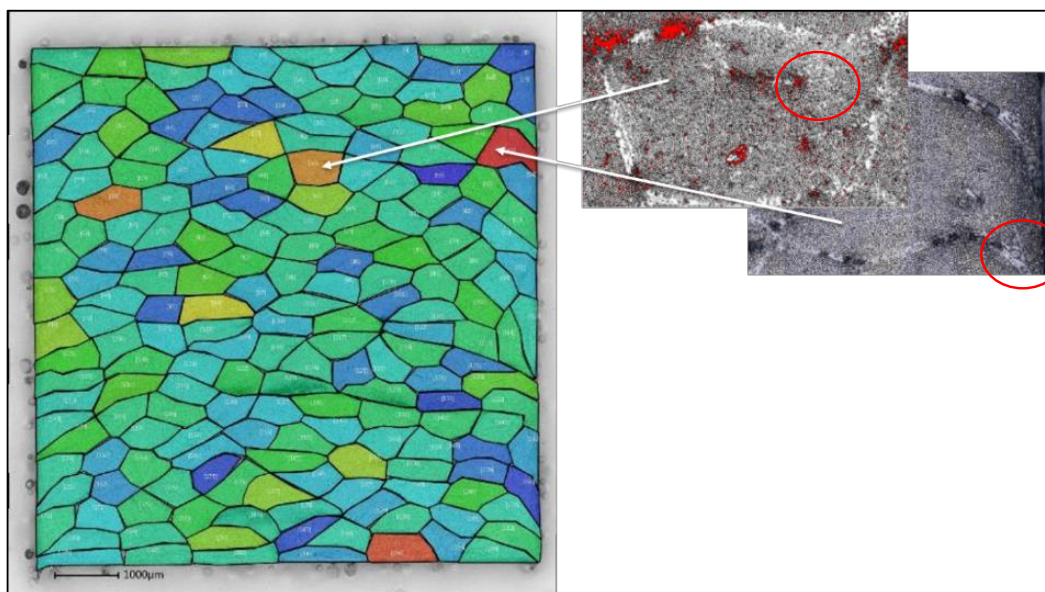


Figure 33 : Corrélation macro et micro du défaut de mise en forme

Cette figure permet aussi de mettre en avant une des limites acceptées de la méthode. L'aire mesurée peut parfois varier en fonction de :

- l'opérateur, dans le cas d'une délimitation manuelle de l'aire du toron
- la micrographie utilisée et implémentée dans le logiciel d'analyse d'images

La figure 33 présente un toron fortement touché par des défauts inter-torons, qui peuvent être comptés ou non dans l'étape de délimitation et de mesure. Dans le développement de cette méthode, ces zones de macroporosités seront systématiquement écartées, et simplement considérées comme des zones inter-torons. Ceci permet de comparer des zones comparables, en écartant des zones difficilement identifiables. Cette analyse des aires des torons est réalisée sur un logiciel intégré au matériel de micrographies. L'opérateur crée des polygones correspondant au mieux aux zones de chacun des torons. Le nombre de facettes est cependant limité aux capacités de calculs de l'ordinateur utilisé, et moins performant qu'un logiciel uniquement dédié à l'analyse d'images comme ImageJ. La méthode affinée présentée dans les points suivants a été développée grâce à ce type de logiciels.

## IV) 2) 4 - Mesures préalables

Des premières étapes d'identification de gradients ont été réalisées à différentes pressions de mise en forme. La mise en forme à différentes pressions a une incidence directe sur l'aspect du composite, dans le diamètre intérieur plus spécifiquement comme présenté sur la figure 35, ci-dessous.

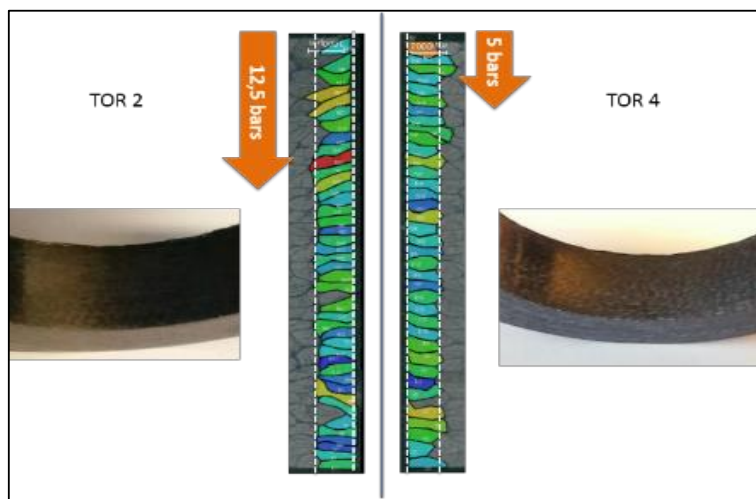
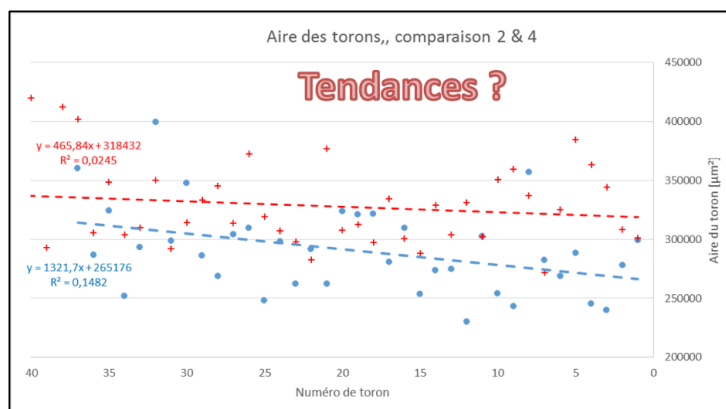


Figure 34 : Comparaison de mise en forme TOR à 5 bars et 12.5 bars

L'analyse des aires des torons a permis de mettre en avant une différence notable, image directe du taux volumique de fibres. Cependant les tendances sont difficilement exploitables dans l'analyse d'une population si restreinte comme le présente le graphique 10 ci-dessous. Une différence de taux volumique de fibres d'environ 10% est cependant notable entre la courbe rouge, qui correspond à la mise en forme à 12.5 bars et la courbe bleue correspondant à la mise en forme à 5 bars, sur le graphique 10 ci-dessous.



Graphique 10 : Comparaison des aires de la ligne intérieure des torons, évaluation des tendances

### IV) 3 - Approche macro du gradient

#### IV) 3) 1 - Première approche

Voilà ci-dessous la pièce concernée pour l'identification d'un gradient de taux volumique de fibre. Comme précisé précédemment, elle a volontairement été enroulée sans les 3 dernières passes, créant ainsi une pièce non finie. La consolidation a été achevée et, hormis le phénomène de « suage » présenté dans la figure 35 (PPS en blanc), le taux de porosités est quasi-nul.

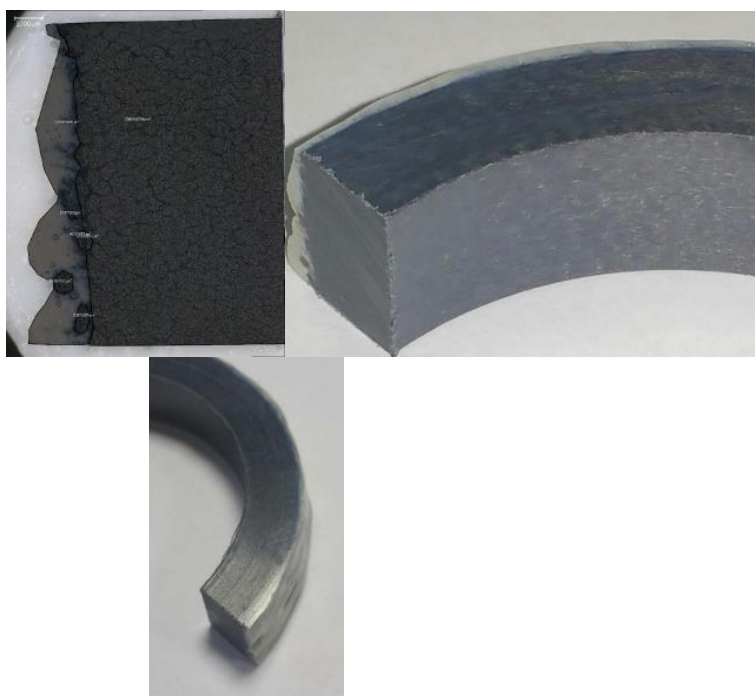


Figure 35 : Présentation de l'échantillon utilisé

Lors d'un essai de mise en forme, suite à un défaut de remplissage matière, il est apparu que le PPS issu d'un enroulement régulier se déplaçait vers l'extérieur de la pièce. Ce fluage est irrégulier et représente un gradient de taux volumique de fibres finales dans la pièce. Plusieurs méthodes permettent de mesurer le taux volumique de fibres y compris l'analyse d'images mais il est cependant intéressant de savoir s'il y a un gradient de taux volumique de fibres dans la section. Une première méthode consiste à mesurer l'aire de thermoplastique pur comme présenté sur la figure 35, ci-dessus, et à mesurer l'aire du composite. Connaissant le taux volumique initial de la matière il est possible de remonter au taux volumique de fibres théoriques du

composite. Il s'agit ici d'une caractérisation globale de la pièce et non locale. Afin de déterminer le gradient de taux volumique de fibres, il est nécessaire de mesurer l'ensemble des torons via analyse d'images. Cette mesure peut être faite avec le logiciel dédié à la micrographie du microscope KEYENCE.

Les données des aires sont traitées de trois différentes façons pour permettre la mise en avant d'un gradient significatif. Ces trois traitements, mis en avant dans le point suivant ont permis une meilleur compréhension du phénomène, pour arriver, in fine vers un modèle permettant l'analyse complète d'un échantillon réalisé en fibres co-mêlées.

#### IV) 3) 2 - Analyses brutes des aires des torons

Plusieurs méthodes d'analyses ont été testées afin de bien identifier le gradient de taux volumique de fibres. Le traitement vertical ou horizontal des données ne présente que peu d'intérêt dans l'identification des gradients et ne permet pas une analyse poussée des aires de torons, comme présenté dans la figure 36 ci-dessous.

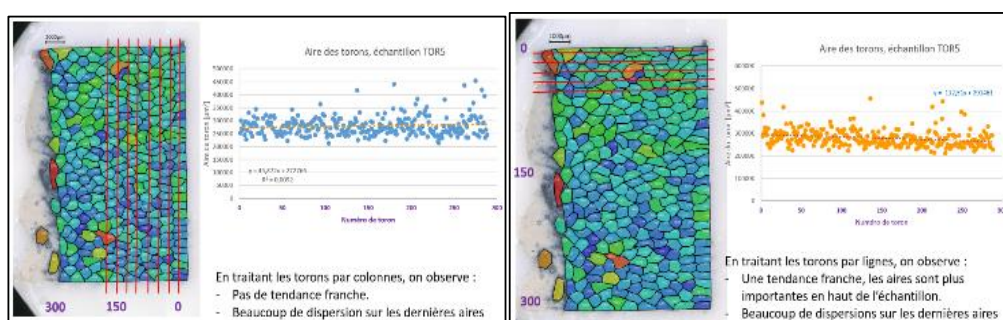


Figure 36 : Analyse verticale et horizontale de l'aire des torons.

Une autre méthode doit donc être envisagée pour mieux appréhender ce gradient. Il est possible par exemple d'affiner la méthode de mesure, comme présenté sur la figure 37 ci-dessous. Un seuillage des couleurs différent a permis de mettre en avant plus clairement le gradient issu de la mise en forme EPITHER.

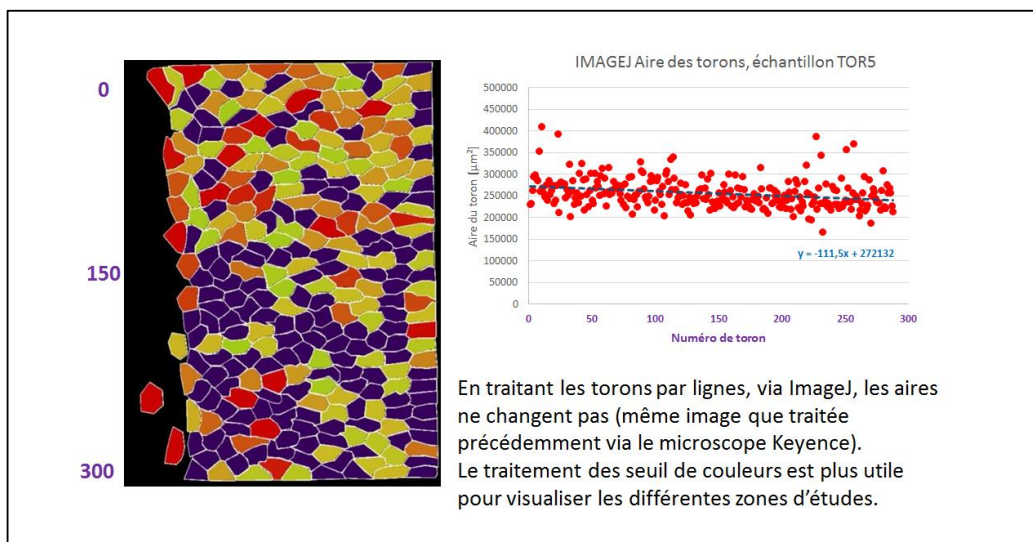


Figure 37 : Aires plus précises des torons

Cette méthode est améliorée dans le point suivant par un traitement 3D du gradient de taux volumique de fibres.

#### IV) 4 - Méthode affinée

L'aire des torons est, en moyenne, plus en bas de l'échantillon. Cependant il s'agit ici d'un traitement des données en 2D qui ne permet l'analyse que d'une seule direction de gradient de taux volumique de fibres. Il est donc nécessaire, dans notre étude, de traiter le problème en 3D avec un logiciel de traitement adapté.

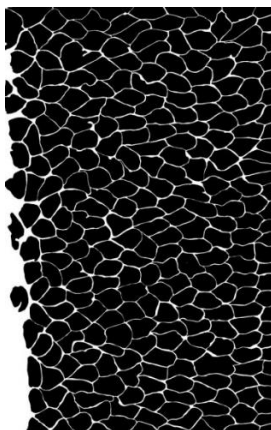


Figure 38 : Image de l'échantillon retraité via ImageJ

L'ensemble des mesures a donc été répété dans IMAGEJ et chaque toron a été défini par son centre de gravité. Dans cette analyse un toron a un centre de gravité de coordonnées X et Y et une aire associée Z, issue d'une mesure sur une image noire et blanc comme présenté dans la figure 38. L'ensemble des données ont été traitées dans Mathematica afin d'obtenir un graphique 3D représentant l'ensemble des aires des torons en fonction de leurs positions. Puis la micrographie a été placée dans le graphique afin de faciliter la compréhension de celui-ci pour obtenir le résultat sur la figure 39 suivante :

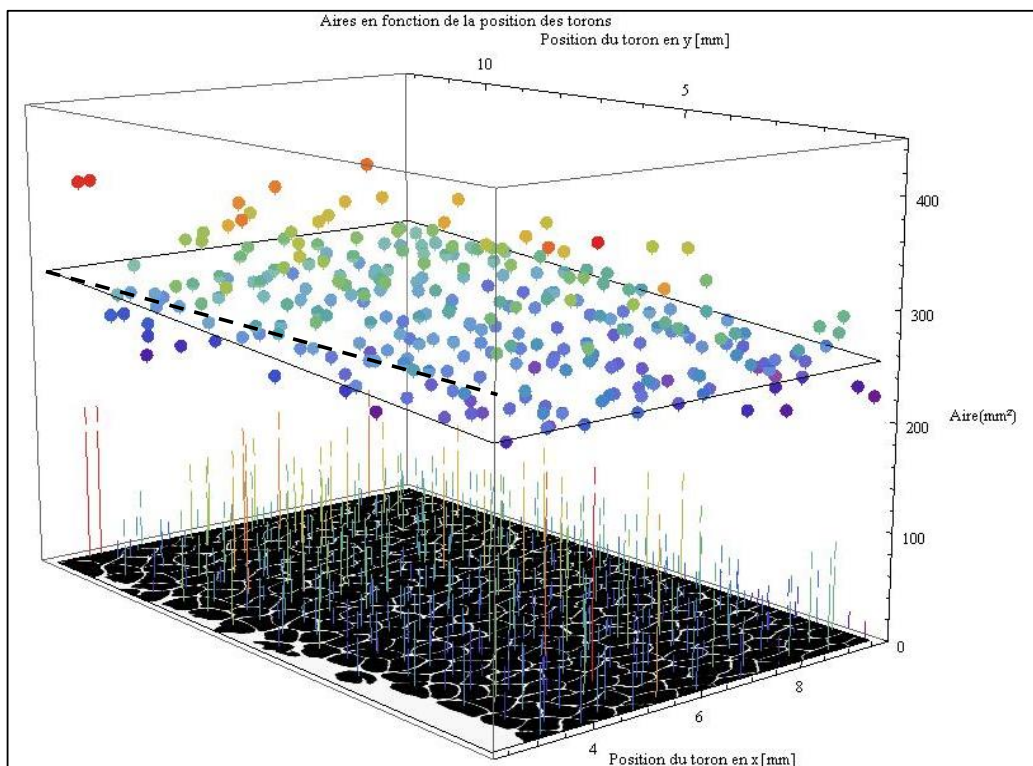


Figure 39 : Gradient de taux volumique de fibre

Un gradient de taux volumique de fibres est largement observable (cf : figure 40) suite au traitement des données via Mathematica. Ce gradient peut être expliqué par les éléments suivants :

- Thermiquement ; un gradient thermique lors de la mise en forme serait une première piste. Une chauffe supérieure entraînant une viscosité inférieure favorisée aurait le fluage de la matière dans la partie inférieure de l'échantillon. Cette piste est cependant écartée à la suite de la vérification thermique de l'outillage présenté dans le chapitre 2.

- Mécaniquement ; lors de la mise en forme un gradient de pression apparaît et crée ce mouvement matière dans la partie inférieure de l'échantillon.

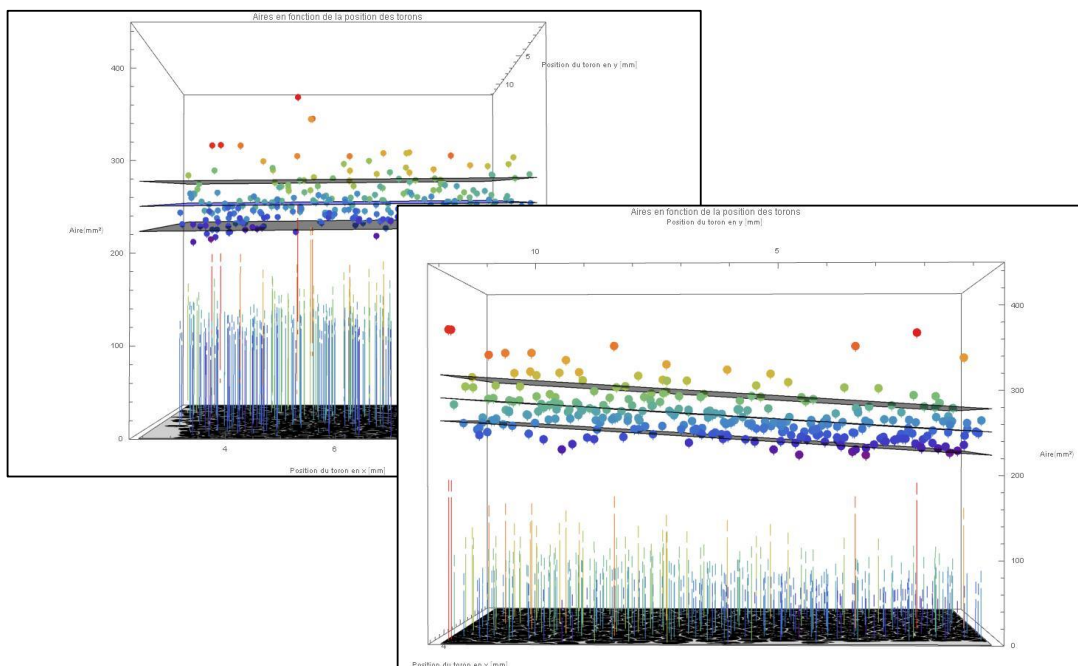


Figure 40 : Différentes vues du gradient présent sur l'échantillon, avec zone définie par les écarts types

Cette méthode permet non seulement d'établir l'existence d'un gradient de taux volumique de fibres, mais permet, grâce à un seul prélèvement local, de cartographier complètement l'échantillon. Il s'agit d'une méthode d'analyse complètement informatisée, qui pourrait être automatisée, si les développements vont en ce sens. La réussite dépend bien évidemment de la micrographie qui lui est fournie au départ.

Le modèle de Gutowski a été introduit dans ce chapitre. Pour rappel il fait le lien entre taux volumique de fibres et pression exercée. Une couche mathématique supplémentaire pourrait être rajoutée à la routine Mathématique mise en place, afin de créer une cartographie des champs de pression dans la pièce (avec ou sans essais interrompus).

## V - Conclusion

Les travaux présentés dans ce chapitre contribuent à la compréhension du procédé de fabrication composite EPITHER. L'étude de l'écoulement du composite, lors de la thermocompression, est un axe de recherche important dans la conjoncture de production de pièces thermoplastiques à utilisations structurelles.

Une partie bibliographique a permis d'introduire les notions de consolidation et d'imprégnation composite. Durant cette étude bibliographique, un ensemble de modèles ont été identifiés, caractérisant la consolidation de fibres composites comêlées. Certains de ces modèles ont pu être confrontés aux mises en forme de cylindres TOR.

La problématique de précontrainte de fibres, définie dans le chapitre 1 de cette étude a pu être traitée par une série d'essais interrompus sur éprouvettes enroulées avec tension et sans tension. Il apparait, à la suite de cette série d'essais interrompus, que la tension des fibres lors de l'enroulement a une influence directe sur le mode d'imprégnation du composite. Ce mode d'imprégnation peut être qualifié comme micro-prioritaire, contrairement à différents procédés de mise en forme comme certaines thermocompressions. Cette conclusion doit, par ailleurs, être étayée par des séries d'essais interrompus supplémentaires en variant un certain nombre de paramètres de consolidation (Température, Vitesse, Effort) et en variant le matériau utilisé (le PPS est apprécié pour sa fluidité à température de fusion, qui permet la mise en forme de pièces petites et précises).

La méconnaissance de compression de pièces thermoplastiques massives a fait apparaitre la problématique suivante : Existe-t-il un gradient de taux volumique de fibres dans les pièces produites ? Pour répondre à cette question, une mise en forme, avec réalisation d'un gradient important a été réalisé. Une méthode permettant l'identification et la mesure de l'ensemble des taux volumiques de fibres, par la mesure d'aires des torons, a ainsi été développée. Cette méthode, semi-automatique (l'opérateur doit traiter l'image de la micrographie si celle-ci ne convient pas) a permis de mettre clairement en évidence une répartition non homogène des fibres dans la section étudiée. Une couche « modèle » supplémentaire peut lui être appliquée afin de quantifier les champs de pression subis par la pièce composite lors de sa mise en forme. D'un point de vue industriel, cette méthode peut se montrer efficace dans l'analyse des mises en forme des nouvelles pièces composites.



## VI - Liste des figures et bibliographie

Figure 1 : Manipulation utilisée par Christmann.....	91
Figure 2 : Les différentes phases d'imprégnation .....	92
Figure 3 : Présentation des qualités d'imprégnation à différentes pression de mise en forme - Christmann .....	93
Figure 4 : Consolidation du co-mêlé – Bernet et al.....	94
Figure 5 : Mise en forme séparée de la matrice et des fibres (West and Pipes) .....	95
Figure 6 : Composite à la fin de la consolidation issue d'un TOR.....	95
Figure 7 : Porosités intra-torons et inter-torons.....	96
Figure 8 : Illustration d'une porosité intra-torons, Bernet.....	96
Figure 9 : A gauche : Méthode de détermination de l'effort en fonction du taux volumique de fibres, A droite : Pression de mise en forme en fonction du taux volumique de fibres – Gutowski et al.....	97
Figure 10 : Modèle de consolidation proposé par West .....	98
Figure 11 : Etat d'imprégnations issu de l'article de Grouve et Akkerman.....	101
Figure 12 : Méthode générale de réalisation d'essais interrompus.....	102
Figure 13 : Mise en forme des éprouvettes .....	103
Figure 14 : Echelle d'observation du composite .....	104
Figure 15 : Porosités inter-torons et intra-torons à différentes échelles d'observation .....	105
Figure 16 : Essais interrompus.....	106
Figure 17 : Mode d'imprégnation présenté dans l'article de Wysocki .....	106
Figure 18 : Observation des porosités à travers les essais interrompus.....	107
Figure 19 : Seuillage des couleurs .....	108
Figure 20 : Evaluation des taux de porosités globaux, via ImageJ .....	109
Figure 21 : Essais interrompus cylindres TOR.....	113
Figure 22 : Observation des porosités à travers les essais interrompus.....	114
Figure 23 : Etats de consolidation à hauteur relatives de 1.4 et de 1.2, grossissement x50 .....	115
Figure 24 : Identification des défauts, par analyse de composition .....	116
Figure 25 : 2 TOR interrompus, obtenus dans les mêmes conditions.....	117
Figure 26 : Détermination du taux de porosités intra-torons.....	120
Figure 27 : Nombre d'enroulement sur une colonne.....	122
Figure 28 : Exemple de bielle réalisée avec le même procédé de mise en forme .....	125
Figure 29 : Gradient de taux volumique de fibres dans la pièce .....	126
Figure 30 : Résistances mécaniques en fonction du taux volumique de fibres et du type de renfort.....	126
Figure 31 : Différence d'acquisition entre fibres continues et craquées .....	128

---

Figure 32 : Prélèvement local pour vérification du taux volumique de fibres.....	130
Figure 33 : Corrélation macro et micro du défaut de mise en forme .....	131
Figure 34 : Comparaison de mise en forme TOR à 5 bars et 12.5 bars .....	132
Figure 35 : Présentation de l'échantillon utilisé .....	133
Figure 36 : Analyse verticale et horizontale de l'aire des torons. ....	134
Figure 37 : Aires plus précises des torons .....	135
Figure 38 : Image de l'échantillon retraité via ImageJ .....	135
Figure 39 : Gradient de taux volumique de fibre .....	136
Figure 40 : Différentes vues du gradient présent sur l'échantillon, avec zone définie par les écarts types .....	137

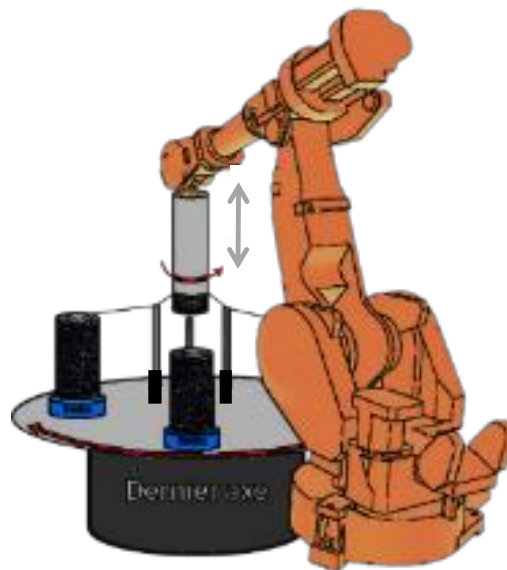
- Bernet, N, and V Michaud. 2001. "Commingled Yarn Composites for Rapid Processing of Complex Shapes." *Composites Part A: Applied ...* 32: 1613–26. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X00001809>.
- Bernet, N, V Michaud, P. E. Bourban, and J. -a. E. Manson. 1999. "An Impregnation Model for the Consolidation of Thermoplastic Composites Made from Commingled Yarns." *Journal of Composite Materials* 33 (10): 928–40. doi:0803973233.
- Christmann, M, P Mitschang, and L Medina. 2015. "Impregnation Performance of Non-Isobaric Processes," no. July: 19–24.
- Grouve, WJB, and R Akkerman. 2009. "A Consolidation Process Model for Film-Stacking Glass-PPS Laminates." In *17th International Conference on Composite Materials*. Edinburgh.
- Gutowski, T G, Z Cai, S Bauer, D Boucher, J Kingery, and S Wineman. 1987. "Consolidation Experiments for Laminate Composites." *Journal of Composite Materials* 21 (7): 650–69. <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0023381308&partnerID=40&md5=76780cf9d1e36698b62a62e870c69958>.
- Maffezzoli, A, R Gennaro, and A Greco. 2010. "Numerical Simulation of the Microscale Impregnation in Commingled Thermoplastic Composite Yarns." *Advances in Polymer Technology* 29 (2010): 122–30. doi:10.1002/adv.
- Santulli, C, R Garcia Gil, A C Long, M J Clifford, Reading Whiteknights, P O Box Reading, and Berks Rg. n.d. "VOID CONTENT MEASUREMENTS IN E- GLASS / POLYPROPYLENE COMPOSITES USING IMAGE ANALYSIS FROM OPTICAL MICROGRAPHS," 1–25.
- Shuler, S.F, and S.G Advani. 1996. "Transverse Squeeze Flow of Concentrated Aligned Fibers in Viscous Fluids." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 65 (1): 47–74. doi:10.1016/0377-0257(96)01440-1.
- West, B P V A N, and R Byron Pipes. 1971. "The Consolidation of Commingled Thermoplastic," no. 6.
- Wysocki, M., S. Toll, and R. Larsson. 2007. "Press Forming of Commingled Yarn Based Composites: The Preform Contribution." *Composites Science and Technology* 67 (3–4): 515–24. doi:10.1016/j.compscitech.2006.08.016.
- Wysocki, Maciej, Ragnar Larsson, and Staffan Toll. 2005. "Hydrostatic Consolidation of Commingled Fibre Composites." *Composites Science and Technology* 65: 1507–19. doi:10.1016/j.compscitech.2005.01.002.

# Chapitre 4 :

## Paramètres de consolidation

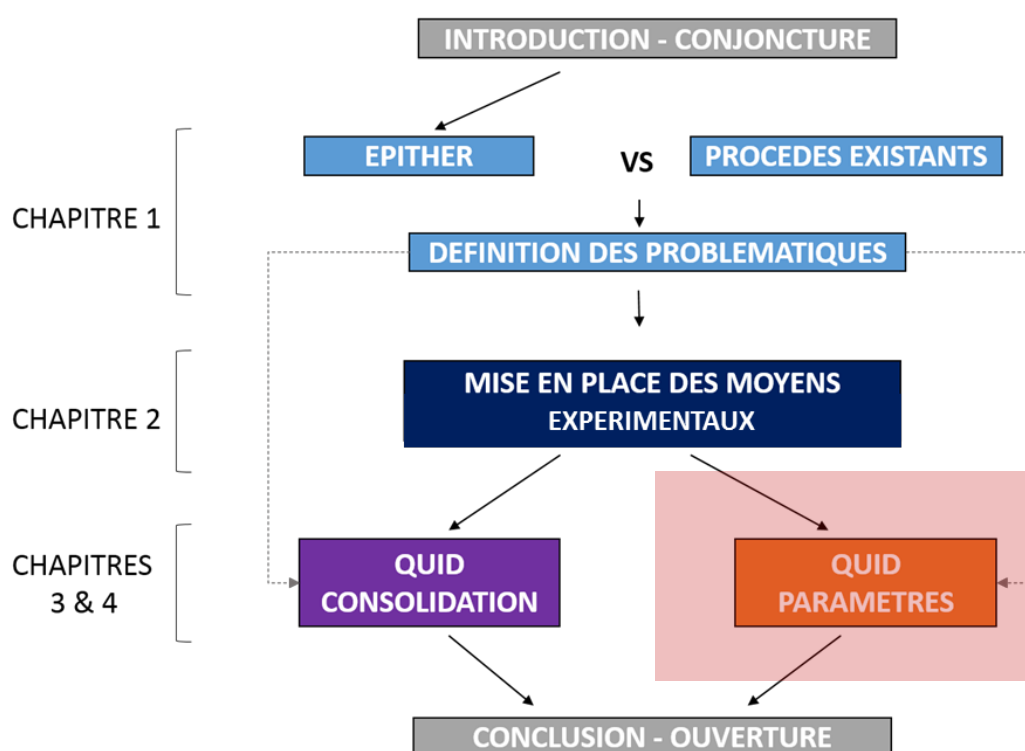
### MISE EN SITUATION :

L'objectif de ce chapitre est d'appréhender un ensemble de paramètres de mise en forme appelés paramètres extrinsèques. Cela permet de définir les paramètres de mise en forme les plus influents du procédé, de mettre en avant les défauts liés à certaines configurations de mise en forme.



## SOMMAIRE

SOMMAIRE	143
I - INTRODUCTION	145
II - PARAMETRES EXTRINSEQUES	146
II) 1 - <i>Introduction des problématiques</i>	147
II) 2 - <i>Exercice de corrélation des paramètres</i>	148
II) 2) 1 - Interaction : exemple du taux d'homogénéité	149
II) 2) 2 - Interaction : exemple de la tenue mécanique	150
II) 3 - <i>Mise en évidence des paramètres de la consolidation</i>	150
III - PLAN D'EXPERIENCE	151
III) 1 - <i>Mise en place du plan d'expérience</i>	151
III) 2 - <i>Réalisation de l'ensemble du plan d'expérience</i>	154
III) 2) 1 - Présentation du plan d'expérience	155
III) 2) 2 - Présentation des pièces	156
III) 3 - <i>Evaluation des mises en forme</i>	157
III) 3) 1 - Evaluation préalable des écarts sur les densités	158
III) 3) 2 - Evaluation mécanique	159
III) 3) 3 - Evaluation de la santé matière	165
III) 4 - <i>Conclusion sur l'ensemble des mises en forme</i>	168
IV - VERS DES MORPHOLOGIES PLUS COMPLEXES	169
IV) 1 - <i>Explication de la problématique</i>	169
IV) 2 - <i>Nervures et rainures</i>	169
IV) 3 - <i>Traceurs rhéologiques</i>	170
IV) 3) 1 - Etat de l'art	170
IV) 3) 2 - Simulation sous Forge	172
IV) 3) 3 - Suivi de la mise en forme par insertion de traceurs	174
IV) 4 - <i>Perspectives industrielles</i>	175
V - CONCLUSION	176
VI - LISTE DES FIGURES ET BIBLIOGRAPHIE	177



## I - Introduction

La thermocompression d'enroulements, permettant la réalisation de pièces TOR, doit être cadrée par l'optimisation des paramètres de mise en forme. Cette optimisation se réalise sur un certain nombre de paramètres dit extrinsèques au procédé. Ces paramètres sont présentés dans la partie suivante.

L'optimisation de la mise en forme passe par la mise en place d'un plan d'expérience permettant l'évaluation de l'influence des différents paramètres étudiés et le choix de l'optimale de ces derniers. Par exemple, cette évaluation fournit des tendances permettant de qualifier la sensibilité de la mise en forme à la température ou à la pression exercée lors de la consolidation.

L'amélioration des propriétés mécaniques est réalisée par une amélioration de l'imprégnation (taux de porosité très bas, structure homogène), mais aussi avec des apports de caractéristiques morphologiques spécifiques. C'est par exemple le cas d'une remontée de nervure ou d'un rainurage permettant une amélioration mécanique spécifique à certains cas de chargements en modifiant le moment quadratique de la pièce tout en limitant, voir en réduisant, l'augmentation de la masse. C'est par exemple le cas des IPN dans le bâtiment, destinés à apporter une résistance accrue aux cas de chargements en flexion.

La réalisation de mises en forme spécifiques a été testée par le changement morphologique des pièces ; ces dernières ont été obtenues via la mise en place d'inserts dans le moule TOR permettant ainsi l'apport de caractéristiques mécaniques spécifiques. L'objectif de cette partie est d'évaluer la santé matière à la suite de ce type de mises en forme engendrant des écoulements de la matière spécifique, radiaux, associés à ces morphologies.

Dans un dernier temps, une ouverture industrielle est proposée par un exemple de simulations, visant à la prédiction du comportement du composite lors de sa mise en forme. Plusieurs possibilités sont présentées, allant de la simulation toron par toron, à une simulation avec un matériau homogène.

## II - Paramètres extrinsèques

La maîtrise du procédé de fabrication commence par l'identification de l'ensemble des paramètres régissant la mise en forme. La figure 1, ci-dessous, présente une identification des paramètres des deux étapes de mise en forme :

- d'enroulement permettant d'obtenir une préforme, préchauffée ou non,,
- de forgeage permettant de réaliser une pièce forgée à forte propriétés morphologiques.

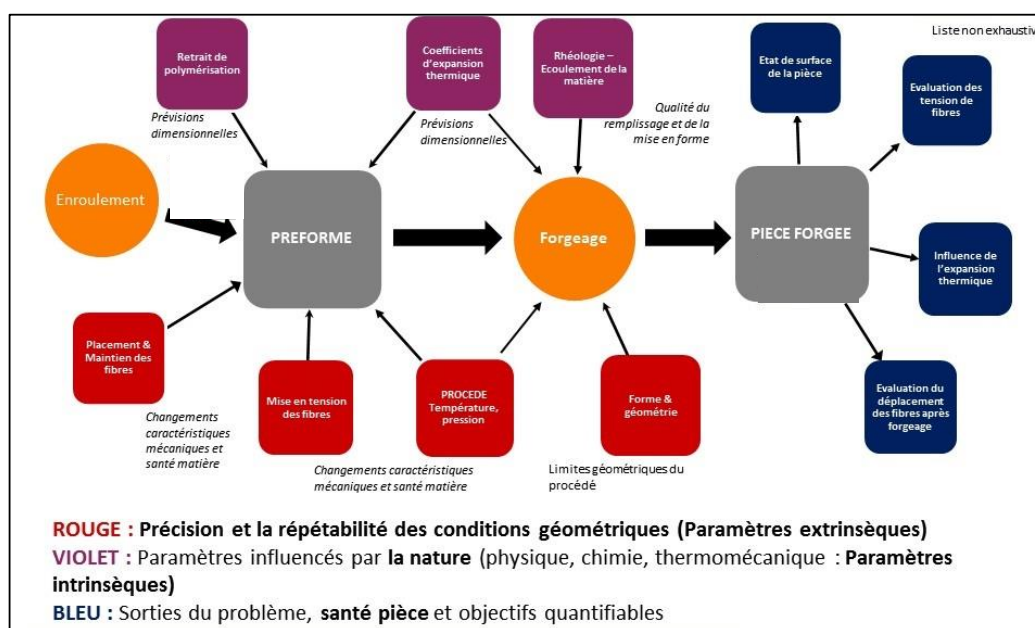


Figure 1 : Ensemble des paramètres de mise en forme

L'ensemble de ces paramètres peuvent être classés de la façon suivante :

- Les entrées du procédé :
  - **Les paramètres intrinsèques :** ce sont des paramètres dépendant de la matière utilisée comme par exemple du retrait de polymérisation (ce cas n'est plus présent dans notre étude) ou la rhéologie spécifique à la matière utilisée (comportement et viscosité du thermoplastique à température de fusion).
  - **Les paramètres extrinsèques :** ce sont des paramètres dépendant de l'opérateur tels que la tension appliquée lors de l'enroulement, la température et la pression de mise en forme ou bien même le placement initial des fibres.



- Les sorties du procédé : ce sont les paramètres évaluables à la suite de la mise en forme, comme l'état de surface de la pièce, le suage de résine, l'évaluation du déplacement des fibres via la mise en place de marqueurs rhéologiques.

Il s'agit ici d'une liste non exhaustive des entrées et sorties du procédé, qui doivent être maîtrisées pour une meilleure compréhension de l'ensemble des étapes de fabrication.

Les paramètres cités, ainsi que d'autres évalués, sont les entrées du plan d'expérience, un des points abordé par ce chapitre.

## II) 1 - Introduction des problématiques

L'objectif de ce chapitre est d'avoir une première approche de l'influence des paramètres de mise en forme sur le résultat de mise en forme. Chaque variable « produit » dépend d'un certain nombre de phénomènes physiques issus des paramètres opératoires.

La définition de paramètres à étudier est la première étape de réalisation d'un plan d'expérience. Afin d'identifier les différents paramètres intervenant dans le procédé de fabrication, il est proposé de réaliser une analyse complète du procédé de mise en forme, en allant des conditions opératoires de chaque étape dans la gamme de mise en forme jusqu'aux variables produits et aux moyens permettant de les contrôler.

La description du procédé de mise en forme complet a été réalisée dans les premiers chapitres, sans la nécessité de formaliser l'ensemble des données sous forme de diagramme.

A partir des travaux de Zakaria Allam (Allam, 2015.), un diagramme du procédé a été réalisé. La figure 2, ci-dessous, représente ainsi une vision du procédé de fabrication identifié dans la mise en forme des pièces par le procédé de fabrication connexe à cette étude.

Chaque étape de fabrication est représentée à travers les différents états de produits, obtenus avec des conditions opératoires propres. Le diagramme, ci-dessous, représente aussi les moyens de contrôle de certains paramètres produits et l'ensemble des états successifs de la pièce à travers le procédé de mise en forme (fibre, semi-produits et préformes, pièce forgée).

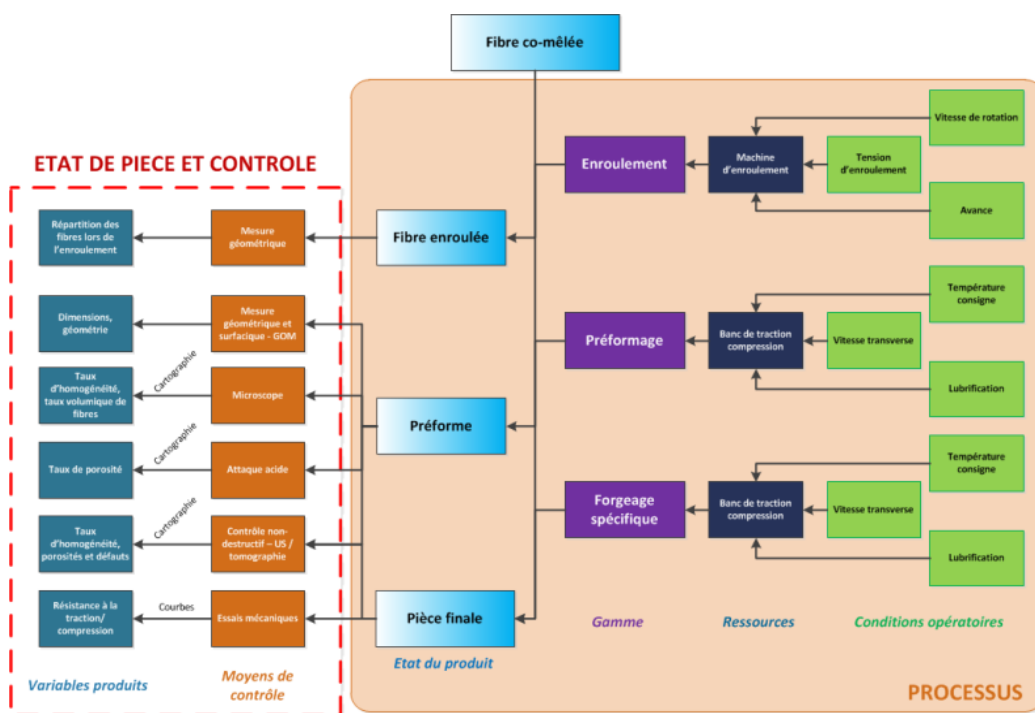


Figure 2 : diagramme processus & variables produits

## II) 2 - Exercice de corrélation des paramètres

L'objectif de cette partie est de proposer 2 exemples de corrélation entre paramètres procédés et variables produits. La corrélation entre ces paramètres permet de bien mettre en avant les phénomènes physiques en jeu dans la mise en forme afin d'avoir une image plus globale des paramètres process à prendre en compte dans le plan d'expérience TAGUCHI et les couplages existants entre les différents paramètres.

Les variables produits sont repris dans la figure 2 présentée précédemment.

Dans un premier temps, il est proposé d'étudier le taux d'homogénéité du composite de la pièce à l'issue de la mise en forme. Ce taux d'homogénéité est défini dans cette étude comme un terme global définissant les répartitions de taux volumiques de fibres, les taux de porosités et leurs gradients à l'intérieur de la pièce composite.

Dans un second temps, il est proposé d'étudier la variable produit « tenue mécanique ».

## II) 2) 1 - Interaction : exemple du taux d'homogénéité

La figure 3, reprend le cheminement de paramètres process à la variable produit « taux volumique de fibres ». Certains paramètres sont gérables directement par l'utilisateur, comme les températures consigne de l'outillage. Le paramètre procédé comme la viscosité est quant à lui indirectement réglable, par les pressions et vitesse de mise en forme.

Cette représentation de l'ensemble de ces paramètres donne ainsi une vue globale de ce qui est nécessaire de gérer lors des mises en forme de TOR, comme ceux fixés et difficilement réglables tel que l'état de surface de l'outillage obtenu lors de l'usinage des cylindres.

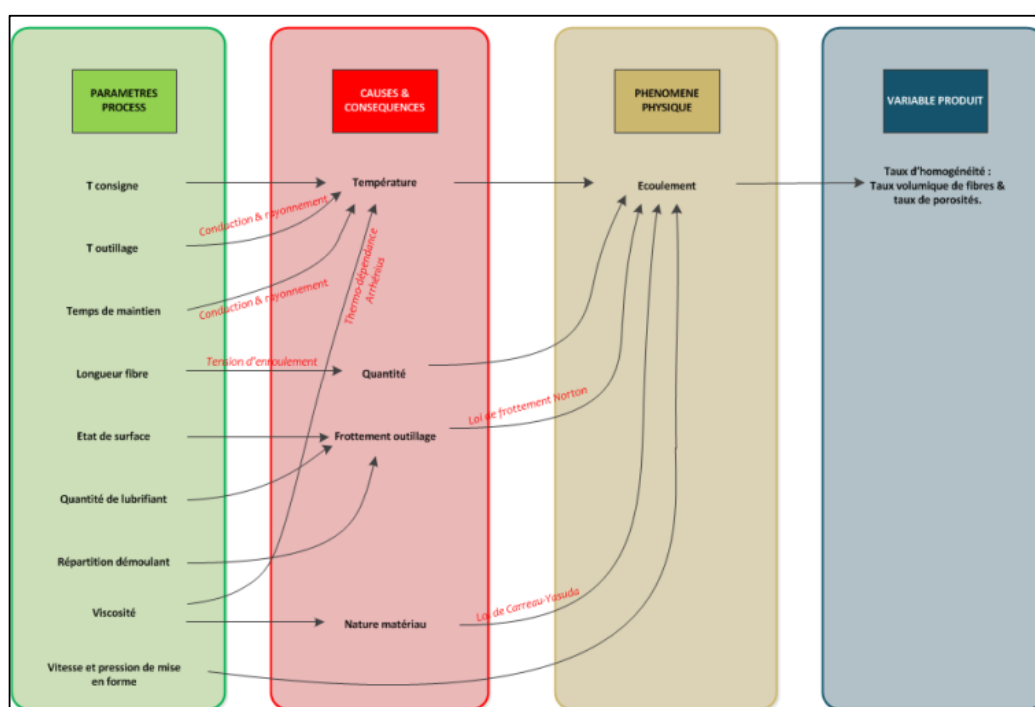


Figure 3 : Corrélation paramètres process et taux volumique de fibres

Le taux volumique de fibres par rapport au taux de porosités est une variable de l'écoulement, géré dans la mise en forme par les paramètres suivants :

- T consignes (en °C)
- Temps de maintien (en minutes)
- Vitesse et pression de mise en forme (respectivement en mm/s et en bar)
- La longueur de fibres pouvant être variée ponctuellement. (en cm)

## II) 2) - Interaction : exemple de la tenue mécanique

L'exercice de corrélation des interactions entre paramètres procédés et variables produits se montre parfois plus complexe. C'est ainsi que la variable produit « tenue mécanique » est fonction d'un nombre plus important de paramètres dont les interactions sont parfois difficilement identifiables. La tenue mécanique est fonction directe de la santé matière, et donc de la variable produit vue précédemment : taux volumique de fibres.

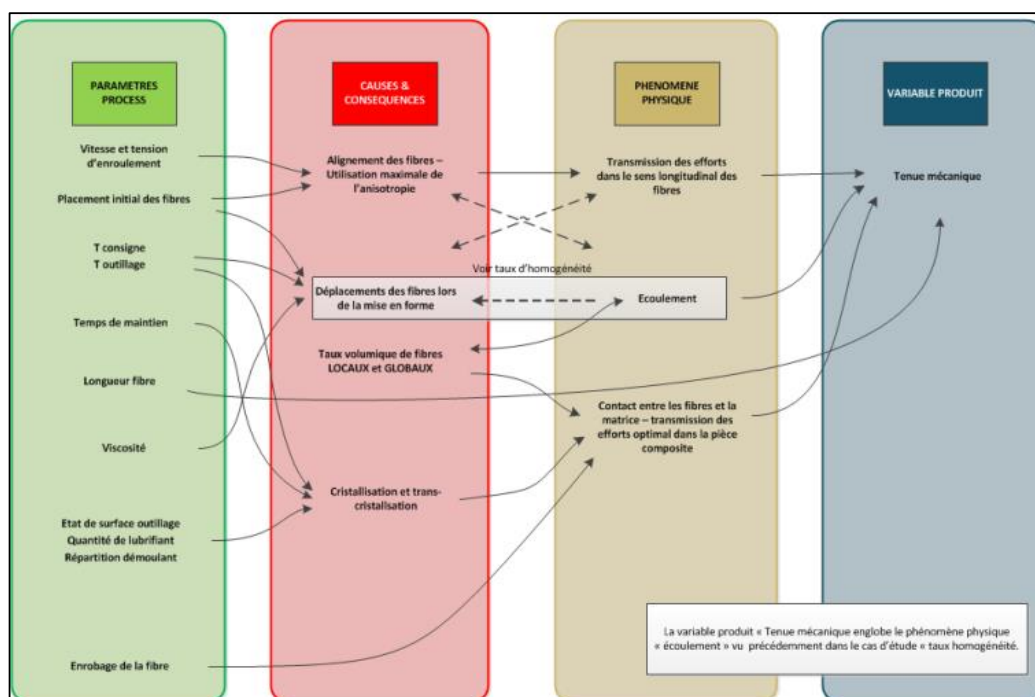


Figure 4 : Corrélation paramètres process et tenue mécanique

La tenue mécanique est aussi variable des déplacements de matière lors de la mise en forme, des alignements de fibres (résistances mécaniques maximales en traction dans le sens des fibres) et des conditions thermocompressions.

## II) 3 - Mise en évidence des paramètres de la consolidation

L'exercice de corrélation des paramètres de mise en forme a permis de mettre en avant un certain nombre de paramètres influents. Les conditions de consolidation comme la température, le temps de maintien ou la vitesse de mise en forme sont de première importance. D'autres paramètres auront, à priori, une influence non négligeable sur la santé matière et les caractéristiques mécaniques des TOR consolidés comme par exemple la tension d'enroulement. Le plan d'expérience à définir dans la suite de cette étude est donc directement issu de ces exercices de corrélations, ainsi que des premiers TOR réalisés, marquant des tendances et influences.

### III - Plan d'expérience

Afin de mettre en avant des tendances lors de l'étude du procédé de mise en forme, un plan d'expérience a été défini. Celui-ci doit permettre de mettre en exergue l'influence de différents paramètres de mise en forme comme la température, la pression ou la tension d'enroulement utilisée. Afin de ne pas réaliser un nombre considérable de mises en forme, difficilement analysables, il a été décidé de réaliser un plan d'expérience à X paramètres. L'ensemble du plan d'expérience doit permettre l'analyse de l'influence de paramètres lors d'essais mécaniques, micrographies ou simplement mesures des contraintes internes.

#### III) 1 - Mise en place du plan d'expérience

Dans un premier temps, et avant la définition du plan d'expérience complet, l'ensemble des paramètres, qu'il est possible d'étudier, ont été listés et classés afin d'en déterminer les prioritaires. Ces paramètres sont présents dans le tableau 1, ci-dessous. Certains paramètres sont parfois limités aux capacités des moyens de mise en forme ou jugés comme trop peu influents pour être considérés dans le plan d'expérience, au regard des essais préliminaires réalisés.

Tableau 1 : Classification des paramètres de mise en forme (enroulement et consolidation)

Paramètres:	Utilisé ?	Influence	Infos complémentaires
HAUTEUR D'ENROULEMENT	NON	Elle fera varier la hauteur finale en fonction de la tension	Fixé 30mm
TENSION D'ENROULEMENT	OUI	Hauteur finale, santé matière de la pièce	3 valeurs, limitées par la tête d'enroulement
NOMBRE D'ENROULEMENT	OUI	Cote extérieure de la pièce, mouvements de fibres sur l'extérieur de la pièce	2 valeurs, calées via les essais préliminaires
NOMBRE DE SPIRES	NON	Dépend de la hauteur d'enroulement	Fixé 27 spires
EFFORT DE MISE EN FORME	OUI	Santé matière de la pièce	3 valeurs, limitées par la machine de compression
TEMPERATURE DE MISE EN FORME	OUI	Santé matière de la pièce	3 valeurs, limitées par le système de chauffe
VITESSE DE CHAUFFE	NON		Limitée par le système de chauffe
VITESSE DE REFROIDISSEMENT	NON	Santé matière de la pièce	Pas de maîtrise claire
MASSE	NON		Elle est fonction du nombre d'enroulement à une tension d'enroulement donnée
VITESSE DE MISE EN FORME	OUI	Cadences et santé matière	3 valeurs, limitées par la machine de compression
TEMPS DE MAINTIEN DE CHAUFFE	OUI	Cadences et santé matière	Faire attention à l'inertie thermique

La hauteur d'enroulement est fixée pour l'ensemble des essais à 30 mm. Cette hauteur d'enroulement fait varier la hauteur finale de la pièce en fonction de la tension d'enroulement. Arbitrairement, afin de ne pas changer le programme sur le robot, cette hauteur a été laissée fixe lors de tous les essais.

- La tension d'enroulement, quant à elle, a une influence sur la santé matière de la pièce. Cette tension d'enroulement est limitée par la tête d'enroulement réalisée en impression 3D et ne permet pas de tension d'enroulement supérieure à 50 newtons. La tension d'enroulement détermine aussi la hauteur finale de la pièce et la quantité de matière enroulée pour un nombre de passes données.
- Le nombre de passes d'enroulement détermine la cote extérieure finale de la pièce. Si le nombre de passes est insuffisant il y aura suage de matière thermoplastique vers l'extérieur de la pièce. Si le nombre de passes est trop grand il y a un mouvement des fibres lors de la mise en forme vers l'extérieur de la pièce. C'est en se servant de l'abaque d'enroulement, qu'un couple « tension d'enroulement / nombre de passes » est déterminé.
- Le nombre de spires dépend de la hauteur d'enroulement et n'est pas modifiable. Sur une hauteur de 30 mm 27 spires peuvent être enroulées.
- L'effort de mise en forme est limité par le banc de compression utilisé. Un banc de compression de 30 Knewton, Lloyd LR30K, a été utilisé pour l'ensemble des essais de mise en forme. Suite à une première série d'expériences, il a été déterminé qu'un effort de mise en forme supérieure à 15 kN est totalement inutile. Dans les cas de tensions supérieures, aucun changement n'est observable que ce soit par la micrographie, par l'évaluation des contraintes résiduelles ou par l'aspect général de la pièce. Aucune différence d'imprégnation n'est observée.
- La température de mise en forme est dépendante du thermoplastique utilisé dans le composite. Il s'agit ici d'un PPS qui a une température de fusion de 286 °C. Cette température de fusion est nécessaire pour la mise en forme des pièces composites et la dégradation du thermoplastique intervient vers 320 °C. Au-delà de cette température le thermoplastique se dégrade et ne fait plus office de lien dans la transmission des efforts pour la pièce composite. La température de 315 °C a été choisie comme limite pour les mises en forme.
- La vitesse de chauffe est limitée par l'ensemble du système de chauffage utilisé dans cette expérience. Elle est limitée à la quantité d'énergie que peuvent transmettre les colliers chauffants et les plateaux chauffants. La vitesse de chauffe n'est donc pas un paramètre extrinsèque gérable dans cette manipulation.

- La vitesse de refroidissement a une influence capitale dans la santé matière des pièces par la cristallisation du thermoplastique. Une vitesse de refroidissement créant un fort gradient de température dans la pièce permettra la création d'un fort gradient de recristallisation, et donc des contraintes internes non nulles. Cependant, la manipulation ne permet que deux modes de refroidissement ; le premier mode de refroidissement est matérialisé par une convection forcée, limitée par la pression du réseau pneumatique. Le second mode de refroidissement est simplement de laisser l'ensemble du moule se refroidir ambiant. Ces deux cas d'études ont été pris en compte à la fin du plan d'expérience. Pour les principaux essais de mise en forme la matrice était refroidie avec de l'air pulsé.
- La masse enroulée dépend de la tension d'enroulement, de la hauteur d'enroulement et du nombre de passes.
- La vitesse de mise en forme est limitée par la machine de compression et peut varier de quelques millimètres par minute à environ 250 mm/m.
- Le temps de maintien de chauffe permet la bonne homogénéité de la journée du composite lors de la mise en forme et varie ici entre zéro minute, ce qui correspond à une cadence maximale, à 15 minutes.

### III) 2 - Réalisation de l'ensemble du plan d'expérience

Le tableau ci-dessous représente l'ensemble des pièces réalisées dans la cadre des chapitres 3 et 4.

Numéro de pièce	Date	ENROULEMENT								MISE EN FORME					
		Renfort	Matrice	Type de matière	Masse totale (g)	Pression de contact (bars) / Effort (N)	Température (°C)	Hauteur (mm)	Taux volumique de fibres (%)	Mise en forme	Pression de mise en forme (bars)	Température de forgeage (°C)	Cote après forgeage (mm)	Masse après forgeage (g)	Essai traction (T)
1		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
2		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
3		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
4		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
5		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
6		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	>30	300	30	45	oui					
7		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
8		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
9		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
10		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	0,7	300	30	45	oui					
11		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	40	>30	300	30	45	oui					
12		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
13		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
14		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
15		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
16		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
17		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
18		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
19		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
20		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
21		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
22		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
23		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
24		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
25		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
26		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
27		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	36	0,7	300	30	45	oui					
28		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles						oui					
29		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles						oui					
30		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles						oui					
31		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles						oui					
32		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles						oui					
33		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles						oui					
34		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles						oui					
35		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles						oui					
36	06/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	500	285 °C	15,118	44,15		
37	06/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	5000	300 °C	14,537	43,25		
38	06/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	15000	315 °C	14,541	43,35		
39	23/03/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	500	300 °C	16,91	42,55		
40	23/03/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	5000	315 °C	14,929	42,45		
41	05/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	15000	285 °C	14,232	42,5		
42	21/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	5000	285 °C	17,115	42,45		
43	21/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	15000	300 °C	15,352	42,45		
44	21/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	500	315 °C	18,168	45,95		
45	06/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	15000	315 °C	15,844	47,15		
46	07/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	500	285 °C	16,262	47,75		
47	12/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	5000	300 °C	16,059	47,65		
48	04/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	5000	315 °C	15,445	45,95		
49	04/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	5000	315 °C	15,211	45,35		
50	05/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	5000	300 °C	16,276	45,65		
51	21/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	5000	300 °C	15,421	45,8		
52	20/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	500	315 °C	17,89	45,3		
53	22/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	5000	285 °C	17,028	45,7		
54	18/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	500	285 °C	14,789	43,45		
55	25/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	5000	300 °C	14,671	43,35		
56	27/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	15000	315 °C	14,721	43,55		
57	29/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	500	300 °C	17,147	42,7		
58	28/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	5000	315 °C	14,958	42,5		
59	28/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	15000	285 °C	14,274	42,3		
60		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	5000	285 °C		42,45		
61		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	15000	300 °C		42,45		
62	22/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	500	315 °C	18,918	45,45		
63	27/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	15000	315 °C	15,865	47,35		
64	27/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	500	285 °C	16,061	47,45		
65	28/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	5000	300 °C	15,89	47,15		
66	29/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	5000	315 °C	15,449	45,9		
67	29/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	15000	285 °C	15,107	45,3		
68	29/04/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	500	300 °C	16,336	45,95		
69	02/05/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	300 °C	30	45	oui	15000	300 °C	15,175	45,45		
70	02/05/2016	Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	315 °C	30	45	oui	500	315 °C	17,434	45,25		
71		Carbone	PPS	Fibres co-mélangées industrielles	0	285 °C	30	45	oui	5000	285 °C		45,7		

TOR

Essais préliminaires

Essais interrompus

PLAN D'EXPERIENCE TAGUCHI



## III) 2) 1 - Présentation du plan d'expérience

Le plan d'expérience a été défini en 18 expériences de mise en forme. Dans un souci de répétabilité, ce plan d'expérience a été doublé. Chacune des pièces possède ainsi des caractéristiques de mise en forme propre, et sa pièce jumelle est réalisée dans les mêmes conditions. L'ensemble des paramètres sont présentés dans la figure 5, ci-dessous.

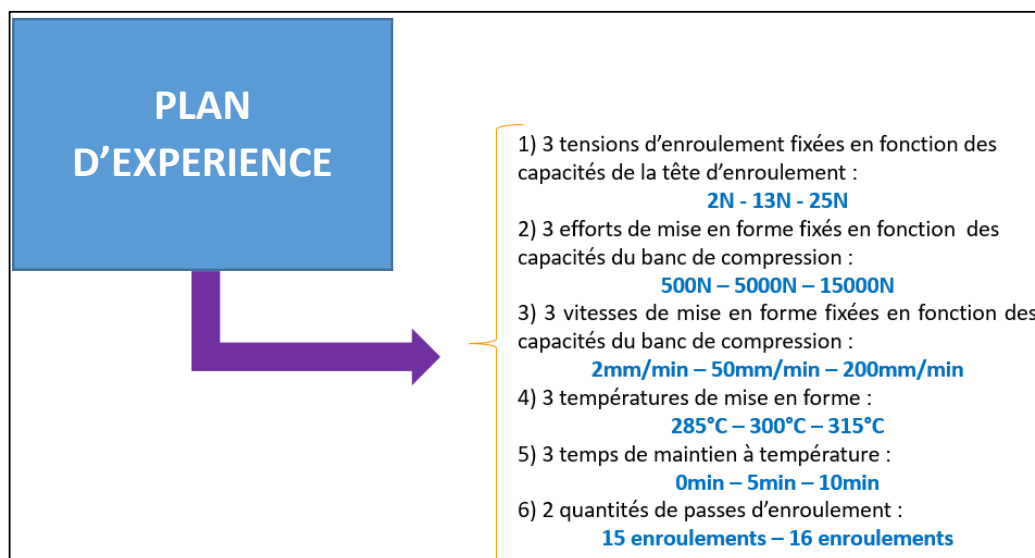


Figure 5 : Ensemble des paramètres de mise en forme utilisés

Deux nombres de passes d'enroulement doivent être testés. Pour 15 enroulements, la préforme obtenue glisse facilement dans le matrice de mise en forme de diamètre intérieur de 70mm. Pour 16 enroulements l'ajustement est plus serré et ne permet pas forcément des mises en forme à faibles tensions d'enroulements. La densité composite (à l'état de préforme) augmente avec la tension d'enroulement, comme montré dans le chapitre 2.

Il a ainsi été décidé de tester trois tensions d'enroulement, trois efforts de mise en forme, trois vitesses de mise en forme, trois températures, trois temps de maintien (paramètre restant très difficilement évaluable de par l'inertie thermique de l'ensemble de l'outillage) et deux quantités de passes d'enroulement afin de mettre en avant l'expansion ou non de la matière dans le cas d'un enroulement plus petit que le diamètre extérieur (70 mm) de la pièce finale.

Le programme d'enroulement optimisé a été présenté dans le chapitre X « mise en place des moyens expérimentaux ». La méthode est toujours la même ; seules les tensions d'enroulement et le nombre de passes varient selon le plan d'expérience. Tous les cylindres TOR obtenus n'ont sensiblement pas la même masse selon les paramètres d'enroulement. Tous les enroulements sont réalisés avec le même programme (sauf bien entendu le nombre de passes ; 15 et 16), peu importe la tension d'enroulement appliquée. L'ensemble des résultats mécaniques sont, dans ce cas, comparés à masse relative.

## III) 2) 2 - Présentation des pièces

L'ensemble des pièces réalisées selon le plan d'expérience sont présentées sur la figure 6 ci-dessous. 32 TOR ont été réalisés, en suivant les différentes conditions de mise en forme énoncées spécifiquement selon le plan d'expérience cité dans le paragraphe précédent. Le plan d'expérience propose la réalisation de 18 TOR mais pour vérifier la répétabilité de l'enroulement et la mise en forme de chacune de ces pièces, elles ont été doublées. Ma ligne mauve sur la figure 6 ci-dessous correspond au doublement du plan d'expérience ; chaque pièce dans la partie haute de la figure a une jumelle dans la partie basse.



Figure 6 : Ensemble des 32 pièces réalisées pour le plan d'expérience TAGUCHI

Les premières observations sur les pièces réalisées sont les suivantes :

- Les 18 premières pièces présentent les mêmes caractéristiques morphologiques que leurs jumelles (pièces 18 à 32) qui ont été réalisées à des dates différentes, avec les mêmes outillages, le même programme d'enroulement et les mêmes conditions de mise en forme. Cette première observation est importante pour la suite des analyses et des évaluations, car elle permet de valider la répétabilité de l'ensemble des moyens de mise en forme suivants ;
  - Robot et tête d'enroulement (validation de la répétabilité du moyen d'enroulement, écarts de tension peu impactant)
  - Moyens de mise en forme (validation de la répétabilité du moyen de mise en forme)
- Certaines pièces présentent des zones de délaminage en leur centre qui peut être dû au cycle de mise en forme (et plus particulièrement au temps de refroidissement) ou aux conditions d'enroulement.

### III) 3 - Evaluation des mises en forme

Les critères d'évaluation des cylindres TOR ont été présentés dans les différents chapitres de cette étude. Les sorties ont été détaillées au début du chapitre 5, stipulant deux états de pièces pour l'analyse : les pièces brutes sont mesurées et pesées, les pièces découpées sont micrographiées, mesurées et subissent un essai mécanique. L'ensemble de ces données de sorties sont présentées sur la figure 7 ci-dessous.

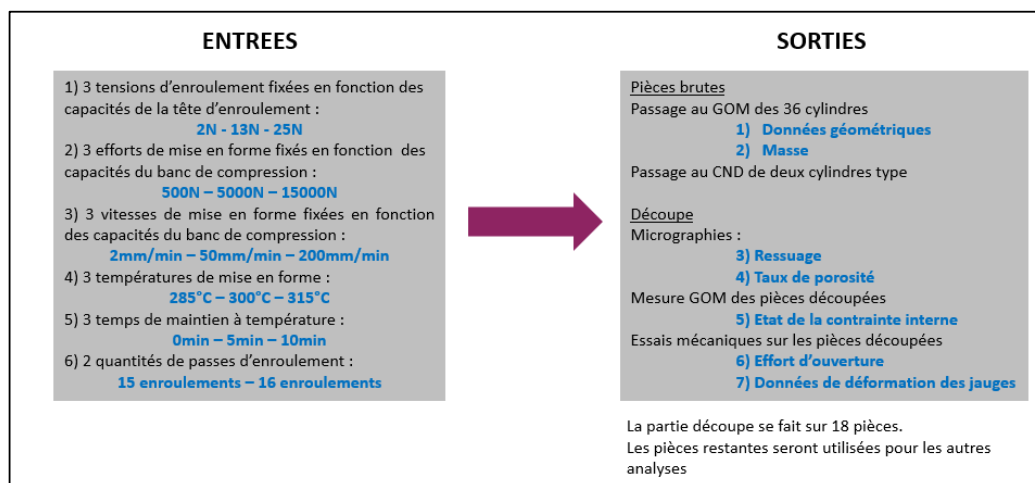


Figure 7 : Entrées et sorties du plan d'expérience

Une mesure avant découpe et une mesure après découpe doit être obligatoirement réalisée pour évaluer l'état de contrainte interne des pièces ; les diamètres intérieurs et extérieurs des pièces. Lors de premiers essais visant à calibrer le moyen de mise en forme, une pièce a été découpée, et lors de cette opération, le cylindre composite s'est resserré sur la tronçonneuse, mettant ainsi en avant un état de contrainte interne non négligeable ! Lors de cet essai, le cylindre s'est refermé de 0.6 mm sur le diamètre intérieur de 50 mm soit une déformation radiale de 1.2%. Cet état de contrainte interne est un phénomène lié à plusieurs paramètres dans le procédé. L'enroulement régulier de fibres, la tension appliquée lors de l'enroulement et le refroidissement du composite influent sur l'état de contrainte interne de la matière, et la réaction qui en découle lors de l'opération de découpe. L'étude de ce phénomène est présentée plus loin dans ce chapitre.

L'ensemble des paramètres de sorties n'ont pas été testés pour l'ensemble des cylindres réalisés. Comme précisé précédemment le plan d'expérience a été doublé pour une question d'évaluation des répétabilités dans le procédé de mise en forme. Les résultats de ces répétabilités ont été utilisés dans le chapitre 2, permettant de vérifier la validité de la partie expérimentale, et dans le point II.3.1 suivant.

Avant de commencer l'évaluation de l'influence de l'ensemble des paramètres de mise en forme, il est nécessaire d'évaluer les écarts de hauteur, de volume et de masse, pour définir la précision de l'ensemble du moyen de mise en forme.



- La masse des pièces : écart moyen de 0.54 %

Les écarts sur la masse sont très faibles entre deux pièces jumelles. Cela correspond aux restes de thermoplastique (petits films) venant combler les jeux de l'outillage lors des mises en forme à des températures plus élevées. Cet écart peut aussi provenir de la dernière coupe de la fibre lors de l'enroulement (+/- 10 cm selon l'opérateur gérant l'enroulement).

### III) 3) 2 - Evaluation mécanique

Les caractéristiques mécaniques des pièces associées au procédé de mise en forme sont évaluées par une série d'essais de traction sur les cylindres. Ces essais ne sont pas normalisés mais sont cependant inspirés par un essai, issu des recherches bibliographiques, consistant à ouvrir un cylindre, bloqué entre deux pignes. Cet essai a été présenté dans le chapitre 2.

#### Modification de l'essai mécanique associé

Lors des premières découpes de TOR, comme expliqué précédemment, le cylindre se referme sur lui-même, bloquant systématiquement la lame. Pour rappel ce serrage correspond à un relâchement des contraintes internes du cylindre et est propre aux caractéristiques du procédé de mise en forme. Cette publication présente la mise en œuvre d'un essai mécanique permettant de caractériser la contrainte interne d'un cylindre, réalisé par un procédé d'enroulement filamentaire. La mesure des déformations est réalisée à l'aide de jauges de déformations placées stratégiquement sur la pièce. Des jauges de déformations ont tout d'abord été placées sur la pièce afin de réaliser un premier essai d'acquisition des déformations, comme présenté sur la figure 8 ci-dessous.

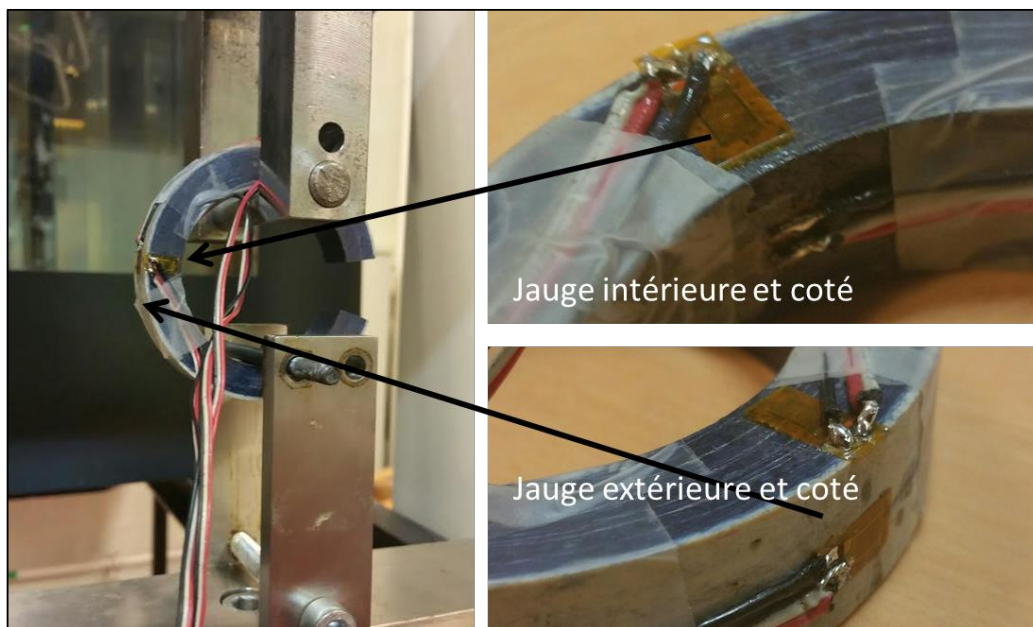


Figure 8 : Jauges de déformation placées sur la pièce

### Présentation du montage et de la méthode

Comme montré dans la figure 8, le placement des jauges de déformations a été testé dans cet essai de traction. Il présente l'avantage d'avoir un suivi direct des déformations avec une lecture de la jauge, via la carte d'acquisition, sans réaliser de traitement des données. Ces jauges de déformations unidirectionnelles peuvent être placées dans différentes configurations pour quantifier des déformations dans l'espace. Il présente cependant un certain nombre de désavantages :

- Les jauges de déformations sont collées directement sur le composite. La colle utilisée joue donc le rôle d'interface entre la jauge et la pièce.
- Les jauges de déformations sont parfois très délicates à installer (bornes à souder et jauges à coller) et c'est un travail minutieux ne convenant pas à l'analyse d'une série de 20 échantillons sur lesquels il serait intéressant de placer 2-3 jauges de déformations.
- Lors des délaminages du composite, les jauges se décollent et ne permettent pas de mesurer et donc d'analyser l'essai de traction en dehors de la zone élastique.

Pour réaliser l'essai de traction sur le TOR, il a également été choisi de réaliser des mesures par analyse d'images en suivant des points spécifiques sur la face avant de la pièce. L'essai et les mesures se déroulent selon les étapes successives présentées dans la figure 9 ci-dessous.

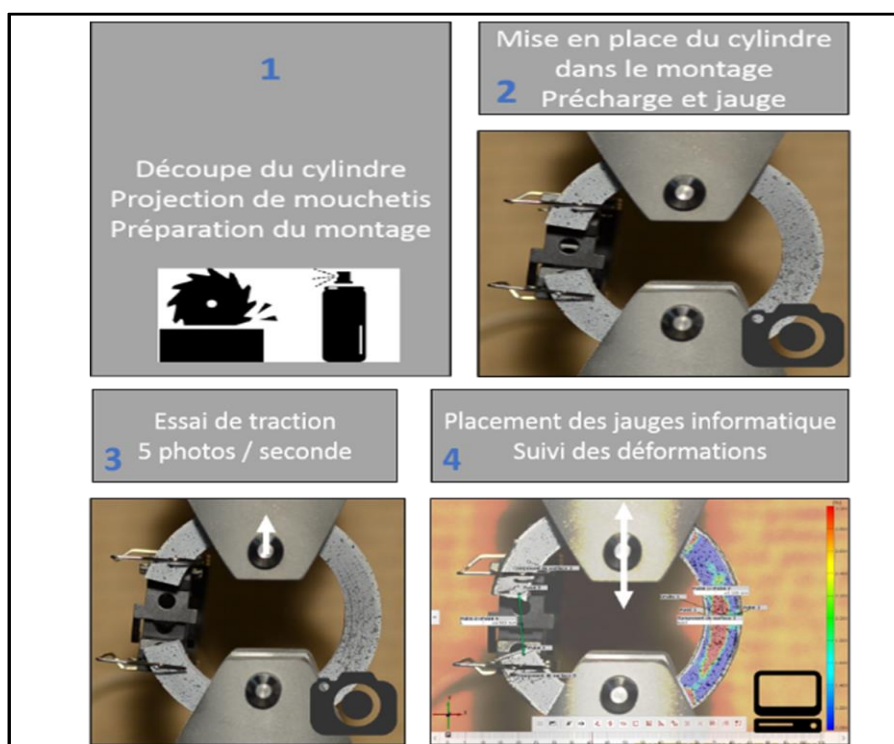


Figure 9 : Méthode de traction du cylindre coupé.

Voici les différentes étapes de l'essai et des mesures:

- Dans un premier temps, l'ensemble des cylindres sont mesurés par le système de stéréovision GOM. Cela permet de connaître les dimensions avant les essais de traction.
- Les pièces sont découpées et remesurées dans un second temps, afin de quantifier la contrainte interne, matérialisée par une fermeture du cylindre sur lui-même lors de la découpe.
- Un mouchetis, réalisé à base d'eau graphitée et de spray matifiant, permet le suivi du point lors des étapes suivantes. Le suivi du déplacement est réalisé avec un extensomètre.
- L'ensemble de l'essai de traction est photographié selon l'intervalle de temps choisi dans la définition du mode de mesure et de la précision recherchée.
- Les données vidéo sont traitées, dans un dernier temps, par le software GOM Correlate, permettant le placement de jauges de déformations virtuelles tout au long de l'essai. Les données de déformations sont directement corrélées avec les données issues du banc de traction/compression (couple effort/déplacement).

#### Identification des phases de déformation du TOR

L'essai de déformation d'une pièce TOR est réalisé sur banc de traction-compression à l'aide d'un outillage spécifique réalisé pour cette étude. Le cylindre, découpé ou non, est mis en position entre deux piges, en acier de diamètre 10mm, qui en s'éloignant vont contraindre le cylindre à s'ouvrir lors de l'essai de traction.

Cet essai peut être réalisé selon différentes configurations :

- **La première** correspondant à l'identification de la déformation élastique seule du cylindre. Cet essai permet de quantifier uniquement le domaine élastique de la pièce, et reste parfois difficilement réalisable car la frontière entre déformation élastique et déformation plastique/délaminage peut être floue.
- **La seconde** (correspondant à la figure 9) correspond à la réalisation d'un essai de traction complet lors d'un cycle de chargement jusqu'à délaminage de la pièce.

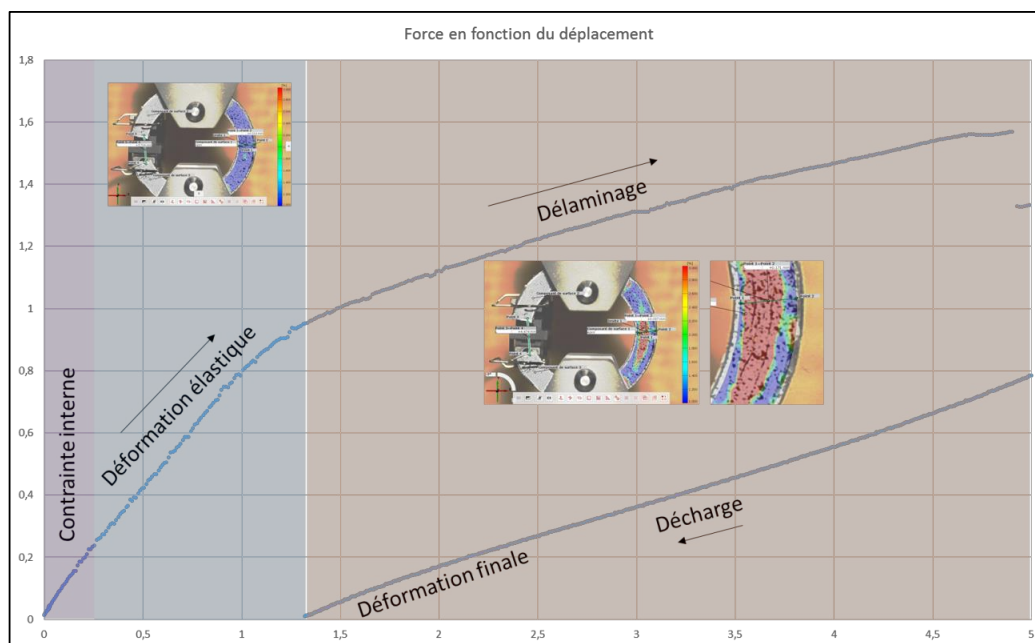


Figure 10: Essai de déformation d'un cylindre jusqu'à délamination.

Pendant ces essais de caractérisation mécanique plusieurs étapes sont identifiées (correspondant à un essai de flexion complexe ; la partie du diamètre intérieur en traction et partie du diamètre extérieur en compression.)

L'essai mécanique débute par une déformation élastique pure du matériau (dans cette zone est identifié l'état de contrainte interne du composite, qui correspond au phénomène de serrage cité précédemment). Cette déformation est suivie des premiers signes de délamination, correspondant à une déformation définitive du matériau par la décohésion de couches composites. Ceci est visible dans l'illustration 10 ci-dessus et représenté par la zone orange. Finalement, l'essai se termine par une décharge du composite.

Le matériau ne revient pas à son état initial, mais à l'état à partir duquel le délamination apparaît. L'essai mécanique est piloté par le déplacement relevé par l'extensomètre.

### Résultats des essais mécaniques

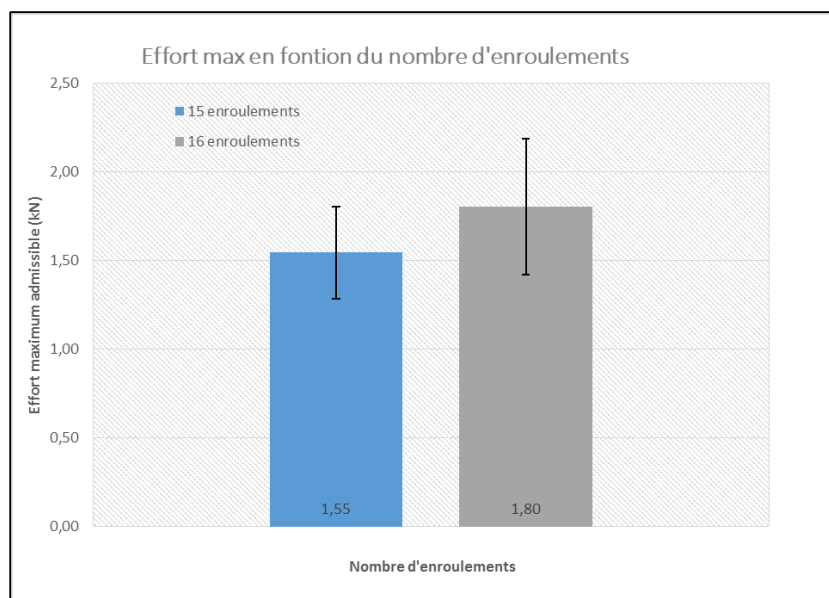
Les essais mécaniques ont été réalisés sur les 18 TOR découpés afin de caractériser mécaniquement les cylindres TOR.

### Influence du nombre d'enroulement

Le nombre d'enroulement a une influence capitale dans la tenue mécanique des pièces composites, car il définit non seulement la section du composite sollicité, mais aussi la qualité du remplissage de cette section. Le graphique 1, ci-dessous, présente l'effort maximum

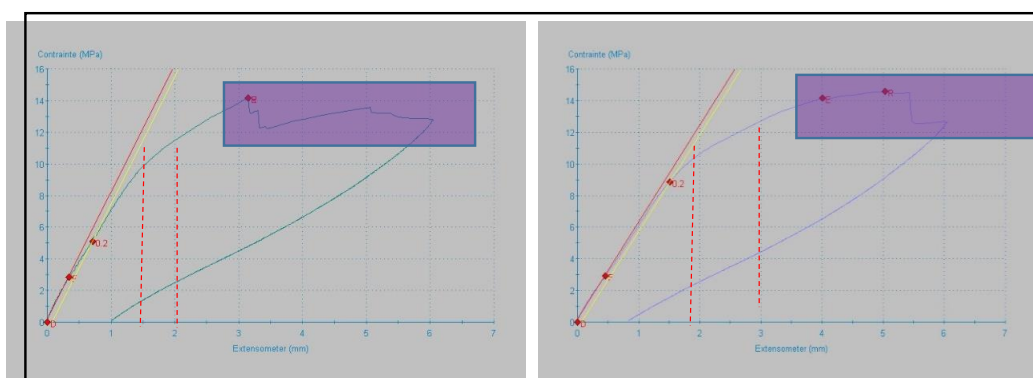


admissible par le composite. Cet effort correspondant à la valeur maximale obtenue lors de différents essais de traction réalisés.



Graphique 1 : Effort maximum en fonction du nombre d'enroulement

L'effort maximum admissible est choisi comme paramètre d'analyse (sortie du plan d'expérience) pour la caractérisation mécanique du composite par un souci de simplification. Il est également possible par ailleurs de prendre différentes valeurs mesurables, comme la zone délimitant la déformation élastique de la déformation plastique. Cette valeur est parfois difficilement quantifiable, comme il est possible de le constater sur les graphiques ci-dessous (traits rouges).



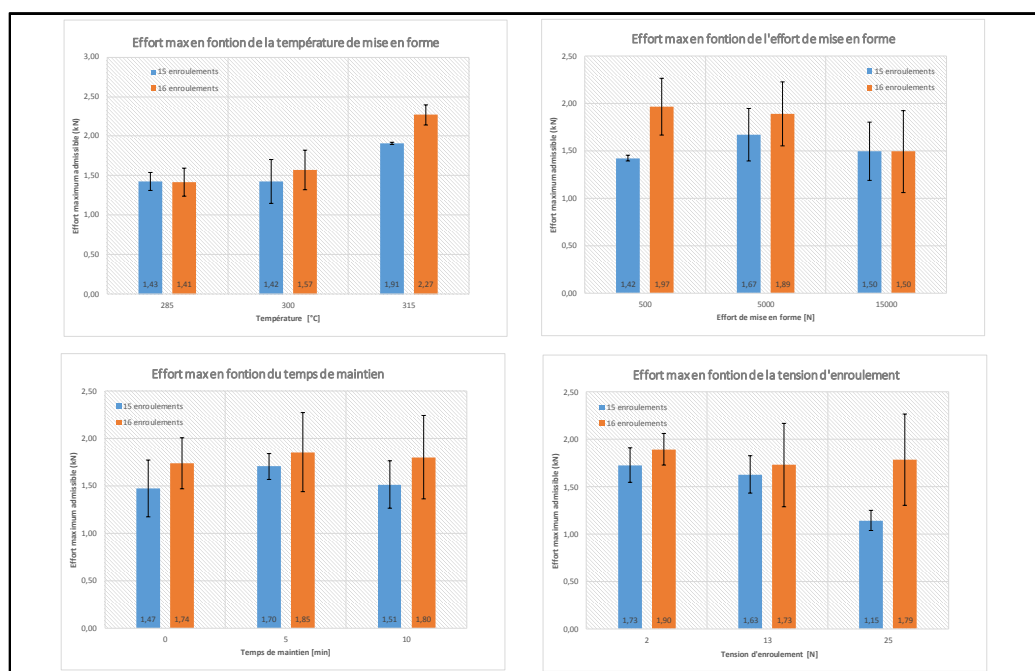
Graphique 2 : Essai de traction 43 (à gauche) et 44 (à droite). Deux mises en forme différentes

Dans le cas des essais de traction sur cylindre TOR, la reprise des efforts après déformation plastique marque une caractéristique intéressante du composite ; la tenue des efforts après délaminage partiel de la pièce. Ce phénomène peut être identifié dans les deux graphiques précédents (zones en mauve)

### Résultats mécaniques généraux

Une partie des résultats mécaniques a été traitée et illustrée dans la série de graphiques ci-dessous, reprenant respectivement l'effort maximum en fonction de :

- La température de mise en forme.
- L'effort de mise en forme.
- Le temps de maintien.
- La tension d'enroulement.



Graphique 3 : Analyse mécanique des pièces TOR

La température de mise en forme présente une influence marquée dans les résultats des essais mécaniques, augmentant ainsi d'environ 25% la contrainte maximale admissible. Les autres paramètres, comme l'effort de mise en forme ou le temps de maintien, ne présentent pas de tendance franche et sont difficilement interprétables. La tension d'enroulement, quant à elle, pourrait avoir une influence au niveau de la santé matière du composite ; en effet les essais à tension d'enroulement de 25 N présentent des caractéristiques mécaniques faibles avec un petit écart moyen, mais cette conclusion n'est pas valable pour des essais à 16

enroulements. Cette observation est consolidée par une caractérisation microscopique de l'imprégnation, dans la partie suivante.

Les efforts de mise en forme ne présentent pas de tendance franche dans l'amélioration de l'effort maximum admissible dans cet essai mécanique. Les résultats mécaniques ne permettent pas de donner un effort de mise en forme idéal, dans ce cas d'étude précis. Il peut cependant être noté qu'un effort de mise en forme de 500N suffit à réaliser une consolidation composite, dans le cas du TOR et de son outillage (l'effort de mise en forme est une donnée qui se montre un peu subjective, car elle dépend des efforts de frottements propres à l'outillage, de par son état de surface et sa lubrification).

L'inertie thermique de l'outillage et du composite n'a pas permis de donner une tendance franche sur le temps de maintien.

La température de mise en forme se présente comme le paramètre prédominant dans cette étude.

### III) 3) 3 - Evaluation de la santé matière

Lors de l'étude d'une nouvelle pièce à réaliser en composite, un cahier des charges est fourni par le client, en fonction du domaine d'utilisation de la pièce et de son environnement. L'essai mécanique, comme la traction du cylindre coupé, peut être une des exigences de ce cahier des charges qui stipule, par ailleurs, un état de santé matière type (et une fourchette permettant l'acceptabilité des pièces). Les éléments de caractérisation de la santé matière peuvent être par exemple le taux de porosité ( $0% < \text{Taux de porosité} < 2\%$ ), la répartition des fibres dans la matrice, etc. Dans le cadre de la réalisation de TOR, un certain nombre de défauts caractéristiques ont été identifiés. L'évaluation de ces critères ont permis de mettre en avant des défauts macroscopiques et microscopiques propres aux conditions de mise en forme.

#### Défauts macroscopiques caractéristiques

Ces défauts caractéristiques sont des critères de non acceptabilité des pièces, comme un mauvais remplissage ou la présence de porosités. Les défauts identifiés dans les mises en forme sont présentés dans le tableau 10 ci-dessous :

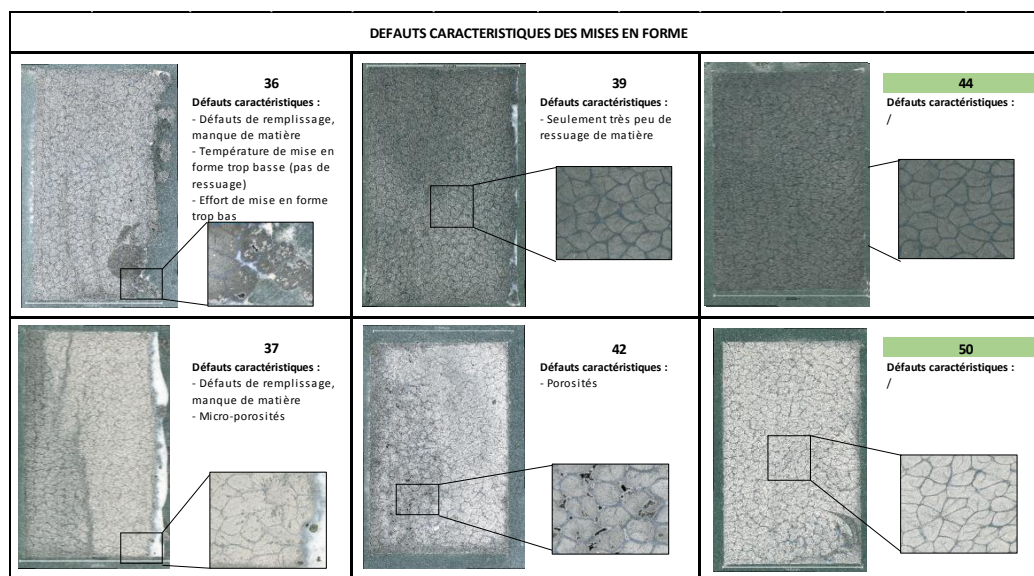


Figure 11 : Défauts caractéristiques des mises en forme TOR, et pièce acceptable

Les pièces 36-37-42 présentent 3 défauts caractéristiques de mauvaises conditions de mise en forme. La pièce 36 présente l'ensemble des défauts observables dans le cadre de la mise en forme composite TOR, applicable à toutes les mises en forme de fibres co-mêlées craquées de cette étude :

- un mauvais remplissage signifiant une absence de matière importante.
- des porosités intra-torons et inter-torons signifiant un mauvais couple effort/température de mise en forme.

L'absence de suage signifie, quant à elle, un couple effort/température insuffisant pour évacuer le thermoplastique vers l'extérieur de la pièce.

Les pièces 44 et 50 sont quant à elles acceptables d'un point de vue santé matière. Elles ne présentent pas de suage de thermoplastique, une bonne répartition de la matière à l'intérieur de la section, et des taux de porosités quasi-nuls (les prélèvements locaux ont montré des taux de porosités proches de 0%).

La pièce 39 est quant à elle une exception. Elle peut être qualifiée d'acceptable selon le critère « suage » de thermoplastique. Elle présente en effet quelques traces de PPS autour de son diamètre extérieur, tout en possédant un taux de porosité similaire à celui des pièces 44 et 50.

Ces observations ont permis de définir des critères d'acceptabilité présentés dans le paragraphe suivant, permettant une évaluation générale des mises en forme effectuées.

### Evaluation générale des mises en formes

L'ensemble des différents types de cylindres du plan d'expérience ont été découpés pour les essais mécaniques et les études micrographiques de qualification de la santé interne. Le tableau 2 ci-dessous reprend l'ensemble des données établies à partir des cylindres découpés.

Les colonnes 2 à 4 qualifient les découpes réalisées. Les critères sont les suivants : 0 signifie un NON franc du critère d'évaluation (exemple : pièce 36 ; ni suage ni remplissage). Le 1 signifie un OUI franc du critère d'évaluation (exemple : pièce 37 : présence de porosités)

Tableau 2 : Caractérisations des TOR

Numéro de pièce	Remplissage	Suage	Porosités	CND	ASPECT	SANTE MATIERE	EFFORT MAX [kN]
36	0	0	1	Pas acceptable	Pas acceptable	Manque de matière & température trop basse	1,394
37	0	1	1	Pas acceptable	Pas acceptable	Manque de matière	1,924
38	0	0	1	Pas acceptable	Pas acceptable	Manque de matière & température trop basse	1,655
39	1	0	0	Acceptable	Acceptable	Acceptable	2,394
40	1	1	0	Acceptable	Acceptable	Manque de matière	1,146
41	1	1	0	Acceptable	Acceptable	Manque de matière	1,568
42	1	0	1	Pas acceptable	Acceptable	Effort de mise en forme insuffisant & température trop basse	1,455
43	1	0	0	Acceptable	Acceptable	Acceptable	1,841
44	1	0	0	Acceptable	Acceptable	Acceptable	1,893
45	0	1	0	Acceptable	Pas acceptable	Manque de matière	1,252
46	0	1	0	Acceptable	Pas acceptable	Manque de matière	1,038
47	0	0	0	Acceptable	Pas acceptable	Manque de matière	2,145
48	1	0	0	Acceptable	Acceptable	Acceptable	2,145
49							1,68
50	1	0	0	Acceptable	Acceptable	Acceptable	1,863
51	1	1	0	Acceptable	Acceptable	Manque de matière	1,197
52	0	1	0	Acceptable	Pas acceptable	Manque de matière	2,395
53	0	1	0	Acceptable	Pas acceptable	Manque de matière	1,418

Les macrographies et micrographies sont qualifiées selon trois critères :

- Le premier critère est le remplissage. Ce critère est géométrique, il correspond au remplissage complet de la pièce composite dans le moule, sans zone non imprégnée/remplie en extérieur. Il s'agit à la fois d'un critère d'aspect et d'un critère géométrique. (pièces 44-50 de la figure 11, remplissage OK. Pièces 36 et 37, remplissage NOK)
- Le second critère est le suage de matière à l'extérieur de la pièce. Il correspond à un défaut de remplissage et d'imprégnation (pièce 37 de la figure 11, présence de suage de PPS) (il peut provenir d'un gradient de taux volumique de fibres, cf chapitre 4).
- Le troisième et dernier critère est la porosité. Il s'agit à la fois d'un critère macro et micro, vérifiant ou non la présence de porosités intertorons et intratorons.

La santé matière est définie comme acceptable, dans le cadre de cette étude, lorsque la pièce ne présente ni défaut de remplissage ou de suage de résine et ne présente aucune porosité apparente lors de la micrographie. C'est le cas des pièces 43-44 ou 50, qui sont définies comme acceptables selon les règles établies dans ce paragraphe. Ces pièces ont été réalisées avec des tensions d'enroulements assez basses et avec des températures supérieures à  $T=T_f+15^{\circ}\text{C}$ .

### III) 4 - Conclusion sur l'ensemble des mises en forme

Lors des essais mécaniques, outre le suivi des déformations par analyse de mouchetis, les zones de délaminages préférentiels sont visibles avant la déformation définitive (c'est-à-dire qu'un essai dans la zone élastique permet de définir les zones de délaminages préférentiels.) Cette caractéristique est intéressante d'un point de vue industriel, dans le cadre d'analyses de déformation sur des pièces en 2D. L'identification des zones de délaminages intervient dans le cas d'un essai de traction sur un cylindre plein (résistance dépassant la tonne avant casse complète du composite) comme dans le cas d'un cylindre découpé. La figure 12, ci-dessous, présente les deux cas cités et les zones de délaminages préférentiels sont définies en rouge par une déformation supérieure au seuil de déformation définitive du composite.

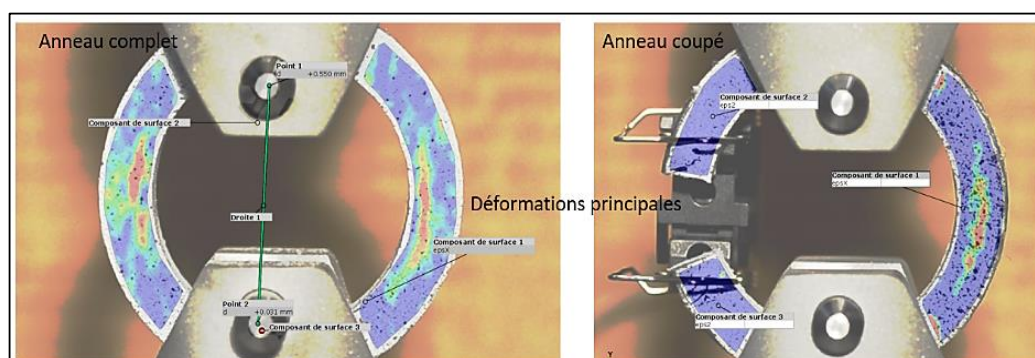


Figure 12 : Identification des zones de délaminages préférentiels (zones en rouges)

Le plan d'expérience défini dans ce chapitre a permis de mettre en avant des configurations de mises en forme avantageuses pour la réalisation de TOR, avec une fibre comblée craquée C-PPS. La température de mise en forme joue un rôle important dans la santé matière du composite et ainsi dans les caractéristiques mécaniques induites. Il apparaît que la tension d'enroulement peut être un frein au remplissage de la préforme à de hautes valeurs (dans cette étude : 13N).

La précision du moyen de mise en forme sur la gestion de certains paramètres comme la vitesse de refroidissement ne permet pas de conclure sur l'état de contrainte interne variable à la fois du chemin de mise en forme mais aussi du refroidissement. Cependant le plan d'expérience a permis de dégager certaines tendances intéressantes tout en assurant une certaine répétabilité dans les paramètres de mises en forme.

Cette expérience correspond à une étape de caractérisation préindustrielle peu coûteuse, permettant d'obtenir des pièces composites issues du procédé de fabrication étudié, avec plusieurs matières et plusieurs configurations. Il s'agit d'une première phase permettant de déterminer les paramètres clés, à gérer prioritairement dans le procédé de mise en forme. La corrélation entre santé matière, par les 3 caractéristiques remplissage/suage/porosités, et les caractéristiques mécaniques a été vérifiée par l'obtention d'un lot de 5 pièces définies comme « acceptables » (le remplissage total de la pièce, l'absence de porosités et de suages, caractéristiques mécaniques supérieures).

## IV - Vers des morphologies plus complexes

L'objectif de cette partie est de montrer une perspective industrielle utilisant les travaux de thèse avec la mise en forme des cylindres. Il est ainsi proposé de mettre en avant des mises en formes spécifiques de cylindres TOR, comme des remontés de nervures, permettant d'obtenir des structures de pièces plus complexes. Dans un premier temps, la problématique liée à ce type de mise en forme est explicitée, puis les mises en forme sont mises en avant.

### IV) 1 - Explication de la problématique

La réalisation d'un cylindre TOR peut être la première étape de fabrication de pièces de révolution avec des morphologies plus complexes. Le brevet, déposé en 2015, revendique la mise en forme de nervures à partir de pièces morphologiquement simples, appelées préformes. Dans le cas du TOR, trois mises en forme plus complexes ont été proposées, afin de correspondre au mieux au cas industriel, tout en utilisant des morphologies intéressantes dans le cadre de la recherche (comme illustré sur la figure 13).

### IV) 2 - Nervures et rainures

La première géométrie proposée correspond à la mise en forme d'une rainure. Cette rainure est réalisée dans le même moule de mise en forme, par la mise en place d'un insert. Une pièce préforme, pré-consolidée ou non, est placée dans le moule et subit la même mise en forme que le TOR classique.

D'un point de vue mécanique la réalisation d'une rainure, comme dans la figure 13, fait office de raidisseur favorisant la résistance de la pièce à certains cas de chargement comme la flexion trois points.

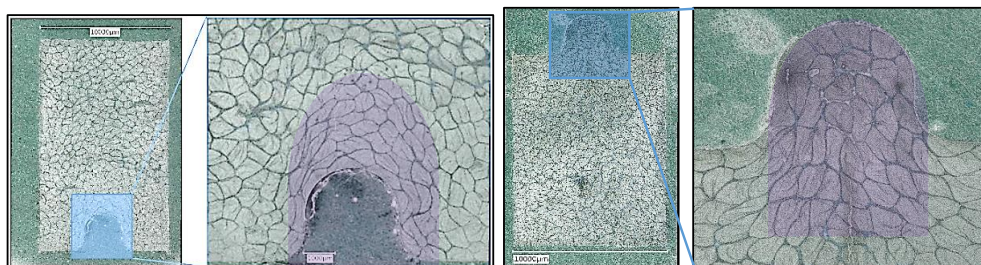


Figure 13 : Rainure dans le cylindre TOR

La zone violette sur la figure 13 présente l'ensemble des torons perturbés par la mise en forme de cette rainure lors de l'essai. C'est une zone restreinte qui peut être analysée avec la méthode de mesure de l'air des torons, mise en avant dans le chapitre 3.

La déformation des torons indique l'historique de mise en forme qu'ils ont subi (les formes des torons après mise en forme de nervures dépendent des pressions en jeu et des conditions aux limites comme le frottement lors de la mise en forme). Les formes des torons, après remontée de nervure, sont un indicateur de déformation qui peut être utilisé dans le développement de simulations procédés.

#### IV) 3 - Traceurs rhéologiques

La maîtrise de l'industrialisation d'un procédé passe, de nos jours, par les simulations produits (tenue mécanique) et procédés de mises en forme. Pour simuler le procédé de mise en forme, il peut être intéressant, pour l'utilisateur, de posséder des marqueurs se déformant avec la pièce lors des différentes mises en forme. Dans cette partie, la rhéologie spécifique du composite est présentée. Une première approche de simulation procédé est proposée ainsi que la mise en avant d'un traceur rhéologique permettant de suivre les mises en forme.

##### IV) 3) 1 - Etat de l'art

La simulation du procédé de fabrication représente une part importante des études de nouveaux procédés de mises en forme. Il est primordial de caractériser et de quantifier des phénomènes inhérents au procédé de fabrication comme l'écoulement du composite à chaud, lors de la mise en forme. Trois grandes familles physiques sont identifiées dans le forgeage composite (cf figure 14) : la mécanique, la tribologie (conditions de frottements) et la rhéologie (écoulement de la résine).



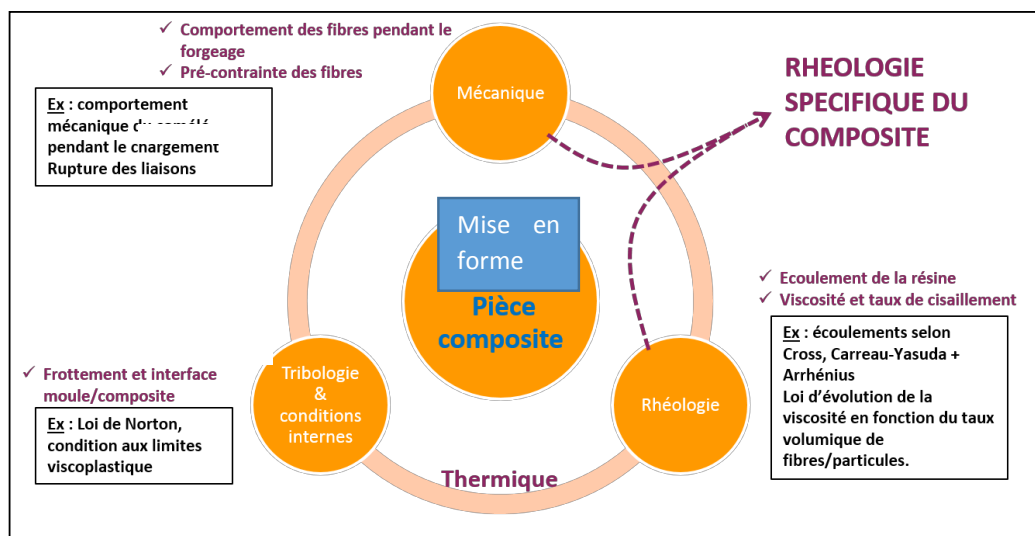


Figure 14 : Physiques autour du composite

La rhéologie des polymères est largement étudiée dans le domaine de la plasturgie. Le composite, quant à lui, de par sa nature anisotrope, présente un écoulement propre, une rhéologie spécifique du polymère. Une différence notable entre l'écoulement transverse et l'écoulement longitudinal est à distinguer. Les résines thermoplastiques présentent un comportement rhéologique caractéristique d'un fluide non-newtonien lorsqu'elles sont chauffées à température de fusion, et sont en général des fluides rhéo-fluidifiants. Cela signifie que la viscosité apparente chute non linéairement lorsque le taux de cisaillement augmente. Cette évolution de viscosité est matérialisée dans la littérature et dans les logiciels spécialisés dans la simulation de mise en forme des polymères par une loi de comportement de Carreau-Yasuda (Maffezzoli, Gennaro, and Greco 2010) (Mayer et al., n.d.), couplée avec une thermodépendance d'Arrhénius (Binétruy 2014) pour couvrir tous les cas de forgeages anisothermes. Les coefficients de Carreau-Yasuda ont ainsi été identifiés pour pouvoir être par la suite entrés dans le logiciel de simulation Forge©. L'étude de Schuler (Shuler and Advani 1996) sur ce sujet présente un intérêt certain. Il a permis de comprendre l'influence de paramètres supplémentaires sur la viscosité transverse du composite comme par exemple l'influence du taux volumique de fibres.

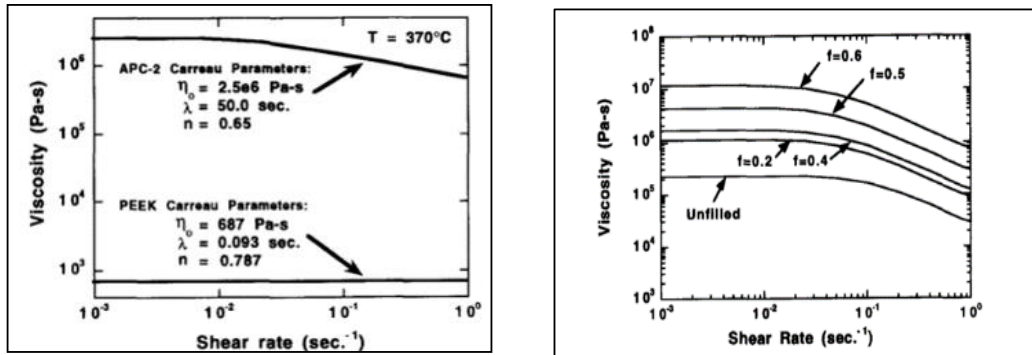


Figure 15 : Identification de Carreau-Yasuda pour différents matériaux (à gauche), à différents taux volumiques de fibres (à droite). (Shuler and Advani 1996)

La loi de Carreau-Yasuda est définie par un certain nombre de coefficients comme la viscosité initiale, la viscosité infinie, la température de référence, etc (pour les polymères amorphes la viscosité initiale est systématiquement plus grande que pour la plupart des polymères semi-cristallins). Dans le tableau 3 les différents coefficients donnés pour deux matériaux.

	PMMA	PEHD
$n_0 =$	6400	1200
$n_{inf} =$	1	1
$a =$	0,76	0,75
$n =$	0,26	0,25
$l =$	0,05	0,01
$a =$	1,00E+04	1,00E+04
$T_0 =$	503	503

Tableau 3 : exemple pour les principaux coefficients de Carreau-Yasuda pour un amorphe et un semi-cristallin

#### IV) 3) 2 - Simulation sous Forge

L'ensemble des travaux de modélisation du forgeage de composite ont été réalisés pour définir la fiabilité des outils de simulation couramment utilisés dans les secteurs de la forge. Dans ce contexte, un forgeage cylindrique a été modélisé dans le logiciel Forge@ spécialisé dans la mise en forme des métaux. Des modèles 2D et des modèles 3D ont été réalisés.

Pour se faire, le point le plus important est la mise en place d'une loi rhéologique dans le logiciel, représentative du comportement du composite. Transvalor, éditeur du logiciel, permet à l'utilisateur de définir une loi de comportement rhéologique points à points à différentes températures. Selon cette démarche, un fichier a été créé pour remplacer le fichier matériau prédéfini dans le logiciel lors de la compilation des données.

$$\eta(\dot{\gamma}, T) = \left[ \eta_{\infty} + (\eta_0 - \eta_{\infty}) \cdot \left(1 + (\lambda \cdot \dot{\gamma})^a\right)^{\frac{n-1}{a}} \right] \cdot \left[ \exp\left(\alpha \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right) \right]$$

Modèle de viscosité de Carreau-Yasuda      +      Thermo-dépendance selon Arrhénius  
 $\eta = \eta_{\infty} + (\eta_0 - \eta_{\infty}) (1 + (\tau \dot{\gamma})^a)^{\frac{n-1}{a}}$       +       $\eta(\dot{\gamma}) * \exp(\alpha(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}))$

Équation 1 : Interpolation de Carreau-Yasuda avec thermodépendance

Ci-dessous se trouve trois courbes interpolées par le logiciel de simulation pour le forgeage de polymères (ici du PMMA) à l'état fondu, à différentes températures. Le logiciel est capable d'interpoler entre ces différentes courbes, mais pas d'extrapoler. L'ensemble des points définis dans le fichier matériau sont utilisables.

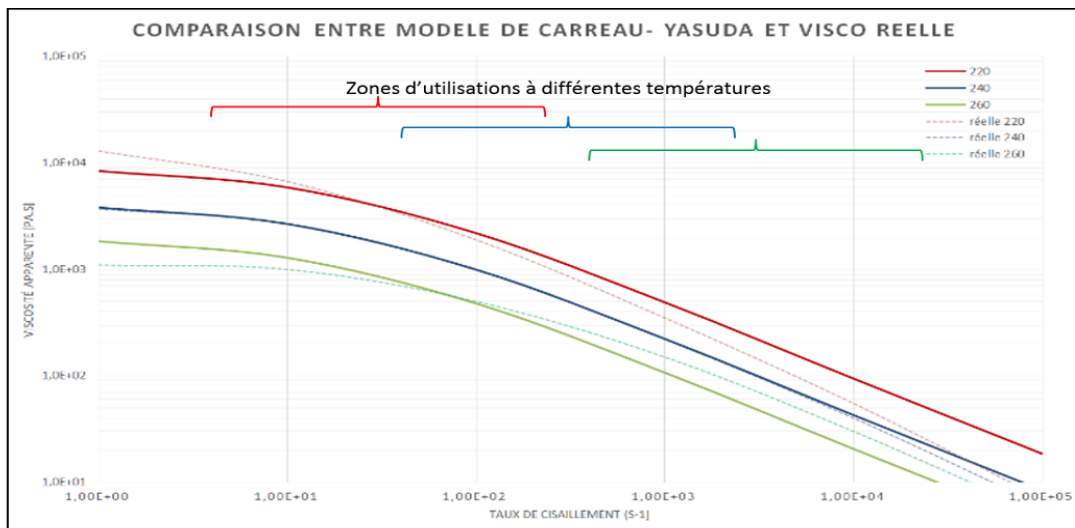


Figure 16 : Implantation de Carreau-Yasuda dans le logiciel de simulation Forge©

Les modèles 3D ont été testés dans un premier temps avec un polymère pur à l'état fondu. Les données recueillies n'étant pas représentatives du forgeage cylindrique de composite le modèle 3D a été remplacé par un modèle 2D, moins gourmand en ressources et pouvant respecter l'anisotropie du composite par sa viscosité transverse. Le modèle 2D, ci-dessous, présente la mise en forme d'une nervure circonférentielle extérieure. L'historique du champ des pressions dans la pièce ainsi que la force exercée par l'outillage peuvent être comparés au cas réel. La figure 17 ci-dessous est une première approche de simulation procédé et doit être calée en déplacements / efforts par rapport aux mises en forme réalisées dans les cas du TOR. Les couleurs rouges correspondent aux contraintes les plus élevées, les couleurs bleues correspondent aux contraintes les plus basses.

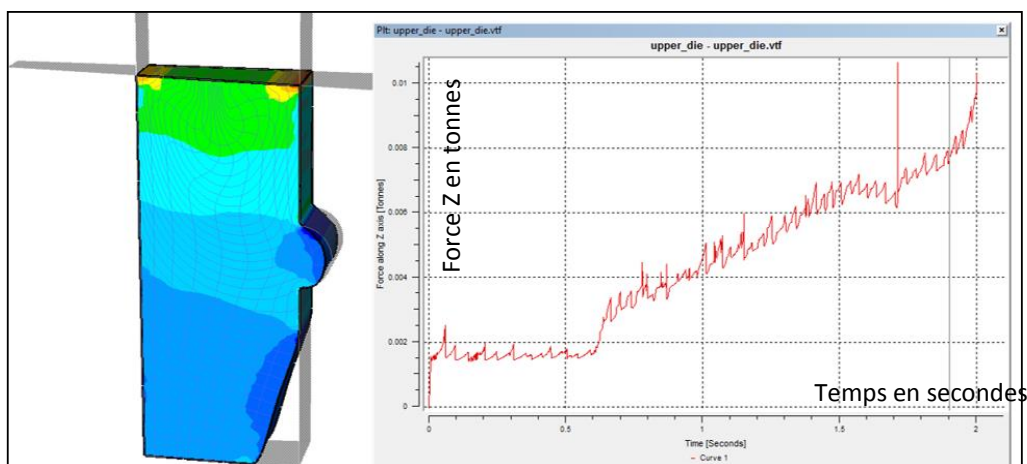


Figure 17 : Forgeage cylindrique PMMA, outillage 3D

#### IV) 3) 3 - Suivi de la mise en forme par insertion de traceurs

La compréhension du mouvement de la matière, lors des mises en forme particulières passent la plupart du temps par une phase expérimentale. Dans les procédés de filage ou d'extrusion, il est possible d'insérer des éléments à l'intérieur de la matière afin de mieux comprendre les mouvements de cette dernière à la suite de la mise en forme, et après découpe.

C'est dans cette optique, que des traceurs rhéologiques ont été placés dans la préforme, lors de l'opération d'enroulement. Ces traceurs sont des films de PPS, découpés aux dimensions du cylindre final, intercalés entre deux séries d'enroulements. La figure 18 montre deux traceurs rhéologiques radiaux mis en place pour suivre le mouvement des torons à la suite de la mise en forme.

Ces traceurs rhéologiques présentent plusieurs utilités dans la mise en forme des pièces composites :

- Ils peuvent servir de référence lors du calage de simulations procédés, permettant ainsi d'avoir une image du mouvement de fibres lors de la mise en forme (cette méthode de traceurs peut être réadaptée à la méthode des essais interrompus pour permettre le suivi de l'ensemble des mouvements des fibres)
- Ces traceurs peuvent être constitués de marqueurs visualisables en CND, évitant ainsi les découpes et analyses microscopiques de pièces.
- Dans le cas d'un procédé industrialisé, ils permettent de qualifier le moyen de mise en forme et de comprendre le mouvement de fibres dans le cas de mises en forme plus complexes.

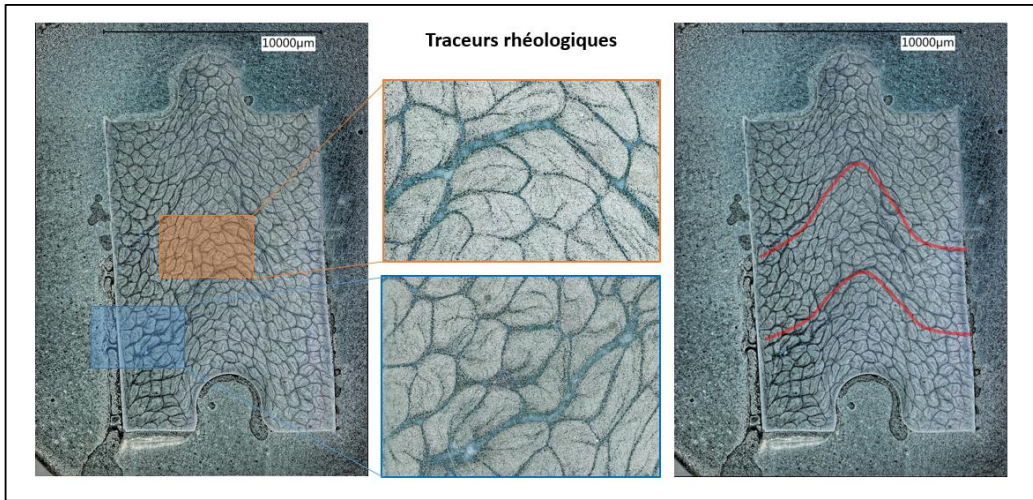


Figure 18 : Traceurs rhéologiques pour comprendre les mouvements de matières à la suite de la mise en forme

Le mouvement des torons, dans le cas d'une remontée de nervures, accompagnée par une mise en forme de rainures provoque un mouvement général des fibres qui se retrouvent dans toute la pièce.

#### IV) 4 - Perspectives industrielles

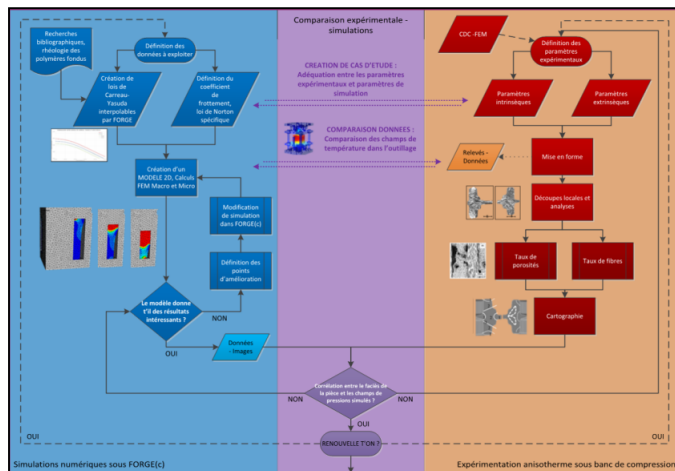


Figure 19: Comparaison simulation et mises en forme spécifiques

La corrélation entre cas d'étude de simulation et cas réel peut être illustrée dans la figure 19 qui reprend les principales comparaisons réalisables entre procédés, produits et simulations. L'utilisation de marqueurs rhéologiques doit permettre une meilleure cartographie du composite et une meilleure identification des mouvements de fibres. Les

boucles de simulations numériques sont représentées en couleur bleue. Les essais de mises en forme sont représentés en orange/rouge. L'analyse des pièces, comme les taux de porosités, permettent l'obtention de cartographies de pièces et sont des données de comparaisons entre cas réel et simulation (données de calages de modèle de simulation). Cette comparaison correspond à la zone centrale permettant la comparaison expérimentale versus simulations. La maîtrise industrielle du procédé de mises en forme nécessite de plus en plus de simulations 'procédés' (question de coûts et possibilités d'essais de mises en forme) permettant la validation de fabrications parfois onéreux.

## V - Conclusion

Dans ce dernier chapitre, l'analyse des paramètres de mises en forme a permis de mettre en avant l'importance de certains paramètres de mises en forme. La température de mise en forme se présente, sans surprise, comme un paramètre primordial dans la mise en forme ; influençant directement les caractéristiques mécaniques des pièces et la santé matière de celles-ci.

Les caractéristiques mécaniques ont pu être testées par un essai de traction permettant la quantification des contraintes internes issues des mises en forme. Le suivi des déformations a été permis par la mise en place de suivi de mouchetis lors de l'essai de traction. Cette méthode s'est montrée plus efficace pour évaluer les zones de délaminages, contrairement aux jauges de déformations.

L'analyse macro-micro des pièces réalisées a permis de mettre en avant des défauts caractéristiques, issus directement des paramètres de mise en forme des pièces. Plusieurs configurations de pièces possèdent une santé matière correcte ainsi que des caractéristiques mécaniques parmi les plus élevées.

Les critères de porosités, suage et remplissage, ont permis de mettre en avant un lot de pièces acceptables d'un point de vue santé matière. Un plan d'expérience plus restreint permettrait d'affiner ces résultats (moins de paramètres à gérer, plus de valeurs à tester).

L'insertion de feuilles de thermoplastiques, lors de l'enroulement de cylindres, ont permis de créer un outil permettant le suivi des mouvements de matière à la suite de la mise en forme. Ces traceurs de mises en forme ont permis de créer une ouverture vers la compréhension de mises en forme plus complexes, comme par exemple la remontée d'une nervure circonférentielle supérieure.

Ces données de traçage se présentent comme des données de calages de simulations procédés, étape indispensable au développement industriel du procédé de mise en forme.

## VI - Liste des figures et bibliographie

Figure 1 : Ensemble des paramètres de mise en forme.....	146
Figure 2 : diagramme processus & variables produits.....	148
Figure 3 : Corrélations paramètres process et taux volumique de fibres .....	149
Figure 4 : Corrélations paramètres process et tenue mécanique .....	150
Figure 5 : Ensemble des paramètres de mise en forme utilisés .....	155
Figure 6 : Ensemble des 32 pièces réalisées pour le plan d'expérience TAGUCHI.....	156
Figure 7 : Entrées et sorties du plan d'expérience.....	157
Figure 8 : Jauges de déformation placées sur la pièce.....	159
Figure 9 : Méthode de traction du cylindre coupé. ....	160
Figure 10: Essai de déformation d'un cylindre jusqu'à délaminage.....	162
Figure 11 : Défauts caractéristiques des mises en forme TOR, et pièce acceptable .....	166
Figure 12 : Identification des zones de délaminages préférentiels (zones en rouges) .....	168
Figure 13 : Rainure dans le cylindre TOR .....	170
Figure 14 : Physiques autour du composite.....	171
Figure 15 : Identification de Carreau-Yasuda pour différents matériaux (à gauche), à différents taux volumiques de fibres (à droite). (Shuler and Advani 1996) .....	172
Figure 16 : Implantation de Carreau-Yasuda dans le logiciel de simulation Forge©.....	173
Figure 17 : Forgeage cylindrique PMMA, outillage 3D.....	174
Figure 18 : Traceurs rhéologiques pour comprendre les mouvements de matières à la suite de la mise en forme.....	175
Figure 19: Comparaison simulation et mises en forme spécifiques .....	175

Allam, Zakaria. 2015. "Contribution À La Mise En Place D'une Méthodologie Générique de Contrôle Des Processus de Forgeage Dans Le but de Maitriser Les Moyens de Production Zakaria Allam."

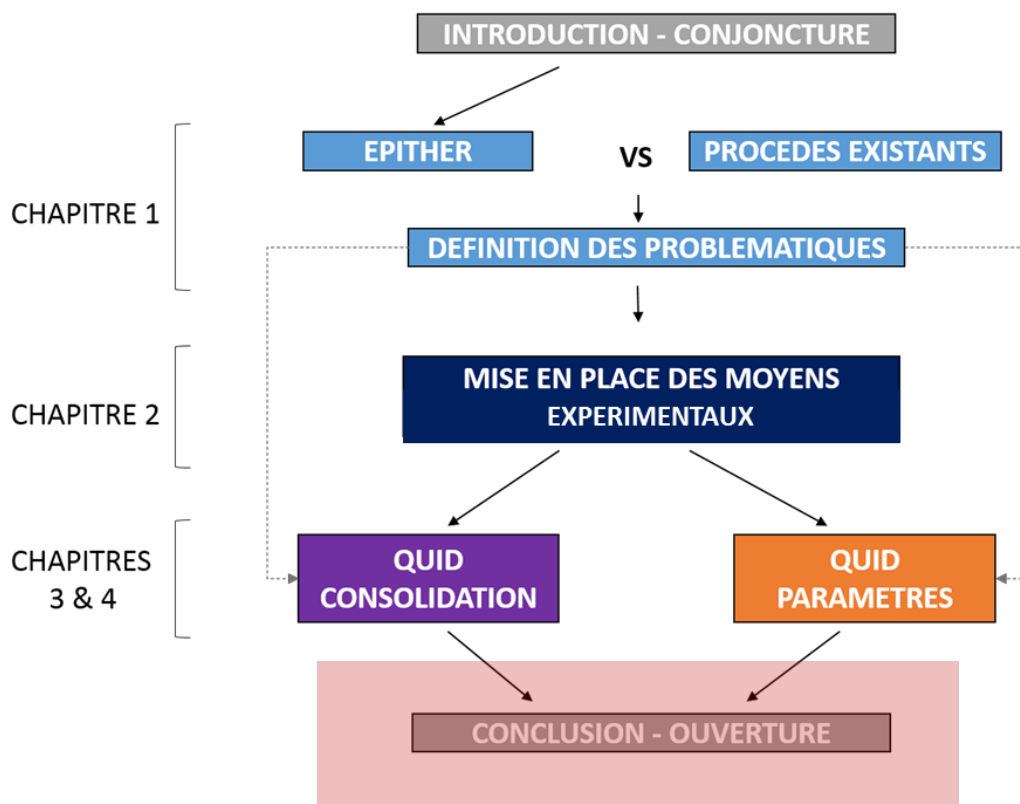
Binétruy, Christophe. 2014. "Physique Du Moulage Des Composites Avancés : Aspects Théoriques Physique Du Moulage Des Composites Avancés : Aspects Théoriques Par."

Maffezzoli, A, R Gennaro, and A Greco. 2010. "Numerical Simulation of the Microscale Impregnation in Commingled Thermoplastic Composite Yarns." *Advances in Polymer Technology* 29 (2010): 122–30. doi:10.1002/adv.

Mayer, Philippe, Henri Perrin, Eric Becker, and Régis Bigot. n.d. "Forging Massive Composite Material."

Shuler, S.F, and S.G Advani. 1996. "Transverse Squeeze Flow of Concentrated Aligned Fibers in Viscous Fluids." *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 65 (1): 47–74. doi:10.1016/0377-0257(96)01440-1.

# Conclusion





## Conclusion

---

Le contexte économique actuel encourage l'émergence de nouvelles techniques de fabrication visant l'amélioration du rapport résistance mécanique / masse des pièces. Dans les domaines aéronautiques et automobiles la réduction des masses embarquées est largement encouragée tant par les institutions officielles, comme l'Union Européenne, que par les constructeurs.

C'est dans ce contexte, et à travers un consortium rassemblant les trois partenaires ; Setforge, AMValor et l'Institut de Soudure, qu'un procédé de mise en forme composite a émergé. L'objectif du procédé nommé EPITHER (Estampage Innovant de Pièces Thermoplastiques) est la production de pièces composites structurales, par l'optimisation de l'anisotropie composite. Ces pièces sont réalisées grâce aux trois étapes suivantes :

- le placement de fibres continues, qui peut être un ou plusieurs enroulements,
- la consolidation, qui peut être effectuée pendant ou après l'enroulement
- la mise en forme, appelée « forgeage » (historique du projet issu du domaine de la forge)

La thèse, objet de ce manuscrit, a pour objectif la contribution à la compréhension du procédé de mise en forme innovant EPITHER. La discrétisation de ces étapes de mise en forme a permis de mettre en avant les verrous scientifiques et techniques de l'étude.

### Problématiques et verrous de l'étude

L'évaluation des étapes d'enroulement des fibres et de mise en forme permet de mettre en avant un certain nombre de zones d'ombre. Pour permettre une meilleure compréhension du procédé, il est nécessaire de comprendre, dans un premier temps, les étapes de consolidation du composite lors de la mise en forme, et dans un second temps, l'influence des paramètres procédés sur les caractéristiques des pièces..

### Réponses au problématiques de l'étude : Retour bibliographique

L'influence de la tension des fibres lors de mise en forme a pu être évaluée à travers un ensemble de recherches bibliographiques, visant les procédés de mise en forme connexes à EPITHER. Dans des essais spécifiques, l'apport mécanique de la

## Conclusion

---

tension des fibres, lors de thermocompression a pu être mis en avant (amélioration de 20% de certaines caractéristiques mécaniques comme le module de Young). Cette amélioration des caractéristiques mécaniques est expliquée dans la littérature par un contact plus efficace entre la fibre et la matrice. L'ensemble de ces études ne concerne pas l'utilisation de la tension dans la mise en forme de thermoplastiques.

## Réponses au problématiques de l'étude : Mise en place expérimental

Afin de comprendre les étapes de consolidation des pièces, ainsi que l'influence des paramètres de mise en forme, il est important de réaliser une phase expérimentale représentative du procédé.

Cette manipulation permet la gestion de paramètres de mise en forme tels que la température, l'effort de mise en forme, la vitesse de mise en forme ou encore la tension d'enroulement lors de la réalisation de la préforme.

Pour répondre à l'ensemble de ses demandes, il a été décidé de réaliser des cylindres composites épais (TOR) avec deux outillages spécifiques : un système d'enroulement et un outillage de mise en forme.

## Enroulement

Lors de la mise au point de cette expérience la phase d'enroulement s'est distinguée comme une étape clé. Cette phase d'enroulement a pu être améliorée par deux systèmes de gestion de tension :

- Le premier est un système de poulies permettant l'enroulement à effort constant qui s'est montré bien utile dans les premières étapes de fabrication de TOR.
- Le second est une tête d'enroulement montée sur robot ABB, permettant à la fois de gérer la tension d'enroulement mais aussi les différentes étapes troncantage à travers un programme d'instructions déplacements.

Le calage du programme d'enroulement de TOR a été réalisé par une diminution significative de la distance entre la tête enroulement et le cylindre. La précision de la tête d'enroulement a elle aussi été améliorée par une rigidification globale du système. La tête d'enroulement a ainsi permis d'obtenir des préformes enroulées à tension constante (+-2N) et répétables géométriquement (spires jointives et enroulements propres).

### *Mise en forme*

L'outillage de mise en forme de TOR est constitué uniquement de cylindres en ajustements H7/g6. Il permet le dévêtissage des pièces sous presse et a été traité pour obtenir une dureté élevée. La rugosité très faible de sa surface fonctionnelle a permis d'éviter tout collage de matières lors des mises en forme. Un ensemble de paramètres a été vérifié avant de réaliser un plan d'expérience pour s'assurer de la validité des données obtenues à travers les différents essais. Une cartographie thermique de l'outillage lors de la chauffe a permis d'écarter la présence de gradients de températures. Une comparaison entre le déplacement de la traverse du banc de compression et le déplacement réel de l'outillage a été réalisé ; l'écart est négligeable.

La répétabilité des mises en forme a pu être testée à travers la réalisation de plusieurs lots de pièces jumelles (paramètres de mises en forme similaire).

Le système d'enroulement et l'outillage permettent de réaliser des cylindres nommés TOR avec une répétabilité correcte tout en pouvant gérer un certain nombre de paramètres utiles à l'étude du procédé.

### Première problématique : compréhension de la consolidation

Dans le cadre de cette thèse la compréhension de la consolidation est réalisée par deux études expérimentales :

- des séries d'essais interrompus permettant de qualifier l'imprégnation de la matière lors de la mise en forme
- la caractérisation d'un gradient de taux volumique de fibres dans le cas d'un défaut de mise en forme.

Deux séries d'essais interrompus ont permis de mettre en avant les caractéristiques de consolidation des pièces. La première série d'essais interrompus concerne des éprouvettes droites mises en forme sans tension de fibres. Le mode d'imprégnation est caractéristique d'une consolidation classique et se définit comme macro prioritaire; les porosités inter-torons sont comblées majoritairement avant les porosités intra-torons. La seconde série d'essais interrompus concerne les éprouvettes cylindriques réalisées avec le système de mise en forme présentée précédemment. Contrairement aux éprouvettes droites la tension des fibres est appliquée lors de

## Conclusion

---

l'enroulement. L'imprégnation est dans ce cas micro prioritaire, contrairement aux éprouvettes droites.

La caractérisation d'un gradient de taux volumique de fibres a été permis avec une série d'analyses micro graphiques. Cette méthode a permis de définir un potentiel champ de pression lors de la mise en forme.

### Deuxième problématique : paramètres de consolidation

Un plan d'expérience a permis de mise en forme à 6 entrées (tension d'enroulement, nombre de passes, température de mise en forme, vitesse de mise en forme, effort de mise en forme, temps de maintien) a permis de mettre en avant l'influence de certains paramètres. La température de joue un rôle non négligeable dans la santé matière et la tenue mécanique des TOR. L'ensemble de ce plan d'expérience a été évalué par 3 manipulations :

- Une mesure avant et après découpe pour quantifier la contrainte interne des cylindres.
- Un essai traction pour évaluer la résistance mécanique du cylindre et quantifier la contrainte interne associée.
- Des caractérisations de santé matière par un ensemble de micrographies permettant la qualification des pièces.

Un ensemble de réalisations de TOR, visant la réalisation de morphologies plus complexes ont été testées. Ces mises en forme sont des entrées potentielles permettant de caler des simulations du procédé.

### Conclusion générale et perspectives des travaux

L'objectif de cette étude est la contribution à la compréhension du procédé de fabrication EPITHER. Cette contribution a été permise par l'analyse de la consolidation des pièces réalisées avec le procédé de mise en forme. Des essais interrompus ont permis de quantifier l'état de consolidation du composite au cours du procédé, et une méthode d'analyse d'image a permis d'analyser les répartitions de matière issues du procédé de fabrication. La réalisation de pièces plus complexes a permis de mettre en évidence les déformations des torons, tandis que l'insertion de traceurs rhéologiques a permis de marquer les déformations globales du cylindre lors de remontées de nervures.

La méthode permettant l'analyse de gradients de taux volumiques de fibres peut être utilisée dans le futur pour permettre la compréhension de défauts apparaissant dans les pièces industrielles utilisant la même matière. Cette méthode est automatisable et nécessite seulement une image correcte de la découpe d'une pièce composite pour fonctionner.

La méthode d'essais interrompus permet dans le cas industriel d'identifier des défauts de répartition de matière lors des mises en forme. Elle ne dépend pas de la matière utilisée, seule l'analyse micrographique prévaut.

La réalisation de cylindre composite se montre comme un essai caractéristique, utile lors de la réception de lot de matière différent ; il est facile à mettre en œuvre et permet la compréhension et l'analyse d'un grand nombre de paramètres (mise en forme, mécanique et santé matière). Il peut se définir comme l'un des essais de référence dans la caractérisation d'une matière utilisable dans le procédé.

L'insertion de traceurs rhéologiques ouvre la voie aux simulations numériques de mises en forme et se présente comme des indicateurs de mouvements de matière.

Le mixage des méthodes d'analyses pourrait par ailleurs se montrer intéressant dans la compréhension du procédé, comme par exemple la détection de gradients de taux volumiques de fibres lors d'essais interrompus.



## **Contribution à la définition du processus de conception et de réalisation de pièces produits à hautes caractéristiques spécifiques**

### **RESUME :**

L'objectif de ces travaux de thèse est de contribuer à la compréhension d'un procédé de mise en forme composite appelé EPITHER. Il s'agit d'un procédé visant la réalisation de pièces composites massives à utilisations structurelles pour les marchés de l'automobile et de l'aéronautique. Il a été breveté en 2011 et en 2015/2016.

Les trois étapes de réalisation des pièces EPITHER sont les suivantes : enroulement d'une préforme en optimisant l'anisotropie du composite en fonction des chemins d'efforts de la pièce réelle, mise en forme de la préforme par thermoformage, apport de propriétés morphologiques supplémentaires.

Les travaux de thèse s'orientent autour de trois axes majeurs : la mise en place d'une phase expérimentale, la compréhension des étapes de consolidation des pièces et l'influence des paramètres de mise en forme.

### **Mots clés : (3 minimum)**

Composite, Procédé de fabrication, Mise en forme

## **Contribution to the definition of the fabrication process used to produced parts with high specific properties**

### **ABSTRACT :**

The objective of this work is to contribute to the comprehension of a new composite forming process which name is EPITHER. This forming process was created to produce massive composites parts used for structural applications in automotive and aeronautics industries. Two patents have been deposed in 2011 and in 2015/2016.

There are three steps in the forming process EPITHER: winding a preform in order to maximize and optimize the anisotropy of the composite considering the mechanical specifications of the final part, forming the preform by a thermoforming step, add morphological properties in a last step.

The Phd deals with three major research axis: setting up an experimental study, the comprehension of the consolidation steps and a study of the consolidation parameters.

### **Keywords : (3 minimum)**

Composite, Fabrication process, Forming

