



HAL
open science

Contribution à la modélisation des interactions produit-processus de fabrication. Application à la thermocompression des composites massifs à fibres continues

Victor Haguenauer

► **To cite this version:**

Victor Haguenauer. Contribution à la modélisation des interactions produit-processus de fabrication. Application à la thermocompression des composites massifs à fibres continues. Matériaux. HESAM Université, 2024. Français. NNT : 2024HESAE005 . tel-04765875

HAL Id: tel-04765875

<https://pastel.hal.science/tel-04765875v1>

Submitted on 4 Nov 2024

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.

ECOLE DOCTORALE SCIENCES ET METIERS DE L'INGENIEUR
Laboratoire de Conception Fabrication et Commande (LCFC) - Campus de METZ

THÈSE

Présentée par **Victor HAGUENAUER**

Soutenue le 19 Janvier 2024

Pour obtenir le grade de **Docteur d'HESAM Université**

Préparée à l'**Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

Spécialité : Mécanique - Matériaux

Contribution à la modélisation des interactions produit-processus de fabrication, application à la thermocompression des composites massifs à fibres continues

Thèse dirigée par :

M. BIGOT Régis

et co-encadrée par :

M. BECKER Éric

M. HENRY Didier

M. FELIX Damien

Jury

Mme. Véronique MICHAUD
M. Philippe OLIVIER
M. Pierre DUMONT
M. Régis BIGOT
M. Éric BECKER
M. Didier HENRY
M. Laurent GUILLAUMAT
M. Lucas DEBIMSKI
M. Stefan DIETRICH

Professeure, LPAC, EPFL
Professeur, ICA, Université de Toulouse
Professeur, LAMCOS, INSA Lyon
Professeur, LCFC, ENSAM Metz
Maître de conférence, LCFC, ENSAM Metz
Directeur SETFORGE Engineering
Professeur, LAMPA, ENSAM Angers
Professeur, Laboratoire ICB, UTBM
Docteur, IAM, KIT

Présidente
Rapporteur
Rapporteur
Directeur
Co-encadrant
Co-encadrant
Examineur
Examineur
Invité

**T
H
È
S
E**

Remerciements

Ces remerciements furent à la fois les mots plus simples et les plus difficiles à écrire. Simples, car ils sont le reflet de la gratitude que je ressens envers chaque personne qui a croisé mon chemin. Chaque collègue, ami ou proche a contribué, à sa manière, à enrichir mon expérience et à m'accompagner dans cette aventure. Difficiles, car malgré la joie d'avoir atteint cette étape importante et le soulagement d'avoir surmonté les obstacles, je ressens une certaine tristesse et mélancolie à l'idée de clore ce chapitre.

Je souhaite tout d'abord exprimer mes sincères remerciements à l'ensemble des membres du jury pour leur implication dans l'évaluation de ma thèse, pour leurs remarques pertinentes et leurs conseils constructifs. Je remercie Véronique MICHAUD de m'avoir fait l'honneur de présider le jury durant la soutenance, également Philippe OLIVIER et Pierre DUMONT pour leur lecture attentive de ce manuscrit en tant que rapporteurs. Je remercie aussi Lucas DEMBINSKI d'avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse et de l'aide accordée durant ces travaux. De plus, mes remerciements vont à Laurent GUILLAUMAT pour sa participation au jury, pour l'examen attentif de ces travaux et pour sa participation au CSID. Je souhaite également remercier Stefan DIETRICH pour sa présence à la soutenance en tant qu'invité et pour l'intérêt qu'il porte à ces travaux.

Je tiens à remercier Marc LEGRAND pour avoir suivi ces travaux durant ces trois dernières années, et pour sa participation au CSID.

Je remercie mon directeur de thèse, Régis BIGOT, de m'avoir accordé sa confiance pour la réalisation de ces travaux. Je tiens ensuite à remercier mes co-encadrants Éric BECKER et Damien FÉLIX. Éric, merci pour ta confiance, ton soutien infaillible et ta participation active. Ça a été un plaisir de travailler avec toi au quotidien. Damien, merci pour ton accueil à L'Horme, pour ta contribution active à ces travaux et pour l'intérêt que tu as porté à la recherche académique comme complément aux développements industriels.

Je tiens à remercier Didier HENRY, directeur de Setforge Engineering, de m'avoir accordé sa confiance pour la réalisation de ces travaux de thèse et de me permettre de continuer à travailler sur le projet EPITHER ainsi que de découvrir le monde de la forge.

Je souhaite remercier mes collègues et anciens de chez Setforge : Arthur, Camille, Claude, Guillaume, Jean-Marie, Nicolas, Pierre et Thierry. Au plaisir de continuer à travailler ensemble, qu'il s'agisse de matériaux composites ou métalliques !

Je remercie les étudiants ayant participé et contribué à ces travaux : Mossen et Pablo durant leurs PFE respectifs ainsi que les étudiants en Bachelor Arbeit : Antoine, Cyprien, Pierre et Thibaud.

Je tiens à remercier Laurent PELTIER pour son aide dans la mise en œuvre des essais de caractérisation mécanique et pour sa bonne humeur. Je souhaite également remercier Fodil MERAGHNI, Mohamad DJRAD, Patrick MOLE, Marc WARY, Pierre-Emmanuel ABBA, Florian WAGNER, ainsi que Nicolas, Marc et Olivier de l'atelier de fonderie pour leur aide dans la réalisation de ces travaux. Merci à Jean-Baptiste CROUÉ pour son aide dans la réalisation des DSC. Merci à mes collègues du SCI pour les dépannages : Laurent et Jérôme.

À mes collègues de l'atelier de forge, les principaux acteurs de la bonne réalisation de mes essais : Alex, merci pour les bons moments, les discussions autour des opinel vernis, de la bouffe et de la ferraille. Dan, merci pour ton aide et pour les (très nombreux) scans 3D ! Seb, merci pour ton aide

et d'avoir vu l'âme d'enfant qui est en moi. Stéphane, merci pour ton enthousiasme, ta bonne humeur et ton aide dans ces travaux.

Merci à mes collègues du LCFC pour les bons moments riches de convivialité : Alain, Ali, Camille, Cyrille, Ghinwa, Jelena, Laurent, Lazhar, Sandra, Tudor et Wahb. Merci également à mes collègues doctorants : Abdoul, Amir, Arthur, David l'héritier du café, Florian, Quentin, Simon et Zeya.

Merci à mes collègues et aux anciens de chez AMVALOR : Florian, pour le mica (en grande quantité) et pour la motivation sportive ! Damien et Josselin, les varappeurs de l'extrême, merci pour les bons moments. Clément, pour les ripailles et pour le bois. Philippe, merci pour les grandes discussions, à la fois intéressantes et appétissantes ! Ludivine (merci pour les bonbons !) et Marco, merci d'avoir brisé la malédiction de solitude de notre côté de la B152. Sandra, la maman cool de l'adepa, merci pour ton aide dans mes divers soucis administratifs et pour ta gentillesse. Merci à Jeff, Coco, Ludo, Clément et Thierry.

En B152 ou B154, lors des pauses en salle de convivialité autour d'un repas, d'un café ou de plusieurs, lors du resto du vendredi, pendant les barbecues, les raclettes (oui un schéma se profile...), dans l'atelier, les séminaires, dans le labo matériaux, au CIRAM, et même lors des réunions de travail dans le bocal, chaque instant passé à l'ENSAM en votre compagnie a été précieux pour moi. Je garderai un souvenir exceptionnel de ces moments partagés et de la bonne ambiance de travail qui règne.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers mes amis pour leur soutien moral qui a contribué indirectement à la réalisation de ces travaux : Pierre, merci pour ton aide pour le pot, le 2nd goat du jour c'est toi. Nico, Ohlmann, Florent, Florian, Frig, Clém, Cédric, Roxanne, Vava, Elo, Julyne, Cindie, le double D : Dav et Dob, Victor, Yan, les potes de l'ESSTIN et les Brucies. La meilleure pour la fin, Noémie, merci pour ton aide, merci d'avoir eu le courage de relire et de corriger ce manuscrit (et même ces remerciements).

Enfin, je tiens à adresser ces dernières lignes à mes proches, qui ont été à mes côtés durant ces trois années et bien avant. Je souhaite exprimer toute ma gratitude à mes parents et à mon frère pour leur soutien indéfectible, leur patience face à mes humeurs changeantes et leurs encouragements constants. Je remercie également et j'adresse une pensée à mes grands-mères : Nicole et Antoinette ainsi qu'à mes proches : Antoine, Liliane, Véronique, Emmanuel et Geneviève. Pour finir, je tiens à adresser des remerciements sincères à ma compagne Charlotte. Ta présence dans ma vie est une source constante de bonheur. Je suis reconnaissant pour les belles années que nous avons passées ensemble, pour celle qui vont suivre et pour tous les précieux moments partagés. Merci d'être là pour moi et de me soutenir dans les périodes difficiles.

Merci à tous

Victor

Résumé

Cette thèse porte sur l'étude du processus de fabrication innovant EPITHER. Ce dernier permet la fabrication de pièces structurelles massives en composite, intégrant une matrice thermoplastique et des fibres continues orientées. Ce processus novateur repose sur deux étapes clés : le préformage, réalisé ici par impression 3D suivi d'une thermocompression. L'association de ces deux procédés permet d'obtenir des propriétés telles que l'obtention d'un taux élevé de fibres, une faible porosité, et une maîtrise de l'orientation des fibres. La thèse identifie trois verrous scientifiques principaux. Premièrement, les interactions produit-processus sont explorées, mettant en évidence l'influence du taux de compression sur les propriétés des composites. Cette investigation repose sur des essais interrompus et une étude de répétabilité, démontrant la fiabilité des processus d'impression 3D et de thermocompression. Deuxièmement, la caractérisation des propriétés élastiques des composites massifs constitue une étape cruciale. Une méthode d'identification inverse est développée, adaptée aux matériaux isotropes-transverses, permettant la caractérisation de cinq constantes élastiques. Cette approche offre des perspectives riches pour la compréhension approfondie des comportements mécaniques des composites massifs. Troisièmement, la thèse se penche sur la modélisation des interactions entre les paramètres de processus et les propriétés des produits, en mettant l'accent sur la phase de thermocompression. Les résultats expérimentaux mettent en lumière des liens significatifs, contribuant à une meilleure compréhension du procédé et ouvrant la voie à des optimisations du processus de fabrication. Ces travaux offrent des perspectives prometteuses pour la mise en œuvre et la caractérisation des composites massifs. Les avancées réalisées, notamment dans la caractérisation mécanique, la compréhension et la modélisation des interactions produit-processus, renforcent les bases scientifiques et technologiques du procédé étudié. Ces avancées ouvrent des opportunités d'application étendues dans le domaine des matériaux composites, soulignant l'importance d'une maîtrise approfondie du processus de fabrication pour le développement de composites innovants.

Mots clés : Composite, Interactions produit-processus, caractérisation mécanique, Thermocompression, Impression 3D.

Abstract

This thesis focuses on the study of the innovative EPITHER manufacturing process, which enables the production of bulk structural composite parts incorporating a thermoplastic matrix and continuous oriented fibres. This novel process relies on two key steps: 3D printing preforming followed by compression moulding. The combination of these two processes allows for the achievement of properties such as a high fibre content, low porosity, and fibre orientation control. The thesis identifies three main scientific challenges. Firstly, product-process interactions are explored, highlighting the influence of compression ratios on composite properties. This investigation is based on interrupted tests and a repeatability study, demonstrating the reliability of 3D printing and compression moulding processes. Secondly, the characterization of elastic properties of massive composites is a crucial step. An inverse identification method is developed, adapted to isotropic-transverse materials, enabling the characterization of five elastic constants. This approach provides rich perspectives for an in-depth understanding of the mechanical behaviours of bulk composites. Thirdly, the thesis focuses on modelling interactions between process parameters and product properties, with an emphasis on the compression moulding phase. Experimental results reveal significant correlations, contributing to a better understanding of the process and paving the way for optimizations in the manufacturing process. These works offer promising perspectives for the implementation and characterization of massive composites. The advancements made, particularly in mechanical characterization, understanding, and modelling of product-process interactions, strengthen the scientific and technological foundations of the process. These developments open extended opportunities in the field of composite materials, underscoring the importance of a thorough mastery of the manufacturing process for the development of innovative composites.

Keywords : Composite, Product-process interactions, Mechanical characterization, Compression moulding, 3D Printing.

Table des matières

Remerciements	1
Table des matières	5
Table des illustrations	8
Table des tableaux	13
Introduction	16
A. Contexte	17
B. Présentation du processus de fabrication	18
C. Cadre de la thèse	19
Chapitre 1 : État de l'art	20
A. Introduction	21
B. Les matériaux composites.....	22
C. Propriétés des composites fibreux unidirectionnels.....	29
D. Méthodes d'analyse	40
E. Comportement mécanique des composites.....	47
F. Caractérisation mécanique des composites.....	54
G. Procédés de fabrication	64
H. Discussions.....	73
Verrous scientifiques	74
Chapitre 2 : Processus de fabrication et méthodes expérimentales	76
A. Introduction	77
B. Processus de fabrication	78
C. Paramètres processus.....	87
D. Méthodes expérimentales	97
E. Conclusion	110
Chapitre 3 : Caractérisation mécanique des produits composites massifs	111
A. Introduction : Choix des méthodes de caractérisation mécanique.....	112
B. Méthode inverse de recalage par éléments-finis.....	113
C. Création des modèles éléments-finis.....	115
D. Étude de sensibilité aux propriétés élastiques	118
E. Modèle éléments-finis : cas de flexion 4 points	120
F. Qualification de la méthode et du modèle EF	123
G. Préparation et mise en œuvre des essais mécaniques.....	134

H.	Essais de flexion 4 points : Champs de déformations	141
I.	Discussions	147
Chapitre 4 : Étude des interactions produit-processus de fabrication.....		149
A.	Introduction	150
B.	Essais interrompus.....	151
C.	Étude de Répétabilité	165
Chapitre 5 : Modélisation des interactions produit-processus de fabrication		183
A.	Introduction et Objectifs.....	184
B.	Choix du plan d'expériences et des paramètres d'étude	185
C.	Protocole de fabrication et d'analyse des échantillons.....	192
D.	Analyse du processus de fabrication.....	196
E.	Résultats expérimentaux et répétabilité	204
F.	Modélisation des interactions produit-processus de fabrication	219
G.	Discussions.....	237
Conclusion et ouverture		240
Bibliographie		244
Annexes.....		253
Annexe 1 : Sensibilité aux variations des constantes élastiques pour le cas de flexion 4 points. 253		
Annexe 2 : Description logicielle de la méthode d'identification inverse.254		
Annexe 3 : Étude de sensibilité numérique du modèle EF : maillage et étude de convergence. 255		
Annexe 4 : Étude de sensibilité du modèle EF : Contact et frottement.257		
Annexe 5 : Étude de sensibilité du modèle EF : géométrie nominale et réelle.258		
Annexe 6 : Étude de sensibilité du modèle EF : position des mors de flexion.....260		
Annexe 7 : Essai préliminaire à rupture sur bielle composite.....261		
Annexe 8 : Application de la loi des mélanges pour l'estimation des propriétés élastiques des composites.....262		
Annexe 9 : Paramètres procédés utilisés pour la réalisation des éprouvettes.264		
Annexe 10 : Étude de la taille des particules de peintures lors de la réalisation d'un mouchetis pour la corrélation d'images.....265		
Annexe 11 : Micrographies de sections de filaments PA12/CF KEPLER		
Annexe 12 : Aperçu des micrographies réalisées dans le cadre des essais interrompus. 267		

<i>Annexe 13 : Mesure de la masse des préformes composites PEKK/CF étudiées dans le plan d'expériences.</i>	<i>268</i>
<i>Annexe 14 : Exemples de courbes de mise en forme des échantillons réalisés dans le cadre du plan d'expériences.</i>	<i>269</i>
<i>Annexe 15 : Mesures de dimensions réalisées à partir des scans 3D effectués sur les échantillons relatifs au plan d'expériences.</i>	<i>270</i>
<i>Annexe 16 : Modèles utilisés pour la description des interactions produit-processus de fabrication.</i>	<i>271</i>

Table des illustrations

Figure 1 : Pyramide de classification des thermoplastiques.	24
Figure 2 : Diagrammes d'Ashby $E = f(\rho)$ et $\sigma_f = f(\rho)$ pour diverses catégories de matériaux [10].	28
Figure 3 : Observation de différentes tailles de porosité. Les micrographies sont réalisées dans le cadre de ces travaux, elles représentent en a) une préforme imprimée en PEKK/CF et b) une pièce réalisée via thermocompression d'une préforme de même type que celle présentée en a).....	31
Figure 4 : Mécanismes de formation de la porosité lors de l'imprégnation de renforts fibreux [18].	32
Figure 5 : a) Schéma décrivant les phases cristallines et amorphes dans un thermoplastique semi-cristallin [25] et b) Micrographie de la structure cristalline d'un composite PP/PVA [26].	33
Figure 6 : a) Macrographie d'une section d'échantillon issue du processus de fabrication (PA12/CF Continues), b) Micrographie du même échantillon [33], c) Schématisation des défauts de microstructure caractéristiques d'un composite renforcé avec des fibres continues orientées [32]. .	35
Figure 7 : a) Micrographie montrant des ondulations de fibres dans un composite PPS/CF UD (liées à des contraintes résiduelles) [38] et b). Défauts d'orientations des fibres caractéristiques des composites fibreux UD [34].	36
Figure 8 : Diagramme décrivant l'interaction entre le procédé de fabrication, la géométrie, le matériau du produit, la formation de contraintes résiduelles et les déformations associées. [47].....	38
Figure 9 : [38] a) Micro-fractures dans un stratifié PEI/CF 0°/90°/0° et b) Plaque composite en PEI/GF déformée à cause d'un refroidissement hétérogène.....	39
Figure 10 : a) Vue de coupe d'un échantillon en PP/GF réalisé par injection plastique, b) Reconstruction 3D de l'orientation des fibres réalisée avec un tomographe pour l'échantillon a) [54] et c) Image tridimensionnelle pour l'observation des porosités dans un cylindre composite [55].	41
Figure 11 : a) Représentation de la déformation d'une partie arrondie, b) Contraction d'un matériau isotrope : réduction du volume mais conservation de la géométrie, c) Contraction d'un matériau anisotrope : modification de la géométrie et réduction du volume [59].	43
Figure 12 : Définition de l'espace expérimental. a) Espace expérimental, b) Domaine du facteur 1, c) Domaine du facteur 2 [63].	44
Figure 13 : Représentation d'une surface de réponse pour deux facteurs [62].	45
Figure 14 : Représentation d'un composite fibreux isotrope transverse.....	49
Figure 15 : a) Essai de traction 0° sur composite UD selon NF ISO 527 (talons en noir) et b) Essai de flexion 3 points 0° sur composite UD selon NF ISO 14125.	55
Figure 16 : a) Essai de traction 90° sur composite UD selon NF ISO 527 (talons en noir) et b) Essai de flexion 3 points 90° sur composite UD selon NF ISO 14125.	55
Figure 17 : Essai de traction sur éprouvette composite UD ±45° selon norme NF ISO 527 (talons en noir).	56
Figure 18 : Schéma décrivant l'essai ASTM D2344 appliqué pour la caractérisation des propriétés en cisaillement de barres courtes.	57
Figure 19 : a) Montage pour essai Iosipescu et b) Dimensions de l'éprouvette et placement des jauges de déformations. [75]	57
Figure 20 : Représentation des échantillons pour essais de traction selon l'épaisseur. De gauche à droite : éprouvettes à face parallèles, circulaires, elliptiques et RARDE. [68]	58
Figure 21 : Principe de la méthode d'identification inverse de recalage d'éléments-finis ou d'identification numérique-expérimentale [85]	59

Figure 22: Modèles de VER générés avec le logiciel « Material Designer ». a) VER d'un composite unidirectionnel et b) VER d'un composite unidirectionnel avec des désorientations de fibres de 1°	63
Figure 23 : Enroulement filamentaire robotisé réalisé au LCFC [2].	64
Figure 24 : a) Principe de fonctionnement de la broderie TFP [95].	65
Figure 25 : Schéma de fonctionnement d'une imprimante 3D de type FDM ou FFF.	67
Figure 26 : Photographie d'une cellule robotisée AFP de l'entreprise Coriolis [100].	69
Figure 27 : Schématisation d'une presse d'injection plastique.	69
Figure 28 : Schématisation d'une ligne de pultrusion.	70
Figure 29 : Schémas en a) du procédé SMC et en b) du procédé BMC.	72
Figure 30 : Résumés des 3 principaux verrous scientifiques associés à la problématique.	75
Figure 31 : Formats de fils composites (fibres en noir, matrice en gris).	79
Figure 32 : Propriétés du filament et micrographie d'une section d'un filament composite pré-consolidé PA12/CF fibres continues APOLLO.	80
Figure 33 : Propriétés et micrographie d'une section de filaments Tape PEKK/CF fibres continues 9T Labs.	80
Figure 34 : Propriétés et micrographie d'une section d'un filament PEKK/CF fibres courtes 9T Labs.	81
Figure 35 : a) Module CarbonKit® 9T Labs monté sur une imprimante 3D Ultimaker 2 et b) Préforme composite imprimée (type Bielle Alpha) : 3 rangées de filaments PA12/CF sur 70 strates pour un total d'environ 23 grammes.	82
Figure 36 : a) Imprimante RedSeries® Build Module 9T LABS et b) Aperçu de la conception d'une préforme imprimée avec le logiciel Fibrify.	83
Figure 37 : Schéma présentant les différentes étapes du procédé de mise en forme EPITHER. Brevet européen EP003808546A1 [4].	84
Figure 38 : a) Outillage de mise en forme, support automobile et b) Support automobile en acier forgé, et son équivalent en CF/PA12, mis en forme avec le processus EPITHER.	84
Figure 39. a) Thermocompression d'une pièce type bielle alpha (outillage bielle Alpha v1) et b) Bielle alpha après mise en forme et ébavurage de la préforme décrite en Figure 35 b).	85
Figure 40 : Outillage de mise en forme pour bielle Alpha (v2). a) Image de l'outillage monté sur une presse et b) Vue CAO de l'outillage fermé avec la représentation des résistances chauffantes et des circuits de refroidissement.	85
Figure 41 : Schéma simplifié décrivant le processus EPITHER et les interactions produit-processus de fabrication.	87
Figure 42 : a) Schématisation de la tête d'impression 9T Labs et b) Schéma fonctionnel décrivant la réalisation d'une préforme composite et les paramètres procédés associés.	88
Figure 43 : Schématisation de la transformation géométrique d'un filament composite lors du procédé d'impression 3D.	89
Figure 44 : Schéma fonctionnel de l'étape de thermocompression selon le processus EPITHER	91
Figure 45 : Exemple de cycle thermique pour le procédé de thermocompression.	92
Figure 46 : Exemple de cycle thermomécanique du procédé de thermocompression avec une régulation en effort.	94
Figure 47 : Géométrie et dimensions des bielles Alpha : vue de face et vue isométrique.	98
Figure 48 : a) Aperçu d'un échantillon et des emplacements de découpe, b) Micrographie de la section complète d'une bielle alpha (4x10mm), c) Micrographie obtenue à partir de la micrographie b).	100

Figure 49 : Défauts de polissage, a) mauvais état de surface, b) strie de polissage et c) bon état de surface en comparaison.	100
Figure 50 : Traitement des micrographies, a) Image brute, b) Seuillage pour la mesure du taux de fibre, c) Seuillage pour la mesure du taux de porosité.	101
Figure 51 : Exemples d'images pour l'analyse des gradients de TVF et TVP. a) Micrographie d'une section d'échantillon (PA12/CF KEPLER), b) Représentation du taux surfacique de fibres mesuré sur la micrographie a), c) Représentation du taux surfacique de porosité. L'échantillon mesure 4mm de large.....	102
Figure 52 : a) Taux volumique de fibres, de fibres hors porosité et de porosité, moyennés selon la largeur de l'échantillon et b) Selon la hauteur de l'échantillon.	102
Figure 53 : a) Ondulation dans un stratifié composite T300/P1700, méthode de mesure des longueurs et des amplitudes d'ondulation des fibres [39] et b) Représentation de l'angle des fibres déterminé à partir de leur profil [108]......	103
Figure 54 : Courbe DSC obtenue pour une préforme composite imprimée en PEKK/CF.....	104
Figure 55 : a) Plateforme de scan 3D présente au LCFC et b) Scan 3D d'une bielle alpha et mesure des dimensions.....	106
Figure 56 : Comparaison des deux scans 3D, en bleu de la bielle avant découpe et en orange de la bielle après découpe. a) Mesure de l'angle de rotation et de déplacement à appliquer pour le retour en position de la face de découpe et b) Vérification du retour en position de la face de découpe à l'issue du calcul EF.	108
Figure 57 : a) Contraintes selon la direction des fibres et b) Contraintes dans la direction transverse aux fibres (exemple bielle 247).	108
Figure 58 : Principe de fonctionnement de la méthode d'identification inverse de recalage par éléments-finis mise en œuvre.....	113
Figure 59 : Etapes suivies pour la mise en place d'une méthode inverse de caractérisation mécanique de recalage par éléments-finis.	114
Figure 60 : Différents cas de chargement modélisés.	116
Figure 61 : Emplacement des jauges fictives de déformation pour le cas de flexion quatre points selon la direction Y.....	117
Figure 62 : Démarche suivie pour la mise en place de l'étude de sensibilité.....	118
Figure 63 : Sensibilité absolue des paramètres de sorties sélectionnés pour l'identification, aux variations des constantes élastiques.....	120
Figure 64 : Modèle EF de l'essais de flexion quatre points selon Y spécifique.....	122
Figure 65 : Méthode inverse pour l'étude de la propagation d'incertitudes.	126
Figure 66 : Méthode appliquée pour l'étude de propagation d'incertitudes dans le cadre de ces travaux.....	126
Figure 67 : Représentation des résultats de propagation d'incertitudes. Les incertitudes d'identification des cinq constantes élastiques sont décrites.	128
Figure 68 : Méthode d'identification numérique-numérique.....	129
Figure 69 : Cycle d'optimisation, a) Évolution des valeurs d'une déformation utilisé comme paramètre de sortie pour l'identification inverse et b) Évolution du pourcentage de stabilité S au fur à mesure des itérations.....	131
Figure 70 : Plans d'implantation des jauges de déformation sur l'éprouvette.	134
Figure 71 : Aperçu du montage de flexion 4 points intégrant une éprouvette instrumentée (Mouchetis à gauche, jauges de déformation à droite).	135

Figure 72 : Vue globale de l'essai de flexion 4 points. Sur la gauche : le montage de flexion 4 points. Un échantillon est positionné sur le montage. Sur la droite : la caméra utilisée pour les mesures de champs.	135
Figure 73 : Courbe décrivant l'effort en fonction du déplacement du mors de flexion pour l'essai sur bielle (n°157) non instrumentée. La zone des premiers endommagements est mise en évidence.	136
Figure 74 : Comparaison des champs de déplacement expérimentaux et numériques selon la direction X	137
Figure 75 : Comparaison des champs de déplacement expérimentaux et numériques selon la direction Y	137
Figure 76 : Déplacement Dep [mm] en fonction de l'effort [N] durant l'essai de caractérisation (trois cycles superposés).	139
Figure 77 : Mesure de diverses déformations avec des jauges de déformation. La valeur maximale correspondant à un effort $F=300N$ est indiquée.	139
Figure 78 : Modèle EF du cas de flexion 4 points utilisés pour l'identification des constantes élastiques à partir de champs de déformations.	141
Figure 79 : a) Montage d'essai pour la flexion 4 points sur bielles et la réalisation des images pour la corrélation de celles-ci et b) Aperçu du cadrage de la caméra.	143
Figure 80 : Corrélation d'images et mise en évidence des zones d'intérêt, en a) Représentation de la CAO définissant l'emplacement des zones d'intérêt, effort $F=0N$ et b) Représentation du déplacement selon Y pour un effort $F=300N$	144
Figure 81 : Aperçu d'une micrographie de section de préforme composite, trois rangées de fils composites. a) La ligne continue met en évidence un filament après dépose. (A) Région riche en fibres, (B) Porosité, (C) Région riche en matrices et b) Les lignes hachées font ressortir la séparation entre les rangées et celles en pointillés met en évidence la séparation entre les strates.	154
Figure 82 : Configuration outillage et matière à différentes étapes durant le procédé de thermocompression. En a) état initial avant mise en forme $\tau_c=0$, b) $\tau_c<T$, c) $\tau_c=T$: et d) $\tau_c>T$. La formation de bavures par les jeux fonctionnels de l'outillage est illustrée en e).	156
Figure 83 : Pression appliquée et perte de matière en fonction du taux de mise en forme. La configuration théorique de l'outillage présentée en Figure 82 est rappelée.	157
Figure 84 : Micrographies de sections d'échantillons montrant le profil des surfaces extérieures des éprouvettes afin de mettre en évidence le niveau de remplissage de l'outillage. Les échantillons représentés sont a) C-PA0, b) C-PA31, c) C-PA42 et d) C-PA54.	158
Figure 85 : Taux volumique de porosité en fonction du taux de mise en forme pour les échantillons de parties droites et courbées.	160
Figure 86 : Dimension maximale des pores représentée en fonction du taux de mise en forme pour les sept échantillons étudiés.	161
Figure 87 : Représentation des taux volumiques de porosité par classe de taille de pores pour les parties droites des sept échantillons.	162
Figure 88 : Représentation des taux volumiques de porosité par classe de taille de pores pour les parties courbées des sept échantillons.	162
Figure 89 : Résumé du protocole d'analyse mis en œuvre pour l'analyse des échantillons.	167
Figure 90 : Macrographies pour les sections complètes d'échantillons de type L, M et H.	172
Figure 91 : Gradients du taux de fibres, de porosité et de fibres hors porosité a) selon l'épaisseur et b) selon la largeur pour l'échantillon L2.	176
Figure 92 : Récapitulatif du plan d'expériences mis en œuvre.	191

Figure 93 : Protocole de découpe des éprouvettes appliqué dans le cadre du plan d'expériences mis en œuvre.....	194
Figure 94 : Protocole d'analyse des échantillons.	195
Figure 95 : a) Micrographie de section d'une préforme imprimée, b) Vue agrandie de la partie centrale de la section, c) Vue agrandie et mise en évidence en 1. d'un filament PEKK/CF fibres continues, en 2. d'une dépose de filament PEKK/CF fibres courtes et en 3. d'une porosité (extra-filament) et en d) Vue agrandie de la partie inférieure de la préforme.	198
Figure 96 : Courbes expérimentales relatives à l'essai n°11 : Course et effort en fonction du temps. Températures en fonction du temps pour 4 emplacements de l'outillage.	200
Figure 97 : DSC de l'échantillon associé à l'essai 11 (PEKK/CF).	210
Figure 98 : Images décrivant un essai ASTM D2344 appliqué à une éprouvette PEKK/CF. ...	213
Figure 99 : Représentation de la matrice de corrélation de Pearson relative à l'ensemble des facteurs et des réponses décrites précédemment.	220
Figure 100 : Représentation de la masse finale des éprouvettes en fonction de l'effort et de la température de MEF. Avec en les surfaces de réponse associées en a) au modèle D2 ; I=0 et en b) au modèle D=1 ; I=0.	224
Figure 101 : Représentation de la perte de matière en fonction de l'effort et de la température de MEF. Avec les surfaces de réponse associées en a) au modèle D2 ; I=0 et en b) au modèle D=1 ; I=0.	225
Figure 102 : Représentation de l'épaisseur en fonction de l'effort et de la température de MEF. Avec les surfaces de réponse associées en a) au modèle D2 ; I=0 et en b) au modèle D=1 ; I=0.	227
Figure 103 : Représentation du modèle D=2 ; I=0 décrivant le TVP en fonction en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.....	228
Figure 104 : Représentation du modèle D=3 ; I=0 décrivant le TVP en fonction en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.....	228
Figure 105 : Macrographies de la section complète des échantillons a) 15 et b) 12. Mise en évidence des zones de forte concentration de matrice.....	230
Figure 106 : Représentation du modèle D=3 ; I=0 décrivant la masse volumique en fonction, en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.	232
Figure 107 : Représentation du modèle D=3 ; I=0 décrivant le module E_1 en fonction, en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.....	234
Figure 108 : Représentation du modèle D=3 ; I=0 décrivant la déformation maximale dans le sens des fibres $\varepsilon_1 max$ en fonction en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.	236

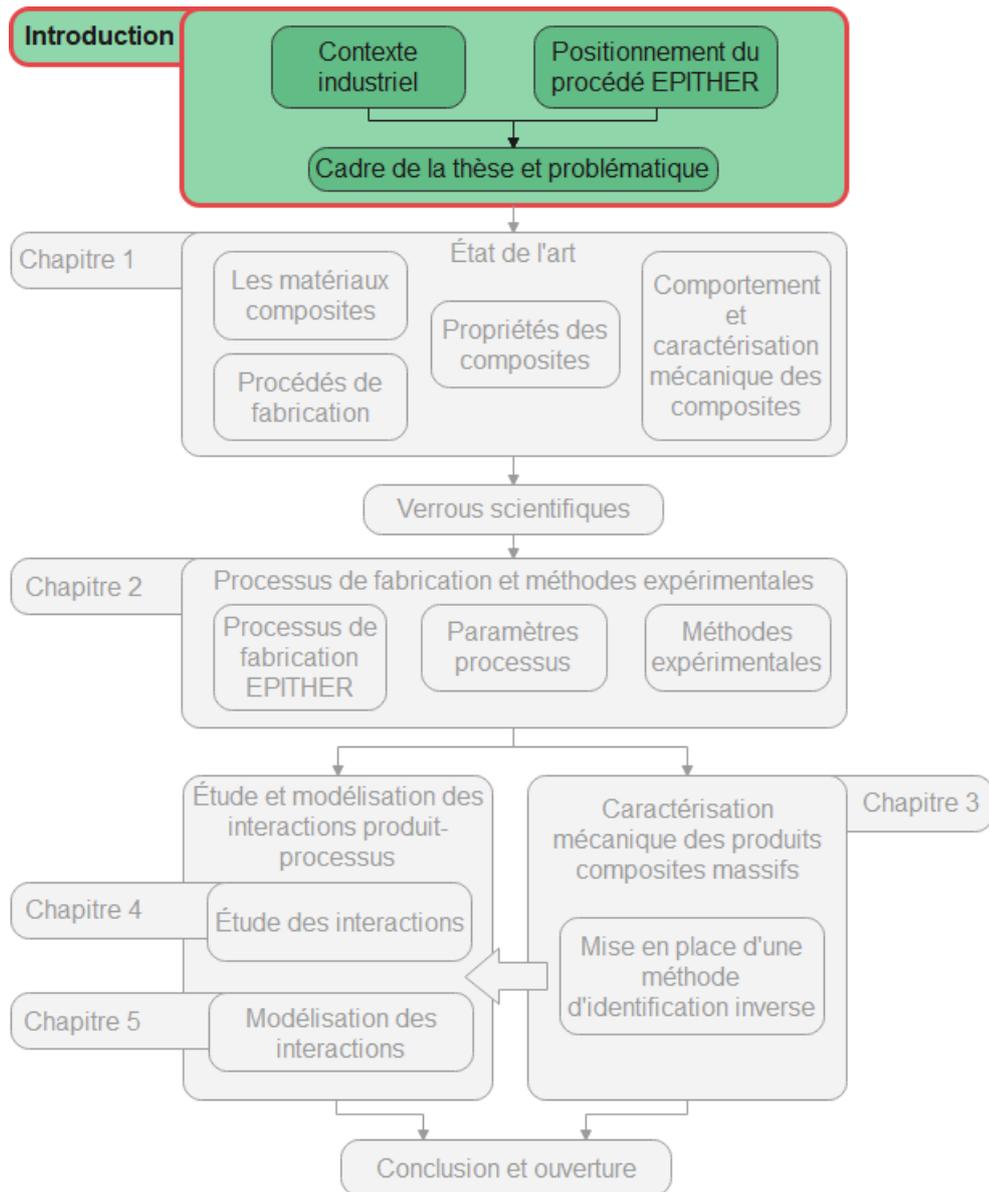
Table des tableaux

Tableau 1 : Caractéristiques des polymères thermodurcissables les plus communs [5].	23
Tableau 2 : Caractéristiques des polymères thermoplastiques [5].	24
Tableau 3 : Caractéristiques des renforts fibreux [7].	26
Tableau 4 : Propriétés de composites à matrice polymère et renforts fibreux [8] et [9].	27
Tableau 5 : Modèles de matériaux et constantes indépendantes	50
Tableau 6 : Contraintes et allongements à rupture pour différents types de chargements. .	51
Tableau 7 : Caractéristiques mécaniques d'un matériau orthotrope. Propriétés T-T : []. [68]	52
Tableau 8 : Procédés d'impression 3D des résines thermoplastiques et thermodurcissables [96].	66
Tableau 9 : Étapes de polissage pour les échantillons composites.	99
Tableau 10 : Conclusions des études de sensibilité numériques pour les différents essais mécaniques testés.	119
Tableau 11 : Description des paramètres de sortie sélectionnés.	121
Tableau 12 : Bilan des incertitudes associées au modèle EF et la mesure expérimentale. ...	125
Tableau 13 : Domaine d'étude pour l'étude de propagation d'incertitudes	127
Tableau 14 : Résultats de l'étude de propagation d'incertitude, les valeurs maximales des incertitudes sont conservées.	128
Tableau 15 : Paramètres d'optimisation utilisés pour l'identification numérique-numérique. a) Domaine de recherche des constantes élastiques et b) Nombre d'échantillons, critère d'arrêt et de convergence.	131
Tableau 16 : Cas testé 1, valeurs de référence et identifiées des paramètres de sortie.	132
Tableau 17 : Valeurs de références et identifiées des constantes élastiques (valeurs de G_{23} calculées à partir de E_2 et ν_{23}).	132
Tableau 18 : Bilan des incertitudes associées à la méthode d'identification inverse (identification numérique-numérique) et à la propagation des incertitudes à travers celle d'identification.	133
Tableau 19 : Résultat d'identification inverse du PEKK/CF fibres continues et courtes et incertitudes. Les valeurs homogénéisées et l'écart entre ces deux données sont également présentés.	140
Tableau 20 : Valeurs de déplacements en [mm] et de déformations en [$\mu\text{m}/\text{m}$] mesurées pour un effort appliqué $F=300\text{N}$.	145
Tableau 21 : Résultat d'identification inverse pour du PEKK/CF fibres continues et courtes, et incertitude associée. Les valeurs homogénéisées et l'écart entre ces deux données sont également présentés.	145
Tableau 22 : Masses et hauteurs des préformes imprimées dans les mêmes conditions de traitement.	154
Tableau 23 : Données relatives à la mise en forme des sept échantillons.	156
Tableau 24 : Résultats du traitement d'image pour les échantillons de parties droites.	159
Tableau 25 : Résultats du traitement d'image pour les échantillons des parties courbées. .	159
Tableau 26 : Masse, évacuation de matière et volume des échantillons après mise en forme et ébavurage.	168
Tableau 27 : Valeurs moyennes et écarts-types par type de pièces relatifs aux résultats du Tableau 26.	168
Tableau 28 : Valeurs moyennes pour l'épaisseur et la largeur des bielles et moyenne des écarts-types déterminée à partir des valeurs mesurées aux huit emplacements considérés.	170

Tableau 29 : Paramètres géométriques, valeurs nominales et moyennes. Écart-types entre les différents échantillons d'un même type.....	171
Tableau 30 : Résultats de traitement d'images des macrographies pour la détermination du taux volumique de fibres et de porosité.	173
Tableau 31 : Valeur moyenne, écart-types entre mesures et entre échantillons relatifs aux résultats présentés en Tableau 30.	173
Tableau 32 : Résultats pour la répétabilité de la méthode de mesure R , pour la variabilité relative au type d'échantillon V_p et pour la variabilité totale V_t	175
Tableau 33 : Variation du TVF, TVP et du TVF hors porosité pour les éprouvettes de différents types.....	176
Tableau 34 : Variations moyennes du TVF, TVP et du TVF hors porosité pour les types d'échantillons.....	177
Tableau 35 : Résultats de caractérisation relatifs aux échantillons de type H.....	178
Tableau 36 : Résultats de caractérisation relatifs aux échantillons de type M.....	178
Tableau 37: Comparaison des résultats des échantillons de type H et M entre eux et avec les valeurs homogénéisées.....	179
Tableau 38 : a) Accessibilité des paramètres procédés et b) Corrélation entre les paramètres procédés.....	186
Tableau 39 : Interactions supposées entre paramètres procédés et produits.....	186
Tableau 40 : Tableau présentant les moyens de mesure envisagés, leur caractère destructif ou non ainsi que l'accessibilité des paramètres d'étude.	189
Tableau 41 : Plan d'expériences obtenu avec un échantillonnage par hypercube latin.	190
Tableau 42 : Différents modèles possibles pour le plan d'expériences mis en œuvre et nombre de constantes associées.	190
Tableau 43 : Principaux paramètres d'impression utilisées pour la réalisation des préformes.....	193
Tableau 44 : Résultats de traitement d'images des micrographies d'échantillons de : a) PEKK/CF fibres continues (voir Figure 33) et b) PEKK/CF fibres courtes (voir Figure 34).	196
Tableau 45 : Résultats du traitement d'images réalisé sur la micrographie décrite en Figure 95 a), avec les valeurs de taux volumique de fibres et de porosité. Le taux de matrice et de fibres hors porosité est déduit des deux premiers paramètres.	199
Tableau 46 : Mesure de la valeur réelle des différents facteurs étudiés. Les valeurs de commande sont rappelées.....	202
Tableau 47 : Écart entre commande et mesure pour les différents essais du plan d'expériences.....	203
Tableau 48 : Données expérimentales pour la masse finale après ébavurage, la perte de matière engendrée par l'ébavurage, le volume et la masse volumique déduite des données précédentes pour les différents essais.....	205
Tableau 49 : Valeurs moyennes et écarts mesurées entre les échantillons de même nature pour la masse finale, la perte de matière et le volume. Le numéro d'essai est indiqué.	206
Tableau 50 : Valeurs de l'épaisseur moyenne h et de la distance entre les deux parties droites des bielles l_1	207
Tableau 51 : Valeurs moyennes et écarts pour l'épaisseur moyenne h et pour la distance entre les parties droites l_1 . L'écart moyen est également détaillé.	208
Tableau 52 : Mesures expérimentales du TVF et du TVP. Les valeurs déduites du TVF hors porosité et de la masse volumique déduite de cette valeur sont décrites.....	209

Tableau 53 : Qualification de la répétabilité relative au TVF, au TVP et au TVF hors porosité.	210
Tableau 54 : Résultats pour le taux massique de fibres, pour l'enthalpie de fusion et pour la fraction cristalline du thermoplastique.	211
Tableau 55 : Qualification de la répétabilité du taux de cristallinité du thermoplastique. ...	212
Tableau 56 : Valeurs moyennes et écarts-types de la limite à rupture en cisaillement F_{sbs} .	213
Tableau 57 : Qualification de répétabilité relative à la limite à rupture en cisaillement F_{sbs} .	214
Tableau 58 : Valeur des modules élastiques E_1 , E_2 et G_{12} caractérisés pour les différents essais du plan d'expériences.	215
Tableau 59 : Qualification de la variabilité associée aux propriétés élastiques E_1 , E_2 et G_{12} mesurées.	216
Tableau 60 : Valeurs mesurées pour le déplacement D , l'angle α , les déformations et les contraintes maximales relevées dans le sens des fibres et dans le sens transverse.	217
Tableau 61 : Qualification de la répétabilité des réponses associées aux contraintes résiduelles.	218
Tableau 62 : Valeur des coefficients de détermination R^2 pour chaque réponse et chaque modèle de régression étudiés. Le nombre de constantes associées aux modèles est rappelé.	222
Tableau 63 : Coefficients des modèles décrivant les interactions entre les quatre facteurs et la masse finale des éprouvettes.	223
Tableau 64 : Coefficients des modèles décrivant les interactions entre l'effort et la température de MEF avec la masse finale des éprouvettes.	224
Tableau 65 : Coefficients des modèles décrivant les interactions entre l'effort et la température de MEF avec la perte de matière par ébavurage en [%].	225
Tableau 66 : Coefficients des modèles décrivant les interactions entre les quatre facteurs et l'épaisseur des éprouvettes.	226
Tableau 67 : Coefficients des modèles décrivant les interactions de F_{Mef} et T_{Mef} avec l'épaisseur des éprouvettes.	226
Tableau 68 : Coefficients des modèles pris en compte pour la description des interactions des facteurs avec le TVP.	228
Tableau 69 : a) Valeur de la masse volumique calculées à partir des mesures de masses et de volume réalisées sur les échantillons et b) Coefficients du modèle D=3 ; I=0 pris en compte pour la description des interactions entre les facteurs et la masse volumique.	231
Tableau 70 : Coefficients du modèle D=3 ; I=0 pris en compte pour la description des interactions entre les facteurs et le module sens fibre E_1 .	233
Tableau 71 : Coefficients du modèle D=1 ; I=2 pris en compte pour la description des interactions entre les facteurs et en a) le module E_2 et en b) le module G_{12} .	234
Tableau 72 : Coefficients du modèle D=3 ; I=0 pris en compte pour la description des interactions entre les facteurs et les déformations résiduelles maximales relevées dans la direction des fibres : $\varepsilon_1 max$.	235

Introduction



A. Contexte

Les enjeux environnementaux sont cruciaux au sein de la société. Le domaine des transports doit relever d'importants défis de réductions des émissions de gaz à effet de serre et de recyclabilité des matériaux. Les solutions sont multiples et l'une est de réduire drastiquement les masses des solutions de mobilités, et des produits en général, dans le but de réduire la matière engagée et l'énergie de production comme celle à l'utilisation. Concrètement, de nombreux pays se sont engagés, à moyen terme et long terme, à réduire de 100% le CO₂ émis sur l'ensemble des activités et en particulier par les voitures particulières et les véhicules utilitaires légers neufs en 2035. Dans la réalisation de pièces structurales, l'utilisation des composites, doit permettre l'allègement des véhicules et contribuer à la réduction des émissions de CO₂, afin d'atteindre les objectifs communément définis pour 2025. D'autres domaines d'application tendent également vers la réduction de la masse des systèmes notamment dans celui du contrôle des systèmes, la réduction de masse et la rigidité des éléments sont des caractéristiques qui permettent un meilleur asservissement d'un système. Pour le cas d'un robot, ces propriétés permettent un gain en vitesse et en justesse de positionnement. Pour répondre à ces besoins spécifiques de rigidité et d'allègement, la réalisation des pièces structurales massives en composite permettant de répondre à des cahiers des charges mécaniques et morphologiques définis. La matrice thermoplastique (TP) dans la réalisation d'un composite s'inscrit dans la nécessité du cycle de vie du produit étant donné ses possibilités de recyclage par refusion. Actuellement peu de processus de mise en œuvre des composites permettent la réalisation de pièces de structure massive dans des conditions de cadence satisfaisante surtout si la matrice du composite est TP. À l'heure actuelle, les applications structurales restent très rares constituant un axe de développement naissant dans le domaine des composites TP à fibres continues [1], [2]. Un premier type de procédés (type CFRT Continuous Fibre Reinforced Thermoplastic) utilisent des fibres continues à rapport de volume de fibres élevé allant jusqu'à 60% du volume dans le but de créer des produits très résistants et rigides ; les cadences de production restent un axe de progrès industriels recherché contrairement aux procédés de type SMC (composé de moulage en feuille) ou BMC (composé de moulage en vrac). Les travaux de recherche contribuent à un procédé innovant relevant les défis suivants : i) la production de pièces intégrant des fibres longues ou continues, une matrice TP, avec des caractéristiques élevées, obtenues à l'aide d'un taux de fibres important et des épaisseurs pouvant être importantes, ii) une cadence de production accrue et iii) des possibilités de recyclage. Le procédé innovant nommé EPITHER, décrit ci-après, a été imaginé et développé pour relever ces défis.

B. Présentation du processus de fabrication

Le processus de fabrication étudié ici est développé par le consortium EPITHER formé des entreprises Setforge Engineering et Amvalor ainsi que du LCFC. Il permet la réalisation de pièces structurales massives en composite à partir de matières premières sous forme de fils comêlés ou de filaments contenant des fibres continues et du TP, pouvant répondre dans certaines conditions aux contraintes des cadences industrielles [3], [4]. L'objectif est la réalisation de pièces structurales massives répondant au cahier des charges suivant :

- Utilisation maximale de l'anisotropie du composite en fonction des cas de chargement.
- Mise en place de propriétés morphologiques complexes (maîtrise de la mise en position des fibres et de leurs déplacements lors du procédé de mise en forme).
- Réalisation de pièces à des cadences de production élevées.

Pour répondre à ce cahier des charges, le processus de fabrication comporte deux à trois étapes de fabrication :

- Mise en place ou préformage de la matière première, fibre/TP, en volume ou en strates, réalisé selon le cahier des charges à l'aide de différents procédés. Cette étape permet de maîtriser et de définir l'orientation de fibres, et donc l'anisotropie du produit « composite ».
- Si nécessaire, pré-consolidation, pour le déplacement de la matière et/ou l'assemblage des strates dans l'outillage de mise en forme.
- Mise en forme de la pièce structurale massive en composite par consolidation complète des fibres dans la matrice TP, suivant un procédé de thermocompression. L'objectif est de consolider la préforme composite sans altérer les fibres et en maîtrisant l'orientation des fibres.

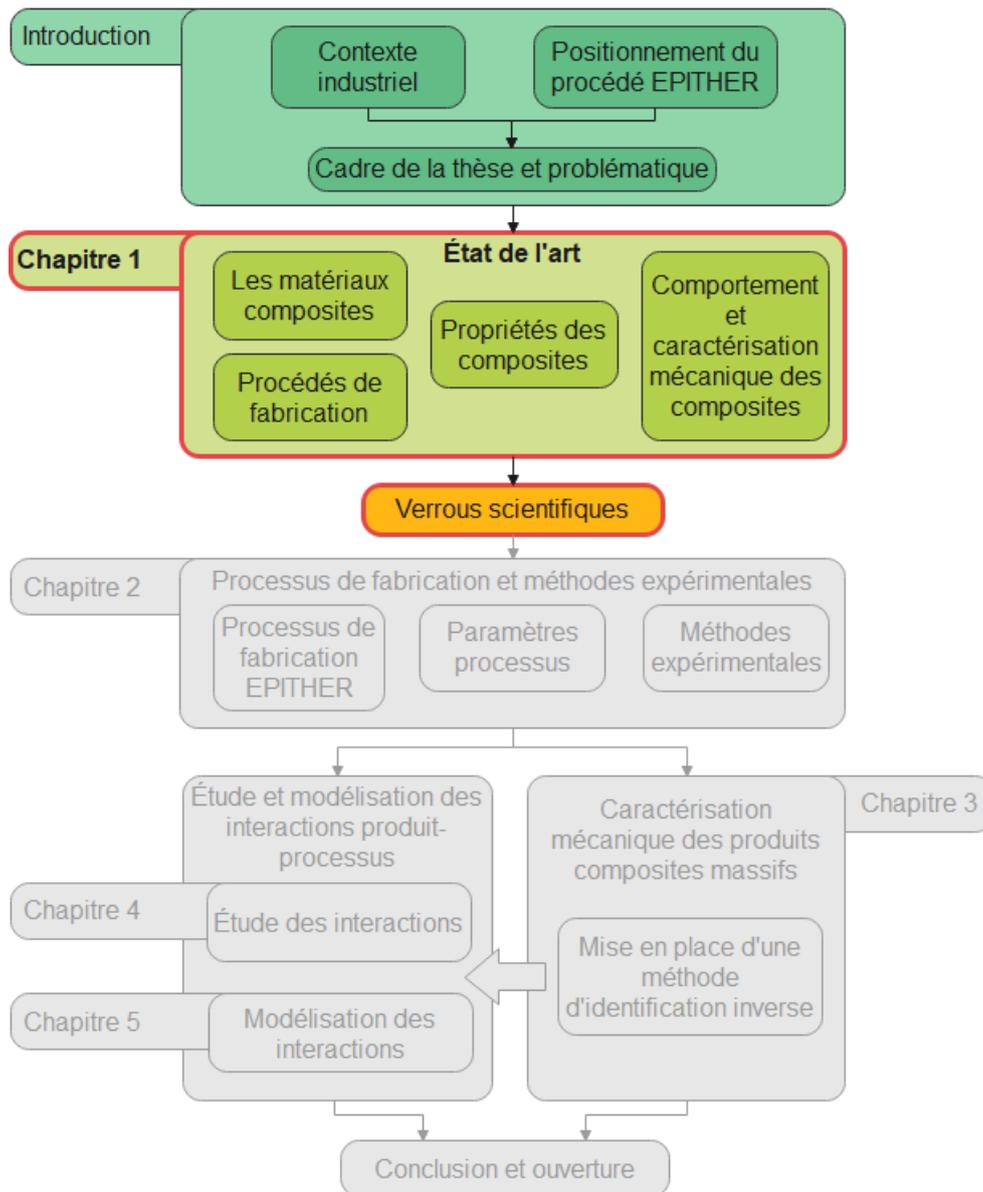
L'originalité du processus de fabrication réside dans la réalisation des préformes selon différentes techniques de préformage et dans l'utilisation d'un procédé de thermocompression qui permet d'obtenir des pièces massives avec un taux volumique de fibres élevé, un faible taux de porosité et une bonne maîtrise dimensionnelle du produit. Il faut également remarquer que les fibres utilisées dans la mise en œuvre du produit sont longues ou continues. Cette dernière caractéristique permet d'augmenter considérablement les propriétés mécaniques du fait de leur nature, mais aussi par la possibilité d'orienter/placer les fibres en fonction des conditions d'emploi du produit. La méthode de thermocompression des composites est la voie de fabrication phare proposée par EPITHER. Ce processus de fabrication utilise essentiellement des produits composites sous forme de filament, voire de rubans (tape) comêlés ou pré-consolidés mais d'autres formats de matières premières peuvent être utilisés. Comme décrit précédemment, plusieurs solutions de préformage des composites existent, avec ou sans consolidation préliminaire ; certaines d'entre elles pourront être étudiées, même si, dans le cadre des travaux de recherche, l'impression 3D a été privilégiée.

C. Cadre de la thèse

Dans le cadre du développement du processus de fabrication EPITHER, cette thèse doit permettre de proposer des réponses pour l'optimisation de la mise en œuvre innovante de formage et de préformage du processus de fabrication EPITHER. La maîtrise du processus vise à terme à la création de la prochaine génération de composites massifs intégrant des fibres continues et une matrice TP. Le gain de maîtrise passe par la compréhension des mécanismes de transformation et d'évolution du composite pendant l'ensemble du processus de fabrication, et du préformage à la mise en forme. Les paramètres procédés intervenant durant les différentes étapes de fabrication du processus peuvent avoir un impact direct sur la santé matière (porosité, taux de fibres, orientation des fibres...) et sur les propriétés matériaux (propriétés élastiques et à rupture) des produits réalisés. Le développement d'un processus de caractérisation de composites massifs issus d'EPITHER est majeur afin de permettre la conception de produits composites innovants. De nombreux indicateurs sont à définir au-delà des propriétés mécaniques tel que la santé matière, le taux de cristallinité, ...

La première section du présent manuscrit de thèse est consacrée à l'établissement d'un état de l'art exhaustif traitant de divers aspects inhérents aux problématiques exposées ici. L'objectif de ce dernier est de fournir les connaissances nécessaires à la compréhension de la matière employée, de ses propriétés, ainsi que des méthodes d'analyse et des procédés de fabrication associés. La description approfondie de ces divers aspects a pour dessein de mettre en lumière les verrous scientifiques et techniques associés à cette problématique. La deuxième partie de ce document se concentre sur la présentation détaillée du processus de fabrication, des paramètres connexes, et des multiples méthodes expérimentales mises en œuvre afin de résoudre les problématiques énoncées. La troisième section est consacrée à la mise en place d'une méthodologie de caractérisation mécanique applicable à l'évaluation des propriétés élastiques d'éprouvettes massives en composites. La quatrième partie se penche sur l'étude des interactions produit-processus de fabrication, spécifiquement dans le contexte de la production d'échantillons composés d'une matrice thermoplastique PA12 et de fibres de carbone continues. Cette étude analyse les relations entre le processus de fabrication et les caractéristiques des produits, en mettant l'accent sur l'analyse de la microstructure, des dimensions, des propriétés mécaniques des échantillons, ainsi que sur l'étude de la répétabilité. La cinquième partie s'attache à l'étude et à la modélisation des interactions produit-processus de fabrication, focalisant ses travaux sur des échantillons en PEKK et fibres de carbone. Les interactions entre quatre paramètres de procédé liés à la thermocompression et des propriétés telles que la microstructure ou les propriétés mécaniques font l'objet d'une analyse approfondie. En conclusion, les principales découvertes issues de ces investigations seront synthétisées, ouvrant ainsi la voie à de possibles axes de recherche futurs.

Chapitre 1 : État de l'art



A. Introduction

Les travaux de recherche menés à travers cette thèse doivent permettre d'identifier expérimentalement et numériquement les paramètres clés des procédés de préformage et de mise en forme des composites massifs. Ils doivent également permettre de donner des éléments de modélisation des interactions entre le processus de fabrication et les produits composites réalisés. Pour atteindre cet objectif, l'état de l'art porte sur la description des aspects suivants :

- Les matériaux composites de manière générale avec les généralités, les types de matrice et de renforts. L'état de l'art se concentre progressivement sur le type de matière étudié dans le cadre de ces travaux : les composites fibreux unidirectionnels à matrice polymère et ses composants.
- Les caractéristiques et les propriétés des matériaux composites unidirectionnels. L'objectif est d'identifier les propriétés ou les paramètres matériaux pouvant être impactés par le processus de fabrication en vue de lier les conditions de fabrication et les caractéristiques des pièces réalisées. Les interactions entre propriétés matériaux et mécaniques sont également décrits.
- Pour compléter les précédents points, quelques méthodes d'analyses des propriétés matériaux sont présentées.
- Le comportement mécanique des matériaux composites. Dans un premier temps, les diverses lois de comportement élastique pour les matériaux (anisotropes, orthotropes, isotropes et isotropes transverses) sont présentées. Dans un second temps, les limites à ruptures sont décrites. Enfin, des définitions complémentaires, ainsi que le principe des effets de taille et d'échelle sont apportées en compléments.
- Une fois les lois de comportement décrites, la description des méthodes de caractérisation mécanique des produits composites est proposée. Cette dernière concerne principalement sur les essais normalisés, les méthodes d'identification inverses et, pour finir, sur les méthodes d'homogénéisation permettant l'estimation des propriétés mécaniques des matériaux composites.
- Enfin, le dernier point présente un aperçu des procédés de fabrication permettant la mise en œuvre des matériaux composites. Les procédés décrits sont scindés en deux catégories principales : les procédés de préformage ou de fabrication additive, et les procédés de mise en forme. L'accent est mis sur les procédés de fabrication permettant la mise en œuvre de composites à matrice TP.

B. Les matériaux composites

i. Définition générale

Un matériau composite est défini comme étant un matériau intégrant au moins deux composants liés entre eux mécaniquement et/ou chimiquement, mais non miscibles. Ce type de matériau consiste en une ou plusieurs phases discontinues, appelées renforts intégrés, dans une phase continue appelée matrice. L'intérêt de ce dernier est l'obtention d'une complémentarité entre les caractéristiques mécaniques, thermiques, chimiques des composants. La réalisation d'un matériau composite permet d'obtenir un matériau ayant des propriétés supérieures à celles de ses composants pris à part. La plupart du temps, les renforts permettent d'assurer la fonction structurelle, la tenue mécanique du composite ; tandis que la matrice transmet les efforts aux renforts et assure la géométrie de la pièce. Du fait des possibilités de couplages très nombreuses, il existe un grand nombre de types et de catégories de matériaux composites. La matrice peut être métallique, polymère ou céramique. Les renforts peuvent être fibreux ou particuliers avec, à nouveau, un grand nombre de fibres et d'adjuvants différents. Les propriétés d'un composite dépendent des propriétés des composants utilisés, de l'interaction, de l'interface entre ces composants, ainsi que de la répartition et de l'orientation des renforts dans la matrice. Comme décrit dans l'introduction, le procédé étudié permet la réalisation de produits composites intégrant une matrice de type TP et des renforts fibreux de type fibres, principalement longues et continues. Le processus de fabrication permet également l'intégration de fibres courtes, d'éléments en TP non chargé ou encore d'inserts métalliques voir même d'éléments fonctionnels. L'intérêt est porté uniquement sur les matrices polymères et aux renforts fibreux pour la suite de ces travaux.

ii. Matrices polymères

Les polymères sont des matériaux constitués de longues chaînes moléculaires. Les matrices polymères sont séparées en deux catégories : les matrices thermodurcissables (TD) telles que les résines époxydes ou polyesters, ainsi que les matrices TP comme le polyéthylène (PE) ou le polypropylène (PP). Différents polymères issus de ces deux catégories de matrices polymères peuvent présenter des caractéristiques assez similaires, notamment en ce qui concerne les caractéristiques mécaniques. Toutefois, la mise en forme de matrices TD nécessitent de recourir à des procédés (RTM, infusion...) différents de ceux utilisés pour la mise en forme de TP (thermocpression, injection plastique...). Le processus EPITHER permet la mise en forme de composites à matrice TP. Les TD ne rentrent donc pas dans les champs de ces travaux. Ces derniers sont décrits pour mettre en évidence les avantages et les inconvénients relatifs à la mise en œuvre et à l'utilisation de ces deux catégories de polymères.

a) Matrices thermodurcissables (TD)

Les polymères TD sont obtenus par polymérisation permettant de passer d'une résine monomère liquide ou semi-liquide à un solide. La réaction de polymérisation est irréversible et le produit fini est infusible. Cet aspect limite grandement les possibilités de recyclage. En plus de cette difficulté, l'une d'elles concernant l'utilisation de ce type de polymère réside dans la durée et les conditions de stockage des prépolymères. Les principaux avantages des TD sont leur bonne résistance aux agressions extérieures et aux températures extrêmes, mais aussi la lenteur de leur vieillissement après mise en œuvre. La polymérisation peut se produire sous l'effet de plusieurs mécanismes :

- Contact avec l'humidité de l'atmosphère ambiante.
- Mélange d'une résine avec un ou plusieurs réactifs.

- Irradiation UV.
- Apport de chaleur et mise sous pression de la résine.

Les deux premiers mécanismes de polymérisation cités ici sont généralement utilisés pour des produits d'usage courant, tels que des colles et des peintures. L'irradiation aux UV est utilisée dans divers procédés, et notamment dans les procédés de fabrication additives utilisant des polymères TD, tels que la stéréolithographie (SLA). Les procédés de type Resin Transfer Moulding (RTM) sont les procédés les plus courants pour la réalisation de pièces structurales. Cela consiste en l'injection sous pression de résine liquide dans un moule chauffé. Ce type de procédé est très répandu du fait de ses cadences de production satisfaisantes et de sa flexibilité. De plus, la grande fluidité des résines TD permet une bonne imprégnation des fibres lors du procédé. Le Tableau 1 présente les caractéristiques de quelques types de résines TD couramment utilisées [5].

Tableau 1 : Caractéristiques des polymères thermodurcissables les plus communs [5].

Polymère	Densité	Résistance à la traction [MPa]	Module de flexion [GPa]	Tenue chaleur en continue [°C]
Polyester	1.2	50 - 60	3	120
Vinylester	1.15	70 - 80	3.5	140
Phénolique	1.2	40 - 50	3	120 - 150
Époxyde	1.1 - 1.4	50 - 90	3	120 - 200

b) Matrices thermoplastiques (TP)

Contrairement aux polymères thermodurcissables, les TP ont la capacité de subir des cycles de fusion et de durcissement un grand nombre de fois, sans que cela conduise à des dégradations importantes de leurs propriétés. Cet aspect les rend plus facilement recyclables par rapport aux thermodurcissables. Toutefois, concernant les composites à matrice TP, la combinaison avec des fibres limite les possibilités de recyclage. Pour les composites, le recyclage nécessite généralement la séparation des fibres et du TP, ou le broyage de celui-ci avant réutilisation de la matière [6]. Cela conduit à une réduction des propriétés mécaniques du matériau. Outre leurs possibilités de recyclage et de refusion, les TP sont généralement appréciés pour leur facilité de mise en œuvre, leur résistance aux agents chimiques et aux chocs. Les conditions de stockage des TP sont également avantageuses en comparaison à celles des TD. La Figure 1 présente la pyramide des thermoplastiques. Cette représentation est utilisée pour représenter les thermoplastiques dans les différentes classes présentées ci-dessous, en prenant en compte la structure du thermoplastique qui est soit amorphe ou semi-cristalline. Plus les thermoplastiques sont hauts dans la pyramide, plus leurs températures de service, et généralement leurs coûts, sont élevés. Les polymères thermoplastiques sont généralement classés en trois catégories d'usage représentées sur la Figure 1. La première catégorie correspond à la base de la pyramide, elle décrit les polymères courants, ou de grande diffusion, qui présentent des caractéristiques mécaniques et thermiques faibles ainsi qu'un coût peu élevé. La deuxième catégorie décrit les thermoplastiques techniques ayant des caractéristiques mécaniques et thermiques plus élevées. Ils sont généralement utilisés pour la réalisation de pièces de structures. Enfin, le sommet de la pyramide décrit les thermoplastiques à hautes performances. Ces derniers ont des caractéristiques mécaniques et une résistance à la chaleur élevée. La pyramide des thermoplastiques met également en évidence les TP qui ont été mis en œuvre dans le cadre du développement du processus EPITHER et des travaux de recherche (en gras sur la figure).

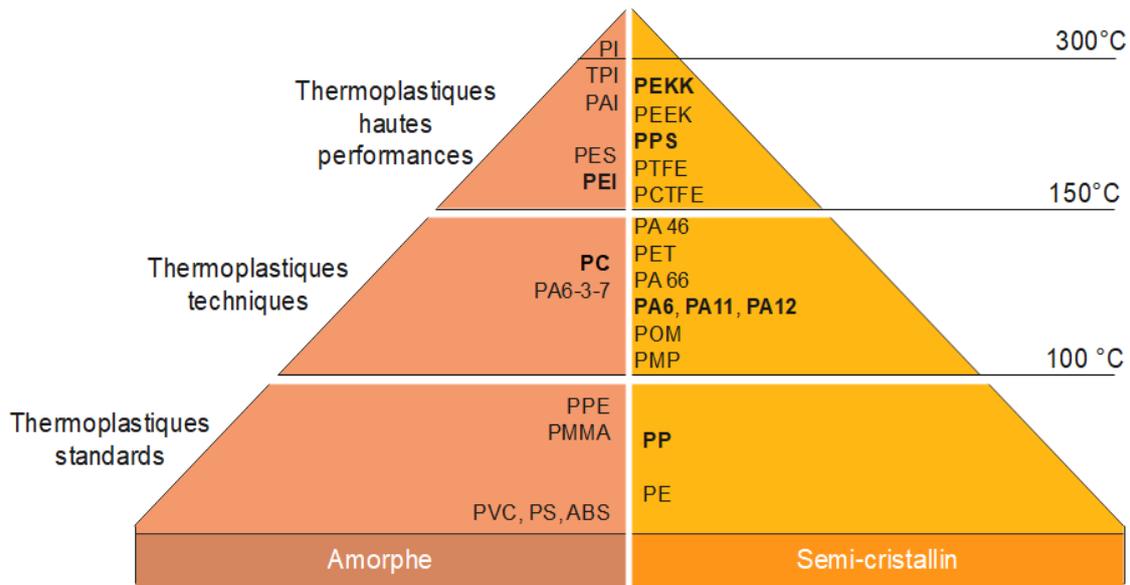


Figure 1 : Pyramide de classification des thermoplastiques.

Le Tableau 2 [5] présente les caractéristiques de quelques polymères thermoplastiques présentés dans la Figure 1. Les propriétés mécaniques et thermiques présentées dans le Tableau 2 illustrent le positionnement dans la pyramide des TP décrits dans la Figure 1.

Tableau 2 : Caractéristiques des polymères thermoplastiques [5].

Polymère	Densité	Résistance à la traction [MPa]	Module de flexion [GPa]	Tenue chaleur en continue [°C]
PP	0,9	20 - 30	1 - 1.6	58 - 115
PC	1,2	60 - 70	2,2 – 2,6	120
PA	1,1	60 - 90	6 – 9	80 - 120
PPS	1,6	75	3,4	220
PEI	1,5	105	3	170
PEEK	1,5	100	3,7	240
PEKK	1,3	100	4	240

Les polymères thermoplastiques sont séparés en deux catégories définies par leur structure moléculaire : les thermoplastiques à structure moléculaire amorphe et à structure semi-cristalline (structure partiellement amorphe et cristalline). Le type de thermoplastique intégré dans un procédé de mise en œuvre des matériaux composites est, en comparaison aux renforts fibreux, le composant ayant le plus d'impact sur la définition des paramètres procédés lors de la mise en œuvre de ce type de matériau. En effet, les paramètres procédés doivent être définis en fonction des propriétés du thermoplastique employé. Voici quelques caractéristiques qu'il peut être intéressant de prendre en compte :

- Structure moléculaire du thermoplastique : semi-cristallin ou amorphe.
- Températures de changement de phase.
- Densité et viscosité.

Une attention particulière est mise sur la structure moléculaire et sur les températures de changement de phases du TP. Ces aspects impactent en particulier la définition des paramètres procédés régissant le cycle thermique subi par la matière durant le procédé. La structure moléculaire impacte les températures de changements de phases à prendre en compte. Par exemple, un

thermoplastique ayant une structure moléculaire amorphe présente uniquement une température de transition vitreuse T_g ; alors qu'un thermoplastique semi-cristallin a une température de transition vitreuse, une température de cristallisation T_c et une température de fusion T_f .

- **Température de fusion T_f**

La température de fusion correspond à la température à laquelle un corps va passer d'un état solide à un état fluide. Cette dernière correspond généralement à un seuil à dépasser pour la mise en œuvre des thermoplastiques semi-cristallins.

- **Température de cristallisation T_c**

La température de cristallisation correspond à la température seuil à laquelle la matière cristallise lors du refroidissement. Pendant le refroidissement de la matière, le passage en-dessous de la température de fusion amorce la solidification de la matière. En-dessous de la température de cristallisation, les chaînes moléculaires commencent à s'ordonner.

- **Température de transition vitreuse T_g**

La température de transition vitreuse T_g décrit la température par laquelle passe un solide (vitreux) pour atteindre un état caoutchouteux. Le phénomène de transition vitreuse est encore peu connu actuellement. Pour le cas des polymères, l'état caoutchouteux est la conséquence d'une possibilité de mouvement entre les chaînes moléculaires des domaines amorphes. Pour un thermoplastique amorphe, du fait de l'absence de phase cristallisée, seule la température de transition vitreuse gère un changement de phase. Au-delà de la T_g , il n'y plus de cohésion dans la matière : le polymère passe progressivement à un état « fondu ». Pour généraliser, la température de transition vitreuse d'un thermoplastique amorphe peut être associée à la température de fusion d'un thermoplastique semi-cristallin par rapport à l'état des molécules et à la définition des paramètres procédés. Pour un thermoplastique semi-cristallin, au-delà de la température de transition vitreuse, le polymère est dans un état intermédiaire entre solide et caoutchouteux en fonction du taux de cristallinité du thermoplastique. Les chaînes moléculaires des domaines cristallins restent immobiles ; alors que dans les domaines amorphes, les chaînes moléculaires peuvent se déplacer.

iii. Renforts fibreux

Maintenant que les différents types de matrices polymères sont connus, il est nécessaire de recentrer l'état de l'art sur la description des différents renforts mis en œuvre dans les matériaux composites. Seuls les renforts de type fibreux sont décrits. Ces derniers peuvent avoir différentes caractéristiques et différents formats. Tout d'abord, en ce qui concerne leurs dimensions, les fibres peuvent être :

- Courtes, présentant des longueurs inférieures à 1mm.
- Longues, pour des longueurs comprises entre 1 et 50mm.
- Continues, pour des longueurs supérieures à 50mm.

Ces différentes dimensions pour les fibres ont également un impact sur les caractéristiques du composite. Pour généraliser, plus les fibres sont longues plus les caractéristiques mécaniques du composite tendent à être élevées. Différents formats existent comme notamment les fibres :

- Orientés, pour les fibres longues et continues sous forme de renforts Unidirectionnels (UD), ou tissés avec des orientations définies.
- Non orientés, sous forme de mats de fibres longues ou courtes.

L'utilisation de fibres orientées permet d'obtenir des caractéristiques mécaniques plus élevées dans la direction des fibres. Pour des fibres UD orientées dans une seule direction, la rigidité dans le sens des fibres, soit la direction d'anisotropie principale, peut être entre 10 à 50 fois supérieure à celle dans la direction transverse aux fibres. Cela n'est pas le cas avec les formats de matériaux intégrant des fibres non orientées. Le composite obtenu avec des fibres courtes non orientées se rapproche d'un matériau isotrope. Les propriétés mécaniques sont tout de même accrues par rapport à une pièce uniquement en thermoplastique. Il existe de nombreux types de fibres utilisés comme renforts dans les matériaux composites. Les plus communes sont :

- Les fibres naturelles, type lin, chanvre, bambou... obtenues à partir de végétaux.
- Les fibres de verre, couramment utilisées dans le secteur de l'automobile grâce à leurs faibles coûts.
- Les fibres à hautes performances, telles que les fibres de carbone (Haute Résistance (HR) ou HM Haut Module (HM)) ou d'aramide.

Le Tableau 3 présente les caractéristiques de quelques types de fibres utilisés pour la réalisation de matériaux composites [7]. Il est intéressant de noter que les valeurs de module d'élasticité et des contraintes à rupture peuvent être très élevées. L'utilisation de ces renforts fibreux implique l'utilisation d'une matrice afin de former un matériau composite. Les caractéristiques mécaniques du composite formé sont inférieures à celles des fibres prises individuellement.

Tableau 3 : Caractéristiques des renforts fibreux [7].

Renforts	Diamètre des fibres [μm]	Densité	Module d'élasticité longitudinal [GPa]	Contrainte de rupture [GPa]
Verre E	16	2,6	74	2,5
Verre R	10	2,5	86	3,2
Carbone HM	6,5	1,8	390	2,5
Carbone HR	7	1,75	230	3,2
Kevlar 49	12	1,45	130	2,9
Bore	100	2,6	400	3,4
Silicate d'alumine	10	2,6	200	3,0

iv. Composites fibreux unidirectionnels

Après avoir décrit les propriétés des matrices polymères et des renforts fibreux, l'analyse se concentre sur la description des caractéristiques et des propriétés des composites. Un accent particulier est mis sur l'étude des composites intégrant des renforts unidirectionnels. Le Tableau 4 présente les propriétés mécaniques de divers matériaux composites à matrice polymère et intégrant des fibres continues. L'orientation des fibres et de l'empilement de strates est détaillée. Il en est de même pour la proportion matrice/fibres, la densité et quelques propriétés élastiques et à rupture. Les propriétés des composites PA12/CF et PEKK/CF sont issues de fiches techniques de fabricants. Les composites Epoxy/GF unidirectionnel et PPS/CF 0°/90° sont décrits respectivement dans les travaux de Icten [8] et Vieille [9].

Tableau 4 : Propriétés de composites à matrice polymère et renforts fibreux [8] et [9].

Matrice	Fibres unidirectionnelles	Taux volumique de fibres [%]	Orientation des fibres et empilement	Masse volumique [g.cm ⁻³]	Module en traction 0° [GPa]	Module en traction 90° [GPa]	Contrainte de rupture en traction 0° [MPa]
PA12	Carbone	60	0°	1,46	133	6,5	1820
PEKK	Carbone	60	0°	1,58	137	/	2350
Epoxy	Verre	65	0°	1,83	40,5	14,0	783
PPS	Carbone	50	0°/90°	1,56	56,5	58,2	/

Comme ce qui a été dit précédemment, l'association d'une matrice et d'un renfort vise à l'obtention d'un matériau présentant des propriétés spécifiques plus importantes. Les données décrites dans le Tableau 4 confirment ce point. Par exemple, le premier composite analysé présente un taux de fibres volumique de 60%, et il est composé de fibres de carbone et d'une matrice en PA12. Ces matériaux présentent respectivement des modules élastiques de l'ordre de 250 GPa et de 1,5 GPa, ainsi que des contraintes à rupture de 2500 MPa et de 40 MPa. L'assemblage de ces deux composants donne un module en traction de 133 GPa ainsi qu'une contrainte à rupture de 1820 MPa dans la direction principale. Cet assemblage permet d'obtenir un entre-deux qui présente des caractéristiques mécaniques spécifiques intéressantes, avec une masse volumique faible par rapport aux métaux et pour un coût raisonnable. Un point particulier est l'impact conséquent de l'orientation des renforts fibreux unidirectionnels sur les propriétés mécaniques du matériau. Pour le cas des composites unidirectionnels, les modules élastiques transverses sont environ 20 fois plus faibles que les modules longitudinaux. La définition de l'orientation des fibres dans une pièce structurale est donc primordiale afin d'exploiter au mieux les propriétés du matériau. En ce qui concerne le PPS/CF 0°/90°, il faut remarquer que les propriétés élastiques transverses sont similaires aux propriétés longitudinales du fait de l'orientation des fibres. Ce type d'orientation 0°/90° conduit à l'obtention d'un matériau qui a des propriétés mécaniques isotropes selon le plan d'orientation des fibres. A noter que concernant les composites unidirectionnels 0°, les propriétés transverses sont majoritairement dominées par les propriétés de la matrice. La Figure 2 présente deux diagrammes d'Ashby montrant le module de Young E [GPa] des matériaux en fonction de leur densité [g.cm⁻³] ainsi que la limite à rupture σ_f [MPa] en fonction de la densité sur une échelle logarithmique [10].

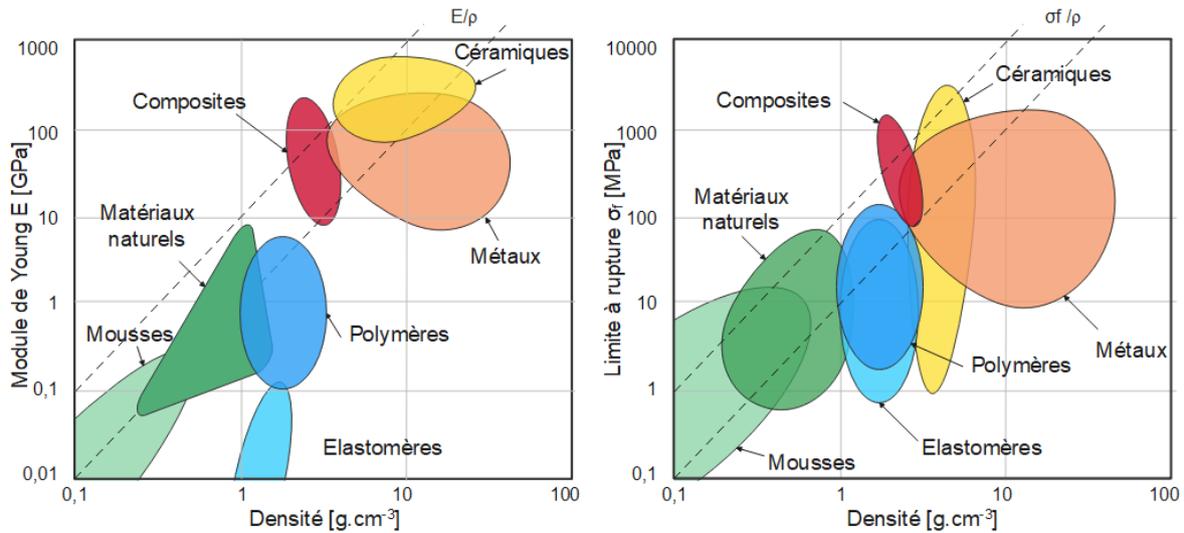


Figure 2 : Diagrammes d'Ashby $E = f(\rho)$ et $\sigma_f = f(\rho)$ pour diverses catégories de matériaux [10].

La Figure 2 montre l'intérêt des composites par rapport à d'autres catégories de matériaux. Sur ces deux diagrammes, des lignes présentent respectivement le rapport du module de Young sur la densité : E/ρ et le rapport de la limite à rupture sur la densité : σ_f/ρ . Ces dernières mettent en évidence les propriétés intéressantes des composites les plus performants par rapport aux autres matériaux, et plus particulièrement par rapport aux métaux. En effet, les résistances et la rigidité spécifique, des composites, rapportées à leur densité sont plus importantes que celles des métaux, ce qui rend ces matériaux composites attrayants dans des applications structurelles. Par exemple, en comparant un acier technique de type 38MnVS6 ($E=210$ GPa, $\sigma_f= 1000$ MPa et $\rho=7,8$ g.cm⁻³) avec un composite très performant comme le PEKK/CF tel que présenté dans le Tableau 4, le rapport E/ρ de ce dernier est 3,3 fois plus important et σ_f/ρ est 11,6 fois plus important par rapport à l'acier considéré. Ces rapports permettent de dire que, à masse équivalente, le PEKK/CF est 11,6 fois plus résistant et 3,3 fois plus rigide que l'acier considéré. Cela témoigne de l'intérêt de cette catégorie de matériaux pour des applications structurelles et, en parallèle, pour l'allègement des systèmes.

C. Propriétés des composites fibreux unidirectionnels

i. Introduction

La partie B de ce chapitre a décrit les caractéristiques générales des matériaux composites à matrice polymère et renfort fibreux. Dans cette partie, l'analyse va se concentrer sur les propriétés matériaux intrinsèques des composites à matrice thermoplastique intégrant des renforts fibreux unidirectionnels. Ces caractéristiques peuvent être impactées par le processus de fabrication. La bibliographie doit permettre d'établir un lien entre les caractéristiques des matériaux et le processus de fabrication. Les propriétés matériaux peuvent également impacter les caractéristiques mécaniques de ceux-ci. L'étude bibliographique a pour objectif de connaître et de comprendre ces interactions.

Les paramètres matériaux des produits ou des échantillons issus du procédé correspondent à ceux décrivant la structure de la matière à l'échelle macroscopique, mésoscopique, et microscopique. En d'autres termes, il s'agit de la santé matière du matériau. Dans le cas présent, les paramètres matériaux décrivent les proportions de chaque composant présent dans le composite, et ils quantifient les porosités présentes dans la matière. L'intérêt va également se porter sur la structure cristalline du thermoplastique, ou encore sur l'orientation des fibres voire des fils ou filaments composites après leur mise en œuvre. Ces différents aspects peuvent être étudiés de manière globale en étudiant des valeurs moyennes, ou de manière plus localisée avec des valeurs locales ou l'étude de gradients. Enfin, l'étude des contraintes résiduelles présentes dans la matière à l'issue de sa mise en œuvre est également une ressource intéressante. Les paramètres décrits dans cette partie sont les principaux paramètres matériaux associés à des échantillons et à des pièces composites à fibre UD et matrice thermoplastique. Afin de résumer les différents aspects abordés, les paramètres matériaux vont être décrits dans l'ordre suivant :

- Proportion des composants et de la porosité : taux volumique de fibres, de matrice et de porosité.
- Taux de cristallinité de la matrice TP.
- Gradients concernant les deux points précédents.
- Orientation des fibres et des filaments composites.
- Contraintes résiduelles.

ii. Proportion des composants

a) Généralités

Comme abordé précédemment, un composite est réalisé par l'association d'une matrice et de renforts. La combinaison de ces deux composants permet d'obtenir un matériau ayant des propriétés qui lui sont propres. Une des caractéristiques qui va impacter de manière significative les propriétés du composite est la proportion des composants. Ces derniers sont la matrice et les renforts fibreux, sachant que la porosité est également prise en compte. L'étude de leurs proportions consiste en la détermination de la quantité de chacun des composants présents dans la matière après mise en forme. Pour définir les proportions des composants, il est possible de définir des taux massiques ou des taux volumiques. L'utilisation des taux volumiques est privilégiée dans le cadre de ces travaux. Le taux volumique de fibres c_f , de matrice c_m et de porosité c_p décrit respectivement la proportion de fibres, de matrice et de porosité mesurée sur un échantillon (équation (1)).

$$c_f + c_m + c_p = 1 \quad (1)$$

Le taux volumique de fibres c_f est généralement donné par le format de la matière première utilisée ; mais il peut toutefois être impacté par le procédé de fabrication.

b) Impact sur les propriétés mécaniques

Le taux volumique de fibres à un impact sur les propriétés mécaniques des produits réalisés. Hou [11] présente une étude liant taux volumique de fibres et propriétés mécaniques pour des éprouvettes obtenues par fabrication additive. Les échantillons sont en CF/PLA et ils présentent des taux volumiques de fibres variant de 6,5% à 50%. Ces éprouvettes sont testées en traction, en compression dans le sens des fibres, en sens transverse, ainsi qu'en cisaillement. Concernant l'augmentation du taux volumique de fibres, les conclusions sont les suivantes. Cela tend à :

- Augmenter la limite à rupture, le module élastique en traction longitudinale (sens des fibres) ainsi que le module élastique en compression longitudinale. Ces résultats sont confirmés pour la traction par Tekinalp [12] sur des éprouvettes en CF/ABS obtenues par fabrication additive, et par moulage par compression.
- Réduire les limites à rupture en compression longitudinale et transverse, en traction transverse et en cisaillement. Cela concerne également les modules en compression et traction transverse et le module en cisaillement.

Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que, plus le taux volumique de fibres augmente, plus les propriétés du composite tendent vers celles des fibres. Sur le même principe, plus le taux de fibres est faible, plus le matériau composite présente des propriétés proches de celles de la matrice utilisée. Ainsi, du fait des propriétés mécaniques généralement meilleures dans le sens des fibres pour les renforts fibreux, en comparaison à celles de la matrice (voir Tableau 2 et Tableau 3), l'augmentation du taux de fibres tend à augmenter les propriétés mécaniques du composite dans cette direction spécifique. Les propriétés dans les directions transverses et en cisaillement tendent, quant à elles, à décroître avec l'augmentation du taux volumique de fibres du fait des faibles propriétés transverses des fibres. L'augmentation des propriétés mécaniques dans le sens des fibres présente toutefois une limite : au-delà d'une certaine valeur du taux volumique de fibre, les propriétés mécaniques chutent. Motahhari [13] décrit ce phénomène et l'explique par le fait que, au-delà d'une valeur de 70%_v de fibres, la proportion de matrice est insuffisante pour garantir la transmission des efforts aux renforts fibreux, ce qui peut conduire à une réduction des caractéristiques mécaniques telles que les limites à rupture et les propriétés élastiques.

iii. Porosité

a) Définition

La porosité dans la matière correspond à l'ensemble des pores présents dans la matière. Cette caractéristique correspond au volume des pores ou des vides rapportés au volume total du milieu considéré. La plupart des matériaux sont poreux dans une certaine mesure, et les matériaux composites ne font pas exception. Les porosités peuvent être classées selon la description de Schoeller [14] selon trois catégories de tailles :

- Les microporosités : rayon inférieur à 0,1 μ m.
- Les mésoporosités : rayon compris entre 0,1 et 2500 μ m.
- Les macroporosités : rayon supérieur à 2500 μ m.

Dans le cadre de ces travaux, l'attention porte en particulier sur l'étude des mésoporosités. Il s'agit de la classe de porosités la plus rencontrée dans les composites. La Figure 3 a) présente une

micrographie mettant en évidence des porosités présentes dans une préforme composite PEKK/CF imprimée. Une mésoporosité est présente à la jonction entre deux déposes de filaments. D'autres mésoporosités de plus petites tailles sont également visibles à l'intérieur des torons composites. La Figure 3 b) présente une micrographie d'une section de pièce intégrant la même matière et qui consiste en la thermocompression d'une préforme de même type que celle décrite en a). Ces micrographies ont été réalisées dans le cadre de ces travaux.

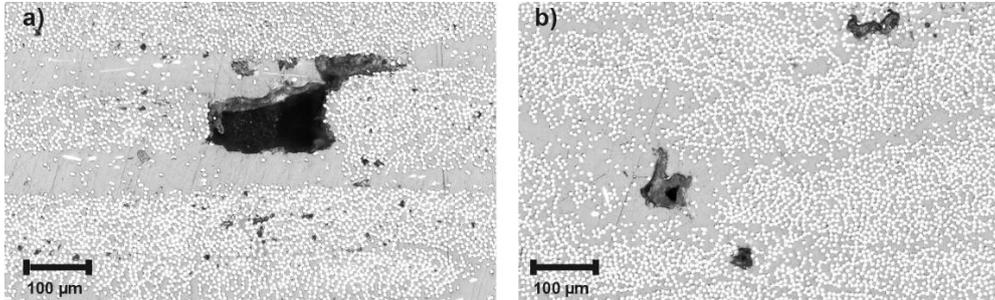


Figure 3 : Observation de différentes tailles de porosité. Les micrographies sont réalisées dans le cadre de ces travaux, elles représentent en a) une préforme imprimée en PEKK/CF et b) une pièce réalisée via thermocompression d'une préforme de même type que celle présentée en a).

b) Formation de la porosité

La formation de la porosité dans les polymères ou les composites peut avoir plusieurs causes. Les deux principales sont les causes mécaniques et les causes thermodynamiques. Les secondes sont liées à la formation de bulles de vapeur dans la matière. Dans le cas des polymères, la formation de bulles de vapeur peut avoir lieu. Ces bulles d'air peuvent être la conséquence de divers facteurs [15] : la dépression ayant lieu lors de la polymérisation, l'augmentation de la température de la matière ou encore l'application d'une dépression. De plus, Wood [16] montre que la présence d'eau, de gaz ou de résidus de solvants dans la matière peuvent conduire à la formation de porosités. Pour le cas de la mise en œuvre de composites à matrice thermoplastique, les causes mécaniques sont toutefois dominantes par rapport aux causes thermodynamiques. Les causes mécaniques de formation de la porosité proviennent de l'emprisonnement d'air lors de la mise en œuvre de la matière. Suivant le procédé de fabrication ou de mise en œuvre considéré, diverses causes mécaniques de l'emprisonnement d'air dans la matière peuvent être observées. La mise en œuvre des composites est souvent réalisée par stratification. Cela rend ce type de matériaux propice à la formation de porosités créées par emprisonnement d'air entre les strates. Zou [17] décrit dans ses travaux les phénomènes conduisant à la présence de porosité dans des pièces imprimées en 3D en PLA et fibre d'aramide (AF). Le premier d'entre eux est la présence de porosité dans les filaments utilisés qui est liée au procédé de fabrication des filaments. Ce procédé de fabrication consiste principalement en l'assemblage des fibres et de la matrice. Le second phénomène est associé au procédé de d'impression 3D en tant que tel, et notamment aux trajectoires de dépose. L'espacement entre les déposes et la stratification induit généralement la formation de porosités entre les filaments déposés ou, selon l'épaisseur, entre les strates. Un autre exemple de causes mécaniques à la formation de porosités est présenté dans les travaux de Bréard [18]. Cet aspect est détaillé en Figure 4 et décrit la formation de porosités pour le cas de l'imprégnation de renforts fibreux.

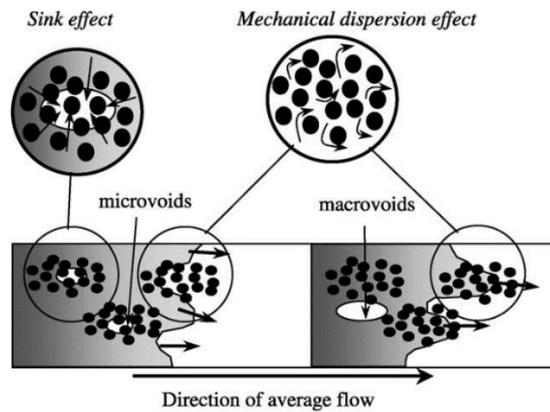


Figure 4 : Mécanismes de formation de la porosité lors de l'imprégnation de renforts fibreux [18].

c) Impact de la porosité sur les propriétés mécaniques

Le taux volumique de porosité a été défini précédemment, c_p , il correspond à la proportion du volume de matière occupé par la porosité. Ce paramètre peut avoir un impact sur les propriétés mécaniques du produit réalisé. Ashir [19] présente les résultats d'essais de traction, de flexion et de cisaillement sur des éprouvettes composites présentant des taux volumiques de porosités compris entre des valeurs proches de 0% et de 6%. Pour l'ensemble des sollicitations testées, plus le taux volumique de porosité augmente, plus les limites à rupture obtenues sont faibles. Hoang [20] présente une étude numérique et expérimentale de l'impact du taux volumique de la porosité sur les modules élastiques de matériaux composites. Les résultats obtenus décrivent dans l'ensemble une réduction des valeurs obtenues en fonction du taux volumique de porosité. Pour compléter ces résultats, Siver [21] montre qu'en dessous de 2,25 % de porosité, la résistance des pièces n'est pas affectée. En dehors de ce cas, la résistance à rupture diminue linéairement jusqu'à 40 % pour les échantillons à forte porosité. Mehdikhani [22] présente un article de revue décrivant la formation de la porosité, ses caractéristiques ainsi que ses effets sur les propriétés mécaniques. D'autres paramètres associés aux porosités tels que leurs géométries et leurs dimensions peuvent être prises en compte, ils peuvent impacter les propriétés des pièces réalisées. Huang [20] décrit également une étude expérimentale et numérique de l'impact de la taille, de la forme et de la distribution spatiale des vides sur les propriétés élastiques des composites UD. Il conclut que l'augmentation de la taille et du contenu des porosités tend à réduire les propriétés élastiques. Pour résumer l'impact de ces paramètres sur les propriétés mécaniques, l'augmentation du taux volumique de porosité tend généralement à réduire les propriétés mécaniques des produits obtenus. Il existe des travaux antérieurs portant sur l'étude de l'impact du processus de fabrication EPITHER sur le taux de porosité [2], [42]. Dans le cadre de ces travaux, le processus vise avec son procédé de thermocompression, à consolider et ainsi à réduire au minimum le taux volumique de porosité des produits réalisés. Pour rappel, les préformes imprimées présentent des taux de porosité de l'ordre de 7 à 20%. Selon les paramètres de mise en forme utilisés, les pièces finales peuvent présenter un taux volumique de porosités inférieurs à 1%.

iv. Cristallinité du thermoplastique

a) Définition

Comme dit précédemment, les thermoplastiques peuvent être de deux types différents : amorphe ou semi-cristallin. Cette différence de structure moléculaire a un impact sur les propriétés du composite et est importante pour la définition des paramètres procédés. La différence entre des TP semi-cristallins et les amorphes réside dans leur structure moléculaire. En effet, les TP amorphes sont constitués de chaînes moléculaires non ordonnées sous forme amorphe uniquement ; alors que les

thermoplastiques semi-cristallins présentent des phases amorphes et cristallines. Ces dernières sont formées par des chaînes moléculaires organisées sous forme de cristaux. La Figure 5 a) [25] présente un schéma montrant la structure d'un thermoplastique semi-cristallin, avec la mise en évidence des zones cristallines, des zones amorphes et des molécules faisant la liaison entre les zones cristallines. La Figure 5 b) [26] présente une micrographie mettant en évidence des phases cristallines dans un composite à matrice PP et fibres PVA (Alcool polyvinylique). Dans cette dernière figure, il est intéressant de constater que le thermoplastique cristallise autour d'une fibre. Il s'agit d'un phénomène de trans-cristallisation pouvant avoir lieu entre la matrice et les renforts. Un autre point à noter est la forme particulière des cristaux. Dans le cas décrits les cristaux s'alignent autour d'un axe, formant des formes circulaires appelées sphérolites.

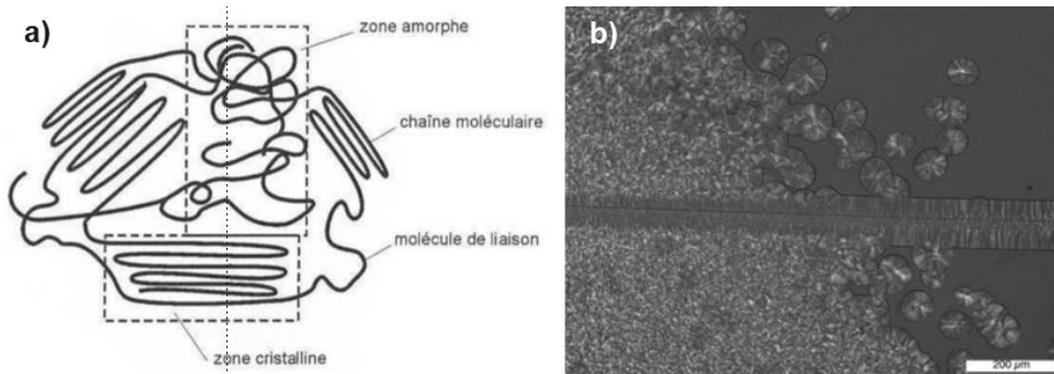


Figure 5 : a) Schéma décrivant les phases cristallines et amorphes dans un thermoplastique semi-cristallin [25] et b) Micrographie de la structure cristalline d'un composite PP/PVA [26].

b) Taux de cristallinité

Le taux de cristallinité définit pour les thermoplastiques semi-cristallins la proportion de matière sous forme cristalline. Ce paramètre est à prendre en compte uniquement pour l'utilisation de composites intégrant des thermoplastiques semi-cristallins. Pour rappel, les thermoplastiques tels que le PEEK, le PEKK ou le PA12 sont semi-cristallins. Les thermoplastiques ayant une structure moléculaire purement amorphe, ne sont pas concernés. Pour identifier la valeur du taux de cristallinité, plusieurs méthodes existent. La DSC permet de le déterminer par l'intermédiaire de la mesure de l'enthalpie de fusion d'un échantillon [27]. La valeur mesurée est ensuite comparée avec des valeurs issues de la littérature correspondant à l'enthalpie de fusion du matériau purement cristallin. Cette méthode sera décrite plus en détail dans le second chapitre. L'étude de la masse volumique des échantillons est également une solution possible. En effet, les phases amorphes et celles cristallines ne possèdent pas la même densité. Ainsi, en connaissant la masse volumique d'une des deux phases et celle de l'échantillon testé, il est possible d'identifier le taux de cristallinité de l'échantillon avec les équations suivantes :

$$v_c \cdot \rho_c + v_a \cdot \rho_a = \rho_e \quad (2)$$

On a :

$$v_c = 1 - v_a \quad (3)$$

On peut écrire :

$$v_c = \frac{\rho_a - \rho_e}{\rho_c - \rho_e} \quad (4)$$

Avec ρ_c et ρ_a , respectivement la masse volumique de la phase cristalline et celle de la phase amorphe. ρ_e décrit la masse volumique de l'échantillon, v_a le taux de phase amorphe et v_c le taux de cristallinité (pouvant être noté χ) ou le taux de phase cristalline. D'autres méthodes de mesure utilisant

la diffraction des rayons X, la spectroscopie infrarouge ou encore la résonance magnétique nucléaire (RMN), permettent également d'identifier cette propriété du thermoplastique. Doumeng [28] présente une étude comparative entre quatre méthodes d'identification du taux de cristallinité appliquées à du PEEK. La cristallisation du thermoplastique est fortement impactée par le cycle thermique subit par la matière, et plus particulièrement lors du refroidissement du thermoplastique après sa mise en œuvre. Nguyen [29] décrit dans sa thèse la cristallisation des thermoplastiques, ainsi que les paramètres opératoires impactant la cristallisation. Par exemple, plus la vitesse de refroidissement de la matière est faible après mise en œuvre, plus les molécules ont le temps de réaliser des édifices cristallins. À l'inverse, un refroidissement très rapide, tel qu'une trempe, peut conduire à l'obtention d'un taux de cristallinité très faible, voire nul.

c) Impact sur les propriétés mécaniques

Le taux de cristallinité de la matrice thermoplastique peut avoir un impact sur les propriétés mécaniques du polymère, et par conséquent, sur les propriétés mécaniques du composite intégrant ce polymère thermoplastique. Talbott [30] a étudié les propriétés mécaniques d'échantillons en PEEK présentant un taux de cristallinité variant de 15 à 40%. L'augmentation du taux de cristallinité conduit à une augmentation des propriétés élastiques et des propriétés à rupture du thermoplastique en traction et en cisaillement. La répercussion de l'augmentation des propriétés du thermoplastique sur les propriétés du composite est confirmée par Batista [31] avec une étude de l'impact du taux de cristallinité sur les propriétés mécaniques d'échantillons en CF/PPS. Il conclut que l'augmentation du taux de cristallinité conduit à une augmentation du module d'élasticité et de la résistance au cisaillement interlaminaire. Ce dernier point témoigne d'une amélioration de l'interface fibre/matrice liée à l'augmentation du taux de cristallinité.

v. Gradients

a) Introduction

Certaines des propriétés relatives à la matière qui ont été décrites précédemment peuvent présenter des variations locales : il s'agit alors de gradients. Par rapport à la problématique de ces travaux, ces variations peuvent s'appliquer au taux volumique de fibres, de porosité, ainsi qu'au taux de cristallinité de la matrice thermoplastique. Ces gradients définissent ainsi des variations locales du taux volumique de fibre, de porosité ou du taux de cristallinité du thermoplastique. L'étude de ces gradients est nécessaire car cela permet de déterminer dans quelle mesure le matériau peut être considéré comme homogène après sa mise en œuvre. Au vu de l'impact de ces caractéristiques matériaux sur les propriétés mécaniques des échantillons, la présence de gradients implique des variations locales des propriétés mécaniques intrinsèques du composite.

b) Taux de fibres et de porosité

Les gradients associés aux taux de fibres et de porosité correspondent aux variations locales du taux de fibres et de porosité. Ils peuvent être la cause de divers aspects, dans le cas du procédé de thermocompression : des déplacements de matière peuvent survenir lors de la mise en forme. Aussi, l'évacuation de la matière associée à la formation d'une bavure peut être composée en majorité de matrice ce qui conduit à l'augmentation du taux de fibres global dans le produit, et localement, au niveau des zones de formation des bavures [2]. Les gradients du taux de fibres ou de porosité peuvent donner des indications à propos d'une éventuelle répartition non homogène de la pression et/ou de la température appliquée lors de la mise en forme. Des variations locales de ces paramètres procédés peuvent impacter l'état de la matière, et ainsi favoriser ou non, l'évacuation de la porosité ou encore

les déplacements de matière. La Figure 6 a) présente une macrographie d'un échantillon issu du processus de fabrication étudié. Il s'agit d'un composite PA12/ fibres de carbone continues. La Figure 6 b) montre une micrographie issue de ce même échantillon. En Figure 6 c), Friedrich [32] présente un schéma décrivant la microstructure caractéristique des composites renforcés avec des fibres continues orientées.

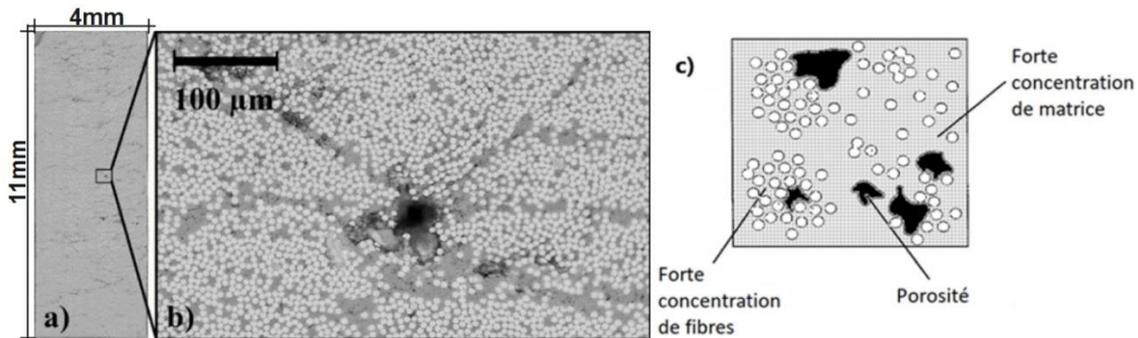


Figure 6 : a) Macrographie d'une section d'échantillon issue du processus de fabrication (PA12/CF Continues), b) Micrographie du même échantillon [33], c) Schématisation des défauts de microstructure caractéristiques d'un composite renforcé avec des fibres continues orientées [32].

La Figure 6 c) montre les composants et certains défauts de microstructure pouvant être observés dans les matériaux composites. Le plan d'observation est perpendiculaire à l'orientation des fibres. La matrice thermoplastique est présentée en gris, les fibres longues ou continues en blanc et la porosité en noir. Ce schéma met en évidence la présence possible de zones à forte concentration de fibres et des zones à forte concentration de matrice. L'ensemble des éléments décrits sur le schéma sont observables sur la Figure 6 b). Ces variations locales du rapport fibres/matrice constituent des gradients du taux de fibres et de matrice. Bever [34] décrit différents gradients pouvant être aperçus dans les matériaux composites, ainsi que leurs conséquences sur les propriétés des échantillons. Il cite également des applications fonctionnelles distinctes, liées à l'utilisation de gradients dans les pièces. Des travaux antérieurs effectués au LCFC portent sur l'étude des gradients du taux volumique de fibres notamment dans le cadre de la thèse rédigée par Mayer [2] avec une étude des gradients du taux volumique de fibres dans des pièces obtenues par enroulement filamentaire et par thermocompression.

c) Cristallinité du thermoplastique

Outre les variations locales de taux de fibres et de matrice, d'autres gradients peuvent exister comme des variations locales de la cristallinité du thermoplastique. Bever [35] détaille les différents gradients pouvant être observés dans les polymères, et plus particulièrement les gradients de taux de cristallinité dans les TP. Ces derniers décrivent des variations locales du taux de cristallinité de la matrice thermoplastique. Comme dit précédemment dans l'état de l'art, la cristallisation des thermoplastiques est impactée par la vitesse de refroidissement de la matière lors de sa mise en œuvre. Le procédé de fabrication peut ainsi induire des gradients du taux de cristallinité en raison de variations locales de la vitesse de refroidissement. Hosseini [36] étudie les variations du taux de cristallinité présent dans des échantillons en CF/PA12 obtenus avec un procédé de Laser-Assisted Tape Winding (LATW). La dépose successive des rubans composites lors du procédé implique plusieurs chauffes successives de la matière, ce qui conduit à un cycle thermique non homogène, et par conséquent, à des gradients du taux de cristallinité. Parlevliet [37] présente des conclusions similaires concernant des échantillons massifs en CF/PPS obtenus par thermocompression. Des variations du taux de cristallinité sont observées entre le cœur et la peau des pièces du fait d'un refroidissement

hétérogène de la matière. Cette problématique est d'avantage marquée pour la mise en œuvre de pièces massives en composite.

vi. Orientation des fibres

a) Généralités

Lors de la phase de conception d'un produit en composite, l'orientation des fibres est définie. Il s'agit alors d'orientation initiale ou nominale. Toutefois, des défauts d'orientation de fibres peuvent être observés et ils sont généralement la conséquence du procédé de fabrication. En Figure 7 a), Parlevliet [38] met en évidence la présence d'ondulations de fibres dans un composite PPS/CF UD. Il attribue la formation de ces dernières aux contraintes résiduelles formées lors du refroidissement de la matière. La Figure 7 b) [34] présente des défauts d'orientation caractéristiques pouvant être distingués dans des composites UD. Ces défauts peuvent être des désorientations ou des ondulations de fibres.

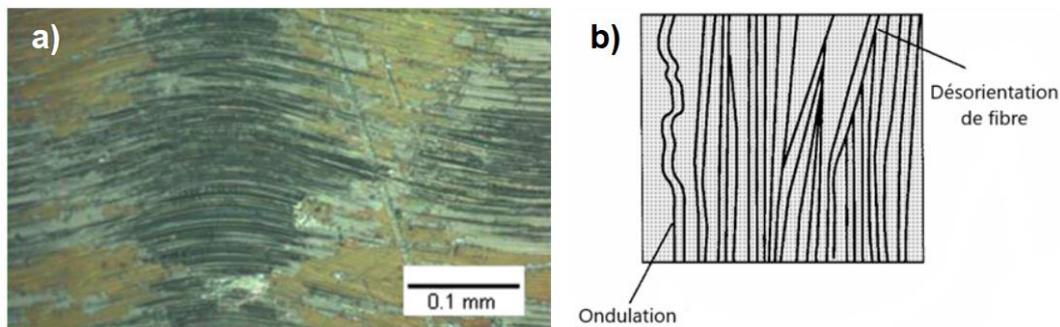


Figure 7 : a) Micrographie montrant des ondulations de fibres dans un composite PPS/CF UD (liées à des contraintes résiduelles) [38] et b). Défauts d'orientations des fibres caractéristiques des composites fibreux UD [34].

b) Impact du processus de fabrication

Kluger et Moon [39] présentent une étude qui vise à déterminer les paramètres procédés impactant de manière significative l'orientation des fibres dans des plaques fines en PPS/CF UD. Les paramètres étudiés sont : la température de mise en forme, le temps de maintien en effort, la pression de mise en forme, la longueur, la largeur et l'épaisseur de la plaque, ainsi que la matière de l'outillage en contact avec la matière. Les trois qui ont un impact manifeste sur la formation des ondulations de fibres sont : la longueur, la vitesse de refroidissement et la matière de l'outillage. De plus, cette étude permet de conclure que le facteur dominant dans la formation d'ondulations est la différence de coefficient de dilatation thermique entre la matière mise en œuvre et la matière de l'outillage. Les gradients thermiques selon l'épaisseur des échantillons peuvent également induire des ondulations par l'intermédiaire de la formation de contraintes résiduelles. Ce phénomène est décrit en détail par laconis [40]. Dans le cas du processus de fabrication étudié, des défauts d'orientation de fibres ont pu être observés dans les produits associés aux diverses étapes de fabrication :

- **Matière première** : Pour les filaments et fils composites, des désorientations de fibres ou des défauts peuvent être présents directement dans la matière première.
- **Préforme composite** : Le système d'impression 3D peut induire des défauts d'orientation lors de l'impression. Oromiehie [41] expose une étude des défauts de dépose associés au procédé de fabrication additive : Automated Fibre Placement (AFP). Cette technique est détaillée par la suite, elle consiste en la dépose de rubans composite UD. Elle présente des points communs avec les systèmes d'impression 3D utilisés dans cette thèse.

- **Pièce mise en forme** : Tout comme le procédé de préformage, celui de thermocompression peut induire des défauts d'orientation de fibres par les déplacements de matière intervenant lors de la consolidation. Belnoue [42] présente une étude expérimentale et numérique visant à comprendre la formation de défauts d'orientation lors de la mise en forme des composites UD à matrice thermoplastique.

c) Impacts sur les propriétés mécaniques

Ces défauts peuvent avoir un impact sur les propriétés mécaniques des produits réalisés. Piggott [43] présente un article de revue décrivant l'impact des ondulations de fibres sur les propriétés mécaniques des composites. Il détaille également l'influence des désorientations de fibres sur les limites à rupture en compression d'un composite PEEK/CF UD. Fedulov [44] montre une étude numérique des conséquences de différents défauts sur la limite à rupture en traction et compression de stratifiés composites UD présentant différents empilements. Les défauts pris en compte sont les suivants : les désorientations de fibres, les désorientations des bandes de ruban composite et la présence d'ondulations. Voici les conclusions de cette étude : les ondulations et les désorientations de fibres affectent principalement la résistance en compression des stratifiés. En ce qui concerne les propriétés à rupture, les désorientations des rubans composites affectent l'ensemble des limites à ruptures et des constantes élastiques associées au matériau.

vii. Contraintes résiduelles

a) Causes des contraintes résiduelles

Une des problématiques associées à la mise en œuvre des matériaux composites est la formation de contraintes résiduelles (CR). Celles-ci peuvent avoir des effets néfastes sur les caractéristiques des produits réalisés. La compréhension des phénomènes conduisant à la formation de CR est un point important pour la maîtrise du processus de fabrication. Dans le cas de celui étudié, ces manifestations peuvent survenir aussi bien dans l'étape de préformage (pour le cas de l'impression 3D) que lors de la mise en forme. Le réglage des paramètres opératoires et la conception des moyens de production doivent prendre en compte ces singularités. Tout d'abord, il est intéressant de se pencher sur l'origine des CR. Leur impact sur les propriétés matériaux et mécaniques du composite est abordé par la suite. Parlevliet [45] présente une revue scientifique portant sur la formation de contraintes résiduelles dans les composites à matrice thermoplastique. Les trois origines principales sont :

- Les contraintes liées à l'écoulement de la matière lors du remplissage et lors du compactage. Des contraintes liées à l'écoulement peuvent être figées dans la matière à cause du caractère viscoélastique de la matrice.
- Les contraintes liées au refroidissement hétérogène. Il s'agit de contraintes thermiques. Ces dernières se forment lorsque la matière refroidit de manière hétérogène, formant ainsi des retraits différentiels. Ce phénomène est généralement plus marqué pour les thermoplastiques semi-cristallins du fait de coefficients de dilatation thermique (CDT) généralement plus importants [46].
- L'anisotropie du matériau. Les charges ou les renforts fibreux tendent généralement à réduire le CDT du composite. Toutefois, des variations de propriétés matériaux dans un produit peuvent induire des CR, voire des déformations, par les retraits différentiels liés à des variations de CDT. Les différences de CDT entre les fibres et la matrice peuvent également créer des CR, localement, au contact de ces deux composants.

Concernant la mise en forme des composites fibres à matrice thermoplastique, diverses études décrivent l'impact du procédé sur les CR. Wijskamp [47] résume dans ses travaux et à travers le diagramme illustré en Figure 8, les liens entre le procédé et les propriétés du produit, ainsi que la formation de CR et les déformations associées. La nature du TP mis en œuvre est un point à prendre en compte dans la définition des paramètres opératoires. Les TP amorphes et semi-cristallins sont soumis à des problématiques différentes. Par exemple en ce qui concerne le cycle thermique, Nielsen [48] a mis en évidence dans ses travaux que le cycle de thermique optimal pour un TP semi-cristallin, afin de limiter la formation de CR, passe par l'application d'une vitesse de refroidissement élevée entre la température de fusion T_f et de cristallisation T_c , puis d'une vitesse faible jusqu'à la température de transition vitreuse T_g . En ce qui concerne les TP amorphes, Sendekyj [49] montre dans ses travaux que la température de refroidissement a peu d'impact sur la formation de CR. Ainsi, pour limiter ces dernières, une vitesse de refroidissement faible peut être appliquée afin de limiter au maximum les gradients thermiques.

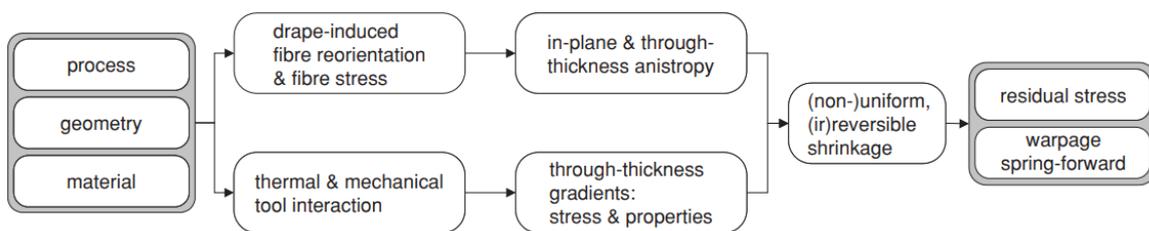


Figure 8 : Diagramme décrivant l'interaction entre le procédé de fabrication, la géométrie, le matériau du produit, la formation de contraintes résiduelles et les déformations associées [47].

b) Conséquences des contraintes résiduelles

Les phénomènes conduisant à la formation de contraintes résiduelles sont désormais connus ; leurs conséquences sur les propriétés des produits vont maintenant être abordées. Parlevliet [38] présente également une revue scientifique portant sur les conséquences des CR sur les propriétés des produits réalisés. Les conséquences des contraintes résiduelles sur les caractéristiques de la matière sont multiples et elles peuvent intervenir à différentes échelles du produit composite. Il s'agit de :

- Défauts d'orientation des fibres, plus particulièrement des ondulations de fibres. Ces dernières se créent lorsque les CR appliquent des efforts axiaux sur les fibres, et que la matrice n'est pas en mesure de fournir un support transversal aux fibres. L'impact des ondulations ou des désorientations de fibres sur les propriétés mécaniques des produits a été présenté précédemment. La Figure 7 affiche un aperçu d'ondulations de fibres liées aux CR [38]. Les conséquences des désorientations et des ondulations de fibres sur les propriétés mécaniques de la matière ont été détaillées précédemment.
- Ruptures, microfissuration de la matrice ou de la délamination. La Figure 9 a) [38] représente une micrographie montrant des micro-fractures liées aux CR dans un stratifié PEI/CF (0°/90°/0°). Nairn [50] relie la formation de micro-fractures dans la matrice du composite aux CR formées par des retraits différentiels et liées aux différences de rigidité des diverses strates composites. L'impact des micro-fractures ou du délaminage sur les propriétés mécaniques du composite est très varié ; seul un aperçu va être décrit ici.
- Déformations des pièces. Les CR présentes dans les pièces peuvent induire des déformations pouvant être conséquentes suivant les propriétés et la géométrie des pièces. Wijskamp [47] développe en détail cet aspect. La Figure 9 b) [38] illustre également cette caractéristique et montre une plaque composite en PEI/GF qui s'est déformée à cause de CR liées à un retrait différentiel. Ce dernier est causé par un refroidissement non

homogène de la matière. La principale problématique liée à la déformation et au gauchissement des pièces réalisées est la non-conformité géométrique du produit.

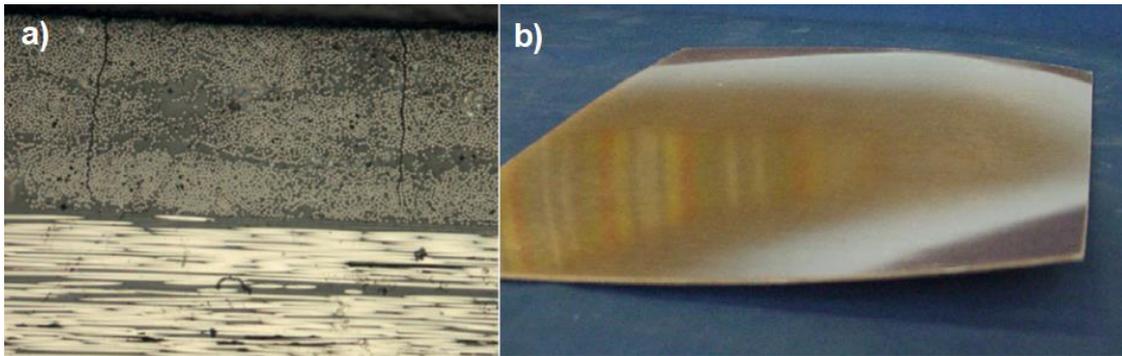


Figure 9 : [38] a) Micro-fractures dans un stratifié PEI/CF 0°/90°/0° et b) Plaque composite en PEI/GF déformée à cause d'un refroidissement hétérogène.

D. Méthodes d'analyse

i. Introduction

Cette partie détaille diverses méthodes d'analyse permettant la caractérisation des propriétés décrites dans la section précédente. Ces dernières n'ont pas été mises en œuvre dans le cadre de ces travaux, leur description vise à donner un aperçu de certains moyens d'analyse applicables pour la caractérisation des produits composites. Les méthodes d'analyse mises en application lors des différentes études menées sont, quant à elles, décrites dans le chapitre 2. Celles décrites ici sont :

- La tomographie.
- Les méthodes de caractérisation et d'analyse des contraintes résiduelles.
- Les plans d'expériences.

ii. Tomographie

La tomographie est une méthode d'imagerie utilisant une source de radiation, qui permet d'observer l'intérieur de la matière en réalisant des images de « tranches » de celle-ci. À partir de ces dernières, il est possible reconstruire des volumes. Cette technique de contrôle est sans contacts et non destructive. Elle est couramment utilisée dans le domaine médical pour l'observation d'images en tranche de différentes parties du corps humain notamment en ce qui concerne le diagnostic des cancers, des traumatismes et de bien d'autres pathologies. Cette technologie a de nombreux domaines d'applications, et plus particulièrement dans l'industrie avec la réalisation de cartographies de températures d'objets, de l'atmosphère, de l'étude des cours d'eaux souterrains, ou de l'assainissement des sols. Elle peut également servir dans les sciences des matériaux pour la caractérisation microstructurale d'objets, de particules, etc. [51]. C'est cette dernière application qui présente un intérêt pour ces travaux. Les différentes applications de la tomographie ont des résolutions différentes, allant du micromètre au kilomètre. Plusieurs sources de radiations peuvent être utilisées et elles sont choisies en fonction de l'application. Ces dernières peuvent être magnétiques, optiques, à microondes, à rayon gamma ou à rayon X (RX) [51]. Les deux dernières sources citées sont généralement mises en œuvre pour les sciences des matériaux ; puisqu'elles permettent d'obtenir des résolutions élevées, il s'agit alors de la microtomographie [52]. Garcea [53] présente un article de revue portant sur l'application de la tomographie à RX dans l'étude des composites à matrice polymère. Ces applications portent sur l'évaluation des procédés de fabrication, et des propriétés des pièces qui dépendent directement du procédé, telles que la porosité, le placement des fibres, ou des torons, et leur orientation dans le produit. Il est également possible d'aller vers l'étude des propriétés mécaniques, d'échantillons composites. La tomographie rend possible l'observation des modes d'endommagement, ou encore la progression de fissures lors d'essais mécaniques (traction, compression, essais de fatigue, ...). La Figure 10 a) [54] présente un aperçu d'une vue de coupe d'un échantillon en polypropylène (PP) renforcé avec des fibres de verre : « Glass Fibre Reinforced Polymer » (GFRP), et en b) une reconstruction de l'orientation des fibres réalisée avec les images obtenues grâce au tomographe. Les deux principaux avantages de la tomographie à RX par rapport à l'étude micrographique sont la possibilité d'obtenir une représentation tridimensionnelle de la matière et la possibilité de réaliser des images lors d'essais de mise en forme, ou d'essais mécaniques. Plessix [55] présente dans ses travaux, l'observation de l'évolution de la porosité lors de la fabrication d'échantillons composite par procédé autoclaves. Les porosités sont observées tout au long du procédé et les images sont réalisées avec un synchrotron qui est un accélérateur de particules, permettant, entre autres, d'obtenir une puissance source de RX. La Figure 10 b) [55] présente un aperçu des images obtenues pour les cylindres composites fabriqués, où les porosités apparaissent en

noir sur les images. Les deux principales limites de la tomographie sont : le volume d'étude, qui peut être assez restreint, et le temps d'acquisition, pouvant être conséquent suivant l'application et la résolution voulue. Emerson [56] décrit dans ses travaux une méthode assez similaire qui vise à reconstruire des fibres continues orientées à partir de l'identification du centre et du profil des fibres sur plusieurs vues de coupes d'un volume, obtenues par tomographie.

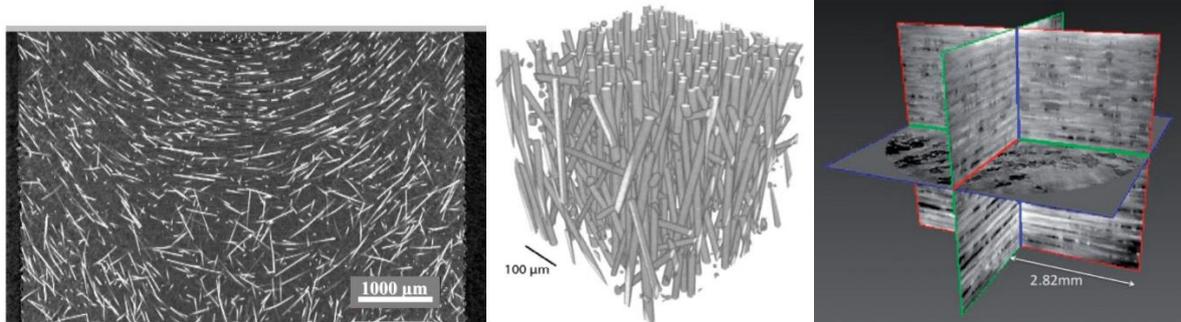


Figure 10 : a) Vue de coupe d'un échantillon en PP/GF réalisé par injection plastique, b) Reconstruction 3D de l'orientation des fibres réalisée avec un tomographe pour l'échantillon a) [54] et c) Image tridimensionnelle pour l'observation des porosités dans un cylindre composite [55].

iii. Caractérisation et analyse des contraintes résiduelles

a) Introduction

Les diverses causes et conséquences des contraintes résiduelles sur les propriétés des produits réalisés ont été présentées dans l'état de l'art. Au sein de cette partie il est intéressant de se pencher sur les diverses méthodes permettant la caractérisation des contraintes résiduelles. Elles vont être brièvement décrites afin de donner un aperçu des possibilités de caractérisation des contraintes résiduelles :

- Perçage incrémental.
- Diffraction des rayons X.
- Ultrasons.

Après la description de ces trois méthodes, l'analyse va se poursuivre en se focalisant sur l'effet « Springback » ou « Spring-in ». Il s'agit de l'étude de la déformée des pièces après réalisation. La déformation des pièces après démoulage est la conséquence des CR. Il est donc possible de les observer à partir de l'analyse de la déformée. Enfin, une dernière méthode va être mise en avant : elle correspond à celle mise en place dans le cadre de ces travaux pour la détermination des contraintes résiduelles présentes dans les échantillons de type bielle alpha. Elle va être reprise en détail. Elle consiste en l'association de l'étude de l'effet « Spring-in » et d'un modèle EF pour la qualification des CR.

b) Perçage incrémental

Le perçage incrémental est une méthode destructive permettant de déterminer les contraintes résiduelles présentes dans une pièce. Elle est décrite par la norme ASTM E837-13 [57]. Le principe de cette dernière est le suivant : tout d'abord, il est nécessaire d'implanter une ou plusieurs jauges de déformation sur la/les zones d'intérêt. Celles utilisées sont spécifiques à cette application, elles présentent un emplacement dédié au perçage et plusieurs rosettes pour la mesure des déformations dans différentes directions. Ensuite, une fois les jauges implantées, une machine de précision est utilisée pour la réalisation des perçages aux emplacements dédiés. Les trous présentent des diamètres assez faibles, de l'ordre de 1 à 2mm. Le perçage est dit incrémental, car la profondeur du perçage se fait en plusieurs étapes. L'incrément en profondeur est généralement de l'ordre de 10 à 50 μ m ; entre chaque itération, les mesures de déformation sont relevées. Ces dernières donnent une indication sur la nature des CR. Une valeur de déformation négative implique une déformation en compression, ce qui indique le relâchement de contrainte de traction en surface. À l'inverse, des déformations positives impliquent des CR en compression. La connaissance des propriétés élastiques de l'échantillon étudié permet de passer de valeurs de déformations mesurées à des contraintes résiduelles.

c) Diffraction des rayons X

La technique de mesure des contraintes résiduelles par diffraction de RX repose sur le principe suivant : un faisceau similaire est tout d'abord dirigé selon un angle spécifique par rapport à la surface du matériau examiné. Un détecteur compte ensuite les photons, qui ont été diffusés par le matériau, et il mesure l'angle de diffraction. En utilisant la loi de Bragg, ainsi que la structure atomique connue du matériau analysé, il est possible de calculer la distance entre des plans inter-réticulaires du matériau à partir de l'angle de diffraction. Les CR présentes dans la matière ont un impact sur les distances inter-réticulaires, et donc sur l'angle de diffraction des RX. Ainsi, cette méthode permet d'obtenir des informations sur les CR présentes dans le matériau de manière non-destructive. Elle est définie par la

norme ASTM E2860-12 [58] et elle est applicable pour les matériaux polycristallins. Par conséquent, elle est difficilement applicable pour la caractérisation des matériaux composites.

d) Ultrasons

La méthode d'analyse des contraintes résiduelles par ultrasons est une approche rapide, non destructive et quantitative qui s'appuie sur la relation entre la vitesse de propagation des ondes ultrasonores et l'état de contraintes présent dans le matériau. En effet, lorsqu'un matériau est soumis à une contrainte, la vitesse de propagation des ondes dans la matière varie du fait d'effets élastiques non linéaires. Ainsi il est possible de déterminer la vitesse de propagation des ultrasons dans la matière avec des systèmes émetteur/récepteur, et d'en déduire l'état de celle-ci. Les principaux avantages qui encouragent le développement de cette technique résident dans son caractère non destructif, permettant de conserver l'intégrité du matériau, ainsi que dans le coût abordable des équipements nécessaires pour sa mise en œuvre.

e) Effet Spring-in et déformation

Comme ce qui a été décrit dans l'état de l'art et à travers la Figure 9 b), les CR dans les produits peuvent induire des déformations. La réalisation de produits présentant des angles et des courbures implique une nouvelle problématique. En effet, dans le cas de la mise en œuvre d'un matériau isotrope, la contraction de la matière lors de son refroidissement est uniforme ; et la forme du produit est préservée. Cet aspect n'est pas valide dans le cas des matériaux anisotropes et pour certains des matériaux composites. La nature anisotrope implique une contraction inégale de la matière lors du refroidissement à cause de la différence entre les déformations dans le plan et celles hors-plan [59]. Le phénomène décrit et appelé l'effet « Spring-in ». La Figure 11 [59] présente en a) la déformation typiquement observée lors de la mise en œuvre d'un produit présentant une courbure, en b) la contraction d'un matériau isotrope, et en c) la contraction d'un matériau anisotrope, qui conduit à une modification de la géométrie. Il implique des complications concernant la conception et la réalisation de produits présentant ce type de géométrie, comme la réalisation d'outillage adapté pour supprimer compenser ces déformations. Toutefois, la déformation observée peut également être dépendante des conditions de fabrication, et des diverses causes de contraintes résiduelles présentées dans l'état de l'art, ce qui complexifie davantage cette problématique. Ces déformations permettent cependant d'obtenir des indicateurs géométriques permettant de quantifier les CR liées au procédé de fabrication. Ainsi, il est possible d'étudier le lien entre procédé de fabrication et contraintes résiduelles via l'étude de l'effet « Spring-in » dans des produits composites.

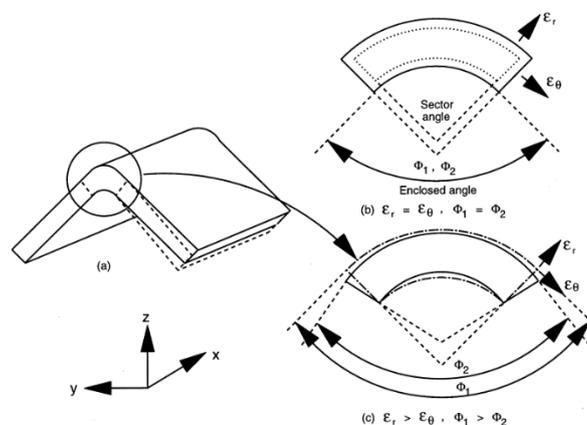


Figure 11 : a) Représentation de la déformation d'une partie arrondie, b) Contraction d'un matériau isotrope : réduction du volume mais conservation de la géométrie, c) Contraction d'un matériau anisotrope : modification de la géométrie et réduction du volume [59].

Diverses études étudient l'effet « Spring-in » dans les composites à matrice TP. Padovec [60] présente dans ses travaux l'étude de l'effet « Spring-in » sur divers stratifiés PEEK/CF consistant en divers empilements, symétriques ou non selon l'épaisseur. Une méthode analytique permettant de déterminer la géométrie d'un produit composite après refroidissement est également détaillée. Aussi, des modèles EF ont été mis en œuvre afin d'estimer les déformations associées au refroidissement de ces produits. Albert [61] décrit dans ses travaux, la mise en place d'un plan d'expériences visant à qualifier l'impact de divers aspects, tels que la géométrie, le nombre de strates, ou encore plusieurs paramètres procédés associés à la fermeture de la partie arrondie des échantillons.

iv. Plans d'expériences

La modélisation des phénomènes physiques passe généralement par l'expérimental. Ces modèles empiriques permettent de faire des prévisions. Dans le cadre d'un développement industriel, ou d'une recherche scientifique, la modélisation d'un procédé de fabrication permet de le régler pour des logiques d'optimisation du procédé ou afin d'obtenir le résultat désiré. Les plans d'expériences, ou « Design of Experiments » (DOE) en anglais, sont des méthodes servant à d'organiser les expérimentations à réaliser en vue de modéliser un phénomène. Ils ont la capacité d'identifier les liens entre des facteurs x_i et une réponse y [62]. L'objectif est de déterminer la fonction f tel que :

$$y = f(x_i) \quad (5)$$

Les plans d'expériences permettent aussi d'organiser les essais pour obtenir un maximum de données à partir d'un minimum d'expériences. Ainsi, ils limitent les coûts associés à une étude, en particulier quand les essais sont coûteux (arrêts de production pour la réalisation d'essais, matières onéreuses, etc.). Il existe différents types de plans d'expériences adaptés à de nombreux cas de figure. Lors de la mise en place de l'un d'entre eux, il est nécessaire de définir en premier lieu l'espace expérimental. Il correspond à l'espace dans lequel les facteurs d'étude varient. Chacun d'entre eux présente un niveau bas et un niveau haut, qui définissent le domaine du facteur. L'espace correspondant au domaine de l'ensemble des facteurs définit l'espace expérimental. La Figure 12 issue des travaux de Goupy [63] présente un espace expérimental pour deux facteurs d'étude.

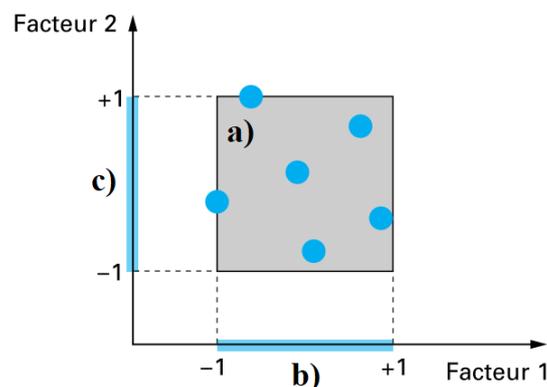


Figure 12 : Définition de l'espace expérimental. a) Espace expérimental, b) Domaine du facteur 1, c) Domaine du facteur 2 [63].

La mise en œuvre d'un plan d'expériences tel que schématisé en Figure 12 permet d'obtenir une valeur de la réponse y pour chaque point du domaine d'étude. L'ensemble de ces derniers définit une surface appelée « surface de réponse ». Le nombre d'essais pour le plan d'expériences va avoir un impact sur la résolution de la surface de réponse. L'ensemble de ces dernières servent à représenter l'impact de deux facteurs sur la réponse, dans un espace à trois dimensions. La Figure 13 [62] met en avant la représentation de la surface de réponse. Le calcul de l'équation associée à cette dernière permet de modéliser l'impact des facteurs sur la réponse pour le domaine d'étude défini. Il est ainsi

possible de calculer des points, en plus de ceux expérimentaux, sans réaliser d'essais supplémentaires. Généralement, le modèle est validé par la réalisation d'essais de validation : des points expérimentaux supplémentaires sont réalisés pour vérifier que la réponse se trouve sur la surface de réponse déterminée précédemment.

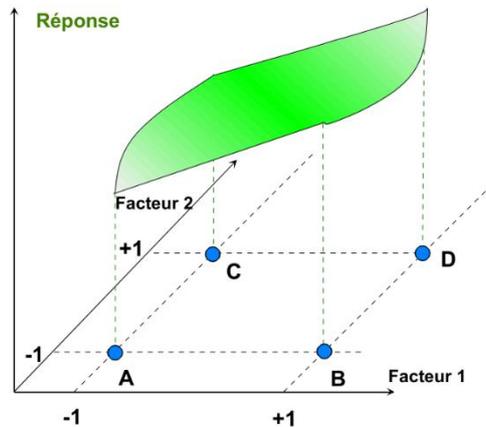


Figure 13 : Représentation d'une surface de réponse pour deux facteurs [62].

Dans le cadre de la modélisation d'un phénomène, l'équation (5) peut être développée telle que présentée dans l'équation (6). La réponse étudiée est liée aux facteurs par un développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. La plupart du temps, il est nécessaire d'ajouter un terme définissant l'erreur expérimentale, e tel que celui se trouvant dans l'équation (7). L'ajout de ce terme est nécessaire pour la prise en compte de l'aspect aléatoire de la réponse.

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z \quad (6)$$

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z + e \quad (7)$$

Dans les deux équations précédentes, la réponse est définie par y et les facteurs par x_i . Ces variables sont connues par chacun des points expérimentaux ; et n équations sont obtenues, n correspondant au nombre d'essais effectués lors du plan d'expériences. Afin de définir le modèle, il est nécessaire de déterminer les constantes a_i . Pour en identifier l'ensemble, il est possible d'utiliser des méthodes de régression polynomiales. Il est toutefois nécessaire d'avoir un nombre de constantes à déterminer p , qui soit inférieures au nombre d'équations n , afin de pouvoir résoudre le système d'équations. Ainsi, le nombre d'essais doit pouvoir être défini en fonction de la forme et de l'ordre de l'équation. Tout d'abord, il faut définir l'équation utilisée pour la modélisation. Pour cela, des hypothèses sont émises, ce qui permet de réduire le nombre de constantes à identifier. Par exemple, en posant l'hypothèse que les interactions d'ordre 3, et supérieures, sont négligeables, les termes $a_{ijk\dots}, a_{ij\dots z}$ sont considérés comme nuls. En définissant les termes de degrés 3 et supérieurs comme négligeables, les constantes $a_{iii\dots}, a_{ii\dots i}$ sont nulles. L'équation (8) correspond à celle à résoudre en considérant un plan d'expériences à 2 facteurs, avec les deux hypothèses posées précédemment. Cet exemple conduit à l'obtention de 6 constantes à identifier. Les constantes identifiées donnent une indication quant à l'impact du facteur ou de l'interaction sur la réponse étudiée.

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 \quad (8)$$

Maintenant que les principales notions sont associées à la mise en œuvre de plans d'expériences, leurs principaux types vont être brièvement décrits. Les deux grandes catégories sont : les plans complets et les plans fractionnaires. Les premiers consistent en la réalisation de l'ensemble

des combinaisons possibles entre les facteurs, ce qui conduit en l'obtention d'un très grand nombre d'essais. Dans le cas d'un plan d'expériences expérimental, cet aspect est problématique étant donné qu'il peut conduire à des coûts de mise en œuvre, et à un temps d'exploitation très important. Les plans fractionnaires répondent à cette problématique en ne traitant qu'une partie des cas d'étude, ce qui permet de réduire le nombre d'essais. Généralement les plans fractionnaires visent à réduire au maximum le nombre d'essais, tout en garantissant des résultats exploitables, il est possible de parler de plan d'expériences optimisés. Voici quelques exemples de plans d'expériences fractionnaires couramment utilisés :

- Matrices de Hadamard.
- Réseau de Doehlert.
- Méthode Taguchi.
- Matrices composites centrées.

Il est également possible de mettre en œuvre des plans d'expériences en utilisant une méthode d'échantillonnage tel que les méthodes de Monte-Carlo ou de l'Hypercube Latin pour la définition des facteurs. Le recours à ce type de méthode complique généralement l'exploitation des résultats mais elles permettent d'ajouter des aspects aléatoires dans la définition des facteurs ou encore de mieux couvrir le domaine des facteurs étudiés.

E. Comportement mécanique des composites

i. Introduction

Concernant la modélisation du comportement mécanique des produits composites issus du processus EPITHER, il est intéressant de voir de manière plus précise le domaine élastique et les limites à rupture ou d'endommagement du composite. Les mécaniques de plasticité de la matrice, de comportement après rupture et de flambement des fibres ne sont pas étudiées. Ce choix est lié au fait que le domaine élastique et les limites à rupture sont des caractéristiques importantes pour la conception, la simulation et la mise en service de pièces structurales. Les matériaux composites UD sont des matériaux pouvant être définis comme « élastiques fragiles ». En effet, la rupture survient généralement de manière brutale après le dépassement de la limite élastique du matériau. Cette partie présente les lois de comportement élastiques applicables aux matériaux composites, la définition des limites à rupture et les effets de taille et d'échelle.

ii. Modélisation du comportement mécanique élastique

a) Élasticité linéaire

Le comportement mécanique élastique des matériaux a été défini par la loi de Hooke généralisée par Cauchy [64]. Cette loi permet d'exprimer chacune des composantes du tenseur de contraintes en fonction des composantes du tenseur des déformations et elle est la suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{\varepsilon}} \quad (9)$$

La formule précédente correspond à la notation en rigidité de la loi de Hooke. Le terme $\underline{\underline{C}}$ définit un tenseur du quatrième ordre indiqué comme le tenseur d'élasticité ou de rigidité. Celui-ci intègre l'ensemble des constantes élastiques du matériau considéré. Du fait de la dimension linéaire de l'équation précédente, il est également possible de définir la relation inverse permettant d'obtenir le tenseur de déformation en fonction du tenseur des contraintes :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{S}} : \underline{\underline{\sigma}} \quad (10)$$

La formule précédente correspond à la notation en souplesse de la loi de Hooke. Le terme $\underline{\underline{S}}$ définit le tenseur des compliances ou des complaisances élastiques du matériau. Pour la suite, seule la notation en souplesse est présentée :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{23} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{13} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & S_{14} & S_{15} & S_{16} \\ S_{12} & S_{22} & S_{23} & S_{24} & S_{25} & S_{26} \\ S_{13} & S_{23} & S_{33} & S_{34} & S_{35} & S_{36} \\ S_{14} & S_{24} & S_{34} & S_{44} & S_{45} & S_{46} \\ S_{15} & S_{25} & S_{35} & S_{45} & S_{55} & S_{56} \\ S_{16} & S_{26} & S_{36} & S_{46} & S_{56} & S_{66} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \\ \sqrt{2}\sigma_{13} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (11)$$

Cette notation intègre vingt et une constantes élastiques indépendantes et elle permet de définir un matériau anisotrope. Pour le type de matériau utilisé dans le processus de fabrication EPITHER (composite à matrice thermoplastique intégrant des fibres continues orientées), le matériau présente un comportement mécanique affichant des symétries. Pour la définition de son comportement élastique, les modèles de comportement orthotropes et isotropes transverses sont présentés.

b) Matériaux orthotropes

Un matériau est dit orthotrope lorsqu'il est monoclinique selon deux plans orthogonaux. Le fait que le matériau possède deux plans de symétrie orthogonaux implique la présence d'un troisième plan de symétrie, orthogonal aux deux autres. Les plans de symétrie perpendiculaires sont considérés comme étant (\vec{N}_1, \vec{N}_2) , (\vec{N}_1, \vec{N}_3) et (\vec{N}_2, \vec{N}_3) . Avec ces conditions de symétrie validées, les équations suivantes sont vraies :

$$\frac{-v_{21}}{E_2} = \frac{-v_{12}}{E_1} \quad (12)$$

$$\frac{-v_{31}}{E_3} = \frac{-v_{13}}{E_1} \quad (13)$$

$$\frac{-v_{32}}{E_3} = \frac{-v_{23}}{E_2} \quad (14)$$

La formulation en souplesse de la loi de Hooke pour un matériau orthotrope est la suivante [65] :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{23} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{13} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{13}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{21}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{31}}{E_1} & -\frac{\nu_{32}}{E_3} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{31}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \\ \sqrt{2}\sigma_{13} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (15)$$

Les constantes élastiques indépendantes d'un matériau orthotrope sont au nombre de 9 : $E_1, E_2, E_3, G_{12}, G_{13}, G_{23}, \nu_{12}, \nu_{13}$ et ν_{23} .

c) Matériaux isotropes transverses

Un modèle de comportement isotrope transverse permet de définir le cas où les propriétés élastiques présenteraient une symétrie autour d'un axe privilégié. Tout plan passant par celui-ci est un plan de symétrie. La Figure 14 montre une représentation d'un composite fibreux isotrope transverse. Il peut être considéré comme isotrope transverse uniquement si l'hypothèse selon laquelle les fibres sont considérées comme identiques, et uniformément réparties dans la matrice, est validée. Si cette hypothèse est réfutée, le matériau composite correspond à un matériau orthotrope ou anisotrope. La loi du comportement élastique est à définir dans l'étude des paramètres pour ensuite prendre en compte les constantes élastiques associées. Les deux lois de comportement retenues sont celles décrivant les matériaux orthotropes et isotrope-transverses.

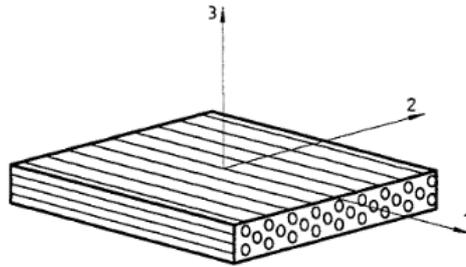


Figure 14 : Représentation d'un composite fibreux isotrope transverse.

Généralement, un axe d'isotropie et deux axes dits transverses sont définis. Pour la modélisation d'un composite intégrant des fibres continues, l'axe d'isotropie correspond à l'axe orienté selon la direction des fibres. Sur la Figure 14, l'axe d'isotropie est l'axe 1. Ce type de modèle est un cas particulier du modèle orthotrope décrit précédemment. Dans la base d'isotropie transverse $(\vec{N}_1, \vec{N}_2, \vec{N}_3)$ d'axe \vec{N}_1 , la matrice de souplesse est définie par la loi de *Hooke* et elle est exprimée de la sorte :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{23} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{13} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{12}}{E_1} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{2(1+\nu_{23})}{E_2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \\ \sqrt{2}\sigma_{13} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (16)$$

Les constantes élastiques indépendantes ne sont plus qu'au nombre de 5 : $E_1, E_2, G_{12}, \nu_{12}$ et ν_{23} . En considérant la même base isotrope transverse décrite précédemment, il est possible d'écrire les 4 équations suivantes :

$$E_2 = E_3 \quad (17)$$

$$\nu_{12} = \nu_{13} \quad (18)$$

$$G_{12} = G_{13} \quad (19)$$

$$2G_{23} = \frac{E_2}{1 + \nu_{23}} \quad (20)$$

d) Matériaux isotropes

Un modèle de comportement isotrope décrit un matériau qui, en un emplacement donné, présente des composantes du tenseur $\underline{\underline{C}}$ identiques dans toutes les directions. Les matériaux isotropes sont définis uniquement par deux constantes élastiques indépendantes. La formulation en souplesse de la loi de Hooke pour un matériau isotrope est la suivante :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{23} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{13} \\ \sqrt{2}\varepsilon_{12} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{11} - S_{12} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{11} - S_{12} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{11} - S_{12} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \\ \sqrt{2}\sigma_{13} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \end{pmatrix} \quad (21)$$

Les propriétés élastiques sont définies par deux constantes indépendantes. Généralement, les constantes élastiques utilisées sont le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν . Celles-ci sont posées par les équations suivantes :

$$S_{11} - S_{12} = \frac{1 + \nu}{E} \quad (22)$$

$$S_{12} = \frac{-\nu}{E} \quad (23)$$

e) Résumé

Cette partie a détaillé différents modèles de comportements mécaniques permettant de modéliser le comportement élastique des matériaux. Les modèles orthotropes et isotropes transverses sont décrits plus particulièrement grâce à leur utilité pour la modélisation du comportement mécanique des composites unidirectionnels. Ces derniers peuvent être modélisés de manière complète avec un modèle de matériau orthotrope. Le modèle de matériau isotrope transverse est également utilisable ; mais il implique des conditions de symétrie supplémentaires. Le Tableau 5 résume les différents modèles de matériaux abordés, ainsi que le nombre de constantes élastiques indépendantes associées.

Tableau 5 : Modèles de matériaux et constantes indépendantes

Modèle de matériau	Nombre de constantes indépendantes
Anisotrope	21
Orthotrope	9
Isotrope Transverse	5
Isotrope	2

iii. Propriétés à rupture des composites

En plus du comportement mécanique élastique des matériaux composites, il est important de s'intéresser aux limites à rupture de ces matériaux. Cette partie définit les limites associées aux ruptures pouvant intervenir dans un composite unidirectionnel lors de sa sollicitation mécanique. Le comportement mécanique après rupture ou endommagement n'est pas décrit. Les limites à rupture présentées correspondent à des cas simples pouvant être rencontrés lors d'essais de caractérisation normalisés. Pour un composite UD, les limites à rupture principales sont des contraintes où des allongements à rupture. La contrainte à rupture est associée à une valeur d'allongement à rupture. Il est nécessaire de dissocier rupture en traction et en compression dans la mesure où le composite n'a pas le même comportement pour ces deux types de sollicitations. Les principales limites à rupture considérées sont les suivantes :

- σ_{11} et ε_{11} respectivement la contrainte et l'allongement à rupture en traction dans la direction des fibres et leurs équivalents en compression.

- σ_{22} , ε_{22} et σ_{33} , ε_{33} respectivement les contraintes et l'allongement à rupture en traction dans la direction transverse aux fibres et leurs équivalents en compression.
- σ_{12} , ε_{12} ; σ_{13} , ε_{13} et σ_{23} , ε_{23} les contraintes et l'allongement à rupture en cisaillement.

Le Tableau 6 résume les limites à ruptures en traction, en compression et en cisaillement pour le cas d'un matériau orthotrope.

Tableau 6 : Contraintes et allongements à rupture pour différents types de chargements.

Type de chargement	Contrainte à rupture	Allongement à rupture
Tension	σ_{11} , σ_{22} et σ_{33}	ε_{11} , ε_{22} et ε_{33}
Compression	$\sigma_{11}(C)$, $\sigma_{22}(C)$ et $\sigma_{33}(C)$	$\varepsilon_{11}(C)$, $\varepsilon_{22}(C)$ et $\varepsilon_{33}(C)$
Cisaillement	σ_{12} , σ_{13} et σ_{23}	ε_{12} , ε_{13} et ε_{23}

Dans le cas d'un matériau considéré comme isotrope-transverse, les équations suivantes sont vraies :

$$\sigma_{22} = \sigma_{33} \text{ et } \varepsilon_{22} = \varepsilon_{33} \quad (24)$$

$$\sigma_{22} = \sigma_{33} \text{ et } \varepsilon_{22} = \varepsilon_{33} \quad (25)$$

$$\sigma_{12} = \sigma_{13} \text{ et } \varepsilon_{12} = \varepsilon_{13} \quad (26)$$

iv. Définitions complémentaires

a) Théorie des plaques minces et propriétés dans le plan : « In-Plane »

La théorie des plaques minces a été développée par Love-Kirchhoff [66]. Elle suppose qu'un plan peut être utilisé pour représenter une plaque tridimensionnelle sous une forme bidimensionnelle. Elle est applicable pour l'hypothèse des petites déformations et dans l'étude de plaques minces dont le rapport de la dimension caractéristique sur l'épaisseur : $\frac{L}{h}$ est supérieur à 10 [67] :

- Les contraintes selon l'épaisseur de la plaque sont négligées amenant à l'hypothèse des contraintes planes, $\sigma_{zz} = \sigma_{xz} = \sigma_{yz} = 0$. Par conséquent, la plaque ne se déforme pas selon l'épaisseur et cette dernière reste constante.
- Le feuillet moyen de la plaque ne se déforme pas dans son plan.
- Les droites normales au feuillet moyen restent normales après déformation.

Pour le cas d'une loi de matériaux orthotropes, les constantes élastiques $E_3, G_{13}, G_{23}, \nu_{13}$ et ν_{23} sont négligées. Celles sont E_1, E_2, G_{12} et ν_{12} et elles sont suffisantes pour décrire le comportement élastique de la plaque en considérant qu'elle répond à la théorie de Love-Kirchhoff. Il s'agit des propriétés dans le plan (In-Plane (I-P) properties) qui permettent une description fiable du comportement des plaques et des stratifiés dans le cadre de la théorie de Love-Kirchhoff. En ce qui concerne les limites à rupture, les contraintes à rupture prises en compte sont $\sigma_{11}, \sigma_{11}(C), \sigma_{22}, \sigma_{22}(C)$, et σ_{12} , ainsi que les élongations à rupture associées. Cette hypothèse est souvent utilisée pour la modélisation du comportement mécanique des matériaux composites puisque de nombreuses pièces composites présentent des épaisseurs faibles par rapport aux autres dimensions.

b) Propriétés selon l'épaisseur : « Trough-Thickness »

En considérant des pièces massives, la théorie de Love-Kirchhoff n'est généralement pas applicable. En plus des propriétés dans le plan, il est nécessaire de considérer les propriétés dans l'épaisseur : « Through-Thickness (T-T) properties ». Ces dernières sont $E_3, G_{13}, G_{23}, \nu_{13}$ et ν_{23} pour le cas d'un matériau orthotrope et elles doivent être prises en compte pour définir la réponse d'une pièce massive à des sollicitations mécaniques. En ce qui concerne les propriétés à rupture, les contraintes à rupture selon l'épaisseur sont : $\sigma_{33}, \sigma_{33}(C), \sigma_{13}$ et σ_{23} . Les paramètres décrits ici ne peuvent être négligés pour la description des propriétés mécaniques de pièces massives. Le processus EPITHER tend à la réalisation de pièces massives ; il est donc nécessaire de s'intéresser à l'ensemble des paramètres mécaniques connus dans ce cadre.

c) Résumé des caractéristiques mécaniques

Le Tableau 7 récapitule les caractéristiques mécaniques associées à un matériau orthotrope. Les caractéristiques entre crochets ([]) sont les propriétés T-T tandis que les autres sont des propriétés I-P [68]. Les comportements en traction et en compression sont définis par les mêmes paramètres. Toutefois, des écarts significatifs peuvent exister entre les propriétés en traction et en compression pour un matériau composite. C'est pourquoi cette distinction est nécessaire.

Tableau 7 : Caractéristiques mécaniques d'un matériau orthotrope. Propriétés T-T : [] [68].

Type de chargement	Modules élastiques	Coefficients de Poisson	Contrainte à rupture	Allongement à rupture
Tension	E_1, E_2	ν_{12}	σ_{11}, σ_{22}	$\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}$
	$[E_3]$	$[\nu_{13}, \nu_{23}]$	σ_{33}	ε_{33}
Compression	$E_1(C), E_2(C)$	$\nu_{12}(C)$	$\sigma_{11}(C), \sigma_{22}(C)$	$\varepsilon_{11}(C), \varepsilon_{22}(C)$
	$[E_3(C)]$	$[\nu_{13}(C), \nu_{23}(C)]$	$[\sigma_{33}(C)]$	$[\varepsilon_{33}(C)]$
Cisaillement	G_{12}	/	σ_{12}	ε_{12}
	$[G_{13}, G_{23}]$		$[\sigma_{13}, \sigma_{23}]$	$[\varepsilon_{13}, \varepsilon_{23}]$

v. Effet de taille et d'échelle sur les propriétés mécaniques des composites

Cette partie se concentre sur les effets de taille et d'échelle pouvant impacter les propriétés mécaniques des composites. Il s'agit d'un point important à étudier dans la mesure où le processus EPITHER permet la réalisation de pièces massives. De telles pièces peuvent donc être impactées par ces effets de taille et d'échelle. Tout d'abord, il est nécessaire de définir les notions d'effets de taille (size effect) et d'échelle (scale effect). Zweben [69] présente l'effet de taille comme étant lié au fait que, en augmentant le volume de matériau, la probabilité de présence de défauts augmente également. Pour citer Wisnom [70], « The strength of a chain is determined by its weakest link and tends to decrease as the number of links increases ». Dans le cas de matériaux fragiles comme les composites fibreux, ces derniers étant sensibles aux défauts, l'augmentation de la probabilité de présence d'un défaut dans la matière associée à l'augmentation du volume tend statistiquement à rendre les corps massifs plus fragiles que les corps fins. L'effet d'échelle est décrit par Sutherland [71] comme la conséquence de l'échelle de production, et non directement de celle des dimensions de la pièce considérée. Le procédé de fabrication peut avoir un impact sur les propriétés du matériau en

fonction des dimensions de la pièce réalisée. Ce point peut être la conséquence de déplacements de matières, d'un cycle thermique ou d'une application de l'effort différente entre une pièce fine et massive. Pour illustrer cet aspect, en considérant une pièce massive et une pièce fine réalisée avec le même matériau et le même procédé, et en réalisant une éprouvette d'essai de même dimension à partir de chacune de ces pièces, les propriétés matériaux et mécaniques obtenues peuvent être différentes du fait de l'effet d'échelle de production. Ceux de tailles et d'échelle sont liés à des défauts dans la matière, et donc aux caractéristiques des matières composant le matériau composite. L'étude de la santé matière des pièces peut permettre de donner des éléments pour statuer d'éventuels effets de taille ou d'échelle.

Weibull [72] a proposé une distribution statistique très utilisée pour représenter la résistance des matériaux fragiles, tels que les composites fibreux en fonction du volume de l'éprouvette. Wisnom [70] présente une étude expérimentale liant le volume des éprouvettes de test avec leurs allongements à ruptures pour des éprouvettes de dimensions variées soumises à des sollicitations en compression, en flexion et en traction. Différents types de fibres et de stratifiés sont étudiés. Des effets de taille significatifs sont mis en évidence. Pour l'ensemble des essais, l'augmentation du volume des éprouvettes conduit à une réduction des limites à rupture mesurées. Les effets de taille et d'échelle conduisent généralement à l'obtention de propriétés mécaniques plus faibles pour des échantillons de plus grands volumes, et de plus grandes dimensions. La plupart des études sur le sujet associent les effets de tailles et d'échelle à des réductions des valeurs de limites à rupture. Peu d'études portent sur l'impact des effets de tailles et d'échelle sur les propriétés élastiques pour des matériaux composites fibreux. Jackson [73] a étudié la présence d'effets d'échelle sur la rigidité et les limites à rupture de différents stratifiés composites soumis à des essais de traction et de flexion. Il conclut que les modules en traction et en flexion mesurés ne dépendent pas des dimensions des éprouvettes.

F. Caractérisation mécanique des composites

i. Introduction

Les modèles permettant de décrire le comportement élastique des matériaux composites et les limites à rupture ont été présentés dans l'état de l'art. Désormais, cette partie présente les diverses méthodes permettant de caractériser les propriétés mécaniques nécessaires pour qualifier les matériaux étudiés. Celles présentées sont toutes applicables pour la détermination des matériaux composites. Les méthodes d'identification, ou d'estimation des constantes élastiques et des limites à rupture, exprimées sont les suivantes :

- Les méthodes de caractérisation classiques, comme les essais normalisés.
- Les méthodes d'identification inverses telles que la méthode des champs virtuels ou les méthodes de recalage par éléments finis.
- Les méthodes d'homogénéisation permettant d'estimer les propriétés mécaniques des composites à partir des propriétés de leurs composants.

ii. Essais mécaniques normalisés

a) Généralités

Cette partie présente les essais mécaniques statiques normalisés les plus courants et les plus adaptés à la caractérisation de composites UD. L'objectif de ceux-ci est d'identifier les constantes élastiques et les limites à ruptures des matériaux. La plupart du temps, un type d'essai permet d'obtenir un module d'élasticité, une limite à rupture et un coefficient de Poisson. Les propriétés obtenues sont macroscopiques. Ces essais sont définis par une géométrie d'éprouvette, un type de sollicitation mécanique, une configuration d'essai (type de machine d'essai, mors spécifique, ...), et pour le cas des composites, une orientation matériau donnée. Pour la caractérisation des composites UD, certaines normes permettent d'obtenir d'autres caractéristiques mécaniques liées au matériau, en changeant uniquement l'orientation des fibres. D'autres normes définissent également les conditions de préparation des échantillons (collage de talons, découpe des échantillons, ...). Les types d'essais les plus courants sont les essais de traction, de flexion et de cisaillement. Ils nécessitent généralement de multiplier un même test pour l'obtention de valeurs fiables (souvent un minimum de 5 éprouvettes par essai). La caractérisation complète du comportement élastique d'un matériau implique, dans ces conditions, un grand nombre d'essais mécaniques. L'obtention des constantes élastiques est rendue possible par l'hypothèse d'un champ de déformation uniforme dans l'échantillon. La déformation totale de l'éprouvette donne ainsi une déformation locale qui, associée à l'effort appliqué, permet de remonter aux constantes élastiques de l'éprouvette. Celles qui sont citées dans cette partie sont applicables pour un matériau composite UD associé à des modèles de matériau orthotrope ou isotrope-transverse.

b) Caractérisation des propriétés dans le plan

- **Caractérisation des propriétés dans le sens des fibres (0°)**

Pour obtenir les caractéristiques mécaniques d'un composite UD dans le sens des fibres, les deux méthodes les plus courantes sont l'essai de traction uni-axial dans la direction longitudinale ou avec un essai de flexion. La Figure 15 décrit en a) un essai de traction de type NF ISO 527 ou ASTM D3039. Ce dernier nécessite l'utilisation de talons collés (figurés en noir) sur les éprouvettes pour éviter

une rupture par cisaillement au niveau des mors de traction. Dans la partie b), un essai de flexion de type ISO NF 14125, les fibres sont orientées dans le sens de l'éprouvette.

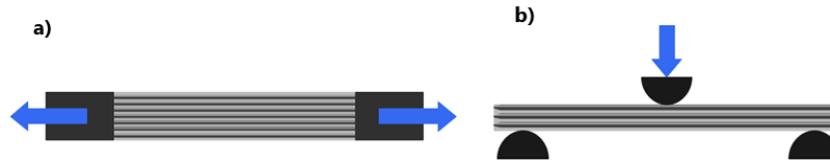


Figure 15 : a) Essai de traction 0° sur composite UD selon NF ISO 527 (talons en noir) et b) Essai de flexion 3 points 0° sur composite UD selon NF ISO 14125.

Ces essais permettent d'obtenir le module élastique sens fibre E_1 , la limite à rupture sens fibre S_{11} et l'allongement à rupture e_{11} . Les propriétés varient en fonction de l'essai, soit de traction, soit de flexion. Généralement, les propriétés obtenues avec un essai de flexion sont plus faibles qu'avec un essai de traction. Même si ces deux types permettent de caractériser des attributs similaires, il est nécessaire de dissocier les propriétés en traction et celles en flexion, pour un matériau. Il est également possible d'obtenir un coefficient de Poisson ν_{12} en étudiant les dimensions de l'éprouvette avant et durant l'essai. Les limites à rupture sont validées uniquement si le mode de rupture survenu lors de l'essai est celui souhaité. Par exemple, lors des essais de flexion le mode de rupture souhaité est une rupture des fibres dans le sens longitudinal, sur la partie inférieure de l'échantillon. D'autres modes de rupture tels que des délaminages ou encore un écrasement au contact de l'outillage de flexion, invalident l'essai pour l'obtention des limites à rupture souhaitées.

- **Caractérisation des propriétés transverses (90°)**

L'obtention des propriétés transverses d'un composite UD est possible avec les mêmes essais utilisés pour les propriétés sens fibre. Pour les différencier, il suffit de modifier l'orientation des fibres dans l'échantillon (90° au lieu de 0°) et de changer l'épaisseur des éprouvettes (2 mm au lieu de 1 mm). Ces essais permettent d'obtenir un équivalent au module élastique transverse E_2 , la contrainte à rupture transverse S_{22} et un allongement à rupture dans le sens transverse e_{22} . La Figure 16 a) présente un essai de traction selon la norme NF ISO 527 (90°) et en b) un essai de flexion selon la norme NF ISO 14125 (90°).

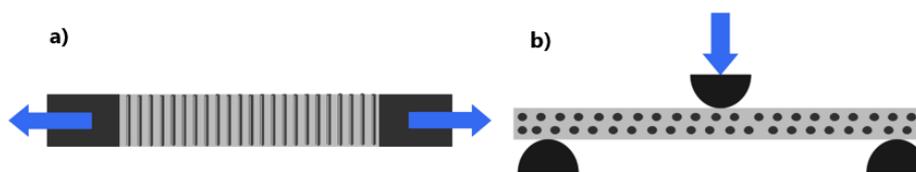


Figure 16 : a) Essai de traction 90° sur composite UD selon NF ISO 527 (talons en noir) et b) Essai de flexion 3 points 90° sur composite UD selon NF ISO 14125.

- **Essais de cisaillement dans le plan ($\pm 45^\circ$)**

Les essais de cisaillement dans le plan permettent de déterminer les caractéristiques élastiques en cisaillement dans le plan : le module G_{12} , la résistance au cisaillement, ou contrainte à rupture en cisaillement S_{12} et l'allongement à rupture en cisaillement e_{12} . Ces caractéristiques sont obtenues en réalisant des essais type ASTM D3518, dont l'un est décrit dans la Figure 17. Il s'agit d'un essai de traction où les fibres sont orientées selon les directions +45° et -45° par rapport à l'axe principal de l'éprouvette, successivement d'une strate à l'autre. D'autres normes, telles que la NF ISO 527-1, ou l'essai Iosipescu défini par la norme ASTM D5379 décrit par la suite, permettent l'obtention de ces caractéristiques mécaniques. D'autres types d'essais tels que le test de cisaillement V-Notch de

l'ASTM D7078, ou l'essai de cisaillement par recouvrement (Double notch shear (DNS)) concèdent la caractérisation du comportement en cisaillement des composites.

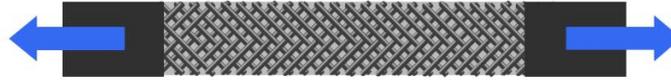


Figure 17 : Essai de traction sur éprouvette composite UD $\pm 45^\circ$ selon norme NF ISO 527 (talons en noir).

c) Caractérisation des propriétés T-T et d'échantillons massifs

Les essais décrits précédemment permettent d'obtenir les caractéristiques mécaniques des composites en testant des éprouvettes présentant de faibles épaisseurs. Celles identifiées sont des propriétés dans le plan (In-Plane (I-P) properties). Comme ce qui a été dit antérieurement, les propriétés I-P ne sont pas suffisantes pour qualifier complètement des pièces massives. De plus, les caractéristiques identifiées sur des éprouvettes fines ne sont pas représentatives d'une pièce massive. Il en est de même dans le cas relatif au processus EPITHER. Ces points ont été présentés dans l'état de l'art avec la description des effets de tailles et d'échelles. Pour répondre à cette problématique, il est nécessaire de s'intéresser aux essais permettant d'obtenir les propriétés T-T, et intégrant des éprouvettes massives. Les essais normalisés couramment utilisés pour la qualification des matériaux composites, mettent généralement en œuvre des éprouvettes fines présentant de faibles épaisseurs. Ce type de géométrie d'éprouvette permet de maximiser sa surface de contact avec les mors en ayant une section faible. Cette démarche rend possible des essais à rupture ; si le rapport entre la surface de contact avec les mors et la section de l'éprouvette est trop faible, l'éprouvette tendra alors à glisser hors des mors. Il est envisageable de partir d'essais normalisés et d'augmenter l'épaisseur des éprouvettes avec l'objectif de caractériser leurs propriétés à rupture. Cela se confirme lors d'essais caractérisant des composites UD dans le sens des fibres. Broughton [13] présente une évaluation des essais permettant la qualification des propriétés T-T. Certains des ceux présentés intègrent des éprouvettes massives. Mespoulet [74] expose dans sa thèse un grand nombre de techniques permettant la caractérisation des propriétés T-T pour les stratifiés composites. La suite de cette partie présente plusieurs essais permettant de tester des propriétés d'échantillons composites massifs.

- **Short Beam Strength (ASTM D2344)**

L'essai ASTM D2344 (ou NF EN 6585) Short Beam Strength (SBS) consiste en une flexion 3 points réalisée sur une poutre composite courte. Les fibres sont orientées dans la longueur de l'échantillon. L'objectif de cet essai est d'induire une sollicitation en cisaillement, et de minimiser les contraintes de flexion (traction et compression) dans la direction des fibres, en opposition aux essais de flexion 3 et 4 points classiques où ces contraintes doivent être maximisées. La minimisation des contraintes de flexion, est rendue possible par la faible longueur de l'échantillon et son importante épaisseur (exemple d'éprouvette : 40x6x12mm). Ce type d'essai est applicable pour la caractérisation d'échantillons composites massifs, de forme droite ou incurvées. Il permet d'identifier une caractéristique mécanique spécifique appelée ILSS (InterLaminar Shear Strength) : la résistance au cisaillement interlaminaire. Cette dernière est une donnée purement quantitative, qui permet de comparer des résultats pour différents types d'éprouvettes. La Figure 18 schématise l'essai décrit par la norme ASTM D2344 avec le cas d'application associé à la caractérisation des limites à rupture en cisaillement de barres courtes.

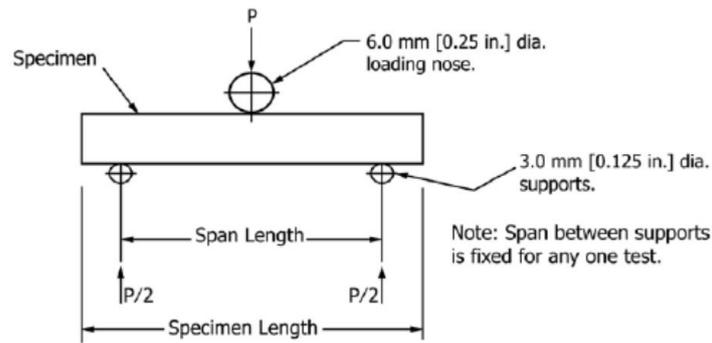


Figure 18 : Schéma décrivant l'essai ASTM D2344 appliqué pour la caractérisation des propriétés en cisaillement de barres courtes.

- **Essai Iosipescu (ASTM D5379)**

L'essai Iosipescu défini par la norme ASTM D5379 permet la caractérisation en cisaillement de composites unidirectionnels en générant une sollicitation en cisaillement pur. Ce dernier nécessite un montage d'essai, ainsi qu'une géométrie d'éprouvette spécifique, deux points qui sont présentés respectivement en Figure 19 [75] a) et b). L'éprouvette est un parallépipède dans lequel deux entailles en V ont été usinées et, l'épaisseur de cette éprouvette peut être importante. Suivant l'orientation des fibres, ce type d'essai permet d'obtenir : G_{12} et S_{12} , G_{13} et S_{13} ainsi que G_{23} et S_{23} . Il permet l'obtention d'un grand nombre de caractéristiques mécaniques relatives au comportement en cisaillement du composite testé ; et il permet l'utilisation d'éprouvettes massives.

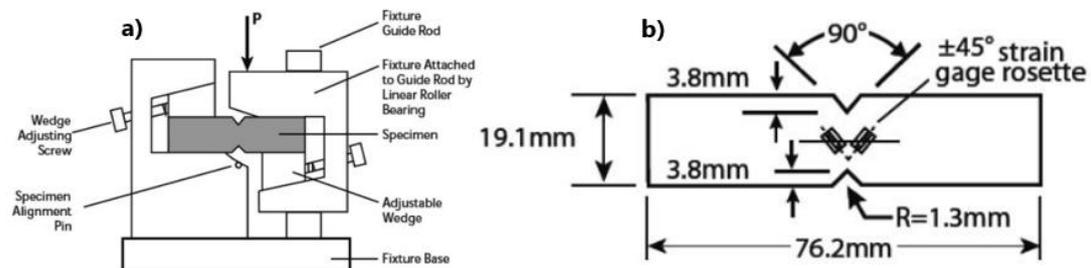


Figure 19 : a) Montage pour essai Iosipescu et b) Dimensions de l'éprouvette et placement des jauges de déformations [75].

- **Caractérisation en traction et en compression des propriétés relatives à l'épaisseur**

Les éprouvettes présentées Figure 20 [68] servent à la caractérisation du module élastique de stratifiés selon l'épaisseur : E_3 , ainsi que la limite à rupture associée S_{33} . Ces types d'échantillons permettent de s'affranchir des essais associés aux normes NF ISO 527 ou ASTM D3039, qui, pour l'acquisition de ce module, nécessiterait la réalisation d'éprouvettes ayant une épaisseur importante. Il est possible d'utiliser ces échantillons tels quels, si leur épaisseur est suffisante, de l'ordre de 100mm. Concernant celles d'épaisseurs moins importantes, de l'ordre de 10mm, les échantillons sont collés sur des supports en aluminium avec des colles époxydes et la traction est réalisée sur ces supports. Aussi, certaines de ces éprouvettes sollicitées en compression permettent également d'obtenir l'ensemble des propriétés mécaniques en compression d'un stratifié. La difficulté d'utilisation de ces échantillons réside dans son usinage et dans la présence d'effets de bord [76]. Mespoulet [74] expose une revue d'essais de traction et de compression sur des éprouvettes de ce type.

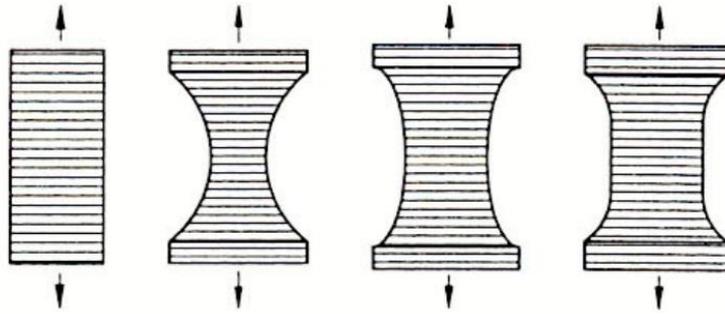


Figure 20 : Représentation des échantillons pour essais de traction selon l'épaisseur. De gauche à droite : éprouvettes à face parallèles, circulaires, elliptiques et RARDE [68].

- **Exemple d'essais intégrant des éprouvettes massives**

Une autre possibilité pour la caractérisation mécanique d'éprouvettes massives est la mise à l'échelle des éprouvettes et du matériel d'essai. Dans le cas où il est nécessaire de tester des éprouvettes présentant des sections importantes, la surface de contact entre l'échantillon et les mors doit être plus importante, afin d'éviter le glissement de l'un par rapport à l'autre. Manalo [77] présente les résultats de différents essais de traction et de compression, réalisée sur des éprouvettes composites UD massives. Ces dernières ont des sections de 10mm par 14mm pour les essais de traction et leur longueur est de 1100mm. Pour la réalisation de ces essais, les éprouvettes sont intégrées à leurs extrémités dans des tubes métalliques de 500mm de long, le tout est lié avec de la résine époxyde. La combinaison d'une grande surface de contact avec les mors et l'usage de tubes métalliques limitant les contraintes de cisaillements appliqués aux éprouvettes a permis d'aller jusqu'à la rupture pour des essais de traction UD sur des éprouvettes massives.

iii. Méthode d'identification inverse

Les méthodes d'identification inverse permettent la résolution de problèmes dit inverses. Ce type de problème est posé dans une situation où les conséquences et les effets d'un phénomène sont connus, et les causes inconnues. La résolution de ce type de problème consiste donc en l'identification des causes à partir des conséquences, à l'inverse des problèmes directs qui identifient les conséquences à partir des causes [25]. Sa résolution nécessite généralement une bonne connaissance du problème direct associé. La description des problèmes inverses mène aux notions décrites par Hadamard [79] de problèmes bien et mal posés. Le premier cas est un problème dont la solution existe, est unique et dépend de manière continue des données. Un problème qui ne répond pas à ces critères est dit « mal posé ». Les problèmes inverses interviennent dans ce second cas.

L'utilisation d'une méthode d'identification inverse est possible dans le cadre de la caractérisation des matériaux composites pour l'obtention de propriétés élastiques. La plus commune est l'essai normalisé. Dans ce type-ci, la géométrie, le modèle de matériau, son orientation ainsi que les paramètres d'essais, sont connus. Des lois analytiques permettent d'obtenir les caractéristiques mécaniques relatives à l'essai mis en œuvre à partir de paramètres mesurés. L'essai est statiquement déterminé. Sans la connaissance de ces lois analytiques, l'essai est statiquement indéterminé ; et il est nécessaire de résoudre le problème de manière inverse et de remplacer ces lois par des outils, des stratégies de résolution analytiques ou numériques. Avril [27] présente un aperçu des méthodes d'identification inverse utilisant des champs globaux. Il existe diverses stratégies de résolution numériques et analytiques des problèmes inverses. En voici quelques-unes :

- Méthode de recalage par éléments-finis, Kavanaght [81].
- Méthode des champs virtuels, Grédiac [82].

- Méthode d'écart de la réciprocité Andrieux [83].
- Méthode d'écart à l'équilibre. Claire [84].

Les deux premières méthodes de résolution, la méthode de recalage par éléments-finis et celle des champs virtuels vont être présentées plus en détail.

a) Méthode inverse de recalage par éléments-finis

La méthode d'identification inverse de recalage par éléments-finis ou Finite Element Model Updating (FEMU) en anglais, utilise les EF comme stratégie de résolution du problème inverse. Elle est aussi appelée méthode d'identification mixte numérique-expérimentale. Elle nécessite la mise en œuvre d'essais mécaniques et d'un modèle numérique. Son principe est décrit sur la Figure 21. Il équivaut à la comparaison au travers d'une fonction coût, des résultats d'un essai mécanique avec ceux équivalents obtenus avec un modèle EF reproduisant l'essai mécanique. Les résultats de l'essai mécanique sont définis comme l'objectif à atteindre pour le modèle. Un algorithme fait évoluer les paramètres d'entrée soit les constantes élastiques, de ce dernier et il exécute les calculs de sorte à minimiser la fonction coût et donc l'erreur entre résultats numériques et expérimentaux. Lorsque la valeur de la fonction coût est inférieure à un seuil défini, aussi appelé critère de convergence, la méthode converge vers une solution ; et les paramètres identifiés résolvent le problème.

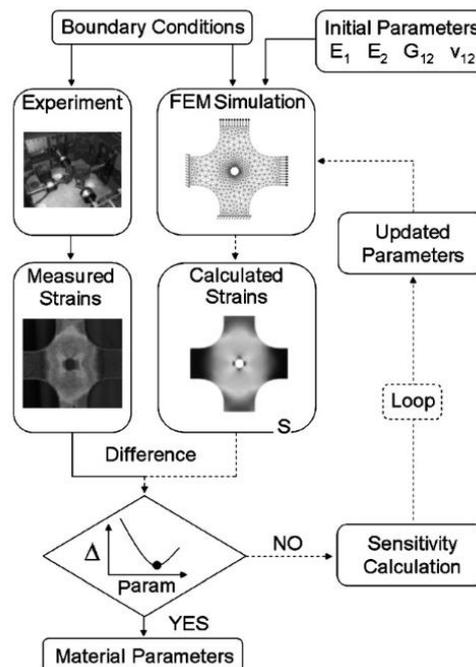


Figure 21 : Principe de la méthode d'identification inverse de recalage d'éléments-finis ou d'identification numérique-expérimentale [85].

Cette méthode est applicable dans le cas de calculs statiques, dynamiques, et elle peut servir à identifier des paramètres variés. L'objectif ici est l'identification des constantes élastiques associées à un matériau composite. Les données expérimentales utilisées peuvent être des champs de déformation, des déformations locales, des efforts, ou encore des allongements. Lecompte [85] utilise cette méthode pour la caractérisation mécanique élastique de stratifiés composites, en réalisant des essais biaxiaux, et en mesurant des champs de déformations sur la surface de l'échantillon. La réalisation d'un unique essai mécanique permet ici l'obtention de quatre constantes élastiques dans le plan (E_1, E_2, G_{12} et ν_{12}). Cugnoni [86] présente dans ses travaux, la mise en application de cette

méthode dans le cas d'essais dynamiques. Ceux-ci consistent à stimuler avec une source vibratoire, des plaques composites stratifiées pouvant avoir des épaisseurs conséquentes et de mesurer la réponse vibratoire de ces dernières. Les modes de vibration et les fréquences propres sont déterminées. Cette réponse vibratoire est utilisée comme paramètre de sortie du problème inverse et elle sert à identifier les 5 constantes élastiques associées à un matériau isotrope transverse.

b) Méthode des champs virtuels

La méthode des champs virtuels (MCV) est une stratégie de résolution analytique applicable en mécanique du solide. Elle voit le jour en 1989 grâce aux travaux de Grédiac [30]. Il s'agit d'une alternative intéressante aux méthodes de recalage par éléments-finis qui demandent une bonne connaissance des conditions limites, et qui sont coûteuses en temps de calcul. Elle est mise en place à la suite de l'essor des technologies de mesure de champs telles que les caméras CCD (Charge Coupled Device) et la corrélation d'images, qui ont permis d'exploiter le principe des travaux virtuels dans une procédure de caractérisation. La MCV est applicable aux situations où le champ de déformation est connu. Ainsi, une mesure de celui-ci sur une pièce est une donnée expérimentale suffisante pour l'application de cette méthode. Ces éléments permettent de mesurer les déformations sur la surface extérieure d'un solide. Il est nécessaire de choisir un type d'essai, où ces champs de déformations plans peuvent être liés aux déformations du solide. Cette méthode est applicable pour le cas des déformations planes ou des contraintes planes [80]. Toutefois, le développement des techniques de mesure de champs dans des volumes a la capacité d'aller au-delà des problèmes plans. Avril [31] présente dans ses travaux, l'application de la MCV à des champs de déformation 3D obtenus par technologie IRM.

La MCV est basée sur la résolution du principe des travaux virtuels donnée par l'équation (27) (notation en déplacement pour un volume V) suivante :

$$\int_V \rho \vec{\gamma} \vec{u}^* dV = - \int_V \bar{\sigma} : \bar{\varepsilon}^* dV + \int_V f \vec{u}^* dV + \int_{S_f} \vec{T} \vec{u}^* dS \quad (27)$$

Les différents termes de l'équation (27) sont les suivants : $\vec{\gamma}$ l'accélération, $\bar{\sigma}$ le tenseur des contraintes, \vec{u}^* le vecteur de déplacement virtuel, $\bar{\varepsilon}^*$ le tenseur des déformations virtuelles, f les forces agissant sur V , T la distribution de chargement sur la frontière et S_f la partie de la frontière où est appliqué le chargement. Le principe décrit dans l'équation (27) peut être appliqué à tout milieu matériel, sans restriction de géométrie. Elle est apte à être posée pour tous champs virtuels. Dans le cadre de la MCV, il est nécessaire d'utiliser autant de champs virtuels différents qu'il y a de paramètres à identifier. Moulart [88] décrit dans ses travaux l'identification de quatre constantes élastiques T-T pour un tube composite épais à partir d'un essai de compression sur un échantillon de tube. Quatre champs virtuels sont utilisés pour l'identification. Le choix de ces derniers constitue le point critique de la MCV. Avril [89] expose une méthode permettant de déterminer la sensibilité des champs virtuels au bruit de mesure. L'influence de ses dimensions et de l'emplacement d'application de l'effort sur la sensibilité aux bruits de mesure est étudiée.

iv. Estimation des propriétés mécaniques : homogénéisation

Hormis les diverses méthodes de caractérisation présentées, celles permettant d'estimer les propriétés mécaniques d'un matériau existent. Il s'agit des méthodes d'homogénéisation, qui ont la capacité de déterminer les propriétés d'un matériau composite à partir de ses composants. Dans le cadre de ces travaux, certaines de ces méthodes ont été mises en œuvre afin d'estimer les propriétés élastiques des matériaux. Les deux présentées sont les suivantes :

- Les méthodes d'homogénéisation par champ moyen avec, en particulier, les modèles phénoménologiques ou semi-empiriques.
- Les méthodes d'homogénéisation par champ global avec l'utilisation de volumes élémentaires représentatifs (VER) et la méthode éléments-finis pour la détermination des propriétés.

a) Homogénéisation par champ moyen : modèles phénoménologiques et semi-empiriques

L'homogénéisation par champ moyen est la résolution d'équations analytiques sur un VER. Les modèles reposent généralement sur une des géométries et des cas simples, tels que les composites unidirectionnels, les fibres courtes, ou encore la présence d'inclusions ellipsoïdales. Ici, seule une partie des méthodes d'homogénéisation par champs moyens est présentée. Il s'agit de modèles phénoménologiques et semi-empiriques. Ils sont dérivés des modèles de Voigt [90] et de Reuss [91] qui ont respectivement décrit le comportement pour un chargement axial et transverse pour des composites unidirectionnels. Trois modèles sont mis en avant :

- La loi des mélanges ou « Rule of mixtures » (ROM).

$$E_1 = c^1 \cdot E_1^1 + (1 - c^1) \cdot E^0 \quad (\text{Voigt}) \quad (28)$$

$$E_2 = \frac{E^0}{1 - c^1 \cdot \left(1 - \frac{E^0}{E_2^1}\right)} \quad (\text{Reuss}) \quad (29)$$

$$G_{12} = \frac{G^0}{1 - c^1 \cdot \left(1 - \frac{G^0}{G_{12}^1}\right)} \quad (\text{Reuss}) \quad (30)$$

$$\nu_{12} = c^1 \cdot \nu_{12}^1 + (1 - c^1) \cdot \nu^0 \quad (\text{Voigt}) \quad (31)$$

- La loi des mélanges modifiée.

Il s'agit d'une version modifiée de la loi des mélanges décrite ci-dessus. Cette dernière tend à donner des estimations fiables de E_1 et ν_{12} . Toutefois, concernant la détermination de E_2 et G_{12} , elle est réputée comme peu fiable. Cette version modifiée de la loi des mélanges est enrichie par des paramètres d'ajustement empiriques [92].

$$\frac{1}{E_2} = \frac{c^1 \cdot \eta^1}{E_{22}^1} + \frac{c^0 \cdot \eta^0}{E^0} \quad (32)$$

Avec

$$\eta^1 = \frac{c^1 \cdot E_1^1 + c^0 [(1 - \nu_{12}^1 \cdot \nu_{21}^1) E^0 + \nu^0 \cdot \nu_{21}^1 \cdot E_1^1]}{c^1 \cdot E_1^1 + c^0 \cdot E^0} \quad (33)$$

$$\eta^0 = \frac{c^1 [(1 - \nu^{02}) E_1^1 - (1 - \nu^0 \cdot \nu_{12}^1) E^0] + c^0 \cdot E^0}{c^1 \cdot E_1^1 + c^0 \cdot E^0} \quad (34)$$

$$G_{12} = \frac{c^1 + c^0 \cdot \eta'}{\frac{c^1}{G_{12}^1} + \frac{c^0 \cdot \eta'}{G^0}} \quad (35)$$

Avec $0 < \eta' < 1$ (en général $\eta' = 0,6$).

- Le modèle de Chamis

Une autre version de la loi des mélanges est définie par Chamis [93]. Elle prend en compte la racine carrée du taux volumique de fibres dans l'estimation des propriétés élastiques dans le cas d'un matériau isotrope transverse.

$$E_2 = \frac{E^0}{1 - (c^1)^{0.5} \left(1 - \frac{E^0}{E_2^1}\right)} \quad (36)$$

$$G_{12} = \frac{G^0}{1 - (c^1)^{0.5} \left(1 - \frac{G^0}{G_{12}^1}\right)} \quad (37)$$

$$G_{23} = \frac{G^0}{1 - (c^1)^{0.5} \left(1 - \frac{G^0}{G_{23}^1}\right)} \quad (38)$$

b) Homogénéisation par champ global : Volume Élémentaire de Référence (VER)

L'homogénéisation par champ global utilise la méthode des éléments-finis, et généralement les moyens de résolution numériques pour estimer les propriétés des composites. Cette approche implique de considérer un volume élémentaire représentatif (VER), qui décrit les composants du matériau, leurs proportions et leurs propriétés. Dans le cas des composites unidirectionnels l'orientation et le diamètre des fibres sont également définis. La Figure 22 présente des VER relatifs à des composites unidirectionnels. En a) est schématisé un VER avec une distribution uniforme en carré. Le diamètre des fibres est de $5\mu\text{m}$ et taux volumique de fibres est de 50%. Les composites unidirectionnels sont généralement représentés selon trois types d'arrangements des fibres : en carré, en diamant et en hexagonal [92]. Ces distributions uniformes des hétérogénéités rendent possible la définition des VER avec des géométries très simples et conduisant à des temps de calcul faibles pour la détermination des propriétés mécaniques. En revanche, le choix d'une distribution aléatoire ou la prise en compte de défauts (désorientations des fibres, porosités, ...) peut impliquer des temps de calcul conséquents à cause de la taille des VER considérés. La Figure 22 b) décrit un VER avec une désorientation des fibres imposée à 1° . Le diamètre des fibres est de $5\mu\text{m}$ et taux volumique de fibres vaut 40%. L'ajout d'une faible désorientation des fibres comprend déjà la réalisation d'un VER plus conséquent que pour une distribution uniforme. L'utilisation de méthodes d'analyses comme la tomographie permet, dans le cas des composites unidirectionnels, de déterminer la position et l'orientation des fibres dans le composite. L'obtention de ces données rend possible la réalisation d'un VER représentant le matériau de manière plus fidèle à travers chaque fibre et chaque aspérité mises en avant dans un volume considéré comme représentatif. Toutefois, cela peut conduire à la modélisation d'un grand nombre de fibres et d'aspérités, ce qui conduit à des temps de calculs très conséquents.

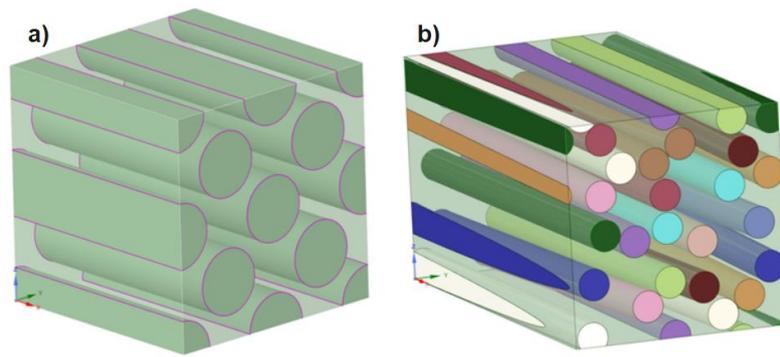


Figure 22: Modèles de VER générés avec le logiciel « Material Designer ». a) VER d'un composite unidirectionnel et b) VER d'un composite unidirectionnel avec des désorientations de fibres de 1° .

G. Procédés de fabrication

i. Introduction

Désormais, il est intéressant de se pencher sur les procédés de fabrication permettant la mise en œuvre de ce type de matériaux, en particulier sur ceux adaptés à la réalisation de produits en composite intégrant une matrice TP. Deux grandes catégories de procédés vont être décrits : la première partie s'intéresse aux procédés de fabrication additive ou à ceux pouvant être considérés comme un procédé de préformage dans le cadre du processus étudié. La seconde partie porte sur les procédés de fabrication associés à la mise en forme. L'objectif est de donner un aperçu non exhaustif des procédés courants pour la mise en œuvre des matériaux composites à matrice TP. Ceux permettant la mise en œuvre de composites à matrice TD sont brièvement décrits. Les procédés de fabrication et la définition des paramètres processus peuvent avoir un impact conséquent sur les propriétés des produits réalisés. En vue d'étudier ces interactions, il est nécessaire de maîtriser les procédés mis en œuvre et le chemin de fabrication du produit.

ii. Fabrication additive et de préformage

a) Enroulement filamentaire

L'enroulement filamentaire est un procédé de mise en œuvre des composites, qui consiste en l'enroulement de filaments composites intégrant des fibres continues autour de supports métalliques. Ce système en tant que tel peut être considéré comme un procédé de préformage puisqu'il implique de recourir à d'autres procédés pour consolider les pièces. Il permet la dépose de filaments composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. Le type de matrice utilisé implique généralement le recours à des procédés de mise en forme différents. Pour les matrices TD, il s'agit généralement de procédés autoclaves, alors que les matrices TP nécessitent le recours à des procédés de thermocompression. Les pièces réalisées avec ce type de méthode sont généralement des pièces de révolution creuses, tels que les réservoirs haute-pression, les canalisations et les tubes divers (cannes à pêche, bâtons de skis, ...) [94]. L'enroulement filamentaire a été utilisé initialement dans le cadre du développement du processus EPITHER [2]. Concernant la problématique étudiée ici, cette méthode est utilisée pour le préformage en déposant des fils composites comêlés sur des supports métalliques de manière manuelle ou robotisée. Après dépose, le maintien en position de la matière est garanti par le support métallique, (Figure 23). Pour rendre possible le transfert de la préforme vers l'étape de mise en forme il existe deux possibilités. La première consiste à utiliser un support métallique adaptable dans l'outillage de mise en forme, permettant ainsi le transfert d'un procédé à l'autre ; la seconde repose sur une pré-consolidation de la préforme par fusion de la matrice thermoplastique afin de rendre la préforme préhensible et transférable dans l'outil de mise en forme.



Figure 23 : Enroulement filamentaire robotisé réalisé au LCFC [2].

b) Broderie « Tailored Fibre Placement » (TFP)

La broderie est un procédé initialement utilisé dans le domaine du textile, et adapté pour la réalisation de pièces composites. À l'origine, il se résume en la dépose de fils sur un support textile et leur fixation avec des fils de piquage. Son application au milieu des composites correspond à la dépose et à la fixation avec des fils de piquage d'un filament composite sur un support. Le principe reste relativement inchangé, seuls les matériaux utilisés et les trajectoires de dépose changent. Le filament est lié au support par l'intermédiaire de fils thermoplastiques brodés de part et d'autre du support et entourant le filament. Le support est généralement sous forme d'une feuille thermoplastique, elle est généralement conservée et intégrée dans l'étape de mise en forme. Une autre solution est le recours à des feuilles de thermogaze® qui se dissolvent à la chaleur. Ce type de support est généralement supprimé en amont de la thermocompression. Ce procédé est réalisé avec des brodeuses industrielles similaires à celles utilisées dans le domaine du textile ; il permet la réalisation de préformes avec des cadences de production très élevées. La dépose peut s'effectuer sur quelques strates, mais la hauteur d'empilement est relativement limitée. Avec cette technique de préformage, aucune consolidation ou fusion de la matrice thermoplastique n'est effectuée. La matière et l'orientation des fibres sont maintenues en position par les fils brodés et ce même après suppression du support. Lors de la mise en forme, les fils de piquage en thermoplastique sont intégrés dans l'outillage de mise en forme avec les préformes. Dans le cas des thermoplastiques TD, les filaments sont généralement composés de fibres pré-imprégnées. La mise en forme peut alors être réalisée avec la plupart des procédés de mise en forme applicables à ce type de matrice. Dans le cas décrit, les fils de piquage restent tels quels dans la pièce finale. Pour les TP, la matière est sous forme de filaments comêlés, ou de rubans qui intègrent fibres et matrice. Pour l'utilisation de ce type de matériaux, il est souhaitable que le matériau de piquage et celui du support soit le même que celui utilisé comme matrice dans le composite par souci de compatibilité lors de la mise en forme. La Figure 24 présente en a) le principe de fonctionnement de la technologie TFP décrit par Mecnika [95].

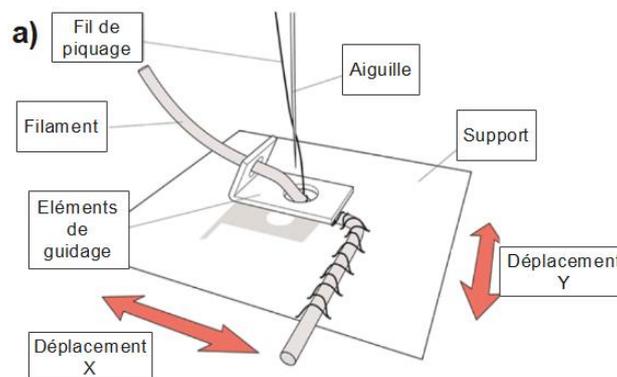


Figure 24 : a) Principe de fonctionnement de la broderie TFP [95].

c) Impression 3D des composites

Le principe de l'impression 3D est un procédé de fabrication additive, qui consiste en la création d'un volume par l'ajout de matière en couches successives. Il a initialement été développé en 1986 par Charles HULL avec la création du procédé de stéréolithographie permettant la fabrication de pièces en résine thermodurcissable [96]. Le principe de la fabrication additive s'est progressivement appliqué à la dépose d'autres types de matériaux : résines thermoplastiques et thermodurcissables, métaux, céramiques et composites par le biais d'un très grand nombre de procédés différents. Concernant l'impression des polymères, les procédés les plus répandus sont décrits dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Procédés d'impression 3D des résines thermoplastiques et thermodurcissables [96].

Technique	Acronyme	Matières	Principe de fonctionnement	Résolution [μm]
Dépôt de fil fondu	FDM ou FFF	TP	Extrusion et déposition	50-200
Stéréolithographie	SLA	TD Photodurcissable	Balayage laser et durcissement UV induit	10
Frittage sélectif par laser	SLS	Polycaprolactone (PCL) et PA	Balayage laser et frittage induit par la chaleur	80
Impression par liage de poudre	3DP	TP et TD	Impression avec liant	10-250

Le procédé d'impression 3D le plus répandu actuellement est celui de dépôt de fil fondu ou FDM. Il s'agit de la méthode de préformage étudié dans le cadre de ces travaux. Il s'agit de la technique d'impression 3D la plus adaptée pour la dépose de TP et de composites à matrice TP intégrant des fibres courtes, longues et continues. De ce fait, les phases conduisant à la fabrication d'une pièce, ainsi que le principe de fonctionnement du procédé, sont décrites plus en détail. Pour aller jusqu'à la réalisation d'une pièce imprimée en 3D avec ce type de procédé passe par les étapes suivantes :

- Création d'une géométrie avec un logiciel de CAO, et export du volume sous forme de maillage dans le format STL (« Surface Tessellation Language »).
- Découpe du maillage en tranches et création des trajectoires d'impression avec un logiciel de type « Slicer » en fonction des paramètres définis (remplissage, paterne, nombre de contours, ...).
- Définition des paramètres d'impression (température de buse, du plateau, vitesse d'impression, ...) pour l'obtention d'un fichier Gcode, lisible par l'imprimante 3D.

La Figure 25 schématise le principe de fonctionnement d'une imprimante 3D de type FDM ou FFF. Le fonctionnement est le suivant : le filament d'apport est acheminé vers la zone de chauffe et vers la buse. Le TP entre en fusion et il remplit la buse. L'apport de matière est constant lors de l'impression et il est défini en fonction du déplacement de la tête d'impression. Il applique une pression sur la matière présente dans la buse pour l'extruder et la déposer en strates.

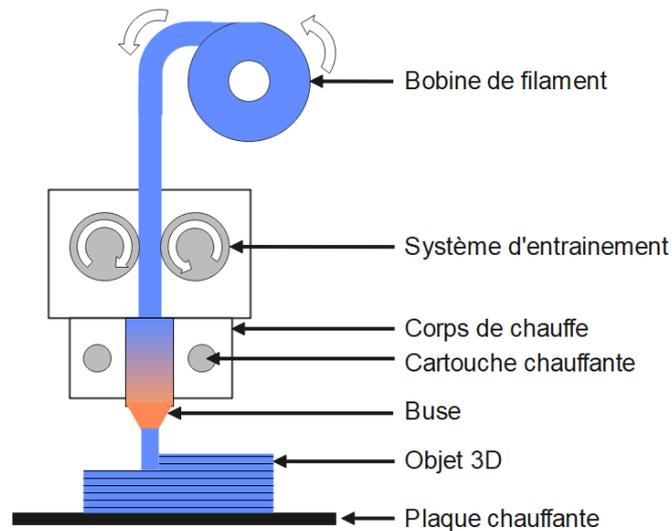


Figure 25 : Schéma de fonctionnement d'une imprimante 3D de type FDM ou FFF.

Des variantes de ce procédé d'impression 3D permettent l'impression de filaments intégrant des additifs ou des fibres courtes, et plus récemment des fibres continues. L'impression 3D de composites à fibres courtes et fibres continues est le procédé qui a été utilisé comme celui de préformage dans le cadre de ces travaux. Il est détaillé plus en détail par la suite.

- **Impression fibres courtes et additifs**

L'impression 3D de composites TP et fibres courtes ou chargés fonctionne sur le principe du procédé FDM : seul le type de filament utilisé et les propriétés de l'imprimante 3D diffèrent. Le filament utilisé a un format similaire mais il intègre les fibres et/ou les charges. Du côté de l'imprimante, l'impression de filaments chargés demande assez peu de modifications par rapport à une imprimante FDM classique. Seul le type de buse utilisé varie pour le cas où la charge est abrasive. Pour ce type d'application, les buses utilisées sont en acier, en inox ou en fonte, au lieu du laiton généralement employé pour l'impression de TP non chargé. Ce choix de matériau est nécessaire pour limiter l'usure de la buse associée au caractère abrasif des fibres. Comme pour le procédé d'injection TP/fibres courtes, les taux de fibres atteints et les propriétés mécaniques restent relativement faibles par rapport aux composites intégrant des fibres continues. Toutefois, par rapport à des pièces en TP pur, l'ajout de fibres courtes a un impact non négligeable sur les propriétés mécaniques. À nouveau, le procédé de fabrication a un impact sur l'orientation des fibres du produit réalisé. Yang [97] décrit ces aspects et il montre que l'orientation des fibres est la conséquence des flux de matière présents lors de sa dépose. Les fibres courtes sont majoritairement orientées selon l'axe longitudinal du cordon déposé. Ainsi, la définition des trajectoires de dépose va avoir un impact sur les propriétés du produit réalisé.

- **Impression fibres continues**

L'impression 3D de composites intégrant de fibres continues est un procédé de fabrication relativement récent. L'association de l'impression 3D et des composites unidirectionnels vise à la réalisation de pièces présentant de grandes résistances spécifiques. L'impression des composites à fibres continues à matrice TP est généralement une variante du procédé FDM, qui équivaut à la dépose d'un filament composite consolidé. À nouveau, il existe une grande variété de technologies de dépose ; certaines réalisent l'assemblage de la matrice et de fibres en amont de la dépose. D'autres permettent également la dépose de composites à matrice TD. Généralement, ces techniques consistent en l'imprégnation de fibres sèches avec une résine TD photodurcissable, qui polymérise via

l'action d'une lampe UV. Struzziero [98] détaille ces différentes technologies. Une des particularités communes à la plupart des systèmes utilisés pour la dépose de fibres continues est le recours à un système de découpe des fibres, un point essentiel pour la réalisation de chemins d'impression complexes et pour la transition à la strate supérieure. Certains systèmes d'impression présentent des moyens de consolidation in-situ. Cette dernière est généralement réalisée par l'application d'une pression sur la matière avec un système de rouleaux compacteurs ou directement avec un contact avec la buse. La dépose de matériaux composites implique également le recours à des logiciels de découpe « Slicer » spécifiques, afin de pouvoir gérer l'orientation des fibres et la position des coupes de filaments dans les produits réalisés. La maîtrise de l'orientation des fibres est l'atout principal de cette technologie, puisqu'elle permet d'utiliser au mieux l'anisotropie du matériau. La principale limite associée à ce procédé est la contrainte de design causée par l'utilisation de fibres continues. Blok [99] présente une étude portant sur ce sujet. Il compare l'impression 3D de composites fibres courtes et fibres continues. Dans ses travaux, il met en évidence l'intérêt des fibres continues par rapport aux fibres courtes en termes de propriétés mécaniques ; mais il détaille également les difficultés induites par l'utilisation des fibres continues dans l'impression 3D, avec notamment les limites en termes de design et de complexité des pièces. Le principe d'impression par strates implique également que les fibres ne peuvent être orientées que dans un plan. Ainsi, il s'agit de la principale limite en termes de design. Les deux systèmes d'impression utilisés dans le cadre de ces travaux permettent la dépose de filaments composites intégrant des fibres continues. Ces imprimantes 3D sont décrites plus en détail dans le chapitre 2.

d) Procédé « Automated Fibre Placement » (AFP)

Le procédé « Automated Fibre Placement » (AFP) ou en français « placement automatique des fibres » est un procédé de fabrication additive très proche des procédés d'impression 3D présentés précédemment. Il possède également des points communs avec l'enroulement filamentaire robotisé. Cette méthode consiste en la dépose de rubans composites intégrant une matrice TP ou TD pour la réalisation de pièces généralement creuses ou de voilures. Dans le cas des matrices TD, les rubans sont généralement composés de fibres continues imprégnées de résine ; et la consolidation est réalisée en autoclave. Dans le cas où une matrice TP est utilisée, les rubans composites sont chauffés de sorte que la fusion du TP ait lieu. Ensuite le ruban est déposé et consolidé à l'aide de rouleaux de compactage. Il s'agit à nouveau de consolidation in-situ. Brasington [100] présente une revue portant sur les avancées de cette technologie de dépose. Ce procédé de fabrication a été commercialisé en 1985, uniquement pour la dépose de composites à matrice TD. Ensuite, il devient un moyen de production très utilisé dans le domaine de l'aérospatial. Le recours aux composites à matrices TP pour l'AFP est bien plus récent et il débute seulement à partir des années 2010. Cette technique est très proche de l'impression 3D de composites à fibres unidirectionnelles tel que décrit précédemment. Les AFP sont généralement composées d'une tête de dépose et d'un robot, ce qui permet des déposes plus complexes sur des supports présentant des courbures. La dépose est parfois réalisée sur des supports rotatifs pour la fabrication de pièces de révolution. Ces aspects lèvent la limite de l'empilement de strates dans le plan propre à l'impression 3D et aux procédés de stratification. La compaction de la matière lors de la dépose sur des zones courbées est rendue possible par l'utilisation de rouleaux articulés, qui s'adaptent à la courbure de la pièce. La Figure 26 illustre une cellule robotisée AFP de la marque Coriolis [100].



Figure 26 : Photographie d'une cellule robotisée AFP de l'entreprise Coriolis [100].

iii. Procédés de mise en forme

a) Moulage par injection plastique, fibres courtes

Le moulage par injection est un des procédés de fabrication de pièces en TP le plus répandu, étant donné sa cadence de production très importante. Cette technique implique l'utilisation d'une presse à injecter. Ce type de machine est schématisé en Figure 27. Le principe de ce procédé de fabrication est le suivant :

- Des granules de thermoplastique pur ou intégrant des fibres courtes ou des charges sont utilisés. Ils sont stockés dans une trémie et sont ensuite conduits vers la vis sans fin.
- La vis sans fin achemine les granules vers une zone chauffée par des colliers chauffants. Les granules fondent progressivement jusqu'à l'extrémité de la vis sans fin.
- Le vérin d'injection transfère la matière fondue dans l'outillage via la buse d'injection.
- La matière refroidit dans l'outillage et la pièce est éjectée de l'outil, puis ébavurée.

Les outillages d'injection présentent généralement :

- Une partie fixe et une partie mobile, qui supportent les matrices
- Un système d'éjection.
- Une régulation en température.

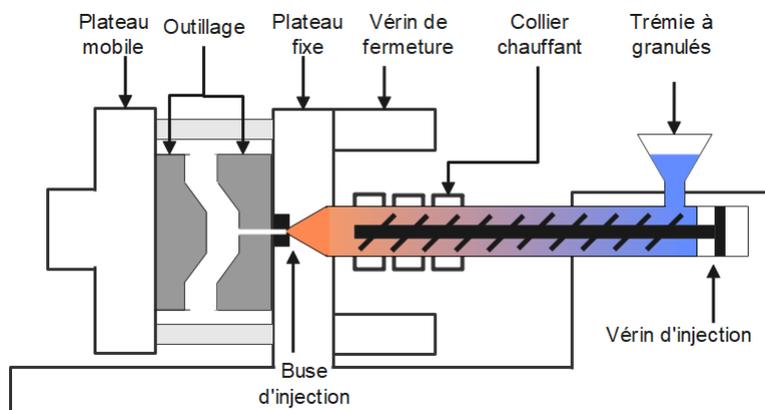


Figure 27 : Schématisation d'une presse d'injection plastique.

Les produits réalisés avec ce type de procédé sont très variés ; il est également possible de réaliser des pièces composites avec cette méthode. Un des avantages de cette technique est la possibilité de réaliser plusieurs pièces en un seul cycle de fabrication grâce à un outillage adapté. L'injection plastique de composite concerne exclusivement les composites à matrice TP intégrant des fibres courtes ou des charges. L'objectif est l'obtention de pièces présentant des propriétés mécaniques améliorées. En termes de rigidité, l'ordre de grandeur est jusqu'à 3 à 5 fois plus important par rapport au TP pur ; mais cela reste assez éloigné de propriétés atteintes par les composites intégrant des fibres continues. Une des difficultés associées à l'utilisation de fibres courtes dans le procédé d'injection plastique est l'impact du procédé sur l'orientation des fibres. Celles-ci sont initialement non-orientées dans les granulés mais elles s'orientent à cause des flux de matières existant lors de l'injection. Cette orientation impacte les propriétés mécaniques des produits réalisés ; mais elle peut également être maîtrisée et simulée numériquement. La conception des pièces et de l'outillage, ainsi que le réglage du procédé de fabrication, doivent donc prendre en compte l'impact du procédé de fabrication sur les propriétés des produits. Pour la simulation numérique de ces aspects relatifs à la mise en forme, des suites logiciels existent dans le commerce, comme Moldflow®.

b) Pultrusion

La pultrusion est un procédé permettant la réalisation de profilés ou de tubes en matériaux composites. Le principe de fabrication est assez similaire à celui de l'extrusion ; mais le déplacement de la matière est assuré par traction. Comparé à l'extrusion, cette technique permet la réalisation de pièces avec des orientations de fibres plus complexes et plus maîtrisées. Ce procédé présente des similitudes avec l'enroulement filamentaire, mais il s'agit d'un procédé de fabrication continue ; la partie mise en forme est réalisée directement. Les matrices TP et TD sont utilisables. Dans le cas de la réalisation de pièces réalisées à partir de filaments comêlés ou préimprégnés, de rubans pré-consolidés intégrant fibres continues et TP. Les étapes de fabrication sont les suivantes :

- Déroulement en continu des bobines de filament grâce au système d'entraînement.
- Positionnement des filaments avec le système de guidage de sorte à définir le profil souhaité.
- Préchauffe de la matière.
- Passage de la matière dans une filière chauffée pour former le profil.
- Refroidissement de la matière par passage dans un système de refroidissement.
- Découpe des pièces à la longueur souhaitée.

Ces étapes de fabrication sont décrites par Michenkov [101]. La Figure 28 détaille les différents éléments composant un type de ligne de pultrusion adapté à la mise en œuvre de pièces composites à matrice thermoplastique, à partir de filaments comêlés.

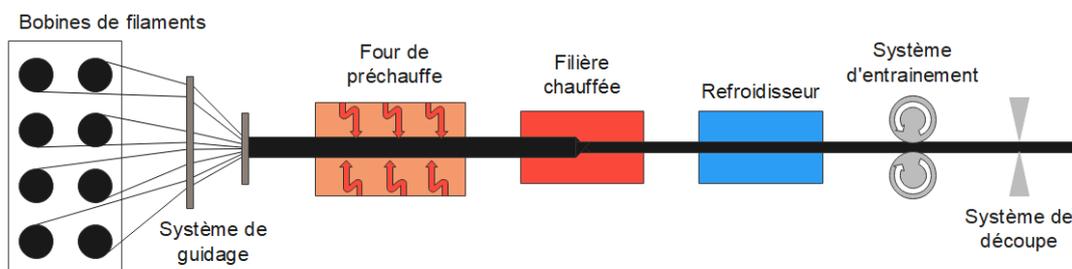


Figure 28 : Schématisation d'une ligne de pultrusion.

Il existe des variantes de ce procédé utilisant des fibres sèches : l'assemblage de fibres est réalisé en début de ligne et la matrice est ajoutée par la suite. Pour le cas des matrices TP, elles sont injectées à l'état fondu. Il s'agit de la combinaison entre la pultrusion et l'injection plastique appelée : « Reaction Injection Molding » (RIM). Cette technique présente plusieurs avantages, tels que la cadence de production élevée, les possibilités d'orientation des fibres, ou encore la bonne consolidation des pièces réalisées. Toutefois, les géométries réalisables restent limitées.

c) Thermocompression (« Compression Molding »)

La thermocompression ou moulage par compression est un procédé simple qui implique la compression d'une matière malléable entre deux moitiés d'un moule chauffé, puis la transformation de celle-ci en une pièce moulée après son refroidissement, pour le cas des TP et des élastomères, ou de son durcissement pour les TD. Habituellement, cette méthode de fabrication implique l'utilisation d'une presse de mise en forme pouvant développer des pressions importantes, ainsi que des outillages régulés en température. Divers matériaux peuvent être mis en œuvre avec ce type de procédé, comme des TP, des composites à matrices TP ou TD, ou encore des élastomères. La matière première utilisée peut avoir divers formats, tels que des feuilles composites préimprégnées de résine, du pellet ou encore de la fibre coupée préimprégnée « Chopped Composite Fibre » (CCF). Les produits réalisés peuvent être très variés. Par exemple, pour le secteur de l'automobile, avec des panneaux composites pour garnir l'extérieur et intérieur des véhicules. Certains éléments de pare-chocs ou encore les pneus, sont produits avec ce type de procédé. Pour résumer, la technique de moulage par compression est très vaste et englobe un grand nombre de matériaux et de formats de matières. Elle permet de fabriquer des produits ayant des géométries et des caractéristiques variées. La mise en œuvre des composites avec ce genre de procédé se fait selon deux variantes principales qui sont applicables, aussi bien pour les matrices TD que TP. Seules quelques variantes en termes d'outillage et de réglage du procédé existent :

- Le « Sheet Molding Compounds » ou SMC consiste en la mise en forme de feuilles composites intégrant des fibres unidirectionnelles préimprégnées. Les pièces réalisées sont généralement de faible épaisseur, elles présentent des propriétés mécaniques élevées, mais aussi des géométries peu complexes. Le procédé se rapproche des techniques d'estampage composite qui correspondent à la mise en forme de pièces à partir de plaques composites préconsolidées. Une des particularités des outillages utilisés pour ce type de procédé est la présence possible de serre-flancs pour le maintien en position de la matière lorsqu'elle est sous forme de feuilles préimprégnées. La Figure 29 a) décrit plus en détail le principe de fonctionnement du procédé SMC. La chauffe de la matière peut être réalisée avec un four, par infrarouges ou encore directement dans l'outillage s'il intègre un système de chauffe par conduction ou par induction.
- Le « Bulk Molding Compounds » ou BMC est la mise en forme de pièces en composite à partir d'une charge de matière sous forme de pellet ou de CCP. Les pièces obtenues peuvent être massives et elles présentent des propriétés mécaniques généralement plus faibles par rapport aux pièces issues du procédé SMC grâce à l'utilisation de fibres courtes non orientées et de la plus faible proportion de fibres. Toutefois, cette technologie permet la réalisation de pièces massives. La Figure 29 b) décrit plus en détail le principe de fonctionnement du procédé BMC. Les moyens de chauffe utilisables sont les mêmes que ceux décrits pour le procédé SMC.

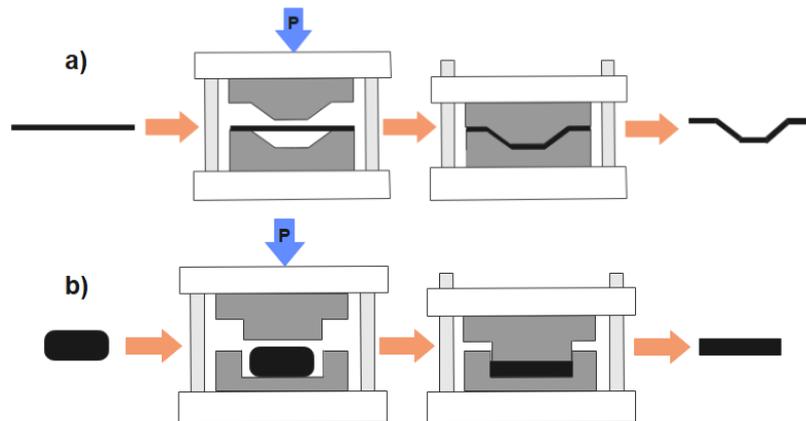


Figure 29 : Schémas en a) du procédé SMC et en b) du procédé BMC.

Le procédé de mise en forme utilisé dans le cadre de ces travaux est la thermocompression de préformes composites composées de fibres continues orientées et une matrice TP avec des dimensions pouvant être massives. Il se rapproche des procédés SMC/BMC ; mais il permet l'utilisation de fibres continues orientées. Cet aspect permet l'obtention de pièces présentant des propriétés mécaniques élevées et des dimensions massives.

H. Discussions

Ce premier chapitre a consisté en un état de l'art portant sur différentes thématiques en lien avec ces travaux. Ces dernières sont réparties en six parties principales, elles décrivent en détail :

- Les matériaux composites en général.
- Les propriétés des composites fibreux unidirectionnels.
- Un aperçu des méthodes d'analyse permettant de qualifier les propriétés des matériaux composites.
- Le comportement mécanique des composites.
- Les méthodes permettant la caractérisation mécanique des matériaux composites.
- Les procédés de fabrication et de mise en œuvre des matériaux composites.

Ces différentes parties ont permis de définir le cadre de ces travaux et de présenter les connaissances utiles à la réalisation de cette thèse. A l'issue de cet état de l'art, trois verrous scientifiques ont été identifiés.

Verrous scientifiques

L'état de l'art réalisé, les travaux antérieurs ainsi que les connaissances et les savoir-faires du LCFC, ont permis d'identifier trois verrous scientifiques principaux, relatifs au processus de fabrication EPITHER et à la problématique de la thèse associée. L'étude des interactions produit-processus de fabrication nécessite la résolution de ces verrous pour l'obtention d'une connaissance complète des phénomènes associés au processus de fabrication et des propriétés des produits issus de ce dernier et des procédés qui le composent.

Verrou 1 : Étude et modélisation des interactions entre les paramètres processus et les caractéristiques matériaux et mécaniques des produits.

L'objectif de ce verrou est l'identification et l'étude des liens entre les paramètres procédés, les caractéristiques matériaux et les caractéristiques mécaniques des produits composites issus du procédé. Actuellement, les spécificités du processus EPITHER, telles que la dimension massive des pièces réalisées ainsi que l'utilisation de fibres continues, font qu'il est difficile de transposer directement des résultats issus de la bibliographie. Des techniques proches du processus de fabrication étudié peuvent donner des axes de recherche ou des tendances à propos de l'impact de certains paramètres de mise en forme sur le produit. La thèse réalisée en amont de celle-ci par Mayer [2] a permis de traiter partiellement ce point. Toutefois, le procédé de préformage privilégié dans ces précédents travaux est le procédé d'enroulement filamentaire. Cela modifie un aspect important du processus, à savoir le type de préforme intégrée dans l'étape de thermocompression. L'étude des interactions produit-processus de fabrication doit permettre d'identifier les paramètres clés du processus de fabrication EPITHER, et de déterminer leur impact sur les propriétés du produit.

Verrou 2 : Caractérisation mécanique intrinsèque des produits composites massifs.

Pour répondre partiellement au verrou précédent, il est nécessaire de caractériser mécaniquement les produits issus du processus de fabrication étudié. Ce point est d'autant plus important que le procédé vise la réalisation de pièces structurales. L'état de l'art a mis en évidence plusieurs problématiques liées à la mise en œuvre de pièces composites massives :

- Les effets de taille et d'échelle.
- Les gradients pouvant être amplifiés par la massivité des produits.

Ces deux points conduisent au constat suivant : les propriétés matériaux et mécaniques obtenues avec la caractérisation d'éprouvettes de faible épaisseur ne sont pas représentatives de celles d'éprouvettes massives. Cet aspect implique que les essais de caractérisation mécaniques doivent permettre de caractériser des échantillons présentant des dimensions massives et des épaisseurs variables en vue de caractériser l'impact de l'épaisseur sur les caractéristiques mécaniques. De plus, les échantillons testés doivent être issus du procédé et représentatifs de ce dernier. Afin de répondre à ce verrou scientifique, le chapitre 2 répertorie les diverses méthodes de caractérisation et d'estimation des propriétés mécaniques. À l'issue de cette étude bibliographique, une ou plusieurs méthodes adaptées à la problématique sont mises en place.

Verrou 3 : Étude et modélisation des déplacements de matière intervenant lors de la thermocompression.

Les déplacements de matière intervenant lors de l'étape de mise en forme posent le verrou suivant. La compréhension de ces derniers et des phénomènes sous-jacents n'est pas complète. Pour sa mise en œuvre, il est possible de s'orienter vers l'expérimental ou vers la simulation numérique. Actuellement, la simulation de mise en forme de composites thermoplastiques intégrant des fibres continues reste peu maîtrisée, et elle n'est pas intégrée dans les suites commerciales de logiciels de simulation. L'analyse expérimentale des déplacements de matières résultant du procédé peut s'effectuer à travers l'étude de certains paramètres matériaux, tels que l'orientation des fibres, le taux de porosité, celui de fibres ainsi qu'à travers les gradients du taux de porosité et de fibres. D'autres protocoles expérimentaux visant spécifiquement l'étude des déplacements de matière pourront être menés. En ce qui concerne la partie simulation numérique du procédé de thermocompression de composites intégrant des fibres continues, elle ne sera pas traitée dans le cadre de cette thèse. Ce choix vise à prioriser la résolution des deux premiers verrous scientifiques décrits précédemment. Les recherches s'orientent en priorité vers la résolution du second par la mise en place d'une ou de plusieurs méthodes de caractérisations mécanique, et par la suite, vers l'étude des interactions entre paramètres procédés, paramètres matériaux et mécaniques. L'analyse des déplacements de matière intervenant lors de la mise en forme est effectuée à travers des études menées dans le but de caractériser et de modéliser les interactions produit-processus de fabrication.

Résumé

La Figure 30 résume les trois verrous scientifiques principaux décrits ci-dessus. Maintenant que les problématiques scientifiques sont posées. La seconde partie concerne la description du processus de fabrication EPITHER, les paramètres associés au procédé et aux produits, ainsi que les moyens permettant l'étude et l'analyse de ces derniers.

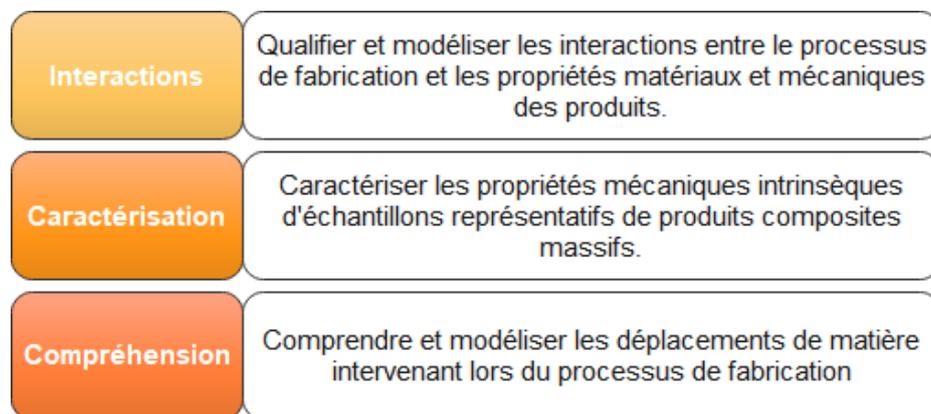
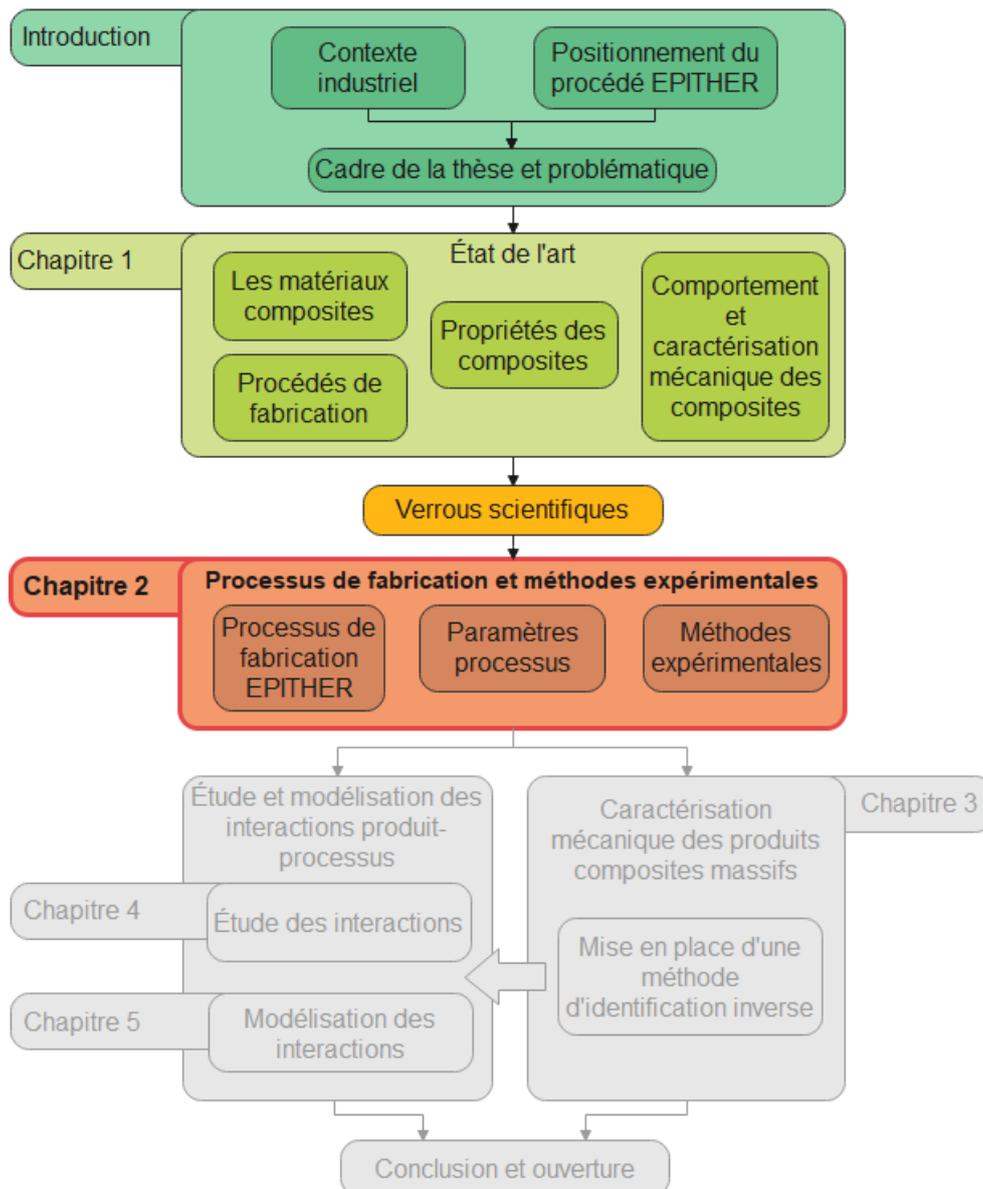


Figure 30 : Résumés des 3 principaux verrous scientifiques associés à la problématique.

Chapitre 2 : Processus de fabrication et méthodes expérimentales



A. Introduction

Le Chapitre 2 porte sur la présentation et la description de deux aspects principaux :

- Le processus de fabrication EPITHER dans son ensemble.

La présentation de ce processus de fabrication est un complément à l'état de l'art. Elle a pour objectif la description et la compréhension du processus de fabrication EPITHER dans sa totalité. Les différentes étapes et procédés composant le processus de fabrication sont détaillées, en se concentrant sur les configurations utilisées dans les travaux présentés. Ainsi, pour ce qui est des procédés de préformage, seule l'impression 3D est présentée car majoritairement utilisée dans le cadre de ces travaux. Cette volonté de prioriser l'impression 3D comme solution de préformage est également liée au potentiel d'industrialisation du procédé et à sa grande versatilité. La majorité des développements scientifiques porte sur les pièces issues de cette technologie de préformage. Ainsi, l'étude du processus de fabrication s'intéresse aux configurations du processus de fabrication utilisées dans le cadre de ces travaux. Cela porte principalement sur l'association du procédé d'impression 3D pour le préformage et du procédé de thermocompression spécifique des composites. En plus de la description du processus de fabrication, une deuxième partie va consister à décrire les différents paramètres procédés intervenant dans celui-ci.

- Les diverses méthodes expérimentales mises en œuvre dans ces travaux et les méthodes généralement utilisées pour la caractérisation des propriétés et des matériaux étudiés.

La seconde partie porte sur la présentation des méthodes expérimentales utilisées dans le cadre de ces travaux pour la caractérisation des propriétés des produits étudiés ici. Concernant la caractérisation de certains paramètres pour les propriétés mécaniques, d'autres méthodes ont été présentées dans le chapitre précédent. Les différentes méthodes présentées dans l'état de l'art n'ont pas forcément été appliquées dans les études menées. Les méthodes décrites portent sur la caractérisation des diverses propriétés matériaux et mécaniques. Pour rappel, ces dernières sont la microstructure, les propriétés thermiques, les contraintes résiduelles, les dimensions, la géométrie, ou encore les propriétés élastiques et à rupture.

B. Processus de fabrication

i. Introduction

Le processus de fabrication étudié a été brièvement décrit dans l'état de l'art. L'objectif de cette partie est de le présenter de manière détaillée le processus de fabrication afin d'identifier par la suite l'intégralité des paramètres opératoires intervenant dans les deux procédés, qui le composent. Les paramètres procédés identifiés sont décrits en partie C. En vue de cet objectif, la matière première mise en œuvre va tout d'abord être exposée avec une description générale de la matière première, des différents formats, et pour finir, des matériaux mis en œuvre dans le cadre de ces travaux. Le processus de fabrication est ensuite présenté dans son ensemble avec, tout d'abord, le procédé de préformage privilégié dans le cadre de cette thèse, c'est à dire le procédé d'impression 3D, puis les différents moyens d'impression à disposition. Enfin, le procédé de thermocompression est expliqué avec, notamment, la description des moyens de mise en forme : presses, moyens de chauffe, ou encore outillages de mise en forme.

ii. Matière première

a) Introduction

Les caractéristiques de la matière première intégrée dans le processus EPITHER sont un point essentiel à prendre en compte pour la définition des paramètres procédés intervenant dans les différentes étapes de fabrication du procédé. La matière première utilisée est généralement un composite à matrice thermoplastique intégrant des fibres longues ou continues orientées. La grande variété de couplages entre le type de fibres et le type de matrice permet de réaliser des produits présentant des caractéristiques très variées. Celles-ci sont la résistance mécanique, la rigidité du composite, sa résistance à la température (température limite d'usage), la résistance à la corrosion, ou encore les propriétés d'isolation électrique du composant. Cette partie a pour objectif de décrire la matière mise en œuvre dans le processus de fabrication étudié avec, en particulier, la description du format, du conditionnement de la matière et des différents matériaux mis en œuvre.

b) Conditionnement de la matière

Le format de la matière première est également un point important à prendre en compte. Les composites utilisés en présentent plusieurs sortes, généralement sous forme de fils composites intégrant fibres et résine thermoplastique. Les différents procédés de préformage étudiés ne permettent pas l'utilisation des mêmes types de filaments composites. La solution de fabrication additive utilisée permet la dépose de fils composites pré-consolidés : il existe un lien mécanique, une cohésion entre les fibres et la matrice. Dans ce cas, le matériau composite est déjà formé directement dans le filament utilisé comme matière première et il est remis en forme lors du préformage. Les filaments utilisés pour l'impression 3D doivent avoir une rigidité suffisante pour garantir la bonne extrusion de la matière. Le procédé d'enroulement permet l'utilisation de fils comelés, ou préimprégnés, et éventuellement de rubans composites nommés tape. Les filaments préconsolidés sont difficilement utilisables pour le procédé d'enroulement ou de broderie à cause de leur rigidité trop importante. Leur mise en œuvre nécessite forcément une refonte de la matrice TP. La Figure 31 présente différents formats existant pour des fils, filaments, ou des rubans composites UD. Les formats suivants sont décrits : fils parallèles hybrides qui intègrent des fibres et fils thermoplastiques qui ne sont pas entremêlés (par opposition aux fils comelés). Les fils préconsolidés ou préimprégnés peuvent être retrouvés sous la forme d'un filament ou d'un ruban ou tape. D'autres formats non décrits ici

existent ; les différences résident généralement dans l'imprégnation des fibres par le thermoplastique ou dans la répartition des fibres et du thermoplastique dans le filament.

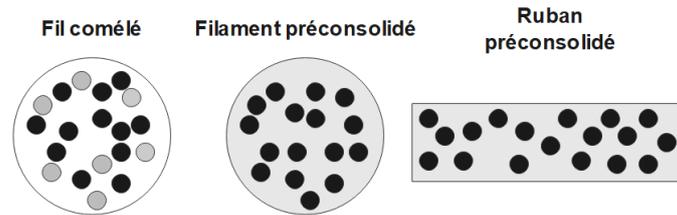


Figure 31 : Formats de fils composites (fibres en noir, matrice en gris).

Le rapport fibre/matrice de la matière première est un point important à prendre en compte. Les fabricants de celle-ci fournissent généralement cette information par le biais d'une valeur du taux de fibres volumique ou massique. En ce qui concerne les fils pré-consolidés, le niveau de consolidation du fil, son taux de porosité, ou encore l'orientation des fibres dans le filament, sont des propriétés intéressantes à étudier.

c) Matériaux mis en œuvre

Après une présentation des divers formats de fils, de filaments ou de rubans composites pouvant être mis en œuvre dans le processus de fabrication, il est intéressant de décrire les matériaux mis en œuvre dans le cadre de ces travaux. Ces derniers sont sous forme de filaments et de rubans consolidés intégrant des fibres continues puisque l'impression 3D est le procédé de préformage privilégié ici. Un autre format de matière est également utilisé ; il s'agit d'un filament consolidé adapté à l'impression de type FDM et qui intègre des fibres courtes non orientées.

- **Filament PA12/CF Continues APOLLO et KEPLER**

Les matériaux d'impression décrits ici sont des filaments composite pré-consolidés intégrant des fibres de carbone continues, et une matrice thermoplastique PA12. Ce type de matériau est un filament pré-consolidé, ce qui implique qu'il a d'abord subi une transformation thermique et mécanique permettant de lier fibres et matrice afin de le rendre suffisamment rigide pour que le système de fabrication additive puisse le déposer. La fibre est orientée dans le sens du filament. Les propriétés du filament APPOLO sont présentées dans la Figure 32. Cette figure présente également une micrographie d'une section de filament mettant en évidence les fibres, la matrice, ainsi que le contour du filament. Le plan d'étude choisit pour cette micrographie est perpendiculaire aux fibres et à l'axe principal du filament. Le matériau PA12/CF KEPLER présente quasiment les mêmes propriétés que celui décrit dans la Figure 32 mais il présente un type de fibres non connu et un taux de fibres différent. Ces deux types de matériaux sont mis en œuvre dans le système d'impression CarbonKit® de chez 9T Labs, ce dernier est décrit par la suite.

Filament APOLLO (9T Labs)	
Fibres	Carbone STS40F13(24k)
Matrice	PA12
Taux volumique de fibre théorique	50%
Masse volumique	1,405g.cm ⁻³
Diamètre du filament	0,6mm
Diamètre des fibres	7µm

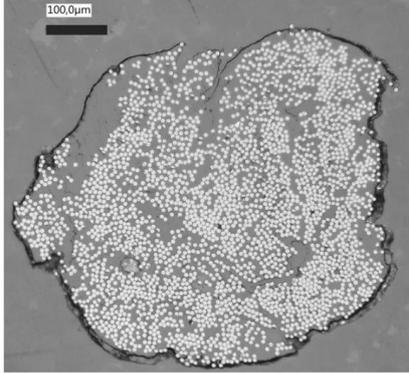


Figure 32 : Propriétés du filament et micrographie d'une section d'un filament composite pré-consolidé PA12/CF fibres continues APOLLO.

- **Filament Tape PEKK/CF Continues**

Le deuxième type de matière mis en œuvre dans le cadre de ces travaux est un ruban, ou tape, intégrant des fibres de carbone continues, et une matrice en polyéthercétonecétone (PEKK). Il s'agit d'un TP haute température. Ce format de matière est imprimé par le système d'impression RedSeries® commercialisé par l'entreprise 9T Labs, décrit par la suite. La Figure 33 présente les propriétés du filament intégrant des fibres continues, ainsi qu'une micrographie de coupe de ce type de ruban composite.

Filament PEKK/CF continues (9T Labs)	
Fibres	Carbone AS4
Matrice	PEKK
Taux volumique de fibre théorique	60%
Masse volumique	1,580g.cm ⁻³
Dimensions approximatives du filament	1,10x0,15mm
Diamètre des fibres	7,1µm

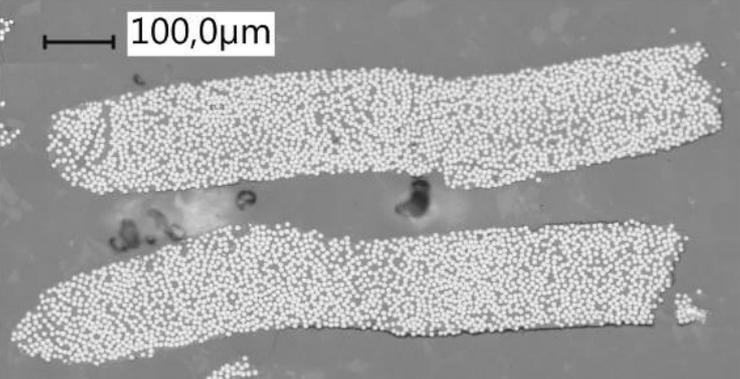


Figure 33 : Propriétés et micrographie d'une section de filaments Tape PEKK/CF fibres continues 9T Labs.

- **Filament FDM PEKK/CF Courtes**

Le filament FDM PEKK/CF à fibres courtes utilisé présente les mêmes matières que le filament illustré en Figure 33 toutefois le taux de fibres est bien plus faible, plus précisément entre 3 et 5%. De plus, les fibres sont courtes et non orientées. L'utilisation de fibres courtes permet une dépose de type FDM sans contraintes particulières. La Figure 34 montre une micrographie d'un échantillon de filament composite PEKK/CF à fibres courtes, ainsi qu'un résumé des propriétés de celui-ci. La micrographie met en évidence les fibres, la matrice, et également la présence de porosités dans le filament.

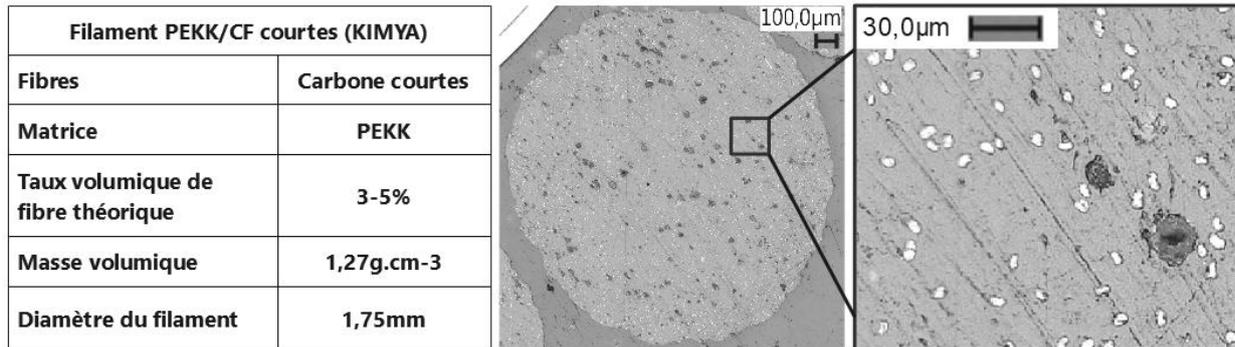


Figure 34 : Propriétés et micrographie d'une section d'un filament PEKK/CF fibres courtes 9T Labs.

iii. *Étape de préformage et de pré-consolidation*

d) *Introduction*

La première étape du processus de fabrication EPITHER est celle de préformage, avec ou sans préconsolidation de la matière, suivant le procédé de préformage utilisé. Actuellement, cette étape peut être réalisée de trois manières différentes : par enroulement filamentaire, par broderie TFP ou par impression 3D. La méthode de préformage privilégiée dans le cadre du développement du processus de fabrication EPITHER et au sein de ces travaux est l'impression 3D. Seule cette dernière est décrite par la suite, étant donné qu'elle sert de support à l'ensemble des travaux et des études mises en œuvre. Deux systèmes d'impression 3D différents sont utilisés. Ces derniers sont commercialisés par l'entreprise 9T Labs.

e) *Imprimante 3D CarbonKit®*

Le premier système est nommé « CarbonKit® » de chez 9T Labs, il est illustré dans la Figure 35 a). Il s'agit d'une machine prototype réalisée en seulement quelques exemplaires. Elle permet l'impression et l'orientation d'un filament composite préconsolidé intégrant des fibres de carbone continues et une matrice thermoplastique. Une seconde buse est dédiée, quant à elle à la dépose de thermoplastique pur. Cette dernière caractéristique rend possible la dépose de matière dans des zones où l'ajout de fibres continues à peu d'intérêt (zones peu sollicitées mécaniquement) ou lorsqu'il est difficilement réalisable à cause de considérations géométriques. Les préformes obtenues en fin d'impression sont préhensibles, mais elles restent peu consolidées (taux de porosité entre 10 et 20% suivant les paramètres du procédé et la matière utilisée). La Figure 35 b) présente un exemple de préforme composite en CF/PA12 obtenue en impression 3D. L'orientation des fibres suit la géométrie de la pièce. La préforme est réalisée par impression de 3 rangées de filaments composites sur 70 strates de haut, le tout pèse environ 23g. Ses limites principales sont : le volume d'impression restreint, les cadences de production faibles et la température d'impression, limitée à 250°C. Ce dernier point implique que ce système n'a pas la capacité d'utiliser des TP à haute température, comme le PEKK, le PEEK, ou encore le PEI.

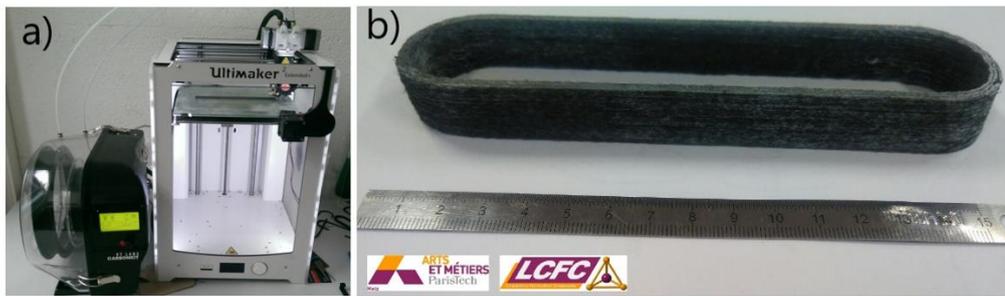


Figure 35 : a) Module CarbonKit® 9T Labs monté sur une imprimante 3D Ultimaker 2 et b) Préforme composite imprimée (type Bielle Alpha) : 3 rangées de filaments PA12/CF sur 70 strates pour un total d'environ 23 grammes.

f) Imprimante RedSeries®

Le second système d'impression à disposition est le « Build Module » du système RedSeries® commercialisé par 9T Labs. Il s'agit d'une version commerciale qui est l'aboutissement du Carbonkit®. L'imprimante est présentée en Figure 36 a). Elle présente plusieurs avantages majeurs par rapport au système décrit précédemment :

- L'ajout d'une enceinte chauffante facilite l'impression de thermoplastiques ayant un fort CDT, comme le PA12.
- L'augmentation des températures d'impression. Les températures maximales des buses d'impression, du plateau chauffant et de l'enceinte chauffante qui sont respectivement de : 450°C, 200°C et 100°C. Ces valeurs rendent possible l'impression de thermoplastiques à hautes températures.
- La seconde buse accepte des filaments chargés en fibres courtes, et pas uniquement ceux en thermoplastique pur.
- Le volume d'impression est également plus important, étant de 350x270x250mm.
- La vitesse d'impression est augmentée (passage de 4mm/s pour le CarbonKit® à 15-20mm/s ici).

Outre ces améliorations, le principe de fonctionnement reste sensiblement le même. Il est toutefois recommandé d'alterner une couche de thermoplastique pur ou chargé (épaisseur 0.03mm) avec une strate de filament intégrant des fibres continues (épaisseur 0.2mm). Cette démarche permet une meilleure adhésion des strates intégrant des fibres continues, ce qui facilite l'impression. La conception des pièces imprimées passe par le logiciel Fibrify associé comme module au logiciel SpaceClaim de la suite Ansys. Fibrify permet de gérer de manière précise la position et l'orientation des fibres dans la pièce imprimée en travaillant à partir de volumes CAO. La Figure 36 b) présente un aperçu de ce logiciel. La dépose de fibres continues est représentés par les volumes verts ; et celle pour le thermoplastique pur ou chargé fibres courtes est représentée par les volumes rouges.

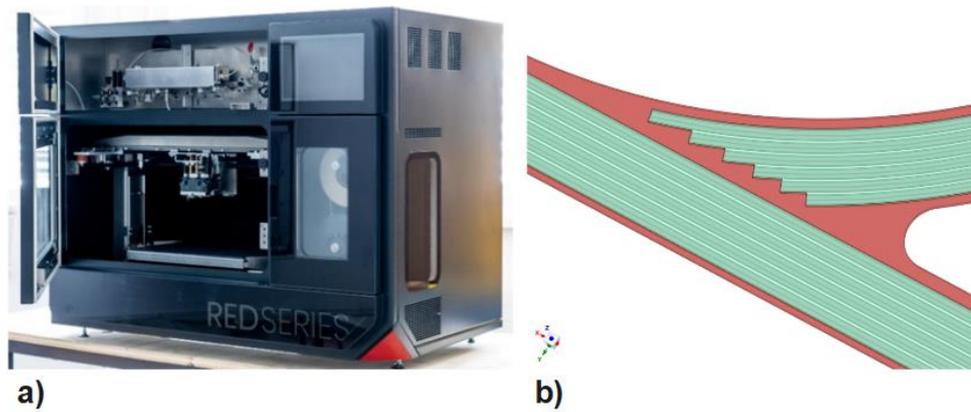


Figure 36 : a) Imprimante RedSeries® Build Module 9T LABS et b) Aperçu de la conception d'une préforme imprimée avec le logiciel Fibrify.

iv. Thermocompression

Le procédé de thermocompression consiste à chauffer et appliquer une pression sur les préformes obtenues en amont, avec un des procédés de préformage présenté précédemment. Ce dernier est original de part i) l'utilisation de moyens de préformages, tels que l'enroulement, la broderie ou l'impression 3D, ii) l'utilisation des fibres continues orientées et iii) la dimension des pièces réalisées et notamment la possibilité de réaliser des sections massives. Outre ces aspects originaux, l'étape de mise en forme s'apparente à un procédé de thermoformage ou de thermo-estampage [102]. L'objectif de la phase de thermocompression est la fusion de la matrice TP du composite et de la consolidation des préformes. Cette technique permet de réduire le volume des porosités, et de donner leur géométrie finale aux pièces. L'étape de mise en forme autorise l'intégration de plusieurs préformes, d'éléments en thermoplastique pur ainsi que d'inserts métalliques dans l'outillage. L'assemblage, la combinaison de ces éléments est effectuée lors de cette étape. Les outils de mise en forme utilisés actuellement sont en acier et ils autorisent généralement la réalisation de pièces à hauteur variable. La hauteur finale de la pièce finie dépend des paramètres du processus de fabrication et de la quantité de matière intégrée dans l'outillage. Ses autres dimensions correspondent à celles de l'outillage. Lorsqu'un effort ou une course importante est appliqué pendant l'étape de compression, il est possible d'évacuer la matière par les jeux fonctionnels de l'outil, puisque celui-ci n'est pas complètement étanche. Il en résulte la formation d'une bavure, qui est par la suite usinée. La thermocompression s'effectue en plusieurs étapes, qui sont décrites dans la Figure 37. Elle peut être réalisée avec différents équipements (cartouches chauffantes ou four à convection, cales, commande en effort ou en déplacement, ...), la configuration présentée Figure 37 correspond à l'une de ces possibilités de mise en forme.

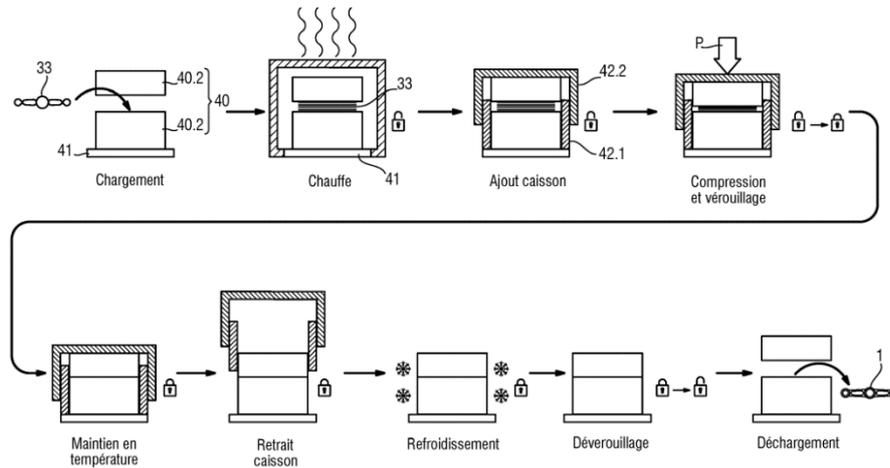


Figure 37 : Schéma présentant les différentes étapes du procédé de mise en forme EPITHER. Brevet européen EP003808546A1 [4].

Les étapes décrites dans la Figure 37 permettant de passer d'une préforme composite à une pièce finie sont les suivantes :

- Mise en place de la préforme dans l'outillage.
- Chauffage des outils et préformes avec un four, ou avec des cartouches chauffantes intégrées dans l'outillage.
- Dans le cas où un four est utilisé pour la chauffe, l'outillage est placé dans un caisson isolant en sortie de four pour le passage à l'étape suivante.
- Installation des outils sous une presse de mise en forme pour l'application d'une pression.
- Refroidissement des outils (après extraction du caisson isolant si utilisé).
- Extraction de la pièce de l'outillage.
- Ébavurage de la pièce si nécessaire.

La Figure 38 présente en a) un outillage pour la réalisation d'un support automobile et b) Le support automobile en acier forgé et son équivalent en CF/PA12 mis en forme à partir de neufs préformes composites. La pièce en acier pèse 1750g, et la pièce composite équivalente en propriété mécaniques pèses 285g.



Figure 38 : a) Outillage de mise en forme, support automobile et b) Support automobile en acier forgé, et son équivalent en CF/PA12, mis en forme avec le processus EPITHER.

La Figure 39 présente en a) la thermocompression d'une pièce de type bielle alpha réalisée avec la version 1 de l'outillage de mise en forme utilisé pour réaliser celle présentée en b).



Figure 39. a) Thermocompression d'une pièce type bielle alpha (outillage bielle Alpha v1) et b) Bielle alpha après mise en forme et ébavurage de la préforme décrite en Figure 35 b).

Les outillages présentés en Figure 38 a) et Figure 39 a) sont relativement simples. Ils sont conçus pour être facilement transportables et pour être chauffés par convection avec un four ou par conduction avec des systèmes de chauffes externes tels que les colliers chauffants. Ils n'intègrent pas de systèmes de chauffe ou de refroidissement. L'absence de ces fonctionnalités en font des outillages relativement peu coûteux, ils sont adaptés pour le prototypage. Différents modes de refroidissement peuvent être utilisés : à l'air libre, ou forcé, avec, ou sans régulation en température. Les solutions d'outillage développées actuellement intègrent des systèmes de chauffe et de refroidissement directement dans celui-ci par l'intermédiaire, respectivement, de circuits chauffants ou de cartouches chauffantes, et de canaux de refroidissement à eau. La Figure 40 présente en a) un aperçu d'un outillage de mise en forme permettant la réalisation de pièces de type bielle alpha et en b) une vue issue de la conception assistée par ordinateur (CAO) de l'outillage. Aujourd'hui, le matériel utilisé pour la mise en forme est une presse intégrant ces trois fonctionnalités. Il s'agit d'une presse « Redseries Fusion Module[®] » commercialisée par la société 9T Labs. La Figure 40 illustre un aperçu de la version 2 de l'outillage pour la fabrication des pièces de type bielle Alpha qui intègre un système de chauffe avec des résistances chauffantes, et de refroidissement avec des canaux de refroidissement à eau. L'outil est également instrumenté avec des thermocouples placés à différents emplacements de l'outillage (un dans la partie supérieure et trois dans le bloc inférieur). Il présente également la particularité de ne pas avoir de dépouilles. Afin de faciliter l'extraction de la pièce après thermocompression, la matrice inférieure est constituée de deux demi-coquilles, qui se séparent lors de l'extraction pour la facilité et pallier l'absence de dépouilles.

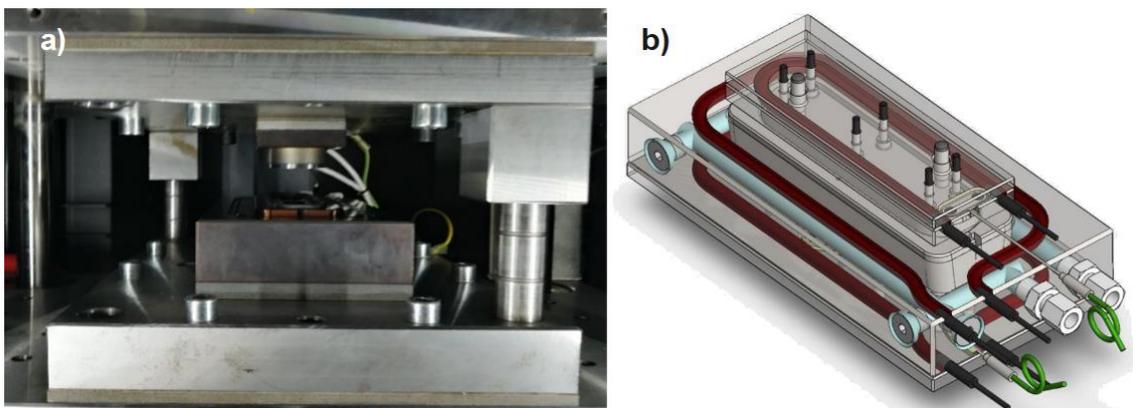


Figure 40 : Outillage de mise en forme pour bielle Alpha (v2). a) Image de l'outillage monté sur une presse et b) Vue CAO de l'outillage fermé avec la représentation des résistances chauffantes et des circuits de refroidissement.

Le recours à ce type d'outillage associé à une presse de mise en forme ayant les équipements nécessaires permet de réguler et de mesurer un grand nombre de paramètres procédés et ainsi de réaliser des cycles de mise en forme complexes et adaptés à chaque matériau et chaque produit. Les paramètres procédés sont des efforts de précharge, de mise en forme, de températures de mise en forme, de vitesses de chauffe et de refroidissement, ou encore de temps de maintien en effort ou en position. Maintenant que le procédé de fabrication est décrit dans sa globalité, le paragraphe suivant va détailler l'ensemble des paramètres relatifs au processus de fabrication étudié, et aux produits qui en découlent.

C. Paramètres processus

i. Introduction

Le processus de fabrication mis en œuvre dans ces travaux a été présenté en détail. Cette description a consisté à décrire la matière première mise en œuvre ainsi que des deux procédés de fabrication employés, en l'occurrence l'impression 3D et la thermocompression. Maintenant que le processus de fabrication est connu et maîtrisé, il est nécessaire de définir les paramètres opératoires intervenant lors de la mise en œuvre de ce dernier. Il s'agit des paramètres procédés. Ces derniers sont associés aux deux procédés étudiés. En plus de leur description, les interactions entre paramètres procédés et paramètres produits vont être décrits. Pour résumer, cette partie s'articule autour de la description des :

- Paramètres associés au procédé d'impression 3D.
- Paramètres associés au procédé de thermocompression.
- Interactions entre les paramètres procédés et produits.

L'objectif à terme est d'identifier les paramètres clés associés aux procédés de fabrication mis en œuvre et aux produits réalisés. Le schéma en Figure 41 montre les différentes classes de paramètres étudiés, ainsi que les interactions entre ces dernières.

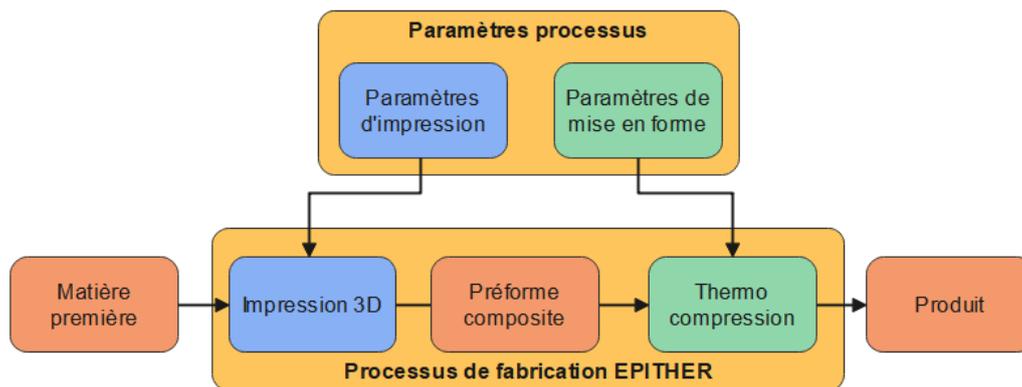


Figure 41 : Schéma simplifié décrivant le processus EPITHER et les interactions produit-processus de fabrication.

ii. Impression 3D

La fabrication additive, ou l'impression 3D, est la solution de préformage privilégiée actuellement pour les travaux de thèse. La solution technique pour réaliser ce préformage est la technologie d'impression 9T Labs, présentée précédemment en Figure 35. Les systèmes d'impression utilisés ont été détaillés brièvement. Cette partie a pour objectif de définir les paramètres procédés et le fonctionnement de ces systèmes. Tout d'abord, quelques généralités sont rappelées. Ce procédé de dépose peut être défini comme « Towpreg Extrusion », c'est-à-dire l'extrusion d'un filament composite préconsolidé ou préimprégné, en opposition à d'autres systèmes d'impression composite, qui réalisent l'imprégnation de la résine lors de l'impression (In-situ Impregnation, In-line Impregnation...). La Figure 42 a) présente le fonctionnement de la tête d'impression utilisée pour la dépose des fils composites. Un système de découpe est intégré pour rendre possible la découpe des filaments composites lors de l'impression. Ce système permet de couper le filament afin de désolidariser ce dernier de la buse d'impression. Ce point est essentiel pour le passage à la strate supérieure, lors de la fin d'impression ou encore pour la réalisation de pièces ayant des orientations de fibres complexes. Ces imprimantes

3D présentent également une seconde buse permettant l'impression de TP pur ou chargé avec des fibres courtes (procédé FFF ou FDM classique). La Figure 42 b) montre un schéma type SADT, définissant l'étape de fabrication d'une préforme composite par fabrication additive.

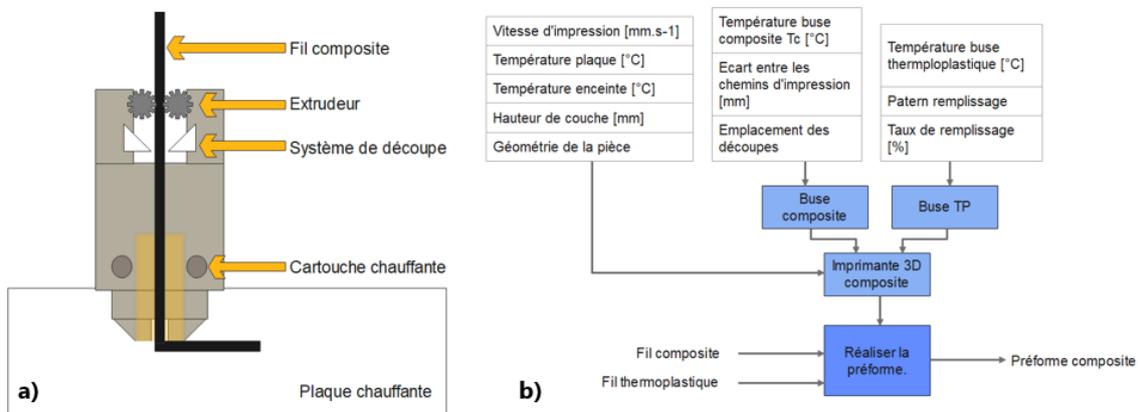


Figure 42 : a) Schématisation de la tête d'impression 9T Labs et b) Schéma fonctionnel décrivant la réalisation d'une préforme composite et les paramètres procédés associés.

Les différents paramètres du procédé intervenant lors de l'étape d'impression 3D et détaillés ici sont :

- La température de la buse d'impression.
- La hauteur de couche et l'écartement entre les trajectoires de dépose.
- Le positionnement des découpes.
- La température de la plaque et de l'enceinte chauffante.
- La vitesse d'impression.
- La définition des trajectoires d'impression pour la dépose de TP ou de TP fibres courtes.

a) Température de la buse d'impression

La température de la buse d'impression pour les matériaux composites est un des paramètres primordiaux intervenant dans l'étape de préformage. En effet, celui-ci définit l'état dans lequel se trouve la matrice thermoplastique du filament composite lors de son passage à travers la buse, et lors de la dépose. Il peut avoir un impact conséquent sur la liaison entre les fils, les filaments composites et les strates imprimées. Cet aspect peut influencer le niveau de consolidation des préformes réalisées et, potentiellement, la présence de porosités et de désorientations de fibres dans la préforme imprimée. La température de dépose est généralement définie à une valeur supérieure à la température de fusion du thermoplastique. Elle est à spécifier en fonction du type de TP présent dans les fils composites déposés.

b) Hauteur de couche et distance entre les trajectoires de dépose

La hauteur de couche définit la hauteur de chacune des strates déposées. Ainsi, le passage à la strate supérieure implique un déplacement de la buse en Z, d'une valeur égale à la hauteur de couche. Pour illustrer l'impact du réglage de ces paramètres, l'exemple de l'impression avec le CarbonKit® des filaments PA12/CF décrits en Figure 32 est choisi. Avant impression, le filament composite présente une section quasi-circulaire ayant un diamètre nominal de 0,6mm. La phase d'impression fond la matrice thermoplastique et elle dépose le fil. Durant la dépose, la buse plaque le filament sur la plaque chauffante, ou sur des fils composites déjà déposés. Pendant cette étape, dans

le cas de l'exemple décrit, le filament passe d'une section circulaire à une section approchant un parallélogramme, de hauteur égale à la hauteur de couche définie. La valeur de hauteur de couche recommandée est de 0,27mm. Cela conduit à l'obtention d'une largeur de filament de l'ordre de 1,1mm. Dans la suite des travaux, des micrographies de section de préformes imprimées seront étudiées. La Figure 43 schématise le changement de section du filament lors de sa dépose. L'exemple décrit est celui présenté précédemment et correspondant à l'impression d'un filament PA12/CF avec le système CarbonKit®.

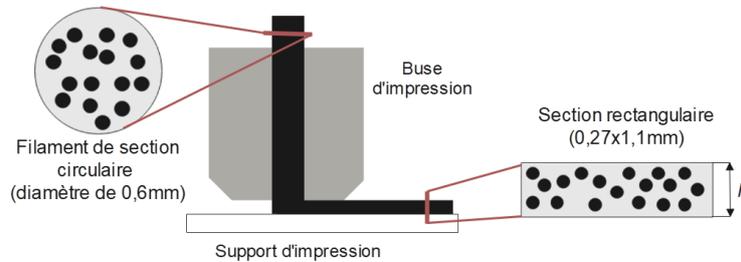


Figure 43 : Schématisation de la transformation géométrique d'un filament composite lors du procédé d'impression 3D.

Une réduction de la hauteur de couche va tendre à augmenter la largeur du filament composite après dépose. Cet aspect implique la définition d'un second paramètre : la distance minimale entre les trajectoires de dépose. Cette dernière correspond à la distance minimale possible entre deux fils composites déposés. Ces deux valeurs sont à définir conjointement afin que l'impression aille à son terme, et que la pièce imprimée présente une consolidation suffisante. La modification de ce couple de paramètres peut également permettre de gagner en flexibilité en ce qui concerne les dimensions des pièces imprimées. En effet, en conservant les valeurs standards, la pièce obtenue présente une largeur étant un multiple de la largeur des fils déposés et une hauteur correspondant au nombre de strates, multiplié par la hauteur de couche.

c) Emplacement des découpes

Comme décrit précédemment, les imprimantes 3D utilisées pour le préformage disposent d'un système de découpe du filament composite. Ce système est nécessaire pour permettre des orientations de fibres plus complexes. De plus, l'impression 3D consiste en la réalisation de pièces volumiques par stratification, le passage à la strate supérieure implique dans sa mise en œuvre courante, la découpe du filament. Une transition à la strate supérieure sans découpe est possible ; mais elle implique une programmation manuelle des chemins d'impression, puisque cet aspect n'est pas géré par les logiciels de découpe génériques. La découpe du filament composite conduit à la création d'une zone de faiblesse dans une pièce, puisque la découpe rompt la continuité des fibres continues à cet emplacement. La définition des emplacements de découpe en CAO est importante pour éviter de réaliser une pièce présentant une zone de faiblesse conséquente. Pour illustrer cet aspect, le positionnement des découpes de filaments dans la même section transversale d'une pièce imprimée conduit à la création d'une interface uniquement composée de matrice, ce qui tend à réduire les propriétés mécaniques localement. Afin d'éviter cela, il est généralement possible de répartir de manière homogène ces découpes dans la pièce imprimée. L'emplacement des découpes est un paramètre procédé pouvant être associé à la préforme composite.

d) Température de la plaque chauffante et de l'enceinte chauffante

Les températures de la plaque chauffante et de l'enceinte chauffante (pour l'imprimante RedSeries uniquement) définissent respectivement la température du support et de l'environnement d'impression. Ces deux systèmes permettent de maintenir la préforme à une température donnée durant sa réalisation. Le maintien à température de la matière après impression permet de limiter les gradients thermiques dans les pièces durant leur impression. Également, le maintien à une température suffisante peut limiter la cristallisation du TP. Ce refroidissement non homogène de la matière conduit à son retrait, ce qui peut causer des déformations des pièces. Si ces déformations sont trop conséquentes elles peuvent induire le décollement de la pièce du support d'impression et par conséquent l'arrêt du procédé d'impression ou encore l'obtention d'une pièce non conforme. La définition d'une température de plaque et d'enceinte chauffante adaptée permet de mener à bien l'impression.

e) Vitesse d'impression

La vitesse d'impression est un paramètre définissant la vitesse à laquelle la matière est déposée. La vitesse de dépose de la matière est gérée par la vitesse de déplacement de la tête d'impression et la vitesse d'extrusion de la matière. Ces deux paramètres sont généralement définis à la même valeur. Ainsi, la longueur de filament déposée correspond au déplacement de la buse d'impression. Il est possible de définir une vitesse de déplacement de la buse légèrement supérieure à la vitesse d'extrusion. Cela permet d'appliquer une tension sur le filament lors de sa dépose, cette tension est appliquée sur le filament situé entre le point de dépose et les molettes d'entraînement de la matière. La définition d'une vitesse de déplacement de la buse trop importante par rapport à celle d'extrusion peut conduire à l'application d'une tension trop importante pouvant entraîner des conséquences négatives telles que l'arrachement du filament, le décollement de la pièce imprimée du support ou des défauts géométriques. La tension pouvant être accumulée est généralement relâchée lors de la découpe du filament. Outre ces aspects, le réglage de la vitesse d'impression de manière directe entraîne principalement des conséquences sur le temps d'impression d'une préforme et éventuellement sur sa qualité d'impression. En effet, une augmentation de ce paramètre peut conduire à l'apparition de défauts d'impression, et à l'augmentation de l'occurrence des impressions avortées. Actuellement, les systèmes utilisés pour l'impression 3D dans le cadre du processus EPITHER présentent des vitesses de : 4mm/s pour le CarbonKit® et de 15mm/s pour l'imprimante RedSeries®.

f) Paramètres d'impression pour la buse thermoplastique

Comme abordé précédemment, le système d'impression permet également la dépose de thermoplastique pur. Il s'agit d'une impression de thermoplastique de type FFF ou FDM. Comme pour la buse composite, le paramètre principal à définir est la température de la celle-ci. Toutefois, ce type d'impression permet de gérer plusieurs aspects lors de la création d'un solide :

- Taux et motif de remplissage : paramètres gérant le pourcentage de matière pour le remplissage des volumes, ainsi que le motif.
- Nombre de couches pour les parois supérieures et inférieures, ce qui définit le nombre de strates imprimées pour les faces supérieures et inférieures du solide.
- Nombre de parois sur l'extérieur de la pièce.

L'ensemble des paramètres procédés liés à l'étape de préformage va entraîner des conséquences sur l'état de la préforme : sa géométrie, son niveau de consolidation, etc. L'état de la,

ou des, préformes intégrées dans l'étape suivante, constitue une donnée d'entrée à prendre en compte pour l'étude du procédé de mise en forme. La plupart des paramètres procédés intervenant lors de l'étape de mise en forme doivent être choisis en fonction des caractéristiques de la préforme, et de la matière première utilisée.

iii. Thermocompression

L'étape de mise en forme est schématisée en Figure 44. Cette figure décrit les différentes actions réalisées pour passer d'une ou de plusieurs préformes à une pièce finie. L'étape de post-process, ou d'ébavurage, est également prise en compte.

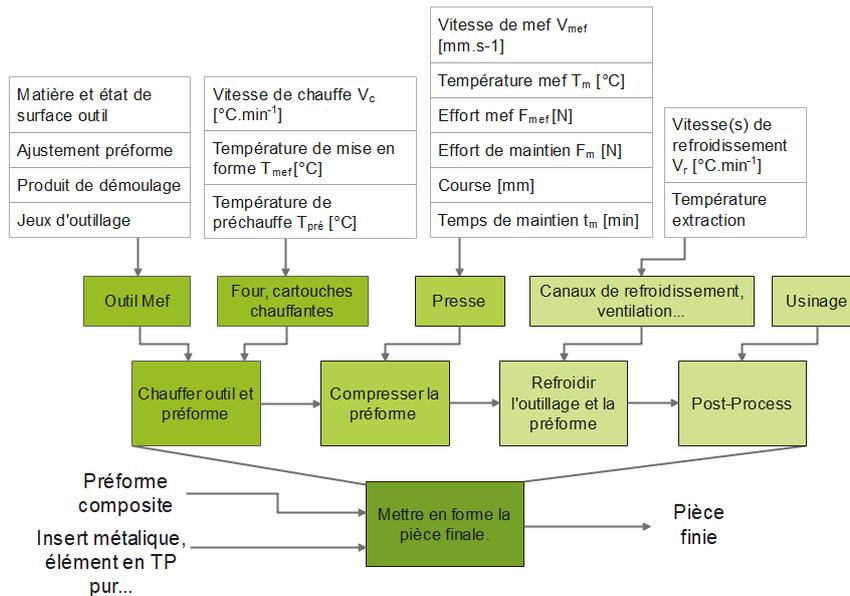


Figure 44 : Schéma fonctionnel de l'étape de thermocompression selon le processus EPITHER.

La Figure 44 décrit également les paramètres et les caractéristiques du procédé de thermocompression à prendre en compte. Désormais, il est nécessaire de s'intéresser à la description des différents paramètres intervenant dans l'étape de mise en forme. Cette phase de fabrication peut être réalisée selon plusieurs configurations. Ces dernières impactent le réglage et la définition des paramètres intervenant lors de la mise en forme. Des configurations permettent la régulation de certains paramètres ou non et les réglages peuvent s'effectuer différemment. Les paramètres procédés relatifs au procédé de thermocompression vont maintenant être décrits en détails avec notamment :

- Le cycle thermique.
- L'application de l'effort de mise en forme.
- L'ajustement de la préforme dans l'outillage.
- Les autres paramètres procédés considérés comme secondaires.

a) Cycle thermique

La chauffe des préformes se fait par l'intermédiaire de l'outillage de mise en forme. La configuration du cycle thermique dépend du matériel utilisé durant l'étape de thermocompression. Par exemple, la chauffe peut être réalisée avec des cartouches chauffantes ou avec un four à convection. L'utilisation de cartouches chauffantes et d'un système de refroidissement (canaux dans les outillages) rend possible une régulation de la température tout au long du cycle de mise en forme, et ainsi, la possibilité de réaliser des maintiens en température, ou encore de gérer la vitesse de chauffe

et de refroidissement. Avec le recourt à un four à convection, il est possible de recourir à un caisson isolant afin de maintenir l'outillage lors des phases de transfert, c'est-à-dire du four vers la presse. Le refroidissement peut s'effectuer à l'air libre, avec une soufflerie, voire avec un système de refroidissement à eau, pour accélérer le refroidissement et surtout réguler cet aspect. Ces configurations ont un impact sur la prise en compte et sur les valeurs des paramètres procédés pour le cycle thermique. Plusieurs paramètres interviennent dans le cycle thermique lors de la thermocompression. Ils correspondent à des températures, des temps de maintien et à des vitesses de changement de température. Ils sont observables sur la Figure 45 et sont les suivants :

- Vitesse de chauffe V_c [$^{\circ}\text{C}/\text{min}$].
- Vitesses de refroidissement V_r [$^{\circ}\text{C}/\text{min}$].
- Température de mise en forme T_{Mef} [$^{\circ}\text{C}$].
- Temps de maintien en température t_m [min].

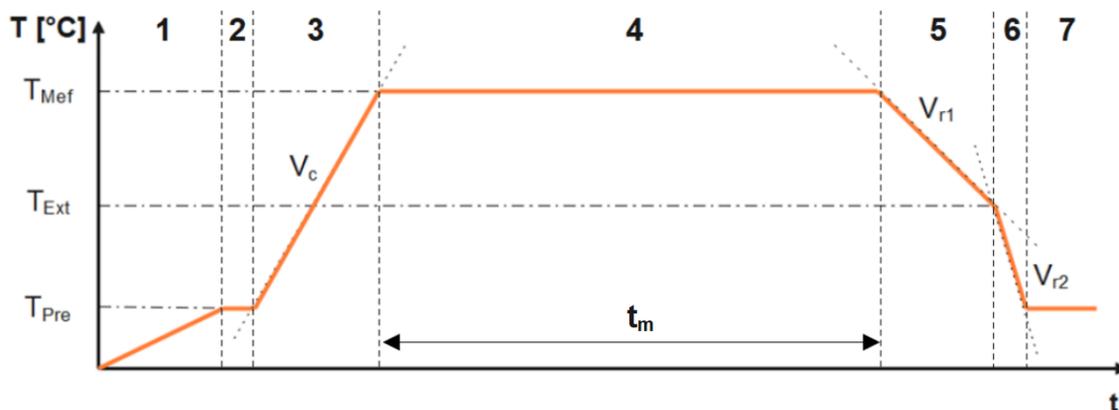


Figure 45 : Exemple de cycle thermique pour le procédé de thermocompression.

Les diverses phases du cycle thermique décrites en Figure 45 sont les suivantes :

1. Chauffage de l'ensemble l'outillage et préforme jusqu'à la température T_{Pre} .
2. Maintien en température à T_{Pre} .
3. Chauffage de l'ensemble jusqu'à la valeur de T_{Mef} avec une vitesse de chauffe de V_c .
4. Maintien en température à T_{Mef} pendant une durée de t_m .
5. Refroidissement de la préforme avec une vitesse de refroidissement V_{r1} jusqu'à atteindre T_{Ext} .
6. Le refroidissement s'effectue avec une vitesse de refroidissement V_{r2} .
7. Lorsque la température est jugée suffisamment faible, le cycle est stoppé et la pièce finie est extraite de l'outillage.

Cet exemple de cycle thermique pour la mise en forme nécessite l'utilisation d'une régulation en température, notamment en ce qui concerne la maîtrise de la vitesse de refroidissement. Celui présenté est assez complet dans le nombre de paramètres utilisés. Des cas plus simples existent, comme l'absence de régulation en température lors du refroidissement (refroidissement à l'air libre). À travers cette configuration, la vitesse de refroidissement varie en fonction de la température de l'outillage et de la température ambiante. Le cycle thermique appliqué à la préforme lors de la mise en forme a un impact majeur sur les caractéristiques de la pièce finie, et sur un grand nombre de propriétés matériaux. Tout d'abord, la température de mise en forme va déterminer la viscosité du thermoplastique au moment de cette étape. Une température élevée tend généralement à l'obtention d'une viscosité faible de la matière, qui peut conduire à une formation de bavure plus conséquente, une évacuation plus élevée de la porosité, et des déplacements de matière plus importants. Un autre

point à souligner concerne le taux de cristallinité dans les pièces finies. Deux paramètres associés au cycle thermique impactent fortement le taux de cristallinité à travers la température de mise en forme et le temps de passage de la température de mise en forme à la température de cristallisation du thermoplastique. De la même façon que ce qui a été décrit dans l'état de l'art, ces gradients de taux de cristallinité peuvent conduire à la formation de contraintes résiduelles dans les produits. Le recours à des paliers de maintien en température peut permettre d'homogénéiser la température de la matière et ainsi tendre à limiter les gradients thermiques dans cette dernière.

b) Effort et course de mise en forme

Lorsque l'outillage et la préforme sont à la température souhaitée, un effort, une pression de mise en forme est appliquée sur la matière. Comme abordée précédemment, la commande peut s'effectuer en déplacement ou en pression. C et P correspondent respectivement à la course en millimètre et à la pression en bar. Un de ces paramètres doit être utilisé comme commande et le second est la conséquence du premier. Il faut également prendre en compte la vitesse de mise en forme V_{Mef} en mm/s. Celle-ci va définir la vitesse de déplacement de la partie supérieure de l'outillage lors de la mise en forme. Pour le procédé de thermocompression, plusieurs configurations existent : la commande peut s'effectuer en déplacement, ou en effort. Dans le premier cas, l'effort mesuré est le résultat de la commande en déplacement et inversement dans le second cas. Pour une commande en déplacement, il est possible d'utiliser une régulation en déplacement directement avec la presse de mise en forme ou de venir en contact sur des cales pour garantir la valeur de déplacement appliquée. Il est également possible de complexifier le cycle de mise en forme en intégrant des paliers de température, des maintiens en effort lors de la mise en forme, etc. Le choix de configuration est à prendre en compte pour la définition des paramètres procédés. L'effort de mise en forme est un paramètre pouvant impacter de manière conséquente les caractéristiques matériaux des pièces puisqu'il impacte directement sur le niveau de consolidation des produits réalisés. Il peut influencer le taux de porosité [23], l'orientation des fibres, et la formation de gradients de taux de fibres et de porosité. Ce paramètre peut également influencer la stabilité dimensionnelle des pièces réalisées, ainsi que les contraintes résiduelles.

- **Cycle de mise en forme régulé en effort**

La Figure 46 décrit un exemple de cycle thermomécanique, appliqué à la préforme composite lors du procédé de thermocompression. Le cycle thermique est le même que celui présenté en Figure 45. Il correspond à une mise en forme avec une régulation en effort.

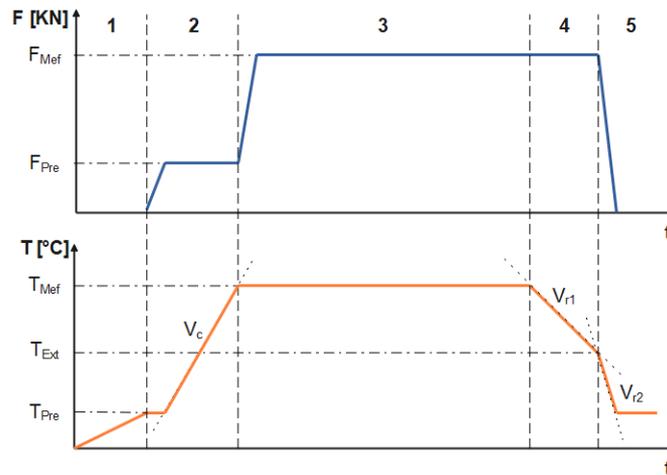


Figure 46 : Exemple de cycle thermomécanique du procédé de thermocompression avec une régulation en effort.

Le cycle de mise en forme de la Figure 46 est découpé en cinq phases. Avant le lancement de celui-ci, la préforme a été intégrée dans l'outillage :

1. Phase de préchauffe : l'outillage est chauffé jusqu'à atteindre la température de précharge T_{Pre} .
2. Phase de chauffe : une fois T_{Pre} atteinte l'effort de précharge F_{Pre} est appliqué ; et la phase de chauffe démarre. L'outillage monte en température avec une vitesse de chauffe V_c définie jusqu'à atteindre la température de mise en forme T_{Mef} .
3. Phase de consolidation : lorsque que T_{Mef} est atteinte, l'effort de mise en forme F_{Mef} est appliqué sur la préforme. Un maintien en effort d'une durée de t_m est respecté. Ensuite la phase de refroidissement est amorcée.
4. Phase de refroidissement : l'outillage est refroidi avec une vitesse V_{r1} jusqu'à atteindre la température d'extraction T_{Ext} . Durant cette première phase, l'effort T_{Mef} est maintenu constant.
5. Phase d'extraction : lorsque T_{Ext} est atteinte, la pièce finie peut être extraite de l'outillage. Généralement une seconde phase de refroidissement est appliquée afin de refroidir l'outil jusqu'à T_{Pre} , afin que l'outillage soit à la bonne température pour le prochain cycle de mise en forme.

L'avantage de cette configuration de mise en forme est qu'elle vise à garantir les propriétés matériaux des produits réalisés. De plus, en déterminant une pression de mise en forme, les paramètres associés sont facilement transposables d'un produit à un autre. Le principal désavantage, et non des moindres, de cette configuration est la non-maitrise dimensionnelle de l'épaisseur des produits réalisés. L'obtention de l'épaisseur souhaitée avec une mise en forme en effort peut passer par une phase d'ajustement de la masse de matière mise en œuvre dans l'outillage. Ce type de configuration implique une incertitude quant aux dimensions finales des produits réalisés. À cause de cet aspect, il peut être nécessaire d'ajouter de la matière aux préformes, de façon à obtenir un produit ayant une épaisseur supérieure à la valeur visée, pour s'orienter ensuite, vers un procédé d'usinage pour l'obtention de l'épaisseur souhaitée.

- **Cycle de mise en forme régulé en déplacement**

Une autre configuration de thermocompression envisageable est la mise en forme régulée en déplacement. L'objectif de ce type de configuration est la maîtrise des dimensions finales du produit, et plus particulièrement, de son épaisseur définitive. Cet aspect est le principal avantage de ce type de régulation. Cette dernière consiste à appliquer un déplacement, une course donnée sur la préforme. L'effort appliqué sur la matière est la conséquence du déplacement ; et il est difficile de le réguler en simultané avec l'effort. Néanmoins, cela présente quelques inconvénients :

- L'effort appliqué sur la matière dans l'outillage dépend principalement du déplacement commandé, de la masse de matière intégrée dans l'outillage et de la formation de bavures. Ainsi en considérant l'obtention d'un produit avec une épaisseur donnée, le principal levier pour gérer l'effort appliqué sur la matière est la masse de matière intégrée dans l'outillage. La formation de bavures peut compliquer le réglage de l'effort lors d'une configuration régulée en déplacement.
- Lors d'un maintien en position, l'effort de mise en forme ne reste pas constant. Des essais de mise en forme régulés en position ont montré une diminution de l'effort de mise en forme lors du maintien en position. Cet aspect peut être le témoin de la réorganisation de la matière, du remplissage de l'outillage et/ou de l'évacuation de la porosité. Ces conséquences impliquent une diminution de l'effort de mise en forme au cours du maintien en position. Généralement la courbe type pour un maintien en position présente un pic d'effort, puis une chute importante se stabilisant progressivement vers une valeur donnée.
- L'effort de mise en forme diminue fortement lors de la phase de refroidissement à cause du retrait thermique de la matière lors de son refroidissement. Ce phénomène est problématique, notamment du fait de l'éventuelle formation de contraintes résiduelles. Cet aspect a été décrit dans l'état de l'art et il met en évidence le lien entre le maintien en effort lors du refroidissement, et entre la formation de CR pour le procédé d'injection plastique. La prise en compte du coefficient de dilatation thermique du matériau mis en œuvre dans la commande en déplacement permet d'anticiper ce point. Il est également envisageable de faire varier le déplacement pour accompagner le retrait de la matière lors de son refroidissement, et ainsi garantir un effort suffisant.

La mise en forme régulée en effort constitue la configuration généralement privilégiée. Elle est avantageuse pour la maîtrise des propriétés matériaux des produits réalisés, à l'inverse des mises en forme régulées en déplacement, qui garantissent principalement l'obtention de la géométrie souhaitée, mais ne garantissent pas l'obtention d'une microstructure satisfaisante. Les deux configurations présentées ci-dessus montrent leurs avantages et inconvénients. L'idéal est éventuellement de réaliser une mise en forme régulée en effort, et d'adapter la masse de matière intégrée dans l'outillage afin de gérer l'épaisseur finale du produit. En pratique, cette méthode peut être complexe en raison de l'utilisation d'outillages non-étanches, qui conduisent à la formation de bavures. La quantité de matière transférée dans ces dernières peuvent induire une variation de l'épaisseur des pièces, ou des variations dans la microstructure.

c) Ajustement de la préforme dans l'outillage

L'ajustement de la préforme composite dans l'outillage de mise en forme est un paramètre procédé défini durant la phase de conception des produits. En particulier lors de la définition des dimensions du produit fini, correspondant aux dimensions de l'outillage, et des dimensions de la préforme composite. Dans le cas où la préforme composite est rigide, comme pour les préformes obtenues par impression 3D, la définition de cet ajustement est importante pour assurer une bonne insertion de la préforme dans l'outillage. En plus de cet aspect, l'ajustement de la préforme va avoir un impact sur la course à appliquer lors du cycle de mise en forme régulé en déplacement. En effet, le volume correspondant aux jeux fonctionnels est comblé par la matière pendant la thermocompression. Ainsi, une augmentation de ces derniers implique la définition d'une valeur de course plus importante. Ce point est important pour une mise en forme utilisant une commande en déplacement. Pour une commande en effort, la valeur obtenue n'est pas impactée. Cela constitue un des avantages de l'utilisation de ce type de régulation puisque des modifications géométriques de la préforme n'impliqueront pas de modifications des paramètres procédés. L'ajustement de la préforme va avoir un impact sur plusieurs points : la facilité d'insertion des préformes dans l'outillage, et le déplacement de la matière intervenant lors de la mise en forme. Les jeux fonctionnels sont comblés par de la matière lors de cette étape. Ainsi, ils peuvent avoir un impact sur l'orientation des fibres après mise en forme. Rien ne garantit que l'orientation des fibres initialement établie lors de l'étape de préformage soit conservée après les déplacements de matière survenus lors de la mise en forme.

d) Autres paramètres procédés

D'autres paramètres procédés liés à l'étape de mise en forme peuvent être pris en compte, tels que :

- L'état de surface de l'outillage.
- La matière de l'outillage.
- L'usage ou non de produits démoulant.
- La suppression des bavures, Usinage, Post-process.

Maintenant que les paramètres processus ont été détaillés, la suite de ce chapitre porte sur la description des méthodes expérimentales mises en œuvre dans le cadre de ces travaux.

D. Méthodes expérimentales

i. Introduction

Cette partie décrit les moyens et les méthodes expérimentales pouvant être utilisées pour la caractérisation des propriétés matériaux des produits réalisés. Certaines des techniques détaillées ici ont été mises en œuvre dans le cadre des travaux décrits dans les chapitres 3 à 5. D'autres méthodes de caractérisation sont connues, et couramment appliquées dans des démarches de caractérisation des matériaux composites. Toutes ne sont pas mises en œuvre au sein de ces travaux, leur description vise à donner un aperçu des divers moyens possibles pour la qualification des produits étudiés. Dans la présentation des études menées dans les chapitres 3 à 5, les parties « méthodes » consisteront principalement en des références vers celles présentées ici. Elles portent principalement sur la caractérisation des propriétés matériaux décrites dans le chapitre 1 partie C, décrivant les propriétés des composites fibreux unidirectionnels. Les méthodes présentées sont les suivantes :

- L'étude micrographique et le traitement d'images appliqué aux micrographies.
- La tomographie à rayon X.
- La calorimétrie différentielle à balayage.
- L'étude des dimensions et de la géométrie d'un produit.
- Diverses méthodes de caractérisation des contraintes résiduelles.
- Les plans d'expériences

Une première partie décrite en détail les propriétés des échantillons de type bielle alpha, largement utilisées comme support d'étude dans les différentes études réalisées.

ii. Échantillon de type bielle alpha

Dans le cadre de ces travaux, le choix du type d'échantillons s'est souvent porté vers la géométrie de type « Bielle Alpha ». Cette dernière est initialement conçue pour la réalisation d'essais mécaniques non conventionnels tels que des essais de traction, de flexion, sur des pièces à sections massives. Elle permet également la réalisation de micrographies pour l'étude de la microstructure. Cette partie a pour objectif décrire l'ensemble des caractéristiques de ce type d'éprouvette, qui présente un grand nombre d'avantages :

- Section massive et de dimension variable.
- Présence de parties droites et courbées.
- Représentative issue du processus de fabrication.
- Symétrique selon trois plans.
- Géométrie simple qui la rend facilement réalisable via, les trois procédés de préformage étudiés (impression 3D, broderie et enroulement filamentaire).

Des outillages de mise en forme permettant de réaliser ce type d'échantillon existent déjà, puisque cette éprouvette est utilisée lors de travaux antérieurs. Les deux versions de l'outillage de mise en forme associés à cet échantillon sont décrites en Figure 39 a) et en Figure 40. Aussi, une préforme imprimée pour la réalisation d'une bielle est illustrée en Figure 35 b) ; et une bielle obtenue après thermocompression de ce type de préforme est montrée en Figure 39 b). Les travaux antérieurs utilisent ce type d'éprouvette comme support d'étude. Des données supplémentaires comme des résultats d'essais mécaniques et d'analyse de la santé matière des pièces, sont à disposition. La Figure 48 présente la géométrie et les dimensions nominales de l'éprouvette, ainsi qu'une vue isométrique. L'épaisseur de l'éprouvette est une dimension pouvant varier en fonction du protocole de fabrication

et de la masse de matière mise en œuvre. L'épaisseur est généralement comprise entre 6 et 20mm. L'orientation des fibres dans la pièce (direction 1) est détaillée en Figure 48, elle suit sa géométrie oblongue. L'empilement des torons composites se fait selon l'épaisseur de l'éprouvette.

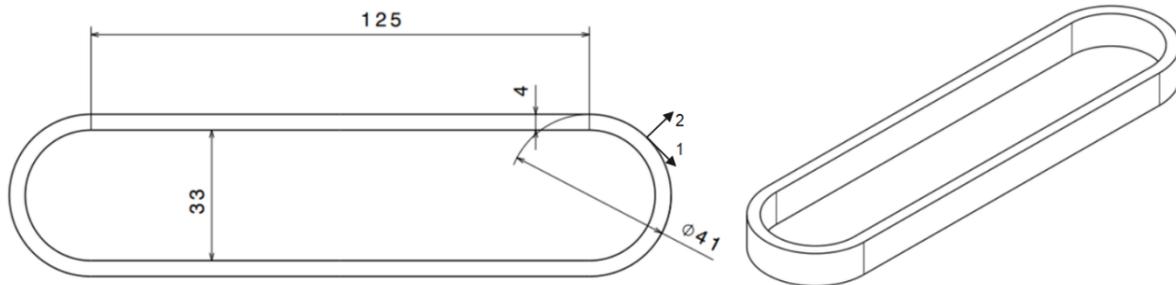


Figure 47 : Géométrie et dimensions des bielles Alpha : vue de face et vue isométrique.

iii. Micrographie et traitement d'images

a) Introduction

La micrographie est une technique visant à étudier la microstructure d'un matériau à l'aide d'un microscope optique. Cette méthode est couramment utilisée pour l'analyse des métaux, appelée métallographie, afin d'observer la nature de la structure, la taille de grains, ou encore la présence d'inclusion. Pour le cas de l'étude des matériaux composites, elle permet d'observer :

- La proportion de fibres et de matrice.
- La porosité ou les inclusions.
- Les éventuels endommagements : micro-factures, délaminages.
- La répartition des composants et les gradients.
- L'orientation des fibres et les défauts d'orientation.

L'avantage principal de cette méthode est qu'elle permet d'étudier un grand nombre de propriétés relatives au matériau étudié à partir d'une seule micrographie. Il s'agit également d'une méthode d'analyse relativement peu onéreuse. Toutefois, la réalisation d'échantillons est une démarche longue ; et les micrographies ne donnent que des vues locales et en deux dimensions des propriétés du composite. Le défaut principal de la méthode réside dans son caractère destructif.

b) Échantillonnage

Afin d'analyser la microstructure des pièces, il est tout d'abord nécessaire de découper des échantillons dans les pièces d'étude. Cette découpe s'effectue avec une machine Struers Secotom utilisant des disques abrasifs. La découpe se fait avec lubrification, obligatoirement, afin d'éviter un échauffement de l'échantillon pouvant aller jusqu'à des dépassements de T_g ou de T_f du thermoplastique. Cette méthode de découpe est privilégiée dans le cadre de ces travaux ; d'autres moyens sont envisageables, comme la découpe au jet d'eau qui est couramment utilisée pour les éprouvettes en matériaux composites [103]. Une fois les échantillons découpés, ils sont ensuite enrobés. La méthode d'enrobage utilisée est celle dite « à froid », elle utilise un monomère ou un polymère, qui est coulé sur l'échantillon étudié. Elle vise à garantir le bon positionnement de l'échantillon, et à le rendre préhensible par les machines de polissage automatique.

c) Polissage et imagerie

Les échantillons sont polis afin d'obtenir une qualité de surface suffisante pour réaliser des micrographies satisfaisantes. Dans un premier temps, des disques de polissages avec des tailles de grains décroissantes allant de 600 à 1200 sont utilisés. Les premières étapes de cette phase permettent de bien aplanir la surface d'observation. Cette étape s'effectue avec un lapidaire de polissage et elle peut être partiellement manuelle. Dans un second temps, le polissage s'effectue avec une polisseuse automatique utilisant des particules de silice, allant de 9 μm à 1/4 μm déposées sur des draps de polissage. Pour l'ensemble des étapes de polissage une lubrification à l'eau est requise. La machine utilisée est une polisseuse Presi Mecatech, qui permet de régler la vitesse de rotation du plateau de polissage, et de la tête qui accueille les échantillons. Il est également possible de gérer l'effort appliqué sur ces derniers, ainsi que la quantité de particules de silice et de lubrifiant utilisé. Le Tableau 9 présente les paramètres définis pour le polissage des échantillons. L'ensemble des échantillons traités dans le cadre de ces travaux sont passés par ce protocole d'échantillonnage et de polissage.

Tableau 9 : Étapes de polissage pour les échantillons composites.

Étape	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Type	Disques abrasifs SIC					Particules en suspension			
Granulométrie	P600	P800	P1000	P1200	P2400	6 μm	3 μm	1 μm	¼ μm
Effort [daN]	5					0.25			
Vitesse plateau [tr/min]	300					+200			
Vitesse tête [tr/min]	/					-50			
Durée [min]	2					20	15	10	10

La plupart des micrographies réalisées au sein des études ont été obtenues avec un microscope optique Keyence. Ce dernier permet la réalisation d'assemblages d'images de manière automatique, ce qui rend possible l'observation de sections complètes de pièces avec une résolution d'image suffisamment importante pour pouvoir identifier chaque fibre individuellement. Un grossissement $\times 500$ est choisi pour la réalisation des micrographies. La Figure 48 présente un aperçu de l'une d'entre elles obtenue avec cette méthode. Il est à noter que chaque fibre et chaque porosité sont parfaitement identifiables sur la micrographie. Cette résolution élevée est nécessaire pour pouvoir traiter et analyser les images. Le recours à cette méthode permet l'obtention d'images de grandes dimensions, ce qui implique toutefois, un espace de stockage conséquent. Par exemple, une section d'échantillon de 4x12mm conduit à l'obtention d'une image de 9000x28000 pixels pour 1Go de stockage. L'objectif à travers ces micrographies de sections de pièce est d'étudier les taux de fibre, de porosité et les gradients de taux de fibres et de taux de porosité. L'étude micrographique permet également l'observation d'autres propriétés des pièces, comme l'orientation des fibres.

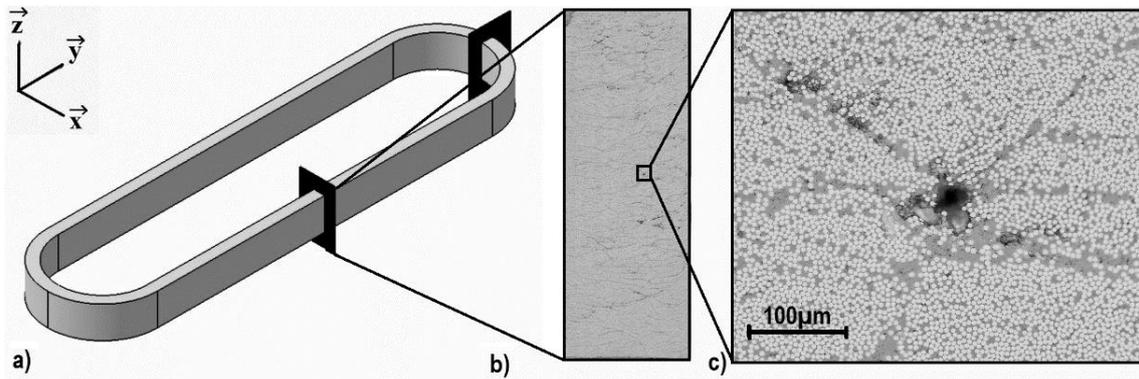


Figure 48 : a) Aperçu d'un échantillon et des emplacements de découpe, b) Micrographie de la section complète d'une bielle alpha (4x10mm), c) Micrographie obtenue à partir de la micrographie b).

Pour obtenir des données représentatives de l'échantillon, il est possible de multiplier les micrographies. Toutefois, cela demande beaucoup de temps d'échantillonnage, de polissage et de traitement des micrographies. De plus, une mauvaise qualité de polissage est source d'erreurs de mesure. Les défauts de polissage tendent à l'obtention de valeurs de taux de fibres plus faible, et de taux de porosité plus élevé puisque les fibres tendent à avoir une couleur noire lorsqu'elles ne sont pas parfaitement polies. Les défauts d'imagerie, ceux de focus, ou de zones floues, tendent généralement à augmenter les valeurs des taux de fibres mesurés. La Figure 49 présente un aperçu des défauts de polissage caractéristiques, pouvant être observés sur les micrographies avec en a) un mauvais état de surface où certaines fibres apparaissent partiellement noires, en b) des stries de polissage, et en c) un polissage bien réalisé.

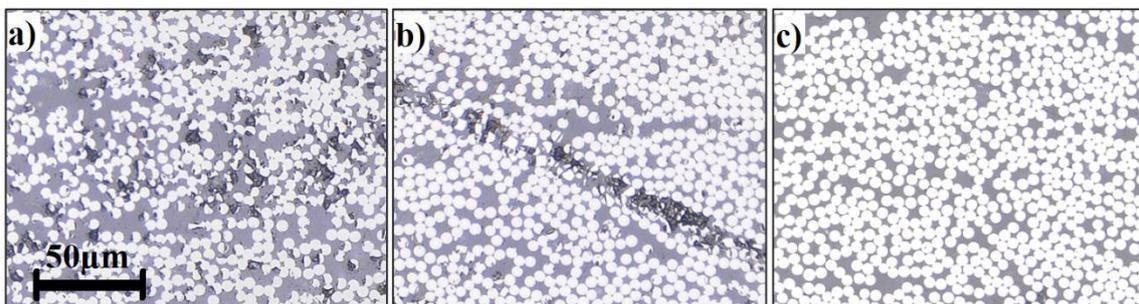


Figure 49 : Défauts de polissage, a) mauvais état de surface, b) strie de polissage et c) bon état de surface en comparaison.

d) Mesure des taux de fibres et de porosité par traitement d'image

Les micrographies réalisées sont exploitées pour la mesure des taux de fibres et des taux de porosité, à l'aide d'un traitement et de l'analyse d'image. Le logiciel libre de droits « ImageJ FIJI » est utilisé pour le traitement d'images. La méthode employée pour obtenir le rapport volumique des fibres consiste en une binarisation et en un seuillage de l'image, afin que les fibres soient dissociées de la matrice et des porosités. Pour obtenir une image locale du rapport de porosité volumique, les mêmes étapes sont entreprises, mais cette fois-ci dans le but d'isoler les porosités des fibres et de la matrice. En raison des grandes dimensions des porosités par rapport aux fibres, il est préférable de réduire la résolution de l'image pour faciliter l'étape de seuillage. L'outil « Analyse des particules » est utilisé pour détecter les éléments, pour déterminer leurs zones individuellement, et pour fournir des informations pour toute la fenêtre sélectionnée. La Figure 50 présente en a) une micrographie, les traitements d'image appliqués sur cette dernière permettent d'obtenir en b) le taux volumique des fibres et en c) le taux volumique de la porosité. Ledru [104] présente de manière plus détaillée les méthodes de

mesure des rapports de surface des fibres et de la porosité. Par la suite, l'hypothèse est faite qu'en raison d'un plan d'observation orthogonal aux fibres, le rapport de surface peut être associé au rapport du volume de la fibre. Une méthode similaire utilisant les masses des échantillons, ainsi que les densités des composants du composite afin d'obtenir les pourcentages de densité des fibres et des porosités, peut être appliquée [105]. Cette méthode a été appliquée pour vérifier si les valeurs de teneur en fibres et de porosités mesurées sont cohérentes. Little [106] décrit plusieurs méthodes dédiées à la caractérisation des porosités dans les matériaux composites.

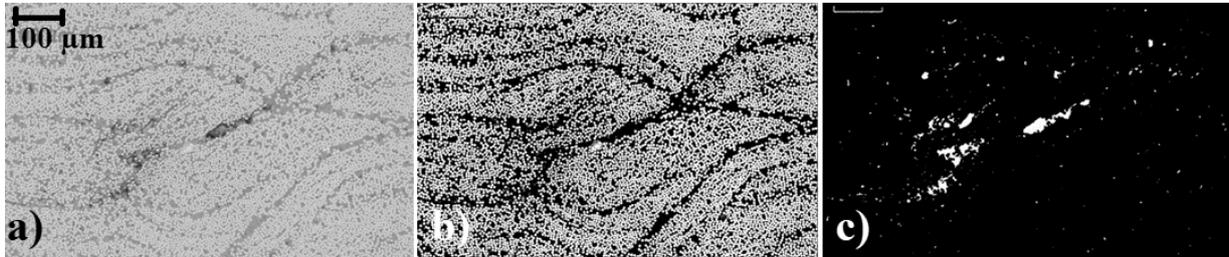


Figure 50 : Traitement des micrographies, a) Image brute, b) Seuillage pour la mesure du taux de fibre, c) Seuillage pour la mesure du taux de porosité.

e) Observation et analyse des gradients

L'observation des gradients du taux de fibres et de porosité dans la section des pièces est rendue possible par la réalisation de micrographies de l'ensemble de la section des éprouvettes. Les assemblages d'images décrits dans la partie précédente ont une résolution suffisante pour l'identification de chaque porosité et de chaque fibre individuellement. A partir de ces micrographies la méthode de mesure est très similaire à celle mise en place précédemment. La différence réside dans le fait que l'image est découpée en plusieurs sections et un traitement d'image dédié leur est appliqué. Pour cela, une macro est utilisée directement dans le logiciel. Elle permet d'effectuer un traitement d'image sur chacune de ses sections. Ainsi, il est possible d'obtenir les valeurs du taux de fibres et de porosité pour chacune des sections. Afin d'exploiter ces résultats, un script Python a été développé. Il permet de représenter les valeurs obtenues sur une carte de températures ou « heat map ». À partir des mesures du taux de fibres et de porosité, les valeurs du taux de fibres, en excluant la porosité (ou taux de fibres dans la matière), sont déterminés pour chacune des sections. Les résultats sont également traités afin d'observer d'éventuelles tendances de répartition des fibres et des porosités selon la section. L'analyse réalisée consiste à déterminer le taux de fibres ou de porosité moyen selon l'épaisseur ou la largeur de l'échantillon. À partir de ces courbes, il est possible de tracer des courbes de tendance. La Figure 52 présente en a) une micrographie d'une section complète d'échantillon, en b) la représentation du taux surfacique de fibres sur la micrographie et en c) le taux surfacique de porosité. Le découpage choisi pour l'analyse est de 10 sections selon la largeur, et de 26 selon l'épaisseur de l'échantillon. Une des difficultés à l'utilisation des micrographies pour l'étude des gradients repose dans la qualité des échantillons et des micrographies. Comme décrit précédemment, les défauts de polissage et d'imagerie sont des sources d'erreurs qui prennent de l'importance dans l'étude des gradients puisque les mesures sont locales et de ce fait plus impactées par des défauts localisés.

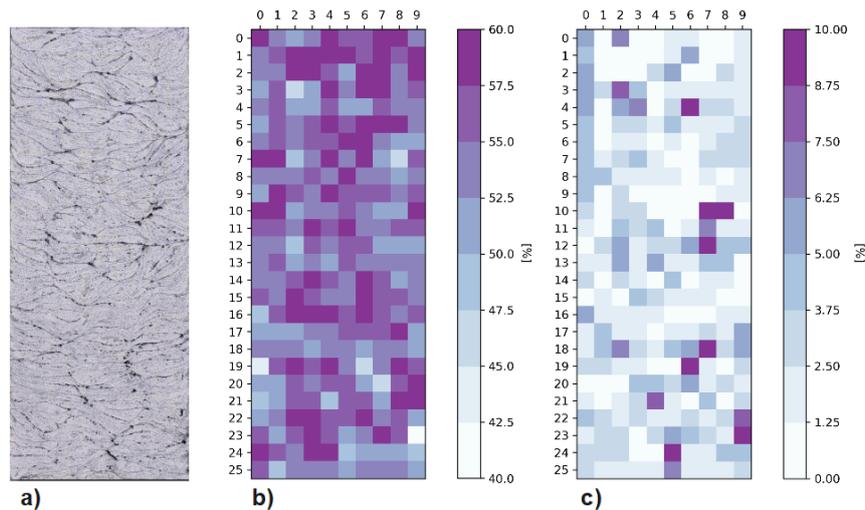


Figure 51 : Exemples d'images pour l'analyse des gradients de TVF et TVP. a) Micrographie d'une section d'échantillon (PA12/CF KEPLER), b) Représentation du taux surfacique de fibres mesuré sur la micrographie a), c) Représentation du taux surfacique de porosité. L'échantillon mesure 4mm de large.

La Figure 52 a) présente un graphique décrivant les valeurs moyennes du taux volumique de fibres, de fibres hors porosité et de porosité selon la largeur de l'échantillon. La Figure 52 b) décrit les mêmes paramètres représentés sur la hauteur de l'échantillon. Des courbes de tendance sont tracées à partir de ces données. Sur l'exemple présenté dans cette figure, il est possible d'observer quelques tendances, comme un TVF, qui tend à être plus faible sur les parties extérieures et supérieures de l'échantillon, ou comme un TVP plus important sur le haut de l'échantillon.

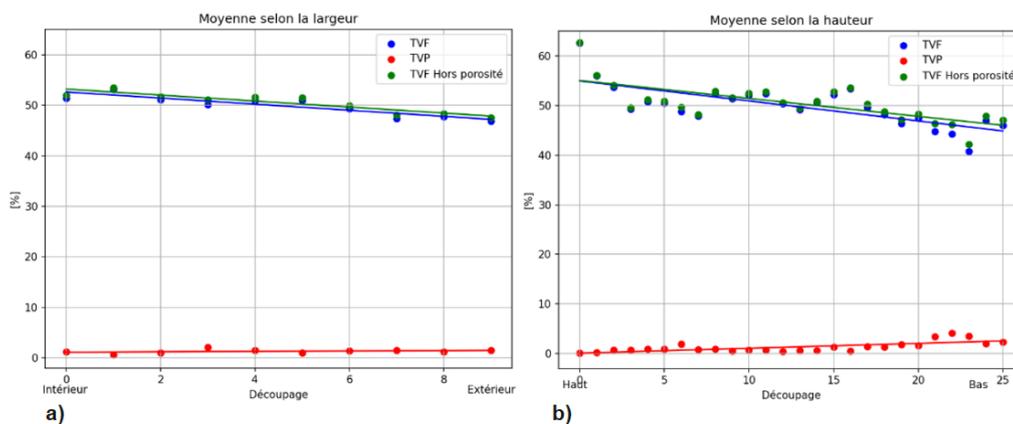


Figure 52 : a) Taux volumique de fibres, de fibres hors porosité et de porosité, moyennés selon la largeur de l'échantillon et b) Selon la hauteur de l'échantillon.

La méthode de l'étude des gradients décrite ici est intéressante étant donné qu'elle est facilement applicable à partir de micrographies d'une section complète d'une pièce réalisée pour l'obtention du taux de fibres et de porosité moyen de l'échantillon. La limite principale de l'utilisation des micrographies pour l'observation de ces paramètres est associée au fait que les micrographies soient une représentation d'une section de l'échantillon. Ainsi, celle-ci n'est pas nécessairement représentative de l'ensemble de l'échantillon étudié ; et des variations peuvent être présentes dans l'échantillon. Cann [107] présente différentes méthodes de caractérisation des gradients du taux volumiques de fibres.

f) Observation de l'orientation des fibres

Outre l'analyse des taux de fibres, de porosité et de gradients, la réalisation de la micrographie peut permettre d'observer l'orientation des fibres sur un échantillon, et éventuellement, de qualifier des défauts d'orientation des fibres. Comme pour les autres paramètres étudiés, les orientations observées à travers ces micrographies sont difficilement extrapolables à l'ensemble de l'échantillon. Dans ce cas, il est important de multiplier le nombre de micrographies pour obtenir des données représentatives. Kluger et Moon [39] présentent une méthode permettant de caractériser les ondulations de fibres à partir de micrographies. La Figure 53 illustre l'une d'entre elles utilisée pour mesurer l'amplitude et la longueur des ondulations de fibres à partir d'une image. Il est également possible de déduire l'angle de désorientation des fibres. Cette technique implique la réalisation d'une micrographie dans un des plans d'orientation et non plus orthogonal à l'orientation des fibres. À partir de ce cheminement, il est également envisageable d'estimer leurs orientations à partir de leur sphéricité. En effet, sur une micrographie telle que définie précédemment, les fibres continues parfaitement orthogonales à la surface d'étude de l'échantillon apparaissent quasi-sphériques, là où des fibres ayant une orientation différente ont une forme d'ellipse. Il est possible géométriquement de déduire de la forme des fibres sur la surface, leurs orientations par rapport au plan d'étude. Toutefois, cette méthode conduit à l'obtention de plusieurs orientations possibles pour chaque fibre ; et la micrographie ne suffit pas à elle seule pour déterminer l'orientation réelle de la fibre : seul l'angle par rapport à la surface est déterminé avec certitude. Sharp [108] décrit cette méthode en détail. La Figure 53 b) illustre ces résultats avec notamment la représentation de l'angle d'orientation des fibres déterminé à partir de leur profil. Cette approche implique le recours à des images de haute résolution pour la détermination du contour des fibres, et elle est applicable dans le cas où les fibres présentent une section circulaire.

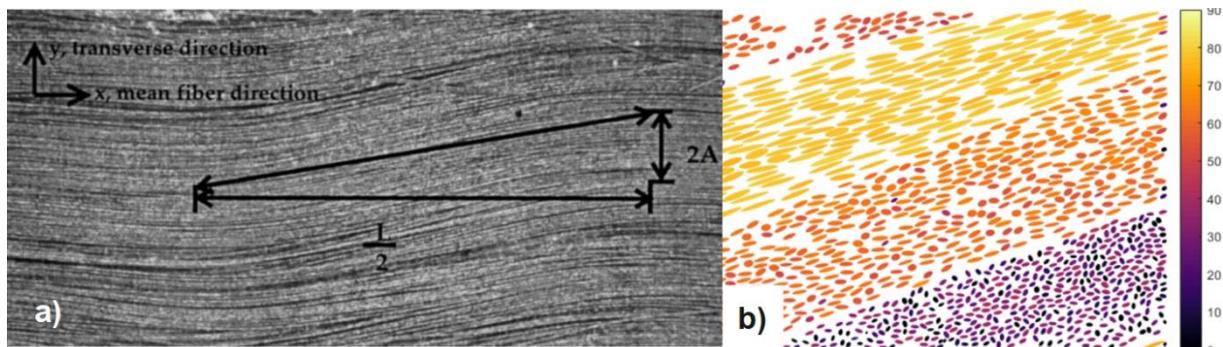


Figure 53 : a) Ondulation dans un stratifié composite T300/P1700, méthode de mesure des longueurs et des amplitudes d'ondulation des fibres [39] et b) Représentation de l'angle des fibres déterminé à partir de leur profil [108].

iv. Calorimétrie différentielle à balayage

a) Détermination des températures de changement de phase

La calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry ou DSC) est une technique d'analyse thermique, qui permet de mesurer les échanges de chaleur entre l'échantillon analysé et un matériau de référence. Cette méthode permet de déterminer les différentes températures citées précédemment, c'est-à-dire celles de transition vitreuse, de cristallisation et de fusion. La Figure 54 présente une courbe issue d'une DSC obtenue pour un échantillon de préforme composite imprimée en PEKK/CF. Le graphique présente l'enthalpie de réaction de l'échantillon en fonction de la température. Le PEKK est un thermoplastique semi-cristallin et, les températures de

transition de phases associées peuvent être observées sur cette courbe. Le protocole pour la réalisation de la DSC ayant permis l'obtention de ce graphique, est le suivant :

- Prélèvement d'un échantillon de matière (ici 12,6mg).
- Chauffe régulée de l'échantillon jusqu'à une valeur supérieure à T_f (ici 400°C) avec une pente donnée (10°C/min).
- Refroidissement régulé de l'échantillon jusqu'à une température inférieure à T_g avec une pente donnée.
- Mesure de l'enthalpie de réaction durant l'ensemble de l'essai.

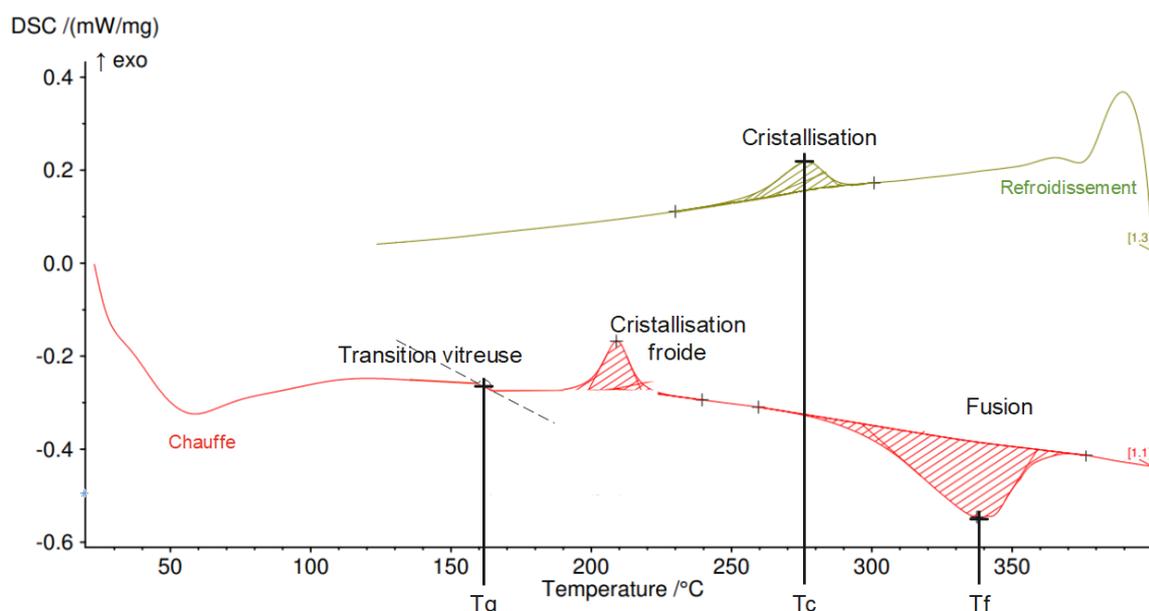


Figure 54 : Courbe DSC obtenue pour une préforme composite imprimée en PEKK/CF.

À partir de ce graphique, les différentes températures de changement de phase sont observables. La température de fusion T_f est identifiée grâce au pic négatif d'enthalpie lié au caractère endothermique de la réaction de fusion. De même que pour la température de cristallisation T_c , un pic d'enthalpie est visible, il est associé aux processus exothermiques intervenant lors du phénomène de cristallisation. L'obtention de la température de transition vitreuse T_g est plus difficile à observer car elle correspond à un léger changement de pente de la courbe issue de la DSC, mise en évidence sur le graphique. Pour l'échantillon en PEKK/CF étudié ici, les valeurs de T_f , T_c et T_g sont respectivement de 337,4°C ; 276,1°C et 158,1°C. La Figure 54 met également en avant la présence d'un pic exothermique intervenant bien avant la fusion lors de la phase de chauffe. Le phénomène à l'origine de ce pic exothermique est appelé « la cristallisation froide ». Il s'agit d'un phénomène unique qui consiste en une cristallisation de la matière selon une réaction exothermique, qui peut se produire lorsqu'un matériau est chauffé dans une plage inférieure à son point de fusion. La cristallisation froide est liée aux conditions de refroidissement de la matière. En effet, lors de cette phase, la matière peut entrer dans un état de surfusion : elle est dans une phase liquide alors que la température est inférieure à son point de solidification. Dans cet état, la matière stocke de la chaleur jusqu'à atteindre la température de cristallisation froide. Ainsi, lors de la réalisation d'une DSC, cette énergie est libérée et elle conduit à l'obtention d'un pic exothermique [109]. Kiflie [110] met en évidence le lien entre la vitesse de refroidissement et entre la cristallisation froide. Lorsque ce premier paramètre est faible, la formation de cette réaction est favorisée. Pour le cas de l'échantillon étudié ici, il est envisageable que le refroidissement de la matière ait été lent à cause du procédé de fabrication utilisé. En effet, l'impression 3D de l'échantillon a été réalisé dans avec une température de plateau de 180°C et une

température d'enceinte de 100°C, en vue d'éviter les phénomènes de « warping », de déformations liées aux contraintes résiduelles. L'observation d'un pic associé à de la cristallisation froide est donc corrélée avec les conditions de mise en œuvre de l'échantillon.

b) Taux de cristallinité

La réalisation d'une DSC permet également d'identifier le taux de réticulation et de cristallinité pour les thermoplastiques semi-cristallins [27]. Pour obtenir le taux de cristallinité d'un échantillon en TP, il est nécessaire de déterminer la part de l'énergie dégagée lors de la transformation de phase de la matière, qui est associée à la fonte des cristallites. Cette méthode d'analyse est applicable pour l'obtention du taux de cristallinité χ de la matrice thermoplastique d'un composite. L'équation (39) permet de calculer ce paramètre. Les données nécessaires à la détermination du taux de cristallinité χ sont :

- Le taux massique de matrice thermoplastique dans le composite α .
- L'enthalpie de fusion ΔH_m .
- L'enthalpie de cristallisation froide (Cold Crystallisation) ΔH_{cc} .
- L'enthalpie de fusion de référence du thermoplastique étudiée lorsqu'il est 100% cristallin $\Delta H_m^{100\%}$. Ce dernier paramètre provient généralement de la littérature.

$$\chi = \frac{\Delta H_m - \Delta H_{cc}}{\alpha \cdot \Delta H_m^{100\%}} \quad (39)$$

Voici maintenant un exemple de mise en application de l'équation (39) pour le cas de l'échantillon PEKK/CF caractérisé en Figure 54. L'enthalpie de fusion de référence pour un thermoplastique PEKK 100% cristallisé est déterminée pour la première fois en 2021 par Tencé-Girault et al. [111], ces derniers présentant une valeur de $\Delta H_m^{100\%} = 202 \pm 20$ J/g. Le fait que cette donnée soit récente s'explique par la commercialisation contemporaine de ce TP, en 1988. Avant l'obtention de cette valeur, de ce paramètre est souvent assimilé aux valeurs obtenues pour le PEEK 100% cristallin, qui est de l'ordre de 130 J/g. Tencé-Girault et al. [111] ont montrés dans leurs travaux que cette valeur est probablement sous-estimée et que les TP PEEK et PEKK présentent une enthalpie de fusion 100% cristalline de l'ordre de 200 J/g. Les données concernant la détermination de la valeur de χ pour l'échantillon caractérisé sont les suivantes :

- $\Delta H_m^{100\%} = 202$ J/g obtenu via la littérature [111].
- $\Delta H_m = 38,04$ J/g mesuré sur la courbe de DSC.
- $\Delta H_{cc} = 8,04$ J/g mesuré sur la courbe de DSC.
- $\alpha = 0.491$ estimé à partir de l'analyse d'une micrographie et des masses volumiques des composants.

À partir des données ci-dessus, la valeur du taux de cristallinité du thermoplastique est de $\chi = 0.448$, soit un taux de cristallinité de 44.8%. Ce dernier est relativement élevé, ce qui est probablement la conséquence du lent refroidissement subit par la matière lors du procédé d'impression 3D.

v. Mesure des dimensions et analyse de la géométrie

Dans cette partie, la méthode de mesure des dimensions et d'analyse de la géométrie des produits réalisés dans le cadre de ces travaux est décrite. La technique utilisée pour mesurer les dimensions consiste à recourir à un scan 3D des produits et à la mesure des dimensions à partir de même scan. La réalisation de ces derniers est effectuée avec un scanner GOM ATOS II monté sur un robot ABB IRB6640 M2004. En plus de ces systèmes, la plateforme de scan intègre un positionneur, qui permet de faire tourner le produit à traiter par rapport au robot. La combinaison de ces trois

Les systèmes permettent de scanner des produits complexes de manière automatique. La Figure 55 a) illustre la plateforme de scan utilisée. Les différents systèmes décrits précédemment sont visibles. Avant le traitement d'une pièce celle-ci doit être préparée. Cette étape repose sur l'application d'un produit opacifiant évitant les reflets lumineux sur la pièce ainsi que la pose de repères. La résolution obtenue dépend de la taille de maille définie pour le maillage reconstruisant le modèle 3D. Cette dernière est de l'ordre de 0,03mm.

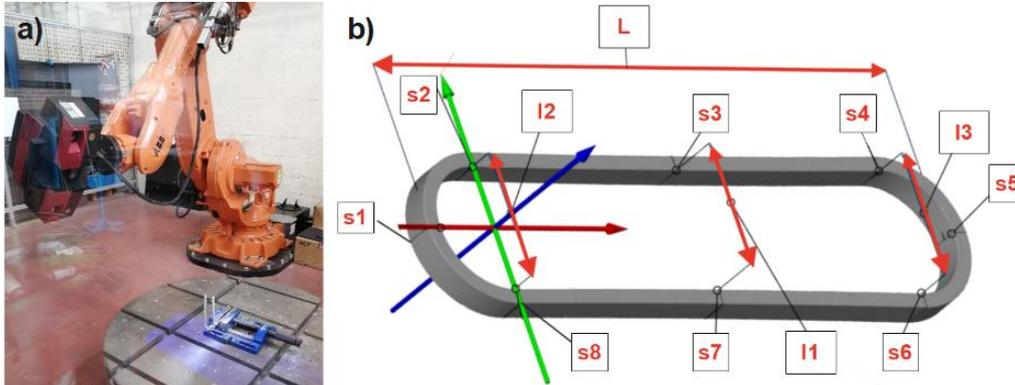


Figure 55 : a) Plateforme de scan 3D présente au LCFC et b) Scan 3D d'une bielle alpha et mesure des dimensions.

La Figure 55 b) présente l'exploitation de scans 3D réalisés pour le cas des échantillons de type bielle alpha. L'objet 3D obtenu à l'issue du scan est utilisé pour la mesure de diverses dimensions :

- L'aire de la section s , la largeur b et l'épaisseur h à huit emplacements de la bielle : $s1$ à $s8$, $b1$ à $b8$ et $h1$ à $h8$.
- La distance entre l'intérieur des parties arrondies de la bielle : L entre les sections $s1$ et $s5$.
- Les distances entre les parties droites à 3 emplacements : $l1$ entre $s3$ et $s7$, $l2$ entre $s2$ et $s8$ ainsi que $l3$ entre $s4$ et $s6$.

La mesure des dimensions est réalisée avec le logiciel associé au scanner 3D utilisé. Il s'agit du logiciel GOM Inspect. Le protocole de mesure des dimensions des produits décrit ici a été appliqué de manière quasi-systématique pour les bielles alpha réalisées dans le cadre des études menées. Le choix des mesures réalisées a pour objectif principal de vérifier la bonne symétrie des pièces, et de donner des valeurs permettant de reconstruire facilement une CAO de bielles à partir de leurs dimensions majeures.

vi. Caractérisation des contraintes résiduelles dans des bielles composites.

Cette dernière partie porte sur la caractérisation des contraintes résiduelles dans les échantillons composites utilisés dans le cadre de ces travaux, ici de type bielle alpha. Ce type d'éprouvettes sert de support pour l'étude des propriétés matières et mécaniques de produits composites issus du procédé de fabrication étudié. Pour cela, il est nécessaire de prendre en compte cet aspect afin de les exploiter à d'autres buts. L'objectif est de décrire la méthode mise en place pour la détermination des CR dans ce type d'échantillons. La problématique spécifique des CR est la suivante : pour la plupart des pièces de type bielle alpha réalisées dans le cadre des différents travaux, des CR sont observables. L'examen de ces contraintes se fait dans deux cas de figures : lors de l'étude des dimensions et lors de la découpe des pièces. Concernant l'analyse des dimensions, les parties droites des bielles présentent généralement une légère courbure vers l'intérieur de la forme oblongue

qui peut être une déformation liée à des CR. Lors de la découpe des pièces pour échantillonnage, des déformations plus importantes sont constatées. Ce point confirme la présence de CR dans les pièces ; puisque ces déplacements sont la conséquence d'un relâchement des contraintes. Généralement, la partie droite des bielles tend à se déformer vers l'intérieur de la forme oblongue. Ces deux indicateurs de la présence de CR sont cohérents réciproquement. Ces dernières sont probablement liées :

- À l'ensemble du processus de fabrication, et plus particulièrement au procédé de mise en forme.
- Aux spécificités de la bielle et à sa géométrie. En effet, les deux parties arrondies sont sujettes à l'effet Spring-in. De plus, la géométrie fermée de la pièce limite la déformation associée à cet effet, et dans ce cas, elle peut induire des CR.

Afin de répondre à ce besoin, il est nécessaire de mettre en place une méthode pour l'estimation des contraintes résiduelles présentes dans les éprouvettes. Parmi les diverses techniques d'analyse des CR détaillées dans cette partie, seuls le perçage incrémental, l'utilisation des ultrasons et l'étude de l'effet « Spring-in » sont applicables pour les matériaux composites, et sont envisageables pour cette problématique. Dans ce cas, la géométrie se prête bien à cette dernière technique. Le perçage incrémental et la méthode ultra sonore demandent des équipements et des connaissances spécifiques ; alors que l'étude de la géométrie des pièces est un aspect qui est déjà maîtrisé dans le cas présent. Ici, le choix est fait de mettre en œuvre une méthode innovante permettant la détermination des CR et adaptée à la géométrie des éprouvettes. Comme ce qui a été dit précédemment, la découpe de ces dernières conduit à un relâchement de contraintes, et à une déformation associée assez conséquente. Dans le cas présent, c'est la méthode combinant l'étude de l'effet Spring-in et la mise en place d'un modèle EF, et permettant ainsi de passer des déformations aux contraintes résiduelles, qui est privilégiée. Cette technique se résume en six étapes :

1. Scan 3D de l'éprouvette pour déterminer sa géométrie.
2. Découpe de l'éprouvette afin de relâcher les contraintes résiduelles.
3. Scan 3D de l'éprouvette après découpe.
4. Réalisation d'un modèle EF intégrant la géométrie découpée et simulant l'application d'un déplacement et une rotation sur les faces de coupe qui permettent à l'éprouvette de retrouver sa géométrie d'avant découpe (Maillage hexaédrique, $n=0,13$).
5. Détermination du champ de contraintes associé aux CR.
6. Vérification du bon retour en position de la bielle coupée à l'issue du calcul EF.

Cette démarche implique la connaissance des propriétés élastiques de l'éprouvette caractérisée. De plus, les hypothèses suivantes sont prises en compte :

- Les champs de contraintes résiduelles présents dans les pièces sont symétriques selon les plans \vec{X}, \vec{Z} et \vec{Y}, \vec{Z} décrits dans la Figure 48 (quart de bielle).
- La découpe permet un relâchement de la majorité des CR présentes dans l'échantillon. Ainsi, il est possible de considérer le champ de CR obtenu comme représentatif de l'état de contrainte de la pièce avant relâchement.
- La découpe est considérée comme parfaitement perpendiculaire à la partie droite des bielles.

La comparaison des scans 3D géométrie des bielles avant et après relâchement des contraintes a permis de déterminer le chargement à appliquer sur la face de découpe pour permettre un retour de la face coupée en position. Il s'agit d'un déplacement selon la direction \vec{X} , et d'une rotation anti-horaire autour de l'axe \vec{Z} . Le déplacement et l'angle à appliquer sont mesurés à partir de la

superposition de la CAO de bielle avant et après découpe. La Figure 56 a) montre la mesure de ces deux paramètres à partir des CAO de bielle avant (en bleu) et après découpe (en orange), et en b) la superposition de la bielle avant et après découpe, et ayant subi le retour en position. Cette figure atteste ainsi du bon retour en place de la face de découpe.

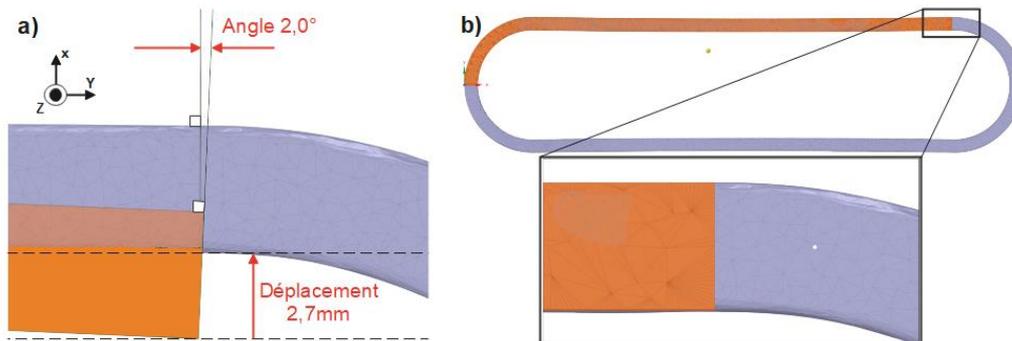


Figure 56 : Comparaison des deux scans 3D, en bleu de la bielle avant découpe et en orange de la bielle après découpe. a) Mesure de l'angle de rotation et de déplacement à appliquer pour le retour en position de la face de découpe et b) Vérification du retour en position de la face de découpe à l'issue du calcul EF.

À l'issue du calcul EF réalisé et permettant d'obtenir le retour en position tel que mentionné en Figure 56, les champs de contraintes obtenus sont ceux présentés dans la Figure 57, avec les contraintes dans la direction des fibres en a) et celles transverses aux fibres en b). Les champs de contraintes obtenus sont quasi-symétriques par rapport au plan \vec{X}, \vec{Z} , ce qui témoigne d'un bon retour en position de la face de découpe. Concernant les champs de contraintes obtenus dans le sens des fibres, l'intérieur de la bielle présente des contraintes en traction et l'extérieur celle-ci en compression. Ainsi, en considérant la pièce avant le relâchement des CR, il est possible d'en déduire respectivement des contraintes de compression sur l'intérieur et de traction sur l'extérieur de la bielle. Un autre point à remarquer est la répartition homogène de ces contraintes le long de la géométrie de la pièce. Concernant les contraintes dans la direction transverse, ces dernières sont des sollicitations en traction, cela témoigne de CR en compression à cet emplacement. Le reste de la pièce est relativement peu sollicité. La non-évacuation des contraintes de compression associées à la différence de CDT entre les directions transverses et longitudinales aux fibres à cause de la géométrie fermée de la bielle induit des CR et des déformations dans l'ensemble de la bielle. La présence de ce type de CR dans la partie arrondie témoigne du phénomène de Spring-in subi par la pièce lors du refroidissement intervenant durant sa mise en œuvre. Concernant les valeurs des contraintes, il est important de noter que les déformations associées pour les directions transverses et longitudinales sont du même ordre de grandeur, puisqu'il existe un facteur 20 entre les modules élastiques E_1 et E_2 .

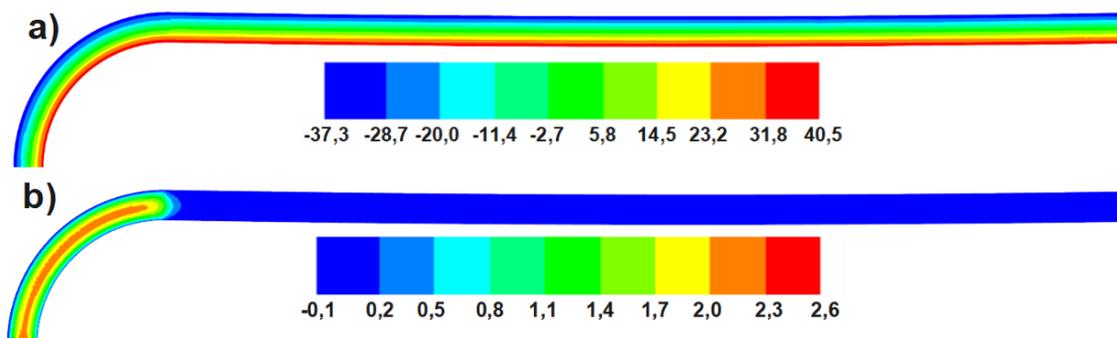


Figure 57 : a) Contraintes selon la direction des fibres et b) Contraintes dans la direction transverse aux fibres (exemple bielle 247).

La mise en place de cette méthode a permis d'identifier les mécanismes de formation des CR dans la géométrie spécifique associée aux échantillons de type bielle alpha. Cette démarche donne des résultats intéressants et elle est mise en œuvre dans le cadre de diverses études expérimentales.

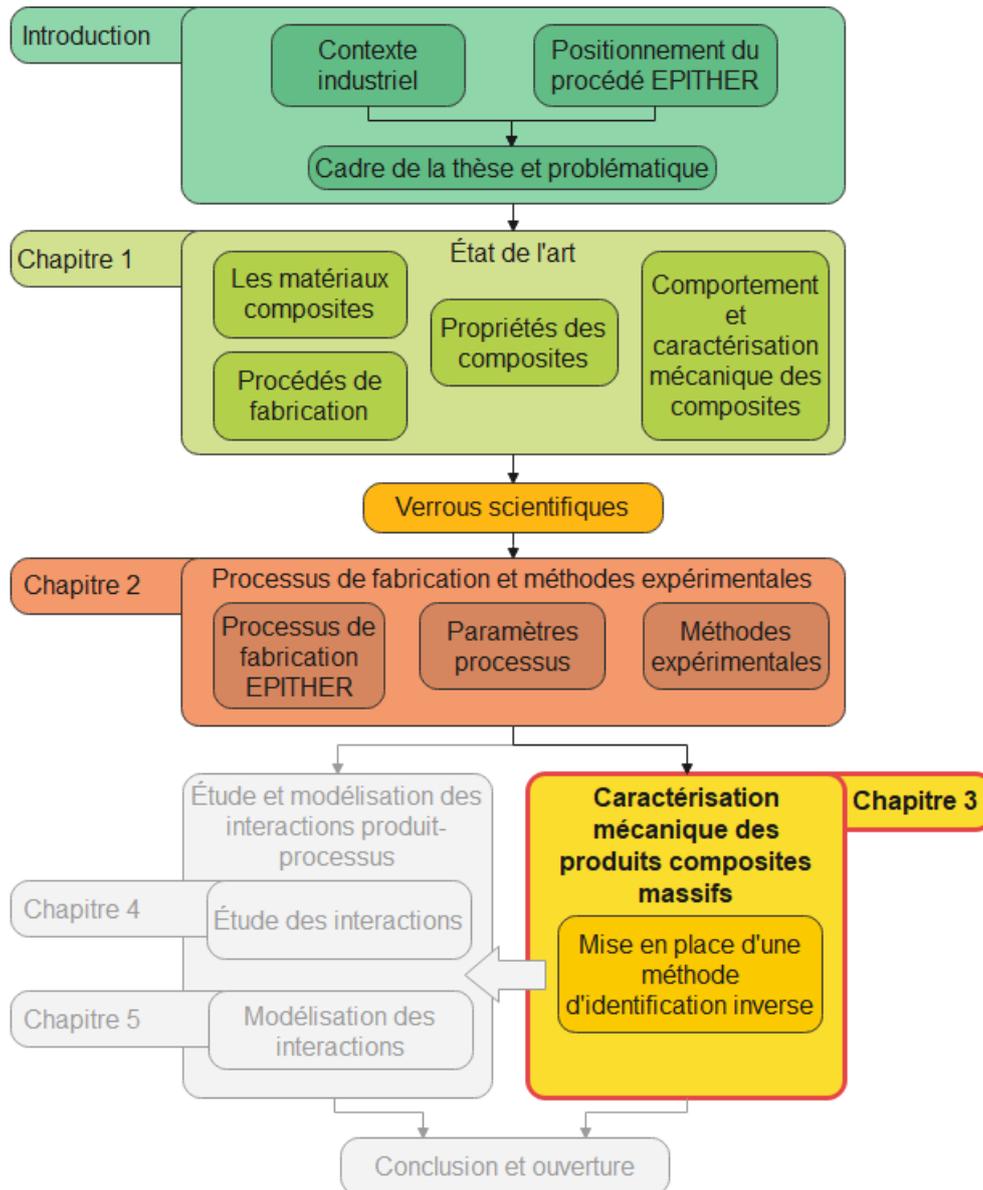
E. Conclusion

Dans la d'une première partie, ce deuxième chapitre a abordé la description du processus de fabrication EPITHER dans sa totalité. L'ensemble des aspects relatifs au processus avec le détail des propriétés de la matière première et la description des types de matériaux composites mis en œuvre dans ces travaux a été décrit. Ensuite, les deux procédés de fabrication qui composent le processus ont été détaillés, avec notamment la technique d'impression 3D et les systèmes associés, qui permettent la réalisation de préformes composites. L'étape de thermocompression a également été mise en avant. Enfin, dans un dernier temps, le fonctionnement de ces procédés de fabrication et les paramètres opératoires associées sont détaillés. Les différents paramètres procédés identifiés ont pu être reliés aux différentes propriétés mécaniques et matériaux décrites dans l'état de l'art. La seconde partie du chapitre a présenté les différentes méthodes utilisées pour la caractérisation des produits composites issus du processus. Deux catégories sont détaillées :

- Les méthodes expérimentales permettant l'étude des propriétés matériaux des produits composites.
- Les méthodes de caractérisation mécanique, avec notamment un état de l'art des différents essais normalisés et des méthodes d'identification inverses. Les techniques d'homogénéisation sont également brièvement décrites.

Les points et les méthodes exposés ici sont essentiels pour la compréhension des prochains chapitres. En effet, les parties méthodes associées aux études réalisées consisteront principalement en divers renvois vers ce chapitre. Ce choix de structure pour le manuscrit vise à limiter les répétitions et à alléger les parties méthodes des prochains chapitres puisque plusieurs études ont eu recours aux mêmes types de méthodes, ou encore aux mêmes supports d'étude. Maintenant que le processus de fabrication est connu et que les méthodes permettant l'analyse des produits en résultant sont maîtrisées, les trois prochains chapitres portent sur la résolution des verrous scientifiques décrits précédemment.

Chapitre 3 : Caractérisation mécanique des produits composites massifs



A. Introduction : Choix des méthodes de caractérisation mécanique

Le chapitre 3 porte sur la résolution du second verrou scientifique « Caractérisation mécanique des propriétés intrinsèques des produits composites massifs » décrit précédemment. L'objectif ici est la mise en œuvre ou le développement de méthodes de caractérisation applicables aux produits composites massifs issus du processus de fabrication EPITHER. L'état de l'art et la partie méthode ont présenté diverses approches pour répondre à cette problématique, telles que les essais normalisés ou encore les méthodes d'identification inverse. D'autres techniques permettent également d'estimer les propriétés mécaniques des composites à partir de celles de leurs composants. À la suite de cette recherche bibliographique, les essais normalisés sont finalement assez limités en ce qui concerne la caractérisation d'échantillons massifs : seules quelques normes permettent de les caractériser partiellement. Ces types d'essai ne permettent pas de prendre en compte les éventuels effets de taille et d'échelle pouvant s'appliquer à de telles pièces. De plus, les essais normalisés conduisent généralement à l'identification d'une constante élastique et d'une limite à rupture. De ce fait, la caractérisation de plusieurs propriétés mécaniques implique la réalisation de plusieurs types d'essais normalisés et donc la conception et réalisation d'outillage spécifiques. La seconde catégorie de méthodes étudiées correspond aux méthodes inverses : la flexibilité et la facilité de mise en œuvre. Les méthodes décrites dans ces travaux sont celles qui ont été mises en œuvre pour la caractérisation des propriétés élastiques des produits composites massifs.

B. Méthode inverse de recalage par éléments-finis

i. Description de la méthode

La solution mise en place pour la résolution du verrou scientifique consiste à la mise en place d'une méthode d'identification inverse de recalage par éléments-finis. Cette démarche est présentée dans le chapitre 1. F. iii. a). La Figure 58 décrit le principe de fonctionnement de la méthode choisie pour ces travaux. Celui-ci est rappelé ici. L'objectif est d'identifier les constantes élastiques associées à l'éprouvette étudiée. La matière étant un composite intégrant des fibres continues orientées, il est considéré comme un matériau isotrope-transverse. Ce dernier est défini par un total de cinq constantes élastiques indépendantes. Le schéma présenté en Figure 58 montre les différents éléments nécessaires à la mise en place de cette méthode. Ici, un essai mécanique partage ses conditions limites avec un modèle EF, il le reproduit donc numériquement. Les constantes élastiques sont définies comme données d'entrée du modèle. L'essai mécanique va fournir des paramètres de sortie mesurés, ou expérimentaux. Le modèle EF donne des paramètres de sortie calculés, ou numériques. Ces deux types de données vont être comparés par le biais d'un critère de convergence. Si celui-ci n'est pas validé, un algorithme fait évoluer les constantes élastiques définies dans le modèle EF, jusqu'à ce que le critère de convergence soit validé ou que le nombre maximal d'itérations soit atteint. Lorsque que le premier est validé, les constantes élastiques permettant d'atteindre ce résultat correspondent aux mêmes que celles de l'éprouvette testée lors de l'essai mécanique : cette dernière est caractérisée.

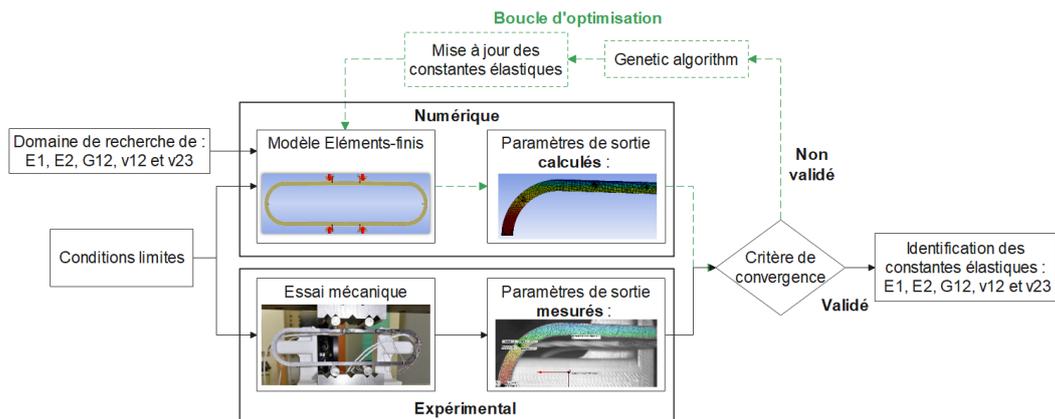


Figure 58 : Principe de fonctionnement de la méthode d'identification inverse de recalage par éléments-finis mise en œuvre.

Pour rappel, cette méthode a été sélectionnée principalement pour les raisons suivantes :

- Elle permet l'utilisation d'échantillons massifs représentatifs et issus du procédé.
- Elle rend possible l'obtention de plusieurs, voire de l'ensemble, des constantes élastiques associées à la loi de comportement du matériau étudié.
- Elle nécessite peu d'essais expérimentaux en comparaison à ceux normalisés.
- Méthode non destructive.

ii. Mise en place de la méthode

La mise en place et la validation d'une méthode inverse de recalage par éléments-finis reprend les étapes décrites dans la Figure 59. C'est cette démarche qui a été employée pour ces travaux.

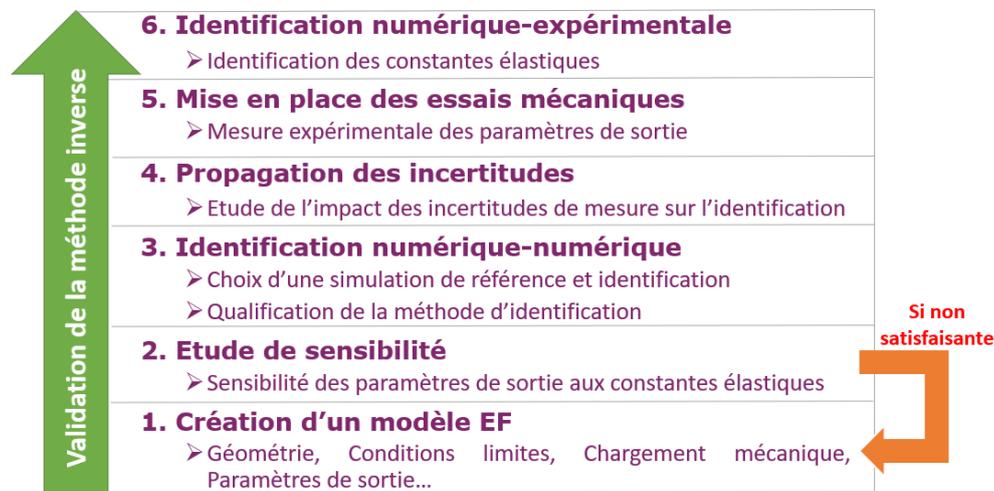


Figure 59 : Etapes suivies pour la mise en place d'une méthode inverse de caractérisation mécanique de recalage par éléments-finis.

Tout d'abord, la mise en place de la méthode de caractérisation nécessite la création d'un modèle EF. Celui-ci va définir l'essai mécanique qu'il est nécessaire de mener à bien. Il faut que le modèle décrive un test réalisable aussi bien en ce qui concerne la géométrie de l'éprouvette, le chargement mécanique, les paramètres de sortie, l'instrumentation ou les conditions limites. Une fois le modèle créé, une étude de sensibilité numérique est effectuée sur ce dernier. Elle vise à déterminer si les paramètres de sortie définis dans le modèle EF sont sensibles aux variations des constantes élastiques. Ainsi, le potentiel d'identification du modèle est qualifié. Si les résultats de cette étude n'apportent pas satisfaction, il est alors nécessaire d'apporter des modifications au modèle : changement de géométrie, de chargement, de paramètres de sortie, etc. Au contraire, lorsque les résultats de l'étude de sensibilité sont satisfaisants, le modèle EF associé est sélectionné pour la démarche d'identification inverse. Une fois le modèle sélectionné, des démarches de qualification de ce dernier sont mises en place. Dans un premier temps, il s'agit de l'identification numérique-numérique. L'objectif ici est de tester la méthode d'identification et de tester les paramètres d'optimisation. Cette étape consiste à remplacer des résultats d'essais mécaniques par des données numériques issues du modèle étudié. Dans un second temps, et toujours dans le même objectif, une étude de propagation d'incertitude est réalisée. L'objectif est de déterminer l'impact de diverses incertitudes expérimentales et numériques sur les résultats d'identification. Une fois ces étapes de qualification réalisées, les essais de caractérisation expérimentaux sont mis en œuvre, avec la mise en place et la réalisation d'essais mécaniques et la mesure des paramètres de sortie. Ensuite, ces données sont intégrées dans la méthode d'optimisation correspondant à la dernière étape : l'identification numérique-expérimentale afin de caractériser l'éprouvette testée. L'ensemble de cette démarche a été suivie et celle-ci va maintenant être décrite en détail. Par ailleurs, le développement et la mise en place de cette méthode de caractérisation a conduit au dépôt d'un brevet.

C. Création des modèles éléments-finis

i. Cahier des charges

Tout d'abord, la mise en place de la méthode inverse a consisté à la création de plusieurs modèles EF. Six d'entre eux décrivant différents essais mécaniques ont été créés et testés. Par la suite, la mise en place de la démarche d'identification inverse porte principalement un de ces modèle EF, en particulier le cas de chargement ayant donné les résultats les plus intéressants. Les résultats relatifs aux autres sollicitations étudiées sont brièvement décrits. Le type d'essai mécanique à modéliser doit avant tout pouvoir répondre au cahier des charges suivant :

- L'échantillon doit être représentatif et issu du procédé.
- La/les sollicitations mécaniques ne doivent pas conduire à un dépassement des limites élastiques de l'éprouvette testée.
- La présence de plans de symétrie est souhaitable en vue de limiter, par la suite, le temps de calcul.
- L'essai mécanique doit être réalisable avec des montages et des machines d'essais génériques.

ii. Sollicitations mécaniques et conditions limites

Le type d'éprouvette privilégiée dans ces travaux est de type bielle Alpha, décrite dans le chapitre 2. D. ii. page 97. Le choix de celle-ci est motivé par l'accessibilité de cette géométrie d'éprouvette, et de ses divers avantages, notamment ceux qui concernent la réalisation d'autres types d'essais pour la caractérisation et de sa représentativité du processus. De plus, le type d'échantillon choisi respecte les conditions énumérées précédemment. Maintenant que le type d'éprouvette est défini, les conditions limites et les sollicitations mécaniques appliquées sur l'éprouvette sont décrites. Ces dernières doivent pouvoir être reproduites de manière expérimentale. Celles testées sont des sollicitations simples pouvant être réalisées avec des machines d'essai mécaniques génériques, telles que des machines de traction/compression, ou de torsion. La Figure 60 présente les six modèles EF réalisés, qui présentent les cas suivants :

- 1) Traction avec inserts collées selon l'axe \vec{X} .
- 2) Traction avec inserts non collées selon l'axe \vec{X} .
- 3) Torsion selon l'axe \vec{X} .
- 4) Torsion/traction combinée selon l'axe \vec{X} .
- 5) Flexion quatre points selon la direction \vec{Y} .
- 6) Flexion quatre points selon la direction \vec{Z} .

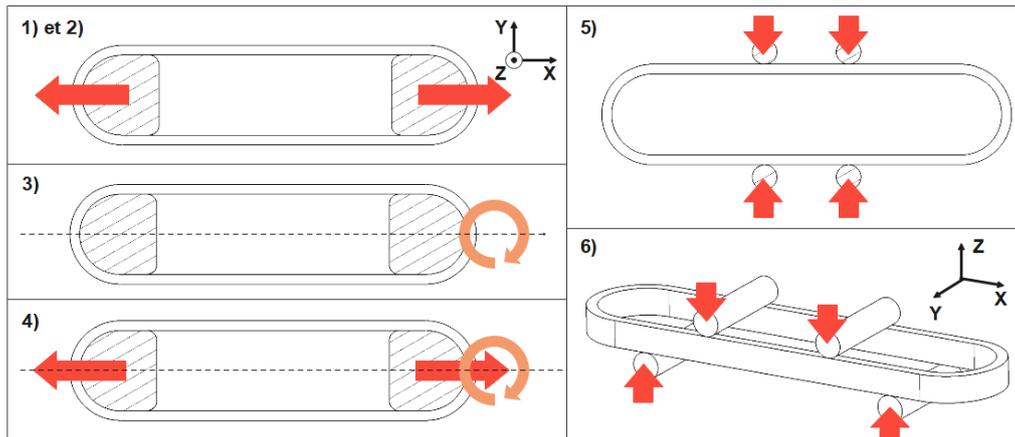


Figure 60 : Différents cas de chargement modélisés.

Ils sont modélisés avec deux plans de symétries, les plans \vec{X}, \vec{Z} et \vec{Y}, \vec{Z} . La modélisation de ces six types de sollicitations a pour but de déterminer le, ou les cas, de chargement ayant la sensibilité la plus intéressante pour la détermination des propriétés élastiques des échantillons. Si cela est nécessaire, il est envisageable de recourir à plusieurs types d'essais pour l'identification des constantes élastiques souhaitées. Le recours à différentes sollicitations est également envisagé pour la validation des résultats.

iii. Paramètres de sortie

Les paramètres de sortie sont les valeurs mesurées à l'issue de l'essai mécanique réel et calculé avec le modèle EF. Il est préférable de s'orienter vers l'acquisition de déformations ponctuelles pouvant être mesurées avec des jauges de déformation. Ainsi, la plupart des paramètres de sortie pris en compte sont des déformations moyennées sur une surface donnée correspondant à celle de la grille de la jauge. Ces dernières sont mesurées sur les surfaces extérieures de l'éprouvette. D'autres paramètres, tels que les allongements, ou le déplacement des mors servant à l'application de l'effort peuvent être pris en compte, puisqu'ils sont directement obtenus avec les capteurs de position des machines d'essais. La majorité des travaux décrivant la mise en œuvre de méthodes inverses pour la caractérisation des matériaux composites utilisent des champs de déformation comme paramètres de sortie. Le recours à la corrélation d'images par rapport aux jauges de déformation présente l'avantage de fournir un grand nombre de points de comparaison avec le modèle. Toutefois, les mesures de champs impliquent un certain nombre de difficultés de mise en œuvre et d'exploitation des mesures. L'une de ces limites est le manque de flexibilité de la méthode car il est difficile de réaliser des mesures sur plus d'une surface de l'éprouvette et sur de grandes surfaces avec une résolution suffisante. Les jauges de déformation peuvent quant à elles être posées sur n'importe quelle face de l'échantillon, même sur les parties courbées. Recourir à des jauges de déformation implique toutefois un temps et un coût d'implantation non négligeable. La corrélation d'images est également utilisée en complément, ou pour vérifier les résultats obtenus avec des jauges de déformation, mais uniquement pour des mesures ponctuelles. Les différents modèles testés présentent des paramètres de sortie différents, décrits de manière plus détaillée par la suite, plus précisément dans la partie portant sur l'étude de sensibilité. Par exemple, les cas impliquant des sollicitations mécaniques de torsion prennent en compte l'angle de torsion de l'éprouvette. La Figure 61 expose différents emplacements de jauges de déformation fictives utilisées comme paramètres de sortie pour le cas de flexion quatre points selon la direction \vec{Y} . Les déformations sont mesurées en fonction de différents lots placés sur

les surfaces intérieures, extérieures et supérieures, cette dernière vue est visible en Figure 61. Les déformations sont mesurées dans différentes directions.

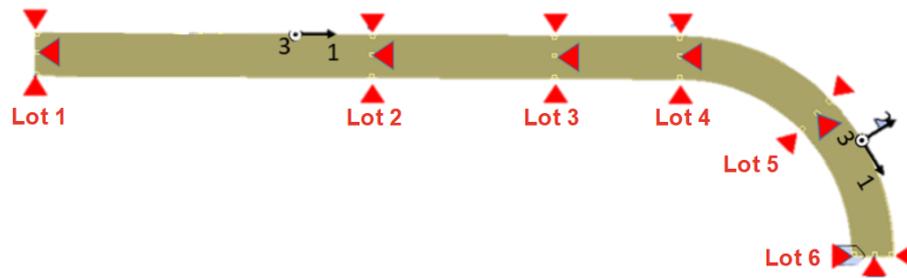


Figure 61 : Emplacement des jauges fictives de déformation pour le cas de flexion quatre points selon la direction \vec{Y} .

D. Étude de sensibilité aux propriétés élastiques

i. Méthode

Une étude de sensibilité est réalisée pour chacun des modèles EF décrits en Figure 60. Elle consiste à analyser la sensibilité des paramètres de sortie (déformations, allongements...) aux variations de certaines données d'entrée du modèle, à savoir les constantes élastiques. La Figure 62 présente la démarche appliquée pour la réalisation de l'étude de sensibilité numérique. Elle se résume 1) à faire varier les constantes élastiques définies dans le modèle EF dans un domaine borné. Il est possible de faire évoluer chaque paramètre d'entrée du modèle indépendamment. Dans le cadre de ces travaux, les variations des paramètres d'entrée varient simultanément selon une loi normale. Cet aspect permet de prendre en compte les éventuelles interactions entre paramètres. Pour chaque set de paramètres d'entrée : 2) un calcul EF est réalisé et il permet d'obtenir en 3) les valeurs des paramètres de sortie relatifs à chaque set de paramètre d'entrée. Le rapport de la variation des paramètres de sortie sur celle des paramètres d'entrée permettent de définir en 4) la sensibilité pour l'ensemble des couples constantes élastiques et paramètres de sortie.

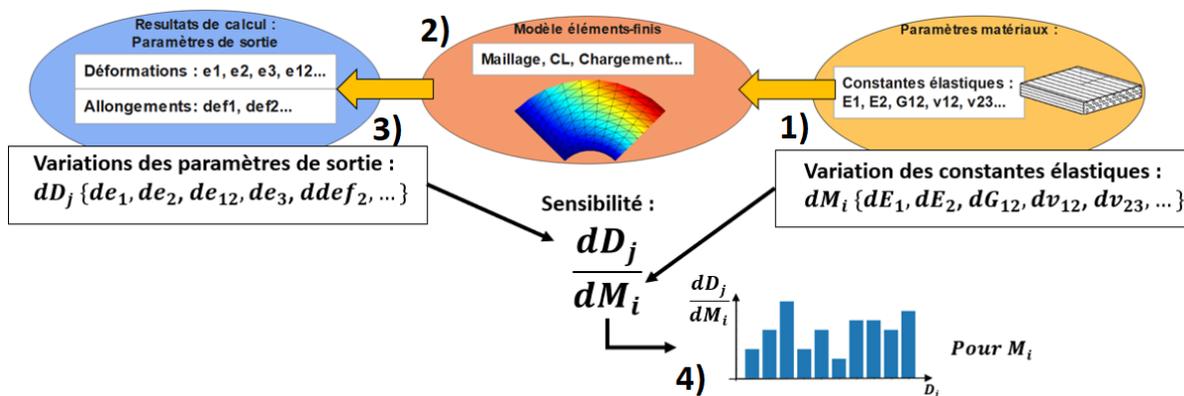


Figure 62 : Démarche suivie pour la mise en place de l'étude de sensibilité.

ii. Résultats et conclusions

Cette partie porte sur la description des résultats d'étude de sensibilité correspondant aux six modèles étudiés. Pour le cas de flexion quatre points selon la direction \vec{Y} , un grand nombre de paramètres de sorties ont été considérés. Une étude de sensibilité est appliquée à chacun des six modèles EF. Les sensibilités de l'ensemble des paramètres de sortie aux variations des constantes élastiques de chaque modèle EF ont été indexées par rapport aux paramètres de sortie présentant la sensibilité la plus élevée. Ainsi, il est possible de comparer entre eux les résultats des six modèles. Il est possible de définir une valeur de sensibilité seuil permettant de valider l'intérêt d'un paramètre de sortie pour l'identification défini à 15%. Pour résumer, cela implique que si les variations d'une constante élastique induisent une variation d'un paramètre de sortie d'au moins 15%, le paramètre en question est valide pour l'identification de la constante élastique associée. Dans le cadre des différentes études de sensibilité menées, si un couple associant une constante élastique et un paramètre de sortie valide le seuil défini, le cas de chargement est considéré comme validé pour l'identification de la constante élastique en question. Les résultats relatifs à l'étude de sensibilité de l'ensemble des essais testés ne sont pas présentés en détails. Seules les conclusions associées sont détaillées. Le Tableau 10 présente les conclusions des études de sensibilité pour les différents cas de chargement étudiés. Les casses « OUI » décrivent les paramètres identifiables avec l'essai mécanique associé selon les critères décrits précédemment.

Tableau 10 : Conclusions des études de sensibilité numériques pour les différents essais mécaniques testés.

	E_1	E_2	G_{12}	ν_{12}	ν_{23}	G_{23}
Traction selon \vec{X} (collé)	OUI	NON	NON	OUI	NON	NON
Traction selon \vec{X} (glissant)	OUI	NON	NON	OUI	NON	NON
Torsion selon \vec{X}	OUI	NON	OUI	NON	NON	NON
Torsion/traction combinée selon \vec{X}	OUI	NON	OUI	OUI	NON	NON
Flexion 4 points selon \vec{Z}	OUI	NON	OUI	OUI	NON	NON
Flexion 4 points selon \vec{Y}	OUI	OUI	OUI	OUI	OUI	NON

Les résultats de l'étude de sensibilité permettent d'avancer les conclusions suivantes. Les cas de traction selon \vec{X} permettent d'identifier une à deux constantes élastiques sont le module sens fibre E_1 et le coefficient de Poisson plan ν_{12} . Ce point est logique, étant donné que l'essai en question présente des similitudes avec les essais normalisés de traction de type ISO NF 527 décrits dans le chapitre 2. Ces derniers permettent, entre autres, la détermination de ces deux constantes élastiques. Pour les cas de l'essai de torsion selon \vec{X} , de torsion/traction combinée selon \vec{X} et de flexion 4 points selon la direction \vec{Z} , il est envisageable d'identifier E_1 , G_{12} et ν_{12} . Le dernier cas de chargement présenté est celui de flexion 4 points selon la direction \vec{Y} . Il présente les meilleurs résultats avec la possibilité d'identifier E_1 , E_2 , G_{12} , ν_{12} et ν_{23} . La validation de ces cinq constantes élastiques indépendantes donne un résultat intéressant, puisqu'il s'agit des cinq constantes associées à un matériau isotrope-transverse. Cela montre l'intérêt de cet essai pour la caractérisation des échantillons issus du processus de fabrication. Le module G_{23} peut être calculé à partir de E_2 et ν_{23} avec l'équation (20). Le cas de flexion 4 points selon \vec{Y} est sélectionné pour la suite des travaux. L'ensemble de ce qui est réalisé par la suite, et présenté dans ce chapitre porte sur ce cas de chargement uniquement. La partie suivante décrit le modèle EF réalisé pour ce cas précis.

E. Modèle éléments-finis : cas de flexion 4 points

i. Étude de sensibilité et choix des paramètres de sortie

Les diverses études de sensibilité mises en place ont permis d'orienter les travaux vers la réalisation d'essais de flexion quatre points spécifique selon la direction \vec{Y} , et vers la création du modèle EF associé. Pour l'étude de sensibilité initiale, le modèle EF intègre la géométrie et les zones d'intérêts décrits dans la Figure 61. Ce modèle a été conservé et modifié selon deux points principaux : le nombre de zones d'intérêts et leurs dimensions. Il est nécessaire de définir les paramètres de sortie à conserver pour l'identification. L'ensemble des déformations et des allongements pris en compte ne peuvent pas être conservés, puisqu'il faut les associer expérimentalement à l'implantation de jauges de déformations. Techniquement et financièrement, seul un nombre fini de jauges peut être posé. La mesure de multiples déformations amène à utiliser une station d'acquisition ayant suffisamment de voies de mesure. En l'occurrence, celle à disposition en présente douze ; cette dernière est décrite par la suite. Certains des paramètres de sorties pris en compte dans l'étude de sensibilité sont redondants. En plus d'une réduction du nombre de ces mêmes paramètres, les zones d'intérêt pour la mesure de ceux-ci concernant le modèle doivent être adaptées pour correspondre aux dimensions des jauges de déformation employées. La Figure 63 présente la valeur absolue de la sensibilité des différents paramètres de sortie sélectionnés pour l'identification de chacune des constantes élastiques considérées. L'Annexe 1 page 253 décrit la sensibilité non absolue.

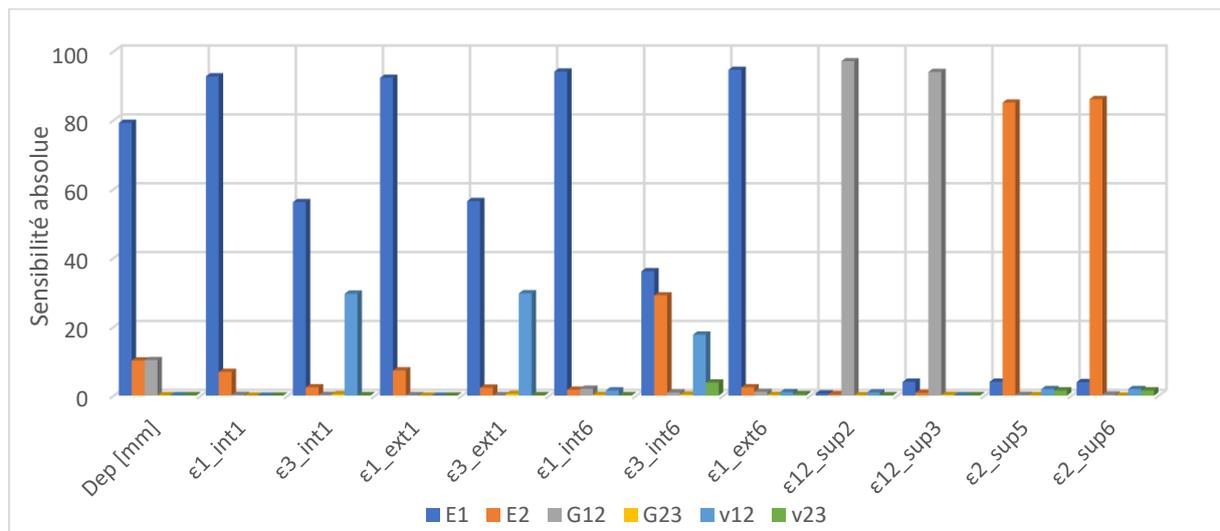


Figure 63 : Sensibilité absolue des paramètres de sorties sélectionnés pour l'identification, aux variations des constantes élastiques.

Les douze paramètres de sortie conservés dans le modèle EF et mesurés lors des essais sont décrits dans le Tableau 11. L'emplacement, le lot, et la direction de mesure sont également détaillés sur la Figure 63.

Tableau 11 : Description des paramètres de sortie sélectionnés.

Nom	Orientation	Emplacement	Lot	Unité	Descriptif
Dep	globale \vec{Y}	Outil de flexion	/	mm	Déplacement selon \vec{Y} du mors de flexion
ε_{1_int1}	matière 1	Face intérieure	1	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation longitudinale
ε_{3_int1}	matière 3	Face intérieure	1	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation transverse
ε_{1_ext1}	matière 1	Face extérieure	1	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation longitudinale
ε_{3_ext1}	matière 3	Face extérieure	1	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation transverse
ε_{1_int6}	matière 1	Face intérieure	6	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation longitudinale
ε_{3_int6}	matière 3	Face intérieure	6	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation transverse
ε_{1_ext6}	matière 1	Face extérieure	6	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation longitudinale
ε_{12_sup2}	matière 12	Face supérieure	2	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation en cisaillement
ε_{12_sup3}	matière 12	Face supérieure	3	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation en cisaillement
ε_{2_sup5}	matière 2	Face supérieure	5	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation transverse
ε_{2_sup6}	matière 2	Face supérieure	6	$\mu\text{m}/\text{m}$	Déformation transverse

Le choix des paramètres de sortie effectué permet l'identification des cinq constantes élastiques indépendantes permettant la description du comportement d'un matériau isotrope transverse. Une certaine redondance existe pour l'identification et, quelques paramètres de sortie présentent des sensibilités similaires. C'est notamment le cas pour les déformations ε_{1_int1} et ε_{1_ext1} ou encore ε_{3_int1} et ε_{3_ext1} . Il est intéressant de garder une redondance dans la sensibilité des paramètres pris en compte afin de limiter l'impact d'une seule mesure sur les résultats. D'autres paramètres présentent des sensibilités aux constantes élastiques bien particulières. C'est le cas de la déformation ε_{3_int6} qui affiche des sensibilités à E_1 , E_2 , ν_{12} et ν_{23} . De plus, ce paramètre de sortie est le seul qui présente une sensibilité aux variations du coefficient de Poisson ν_{23} . L'identification de cette constante élastique repose donc exclusivement sur ce paramètre. La Figure 63 met en évidence le fait qu'un grand nombre de paramètres de sortie pris en compte présentent des sensibilités fortes aux variations du module sens fibre E_1 . Cela peut s'expliquer par le type d'essai mécanique mis en œuvre. La flexion induit principalement des sollicitations en traction et compression dans le sens des fibres. L'identification d' E_2 se fait principalement via les déformations transverses dans la partie arrondie de la bielle ε_{2_sup5} et ε_{2_sup6} qui présentent une sensibilité très importante. Pour le module de cisaillement G_{12} , deux paramètres sont très sensibles : ε_{12_sup2} et ε_{12_sup3} . En ce qui concerne l'identification du coefficient de Poisson ν_{12} , les déformations transverses ε_{3_int1} , ε_{3_ext1} et ε_{3_int6} proposent des sensibilités importantes. Concernant la caractérisation de ν_{23} , cette constante est relativement peu représentée dans l'étude de sensibilité. Toutefois, même si seul un paramètre de sortie y est sensible, et si cette valeur est faible par rapport à d'autres couples « constante élastique/paramètre de sortie », l'identification est possible. Il est probable que ce paramètre présente une incertitude d'identification non négligeable. Ce point est étudié par la suite dans une partie portant sur la qualification de la démarche d'identification mise en place. Pour finir avec la description de ces aspects, le déplacement des outils de flexion *Dep* est un paramètre de sortie pris en compte car il est obtenu directement par l'intermédiaire du capteur de position de la machine d'essai utilisée. De plus étant donné sa forte sensibilité aux variations de E_1 , et en ayant une estimation convenable de E_2 et G_{12} , il est envisageable de se contenter de cette mesure de déplacement pour déterminer E_1 .

ii. Modèle éléments-finis

Maintenant que les paramètres de sorties à mesurer ont été sélectionnés, le modèle EF initialement réalisé pour la description de ce cas de chargement est modifié de façon à décrire les zones d'intérêt permettant d'extraire les paramètres de sortie du modèle. Les dimensions et le positionnement des zones d'intérêt relatives correspondent à des jauges de déformation du commerce. La Figure 64 illustre le modèle mis en œuvre pour le calcul des variables décrites dans le Tableau 11. L'étude de sensibilité décrite précédemment a été effectuée avec ce modèle EF. Les jauges présentes sur la face visible de l'éprouvette sont unidirectionnelles : la zone de mesure est rectangulaire et elle fait 0,45 par 0,8mm. Celles se situant sur les faces intérieures et extérieures de la bielle sont bidirectionnelles : chaque zone est rectangulaire et mesure 0,6 par 1,1mm. Par exemple, les paramètres ε_{1_int1} et ε_{3_int1} sont mesurés avec une seule jauge de déformation bidirectionnelle. Il en est de même pour ε_{1_ext1} et ε_{3_ext1} ainsi que pour ε_{1_int6} et ε_{3_int6} .

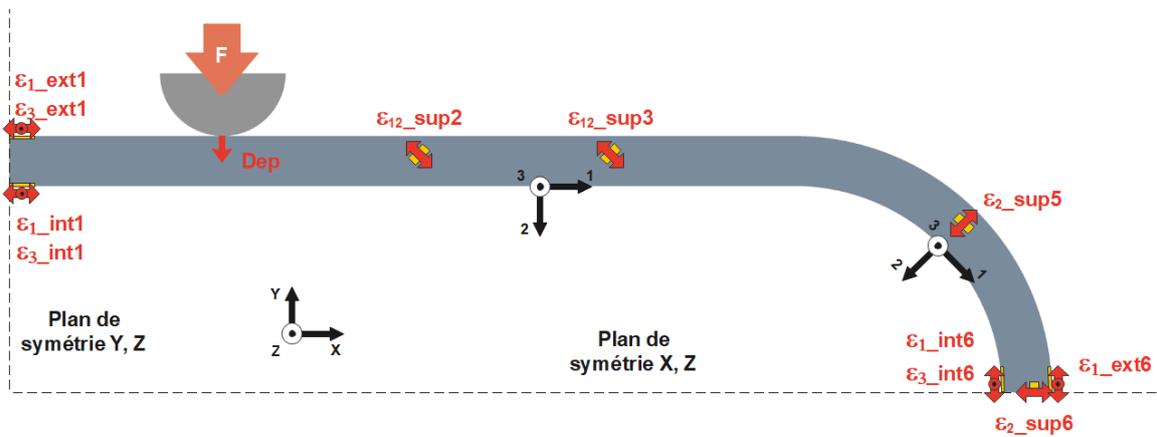


Figure 64 : Modèle EF de l'essai de flexion quatre points selon \vec{Y} spécifique.

Le modèle EF décrit dans la Figure 64 présente les caractéristiques suivantes :

- Taille de maille, $n=0,13$ mm (déterminée par l'étude de convergence réalisée et à retrouver dans l'Annexe 3 page 253), mailles tétraédriques.
- Application de l'effort F par l'intermédiaire d'un corps rigide et d'un contact glissant $\mu=0$. La valeur d'effort appliquée est déterminée par la suite.
- Plan de symétrie selon les plans \vec{X}, \vec{Z} et \vec{Y}, \vec{Z} : représentation d'un quart de la bielle (Figure 64).
- Matériau défini par une loi de comportement élastique isotrope-transverse (cinq constantes indépendantes : $E_1, E_2, G_{12}, \nu_{12}$ et ν_{23}). L'orientation matériau principale suit la forme oblongue de l'échantillon.
- Utilisation de la géométrie réelle des échantillons et d'un modèle volumique. Cette dernière est recréée avec un script python et les paramètres géométriques issus d'un scan 3D (Voir chapitre 2. D. vi.).

Les choix des différentes caractéristiques du modèle, comme la définition de la taille de maille, la géométrie nominale ou réelle, du contact... ont été définis à partir des résultats de diverses études de sensibilités et de convergence. Les résultats de ces études et les conclusions faites sont décrits dans la prochaine partie. Le modèle EF et la méthode d'identification sont réalisés avec la suite logiciel ANSYS. Divers modules intégrés dans cette dernière sont utilisés. L'Annexe 2 page 254, détaille ces derniers, et leur intérêt pour la mise en place de la méthode inverse.

F. Qualification de la méthode et du modèle EF

i. Introduction

Maintenant que la méthode d'identification inverse, l'essai de caractérisation et le modèle EF associé ont été présentés, cette partie expose diverses études réalisées en vue de qualifier la démarche de caractérisation et le modèle EF associé. En ce qui concerne ce dernier, plusieurs études de sensibilité sont effectuées, qui ont contribué à la définition de certaines des propriétés du modèle. De plus, ces études permettent de déterminer l'incertitude de calcul des paramètres de sortie. Pour finir, une étude de propagation d'incertitude a été menée afin de déterminer l'impact de celles relatives aux paramètres de sortie sur les résultats d'identification. Ainsi, cette dernière étude a la capacité d'évaluer les incertitudes associées aux constantes élastiques identifiées. La qualification de la méthode d'identification, ou d'optimisation, passe quant à elle, par la mise en place d'une démarche d'identification numérique-numérique. Cette dernière consiste à tester la méthode d'identification en remplaçant les résultats expérimentaux par des résultats numériques. Par conséquent, l'écart entre la valeur identifiée et la valeur de référence donne une incertitude associée uniquement à la méthode d'optimisation.

ii. Sensibilité du modèle EF

En plus des études de sensibilité concernant les variations des constantes élastiques réalisées pour le choix du type d'essai, d'autres études de sensibilité numériques ont été effectuées pour le cas de l'essai de flexion quatre points sélectionné. Ces dernières visent à donner une notion d'incertitude sur les résultats obtenus, et également à confirmer ou à infirmer les hypothèses associées au modèle EF défini. Certains des paramètres et, des propriétés du modèle EF sont caractérisés à partir des résultats de ces études de sensibilité. Celles-ci sont décrites en détail dans plusieurs annexes distinctes qui portent sur :

- Le type et la taille de maille définie dans le modèle EF. Annexe 3 page 255.
- Le coefficient de frottement entre l'éprouvette et le mors de flexion. Annexe 4 page 257.
- Les variations géométriques de la bielle en comparant les paramètres de sortie pour la géométrie nominale et celles réelles de différentes bielles réalisées. Annexe 5 page 258.
- Le positionnement des mors de flexion par rapport à l'éprouvette. Annexe 6 page 260.

Les conclusions des différentes études de convergence présentées en annexe sont rappelées ici.

a) Taille de maille

Une taille de maille de 0,13mm est jugée satisfaisante pour un maillage tétraédrique. Cette mesure permet une réduction du temps de calcul conséquente par rapport à la taille de maille résultant de l'étude de convergence, qui elle est de 0,06mm. En raison du grand nombre de calculs nécessaires à la caractérisation d'une éprouvette, la réduction du temps de calcul est privilégiée. Le choix de cette taille de maille conduit à la détermination d'une incertitude sur les valeurs de déformation et de déplacements obtenues à l'issue du calcul EF. Ces incertitudes présentent les ordres de grandeur suivants : l'écart maximal entre le cas $n=0,13\text{mm}$ et $n=0,01\text{mm}$, est de 0,01mm pour le déplacement. Pour les déformations au maximum de $45\mu\text{m/m}$ et en moyenne de $20\mu\text{m/m}$. Ces variations représentent généralement moins de 2% de la valeur de déformation ou de déplacement.

Le fait de choisir un maillage plus grossier a donc un faible impact sur les paramètres. Il est alors validé dans une logique de réduction du temps de calcul. L'affinement des résultats de caractérisation va impliquer par la suite une réduction de la taille de maille.

b) Contact et frottement

L'étude de sensibilité relative au contact entre mors et éprouvette permet de faire les conclusions suivantes. L'application d'un coefficient de frottement de $\mu=0,5$ par rapport à un contact glissant conduit à des variations maximales de l'ordre de $50 \mu\text{m/m}$ et de 0.01 mm respectivement pour les déformations et pour le déplacement. Ces écarts maximaux représentent $0,5$ à 2% de la valeur mesurée. Celles maximales d'écart sont relevées pour la jauge de déformation située sur l'extérieur du lot 1. Les autres jauges présentent des variations inférieures à 1% . Pour conclure, le coefficient de frottement a relativement peu d'impact sur les valeurs mesurées, dans ce cadre, il est préférable de négliger le frottement. Outre le faible impact de celui-ci sur les résultats, la définition d'un contact frottant tend à augmenter le temps de calcul. Les incertitudes associées au contact défini comme purement glissant correspondent à l'écart entre les résultats relatifs à un contact glissant et un à contact frottant avec $\mu=0,2$. Ces incertitudes sont détaillées dans le Tableau annexe 2 et elles sont de l'ordre de $0,01\text{mm}$ pour le déplacement des mors, et au maximum de $40\mu\text{m/m}$ pour les déformations.

c) Géométrie réelle et nominale

L'étude de sensibilité portant sur l'impact de la géométrie réelles des échantillons sur les résultats de simulation consiste à comparer des résultats associés à diverses géométries réelles de bielles par rapport aux résultats du cas avec géométrie nominale. Seules les conclusions de cette étude sont décrites ici. La géométrie réelle des bielles a eu un impact conséquent pouvant aller jusqu'à des variations de l'ordre de 25% pour un lot d'échantillons. Cette variation est importante ; toutefois, elle reste limitée à quelques paramètres et elle a quelques échantillons testés. Un second lot présente un impact très réduit de la géométrie sur les résultats. Ces derniers impliquent de recourir à la géométrie réelle des bielles dans le modèle EF. Ce choix est motivé par l'incertitude relative à l'impact de la géométrie des échantillons sur les résultats. Cela est également peu contraignant dans le cadre de ces travaux ; puisque les échantillons sont scannés en 3D et analysés de manière quasi-systématique. Par la suite, la mise en place de la méthode dans un milieu industriel permet d'aboutir à une étude dans un cadre opérationnel où la géométrie réelle pourra être associée à la géométrie nominale. Cela facilitera la mise en œuvre de la méthode de caractérisation.

d) Position des mors de flexion

L'étude de sensibilité associée au positionnement des mors de flexion par rapport à l'éprouvette, correspond à l'analyse de l'impact de la position du mors de flexion sur les résultats du calcul EF. Ces travaux ont permis de déterminer les incertitudes suivantes. Pour un décalage des mors de l'ordre de $0,5 \text{ mm}$, celle associée au déplacement des mors est de $0,025 \text{ mm}$, et au maximum de $35\mu\text{m/m}$ pour les déformations. Le positionnement des mors de flexion à $\pm 0,5\text{mm}$ est considéré comme réaliste. Les valeurs décrites ci-dessus peuvent être considérées comme des incertitudes réalistes.

e) Bilan d'incertitudes

Les conclusions des différentes études de sensibilité sont présentées. Ces dernières permettent de déterminer l'incertitude relative à la définition de diverses caractéristiques du modèle EF utilisé par la caractérisation mécanique des produits composites. Le Tableau 12 résume les différentes incertitudes associées aux paramètres de sorties. L'incertitude associée à la géométrie des

échantillons n'est pas prise en compte ; puisque la géométrie réelle des échantillons caractérisés est modélisée. Une ligne relative à l'incertitude du moyen de mesure est ajoutée. Il s'agit de l'incertitude de mesure du capteur de position de la machine d'essai soit 0,001 mm et de l'incertitude des jauges de déformations qui est donnée à 12 μ m/m. Pour finir la somme de l'ensemble des incertitudes est indiquée, et ces valeurs sont rapportées à celles de référence prises en compte pour le cas d'étude. Pour rappel, ces incertitudes sont effectives pour les hypothèses suivantes :

- Maillage tétraédrique avec une taille de maille $n=0,13$ mm.
- Coefficient de frottement $\mu=0$.
- Position des mors de flexion à $\pm 0,5$ mm de la position nominale.
- Modélisation de la géométrie réelle des échantillons.

Tableau 12 : Bilan des incertitudes associées au modèle EF et la mesure expérimentale.

	Déplacement mors Dep [mm]	ϵ_{1_int1}	ϵ_{3_int1}	ϵ_{1_ext1}	ϵ_{3_ext1}	ϵ_{1_int6}	ϵ_{3_int6}	ϵ_{1_ext6}	ϵ_{12_sup2}	ϵ_{12_sup3}	ϵ_{2_sup5}	ϵ_{2_sup6}
Valeur de référence	-2,426	2592	-991	-2587	990	-3101	1467	2802	1291	1383	-2721	-3236
Taille de maille	-0,010	45	11	3	7	26	29	24	28	26	13	14
Coefficient de frottement	0,009	16	6	41	15	6	3	6	0	1	7	7
Position des mors	0,0247	35	13	35	13	8	4	7	1	1	8	8
Moyen de mesure	0,001	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12	12
Somme des incertitudes	0,045	108	42	91	48	52	48	49	42	39	41	41
Somme rapportée [%]	1,86	4,16	4,23	3,52	4,87	1,68	3,25	1,75	3,22	2,85	1,50	1,28

La somme des incertitudes est de l'ordre de 0,045mm pour le déplacement du mors de flexion et au maximum de 108 μ m/m pour les déformations. La plupart des autres sont de l'ordre de 40 μ m/m. Rapportées aux valeurs de référence, ces sommes d'incertitudes représentent toujours moins de 5% de la valeur de référence. Par la suite, ces incertitudes sont intégrées dans une étude de propagation d'incertitudes afin de déterminer l'impact de ces incertitudes associées au modèle EF et à la mesure des déplacements et de la déformation sur la qualité des résultats d'identification.

iii. Étude de propagation d'incertitudes

a) Méthode

Cette étape a pour but d'étudier l'impact des incertitudes de mesure associées aux paramètres de sortie sur les résultats de l'identification. Tout d'abord, il est nécessaire de déterminer ces mêmes incertitudes de mesures liées aux paramètres précédemment considérés. Ensuite, le raisonnement appliqué est assez similaire à l'étude de sensibilité ; mais, au lieu d'appliquer des variations sur les constantes élastiques et d'étudier celles liées aux paramètres de sortie, la démarche inverse est mise en place. Les incertitudes de mesure sont appliquées à des paramètres de sortie de référence. Un cycle d'optimisation est effectué et les constantes élastiques obtenues sont comparées avec celles obtenues sans incertitudes. La démarche est présentée dans la Figure 65. L'étude de la propagation d'incertitudes permet d'obtenir des informations concernant l'incertitude d'identification relative aux constantes élastiques identifiées. Ainsi, cela permet d'obtenir une incertitude d'identification liée aux incertitudes de mesure et à la méthode d'identification. Ce point est important pour qualifier cette même méthode et pour acquérir un regard critique sur les valeurs des constantes élastiques identifiées.

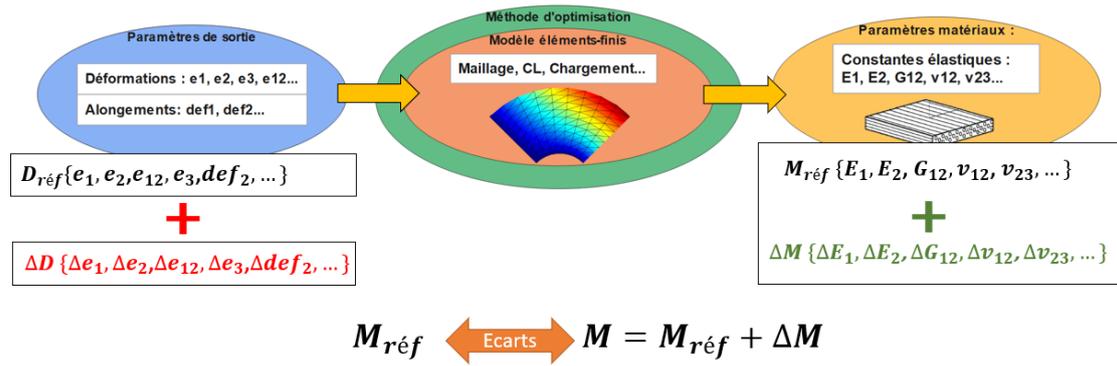


Figure 65 : Méthode inverse pour l'étude de la propagation d'incertitudes.

Pour employer la méthode décrite en Figure 65, il est nécessaire de prendre en compte un grand nombre de cas d'incertitudes. L'application de l'incertitude maximale à l'ensemble des paramètres de sortie simultanément ne permet pas d'obtenir une incertitude d'identification réaliste. Les méthodes généralement utilisées pour la réalisation d'un échantillonnage sont : celle de Monte-Carlo [112] qui permet d'effectuer des tirages aléatoires dans un intervalle souhaité et celle d'échantillonnage par hypercube latin [113] qui sert, quant à elle, à générer un échantillon quasi-aléatoire en évitant aux échantillons de présenter des valeurs trop proches les unes des autres. Pour obtenir une cartographie fiable des incertitudes d'identification, il est nécessaire d'appliquer la démarche de la Figure 65 à un grand nombre d'échantillon, de l'ordre de plusieurs milliers, généré avec une des méthodes précédemment citées. A cause du temps de calcul associé à une identification, ce point impose des limites. Par exemple, pour les paramètres d'optimisation décrits dans le Tableau 15, le cycle d'optimisation a duré, entre 72 et 126 heures de calcul. Ainsi, effectuer un cycle d'optimisation pour plus d'un millier de cas conduit à un temps de calcul total trop conséquent. Dans ces conditions, il est nécessaire de recourir à une autre méthode pour étudier la propagation d'incertitudes. Pour pallier ce problème, la méthode décrite par Mull [114] est mise en place. Elle est illustrée dans la Figure 66.

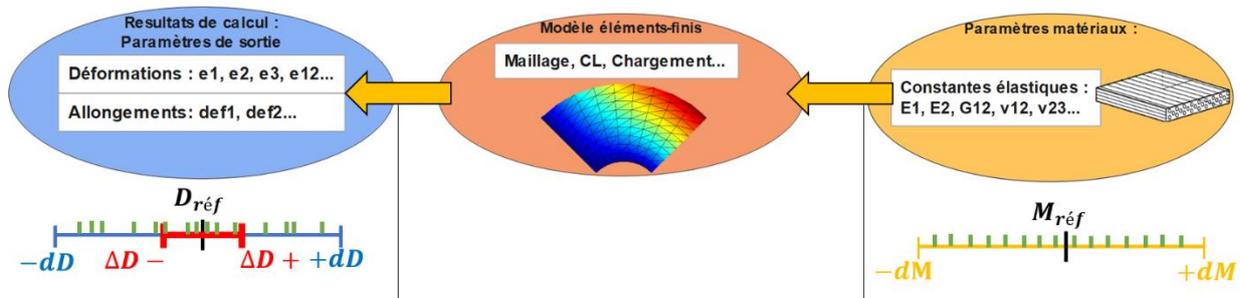


Figure 66 : Méthode appliquée pour l'étude de propagation d'incertitudes dans le cadre de ces travaux.

La démarche correspond à la définition d'un intervalle $\pm dM$ autour d'une valeur de référence $M_{réf}$. Un échantillonnage est effectué dans cet espacement, ici avec une loi uniforme et n échantillons. Un calcul EF est effectué pour chacun d'entre eux. Les calculs permettent d'obtenir les valeurs des paramètres de sortie dans un domaine de $\pm dD$ autour de celle de référence $D_{réf}$. L'intervalle en rouge sur la Figure 66 correspond à celui relatif aux incertitudes de mesure pour les paramètres de sortie. L'intérêt porte sur les valeurs des variables de sortie qui sont incluses dans l'intervalle lié aux incertitudes de mesure, si ces mêmes variables valident la condition suivante :

$$D_{réf} + \Delta D - \leq D_{réf} + dD \leq D_{réf} + \Delta D + \tag{40}$$

Il faut considérer que les valeurs des constantes élastiques M associées à celles des paramètres de sortie valident l'équation suivante :

$$M_{réf} + \Delta M - \leq M_{réf} + dM \leq M_{réf} + \Delta M + \quad (41)$$

$$\Delta M - \leq dM \leq \Delta M + \quad (42)$$

À partir de la formule précédente il est possible de déduire que l'augmentation du nombre d'échantillon n , les valeurs minimales et maximales de dM : dM_{min} et dM_{max} qui répondent à la condition de l'équation (41), correspondent respectivement aux valeurs d'incertitudes d'identification $\Delta M-$ et $\Delta M+$:

$$\Delta M - = dM_{min} \quad (43)$$

$$\Delta M + = dM_{max} \quad (44)$$

Pour pouvoir valider ce point, il est nécessaire de réaliser une étude de convergence. Cette dernière permet d'attester du fait que le nombre d'échantillons n est suffisant pour valider les conclusions précédentes.

b) Mise en œuvre

La mise en œuvre de la méthode décrite en Figure 66 correspond à la réalisation d'un grand nombre de calculs EF. Pour la réalisation de ces derniers, le module « Design Of Experiment » DOE de la suite Ansys est utilisé. Il permet de réaliser des plans d'expériences numériques et il a notamment été utilisé pour l'accomplissement de certaines des études de sensibilité réalisées précédemment. Comme précisé auparavant, la méthode choisie nécessite l'exécution d'un grand nombre de calculs pour couvrir de manière complète le domaine d'étude. Dans le cas présent, le plan d'expériences numérique réalisé présente les propriétés suivantes. Le nombre d'échantillons est de $n=7000$ et, les valeurs des constantes élastiques sont définies selon une loi uniforme. Le domaine dans lequel les incertitudes sont recherchées est présenté dans le Tableau 13. Les valeurs données sont de $\pm 15\%$ pour E_1 et E_2 et de $\pm 20\%$ pour les valeurs de G_{12} , ν_{12} et ν_{23} . Le choix de celles-ci résulte de calculs réalisés en amont pour estimer l'incertitude. La valeur moyenne des constantes élastiques présente des ordres de grandeurs représentatifs d'un composite UD intégrant des fibres de carbone continues. Les bornes du domaine doivent être définies comme supérieure aux valeurs d'incertitude à identifier. Dans le cas contraire l'incertitude identifiée tend vers les bornes du domaine. Les valeurs d'incertitudes à propager correspondent au total des incertitudes décrites dans le Tableau 12.

Tableau 13 : Domaine d'étude pour l'étude de propagation d'incertitudes

Constante élastique	E_1 [MPa]	E_2 [MPa]	G_{12} [MPa]	ν_{12}	ν_{23}
Variations	$\pm 15\%$	$\pm 15\%$	$\pm 15\%$	$\pm 20\%$	$\pm 20\%$
Borne inférieure	80750	3400	2550	0,304	0,312
Valeur moyenne	95000	4000	3000	0,38	0,39
Borne supérieure	109250	4600	3450	0,456	0,468

c) Résultats

Après l'exécution des n calculs EF, les résultats associés à ces derniers sont étudiés. Les valeurs de dM_{min} et dM_{max} , répondant à la condition de l'équation (41) correspondent à l'incertitude relative à la propagation d'incertitude à travers le modèle EF. Celle relative aux paramètres de sortie ΔM est la somme des diverses incertitudes associées aux hypothèses prises pour le modèle et aux moyens de mesure utilisés. Ces valeurs sont présentées en dernière ligne du Tableau 12. La Figure 67 présente un graphique décrivant les points suivants :

- Les différentes valeurs des constantes élastiques testées via une barre bleue verticale.
- La valeur centrale du domaine d'étude pour chaque constante élastique.
- Le domaine représenté en vert correspond à celui délimité par les valeurs d'incertitude propagée. Celles relatives sont cités pour chaque constante élastique.
- Les barres verticales rouges décrivent les calculs qui répondent aux conditions de l'équation (41).

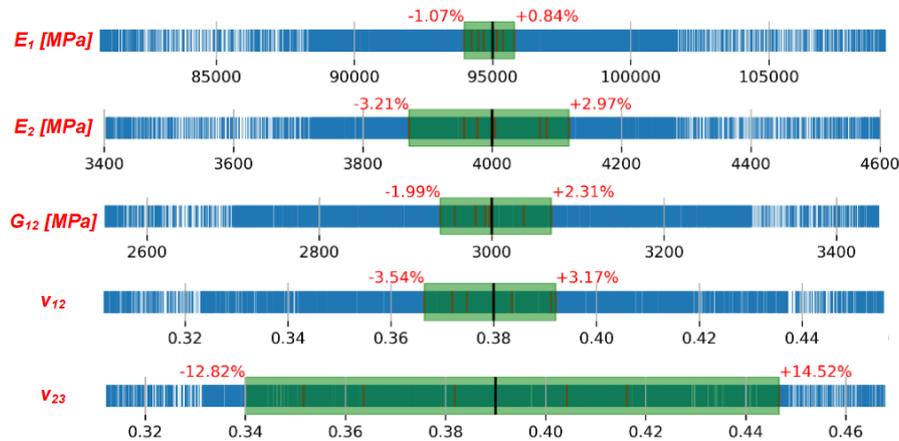


Figure 67 : Représentation des résultats de propagation d'incertitudes. Les incertitudes d'identification des cinq constantes élastiques sont décrites.

Les résultats de l'étude de propagation d'incertitudes décrits dans la Figure 67 permettent de faire les conclusions suivantes. Dans l'ensemble, les constantes élastiques identifiées présentent des incertitudes d'identification relativement faibles de l'ordre de $\pm 3\%$ et inférieures. Seul le Coefficient de Poisson ν_{23} présente des valeurs d'incertitudes de l'ordre de $\pm 14\%$. Ce dernier résultat est cohérent avec ceux obtenus lors l'étude de sensibilité effectuée précédemment. Les sensibilités obtenues pour ce coefficient étaient plus faibles que celles des autres constantes élastiques, il est envisageable dans ces conditions, que les incertitudes d'identification associées à ce paramètre soient plus importantes que pour les autres. Le module E_1 présente des incertitudes de l'ordre de $\pm 1\%$, G_{12} de $\pm 2\%$, E_2 et ν_{12} de $\pm 3\%$. Le Tableau 14 récapitule ces résultats avec les incertitudes absolues et relatives, ainsi que les valeurs de référence utilisées pour la détermination de ces dernières. Le module G_{23} est déduit des valeurs de E_2 et ν_{23} . Les incertitudes associées à ces paramètres sont calculées à partir des valeurs et des incertitudes relatives aux deux constantes citées précédemment.

Tableau 14 : Résultats de l'étude de propagation d'incertitude, les valeurs maximales des incertitudes sont conservées.

	E_1 [MPa]	E_2 [MPa]	G_{12} [MPa]	ν_{12}	ν_{23}	G_{23} [MPa]
Valeur de référence	95000	4000	3000	0,3800	0,3900	1500
Incertitude absolue	1016	128	69	0,0134	0,0560	106
Incertitude relative [%]	1,1	3,2	2,3	3,5	14,4	7,0

L'étude de propagation d'incertitudes permet de prendre en compte l'impact sur l'identification des constantes élastiques de divers incertitudes relatives au modèle EF et à la mesure des paramètres de sortie. Pour compléter ces résultats, il est également nécessaire de prendre en compte l'incertitude associée à la démarche d'identification mise en place. Pour cela, la démarche d'identification numérique-numérique va être décrite en détail.

iv. Identification numérique-numérique

a) Méthode

L'identification numérique-numérique est une démarche permettant de qualifier la méthode de caractérisation inverse, les paramètres d'optimisation (algorithme, critères de convergence...) ainsi que le jeu de paramètres de sortie utilisés pour l'identification. Le principe de cette méthode correspond à la mise en place d'une démarche d'identification inverse en remplaçant les résultats expérimentaux par d'autres obtenus directement à partir du modèle EF. Cette démarche est décrite en Figure 68 et elle comprend les cinq étapes suivantes :

1. Définition d'un jeu de paramètres matériaux de référence $M_{réf}$ (constantes élastiques).
2. Obtention de manière directe des paramètres de sortie de référence $D_{réf}$ avec un calcul EF.
3. Intégration des paramètres de sortie de référence comme valeurs à atteindre dans une Démarche d'identification inverse.
4. Lancement d'un cycle d'optimisation pour l'obtention des valeurs de paramètres de sortie et des constantes élastiques associées, dites identifiées : D_{ident} et M_{ident} .
5. Comparaison des valeurs identifiées avec celles de référence afin de qualifier la méthode d'identification et les paramètres associés.

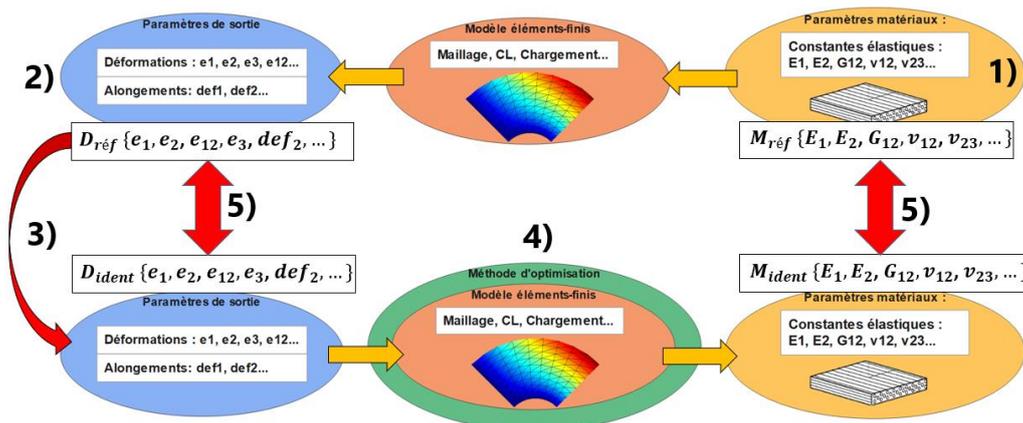


Figure 68 : Méthode d'identification numérique-numérique.

La mise en place de cette méthode dans le cadre du développement de celle de caractérisation mécanique permet de tester le fonctionnement de la méthode d'identification inverse, des algorithmes d'optimisation et des paramètres d'optimisation associés. De plus, il est possible de donner une incertitude relative aux constantes élastiques identifiées pour un algorithme, et pour des paramètres d'optimisation donnés. Cette incertitude est uniquement associée à la méthode d'optimisation. Elle permet de dire si les paramètres d'optimisation ont été bien définis, afin d'avoir une incertitude suffisamment faible, ainsi qu'une durée de cycle d'optimisation réduite.

b) Paramètres d'optimisation et algorithme

Comme décrit précédemment, et dans l'Annexe 2, la méthode d'identification inverse est développée avec la suite logicielle ANSYS. Ce choix implique l'utilisation des moyens d'optimisation disponibles dans cette dernière. Pour le cas pris en compte, à savoir l'identification de plusieurs paramètres (ici des constantes élastiques) à partir de divers paramètres de sortie, deux types d'algorithmes d'optimisation sont à disposition, ils sont basés tous les deux sur un algorithme de type génétique [115] :

- Multi-Objective Genetic Algorithm (MOGA). Cette première méthode utilise un algorithme génétique permettant l'optimisation de plusieurs variables à partir de plusieurs paramètres de sortie.
- Adaptive Multiple-Objective Optimization (AMOO). Cette seconde méthode est basée sur la première, et lui associe l'utilisation de surfaces de réponse obtenues par Krigeage [116]. Cette dernière permet de limiter le nombre de calculs à réaliser en créant des surfaces de réponse afin de simuler des résultats de calculs.

Les particularités de ces deux types d'algorithmes sont décrites plus en détail dans le manuel d'utilisateur du module « Direct Optimisation » [117]. Chaque itération nécessite la réalisation d'un nombre de calculs donné, qui correspond à une population. Les paramètres d'optimisation suivants sont définis :

- Le domaine d'optimisation. Il s'agit des intervalles délimitant les constantes élastiques à identifier. Ces dernières doivent inclure la solution. Dans ce cas, il est nécessaire dans un premier temps, de définir un domaine assez étendu. Le recours à des méthodes d'homogénéisation (voir page 60) peut permettre d'estimer la solution et de définir les bornes à partir de cette dernière. Il peut être intéressant de réduire ce domaine dans un second temps afin d'affiner le résultat, tout en limitant le temps de calcul.
- Le nombre d'échantillons initial et par itération. Cela définit respectivement le nombre de calculs effectués lors de la première itération et pour chaque autre. L'algorithme s'actualise à chacune d'entre elles et il prend en compte les résultats de l'ensemble de la population.
- Le nombre maximal d'itérations. Ce paramètre permet de stopper le cycle d'optimisation, passé un certain nombre d'itérations. Il s'agit d'un critère d'arrêt.
- Le critère de convergence S ou le pourcentage de stabilité. Il décrit dans les équations (45) et (48). Lorsque ce critère est atteint, le cycle d'optimisation est considéré comme ayant convergé vers une solution, si les deux équations sont vraies. Il est basé sur l'évolution de la valeur moyenne des échantillons et de l'écart-type de chaque itération.

$$\frac{S}{100} > \frac{|Moy_i - Moy_{i-1}|}{Max - Min} \quad (45)$$

$$\frac{S}{100} > \frac{|EcT_i - EcT_{i-1}|}{Max - Min} \quad (46)$$

Avec :

S le pourcentage de stabilité.

Moy_i la valeur moyenne de la $i^{ème}$ population.

EcT_i l'écart-type de la $i^{ème}$ population.

Max la valeur maximale de la population initiale.

Min la valeur minimale de la population initiale.

La Figure 69 illustre un cycle d'optimisation. Ce dernier montre l'évolution des valeurs d'un paramètre et du critère de convergence au fur et à mesure du cycle d'optimisation et des différentes itérations. En a) l'évolution d'un paramètre de sortie au fur et à mesure des itérations est décrit, la valeur cible à atteindre indiquée avec une ligne discontinue horizontale. En b), l'évolution du critère de convergence S est représentée, l'échantillon initial et la première itération sont exclues. Les

variations de S dépendent de l'ensemble des paramètres de sortie pris en compte pour l'optimisation et pas uniquement de celui décrit en a). Les paramètres d'optimisation associés au cycle décrit sont les suivants : nombre d'échantillons initial 100 et par itération 41, $S=0,5$.

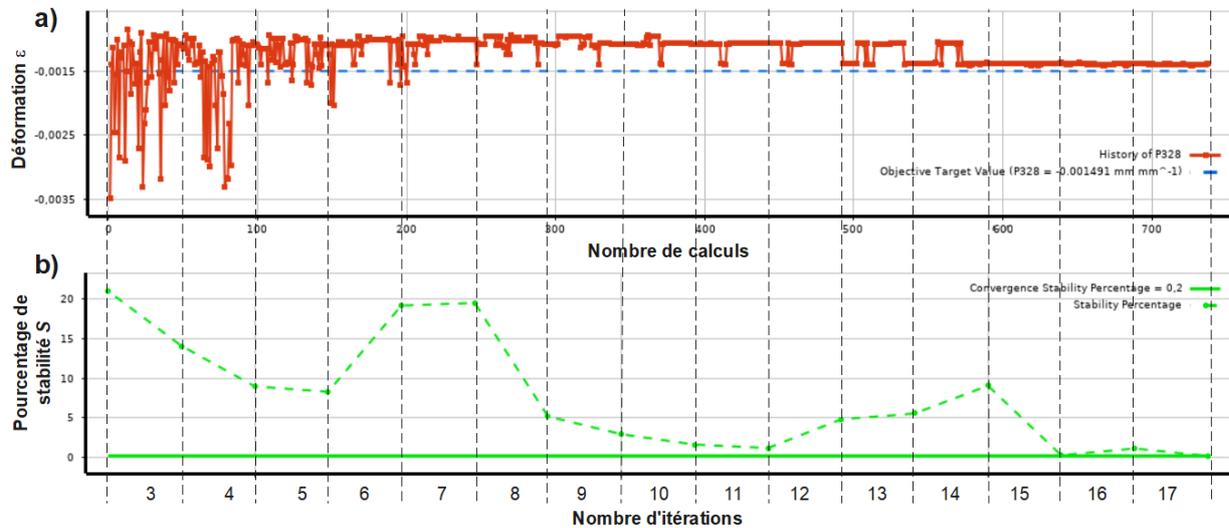


Figure 69 : Cycle d'optimisation, a) Évolution des valeurs d'une déformation utilisé comme paramètre de sortie pour l'identification inverse et b) Évolution du pourcentage de stabilité S au fur à mesure des itérations.

c) Application de la méthode et résultats

La méthode d'identification numérique-numérique est appliquée pour trois jeux de constantes élastiques de référence et un jeu de paramètre d'optimisation donné. Des tests réalisés en amont orientent le choix vers un algorithme de type MOGA. Ce dernier implique des durées d'optimisation en théorie plus importantes que pour le AMOO ; mais il est plus adapté au cas traité. L'algorithme de type MOGA est utilisé pour la suite des travaux. Le Tableau 15 décrit les paramètres d'optimisation testés dans le cadre de cette étude. Ces derniers sont assez proches des paramètres recommandés dans le logiciel. Concernant le domaine de recherche, les limites sont définies de sorte que leur ordre de grandeur soit similaire à celui d'un composite UD intégrant des fibres de carbone.

Tableau 15 : Paramètres d'optimisation utilisés pour l'identification numérique-numérique. a) Domaine de recherche des constantes élastiques et b) Nombre d'échantillons, critère d'arrêt et de convergence.

a)	Limite inférieure	Limite supérieure	b)	Valeur
E_1 [MPa]	90000	150000	Nombre d'échantillons initiaux	100
E_2 [MPa]	3000	6000	Nombre d'échantillons par itération	41
G_{12} [MPa]	3000	6000	Nombre maximum d'itérations	30
ν_{12}	0,2	0,4	Pourcentage de stabilité S	1
ν_{23}	0,2	0,4		

En tout, trois cycles d'identification numérique-numérique sont réalisés pour les paramètres décrits dans le Tableau 15. Un des trois cas testés sert d'exemple ici. Les valeurs de références et les résultats d'identification sont présentés dans le Tableau 16 pour les paramètres de sortie et dans le Tableau 17 pour les constantes élastiques. Les colonnes « Cible » décrivent les valeurs cibles obtenues dans les étapes 1) et 2), et illustrées dans la Figure 68. Les résultats de l'identification sont également

décrits dans ces mêmes tableaux, précisément dans les colonnes « Identification ». Les écarts relatifs et absolus entre les valeurs identifiées et les valeurs de référence sont également mis en avant.

Tableau 16 : Cas testé 1, valeurs de référence et identifiées des paramètres de sortie.

	Cible	Identification	Écart	Écart [%]
Dep	3,112	3,065	0,047	1,51
ϵ_{1_int1}	3320	3271	49	1,48
ϵ_{3_int1}	989	974	15	1,52
ϵ_{1_ext1}	3313	3264	49	1,48
ϵ_{3_ext1}	987	971	16	1,62
ϵ_{3_int6}	1547	1543	4	0,26
ϵ_{3_ext6}	926	902	24	2,59
ϵ_{12_sup2}	2413	2361	52	2,15
ϵ_{12_sup3}	2410	2357	53	2,20
ϵ_{2_sup5}	3403	3328	75	2,20
ϵ_{2_sup6}	3813	3714	99	2,60

Tableau 17 : Valeurs de références et identifiées des constantes élastiques (valeurs de G_{23} calculées à partir de E_2 et ν_{23}).

	Cible	Identification	Écart	Écart [%]
E_1 [MPa]	96565	97998	1433	1,48
E_2 [MPa]	5226	5345	119	2,28
G_{12} [MPa]	5084	5200	116	2,28
ν_{12}	0,2972	0,2968	-0,0004	-0,13
ν_{23}	0,2165	0,2263	0,0098	4,53
G_{23} [MPa]	2148	2179	31	1,44

Le cycle d'identification présenté converge après 11 itérations, soit un total de 65h de simulation. Le critère de convergence à atteint la valeur $S=0,751$. Les résultats exposés dans le Tableau 16 sont satisfaisants. Les paramètres de sortie identifiés montrent des écarts avec les valeurs de référence, inférieurs à 3%. Les estimations moyennes des écarts sont de l'ordre de 2,5% pour les trois cas testés. Concernant les constantes élastiques, les valeurs identifiées présentent des écarts avec celles de référence de l'ordre de 2%, sauf pour ν_{23} qui en présente un de 4,3%.

d) Conclusion

Dans l'ensemble, les résultats exposés ici sont satisfaisants. Ils permettent de valider le jeu de paramètres de sortie et celle de la méthode d'identification mise en œuvre. Pour les identifications réalisées par la suite, il est envisageable de définir une valeur plus faible du critère de convergence S de sorte à affiner les résultats. Cette modification doit être raisonnable afin de rester sur des temps d'optimisation réalistes. Les écarts déterminés ici donnent une indication à propos de l'incertitude relative à la méthode d'identification et aux paramètres d'optimisation. Cette dernière est à prendre en compte dans le bilan des incertitudes, associé à la méthode de caractérisation développée dans ces travaux.

v. Bilan

Cette partie a pour objectif principal la qualification de la méthode et du modèle EF associé. Les trois points suivants y ont été détaillées :

- La qualification du modèle élément-finis et des hypothèses associées, ainsi que la détermination des incertitudes associées à ce dernier. Cela correspond à la mise en place d'études de sensibilité numériques afin de qualifier l'impact des hypothèses faites et de déterminer l'incertitude relative.
- La mise en œuvre d'une étude de propagation d'incertitudes permettant de qualifier la propagation de celles identifiées précédemment à travers la méthode d'identification inverse, de sorte à obtenir celle relative à l'identification des constantes élastiques.
- La qualification et la mise en application de la méthode d'identification inverse de recalage par éléments-finis à travers l'identification numérique-numérique. Cette étape de validation permet de déterminer l'incertitude associée à la méthode d'identification ainsi que les paramètres d'optimisation associés.

En sommant les incertitudes obtenues lors de l'identification numérique-numérique et celles recueillies via l'étude de propagation d'incertitudes, il est possible d'obtenir une estimation fiable de l'incertitude associée aux valeurs des constantes élastiques identifiées avec la méthode inverse de recalage par éléments-finis. Le Tableau 18 présente les incertitudes absolues et relatives associées à l'ensemble des points pris en compte : la méthode d'identification, le modèle EF et ses hypothèses ainsi que les moyens de mesure utilisés.

Tableau 18 : Bilan des incertitudes associées à la méthode d'identification inverse (identification numérique-numérique) et à la propagation des incertitudes à travers celle d'identification.

		E₁ [MPa]	E₂ [MPa]	G₁₂ [MPa]	v₁₂	v₂₃	G₂₃ [MPa]
	Valeur de référence	95000	4000	3000	0,38	0,39	2000
Identification numérique-numérique	Incertitude absolue	±1433	±119	±116	±0,0004	±0,0098	±31
	Incertitude relative [%]	±1,48	±2,28	±2,28	±0,13	±4,53	±1,44
Propagation d'incertitude	Incertitude absolue	±1016	±128	±69	±0,0134	±0,0560	±106
	Incertitude relative [%]	±1,1	±3,2	±2,3	±3,5	±14,4	±5,3
Total	Incertitude absolue	±2449	±247	±185	±0,0138	±0,0658	±137
	Incertitude relative [%]	±2,6	±6,2	±6,2	±3,6	±16,9	±6,8

Pour conclure par rapport à la qualification du modèle et de la méthode d'identification inverse, les incertitudes déterminées présentent des valeurs satisfaisantes pour l'ensemble des paramètres et en particulier pour les modules élastiques. La plupart des paramètres identifiés présentent des valeurs d'incertitude de l'ordre de 5%. Un paramètre sort du lot, il s'agit du coefficient v_{23} qui présente une incertitude d'environ 16% de la valeur identifiée. Cela correspond à une incertitude de $\pm 0,0658$ pour une valeur de référence de 0,3900, ce qui n'est pas négligeable. Malgré cela, ce paramètre est conservé dans la démarche d'identification. Pour la suite des travaux, l'ensemble des incertitudes est à prendre en compte dans l'analyse des résultats de caractérisation. Il est important de spécifier que ces incertitudes dépendent de l'épaisseur de l'éprouvette qualifiée et de l'effort appliqué sur cette dernière. Maintenant que le modèle EF et la méthode d'identification utilisée ont été qualifiés, la suite des travaux porte sur la préparation et la mise en place des essais mécaniques. Cette étape consiste en la mesure expérimentale des paramètres de sortie servant à l'identification.

G. Préparation et mise en œuvre des essais mécaniques

i. Préparation des essais

La mise en place des essais mécaniques correspond à la mesure expérimentale des paramètres de sortie. Cette partie décrit les étapes effectuées en amont de la réalisation des essais de flexion quatre points. La préparation de ces derniers est la suivante :

- La conception et la réalisation du montage de flexion.
- La réalisation de plans d'implantation des jauges de déformations et la pose de ces dernières sur les échantillons.

La Figure 70 présente un aperçu des plans utilisés pour l'implantation des jauges de déformations sur les éprouvettes. L'emplacement de celles-ci correspond aux zones d'intérêts définies dans le modèle EF, et présentées dans la Figure 64. Pour les travaux relatifs à la thèse, l'instrumentation des éprouvettes est sous traitée. La société DOERLER Mesure réalise la pose des jauges de déformations selon les recommandations du GAMAC (Groupement pour l'Avancement des Méthodes d'Analyse des Contraintes).

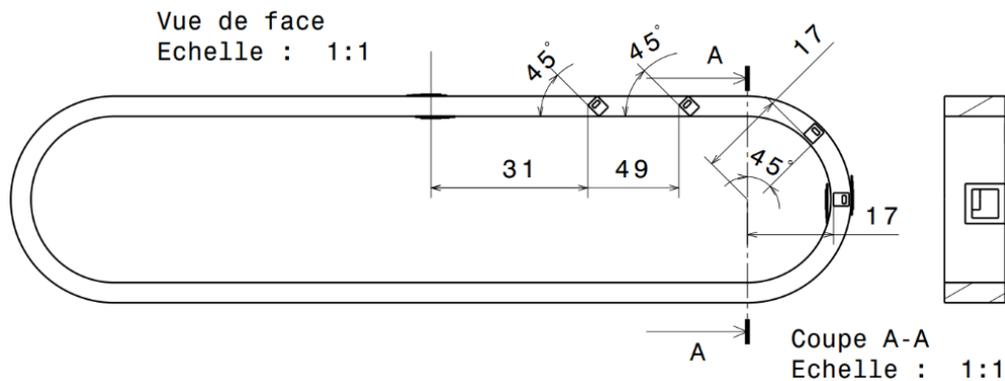


Figure 70 : Plans d'implantation des jauges de déformation sur l'éprouvette.

Les mesures de déformations sont effectuées avec des jauges. Toutefois, lors des premiers essais de caractérisation réalisés, des mesures de champs de déformation par corrélation d'images sont réalisés sur une partie non instrumentée de l'éprouvette. Ces mesures visent à comparer les résultats des jauges avec ceux obtenus par corrélation d'images. De plus, l'observation des champs de déformation permet de qualifier la représentabilité du modèle EF pour reproduire l'essai mécanique. L'association d'une mesure avec jauges de déformation et corrélation d'images a été effectuée uniquement pour les premiers essais, et ce dans une logique de vérification des résultats. La Figure 71 présente un aperçu d'une bielle instrumentée mise en position dans le montage de flexion 4 points utilisé. L'espacement entre les pignes de flexion est de 33mm. La partie gauche de l'éprouvette est recouverte d'un mouchetis qui rend possible, associé avec une caméra CCD et un logiciel de corrélation d'images, l'acquisition des champs de déplacements et de déformations relatifs à la surface couverte. La partie droite de l'éprouvette accueille les jauges de déformation. La pièce blanche en arrière-plan est une pièce imprimée en 3D avec du PLA. Elle sert à garantir la bonne position de l'éprouvette dans le montage. La Figure 72 montre un aperçu du dispositif d'essai, avec notamment le montage pour la prise d'images pour la corrélation d'images.

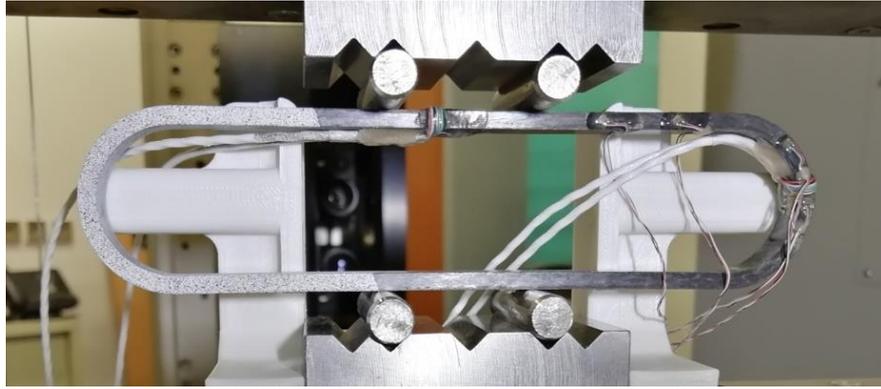


Figure 71 : Aperçu du montage de flexion 4 points intégrant une éprouvette instrumentée (Mouchetis à gauche, jauges de déformation à droite).



Figure 72 : Vue globale de l'essai de flexion 4 points. Sur la gauche : le montage de flexion 4 points. Un échantillon est positionné sur le montage. Sur la droite : la caméra utilisée pour les mesures de champs.

Le matériel utilisé pour les essais est le suivant :

- Machine de traction compression ZwickRoell (100kN modèle Proline).
- Quatre Jauges bidirectionnelles (MicroMeasurement CEA-XX-062UT-350).
- Quatre jauges unidirectionnelles (MicroMeasurement C5K-XX-S5145-350).
- Centrale d'acquisition douze voies SIRIUS® de chez DEWESoft et logiciel DEWESoft X3 associé pour l'acquisition de l'effort et des déformations des jauges.
- Montage de flexion quatre points.

Le matériel additionnel pour la mesure de déformations par corrélation d'images est le suivant :

- Bombes de peinture blanche et noire pour la réalisation du mouchetis.
- Caméra LIMESS Q400 avec un objectif macro pour l'acquisition des images.
- Logiciel GOM Correlate pour l'exploitation des images et la mesure des déformations.

ii. Essais préliminaires

a) Détermination de l'effort de flexion

Avant la réalisation des essais de caractérisation, des tests préliminaires sont réalisés. L'objectif de ces derniers est de déterminer la plage d'effort acceptable pour ceux de caractérisation. Cette étape vise à éviter un endommagement de l'éprouvette lors de sa sollicitation. Comme dit précédemment, afin que les résultats soient exploitables, il est impératif de ne pas sortir du domaine élastique du matériau. Cette démarche de détermination de la plage d'effort acceptable doit être réalisée par précaution avant la caractérisation d'un matériau dont les propriétés sont inconnues. L'essai préliminaire réalisé est similaire à celui présenté en Figure 71, à la différence que ce dernier intègre une éprouvette non instrumentée (pas de jauges, ni de mouchetis). Le protocole de test consiste à appliquer des cycles de charge et de décharge successifs avec un effort croissant à chaque cycle jusqu'à l'endommagement ou la rupture complète de l'éprouvette. Afin d'illustrer ces propos, l'essai réalisé sur l'éprouvette n°157 (PA12/CF Kepler) en vue des premiers essais de caractérisation est étudié. Le protocole d'essais consiste à l'application de 18 cycles de charge et de décharge successifs, augmentant de 50N à chaque itération, jusqu'à atteindre 1000N. L'objectif des cycles de charge, décharge est de faciliter l'observation d'un éventuel endommagement à partir de la constatation de la pente des courbes d'essais. La Figure 73 présente les résultats d'essais pour l'éprouvette en PA12/CF testée. Un premier endommagement est observé pour un effort de 540N à travers le décrochement visible sur la partie droite de la Figure 73. Il est à noter que, malgré cet endommagement, la pente reste relativement similaire pour les cycles de chargement suivants, et ce jusqu'à atteindre un effort de 630N, où un second décrochement est visible. Il est difficile de statuer avec certitude le type d'endommagement subi par l'éprouvette. Mais, à la vue de la sollicitation appliquée à la pièce et de ses propriétés mécaniques, il est probable qu'il s'agisse d'un endommagement en cisaillement. Il est intéressant de constater que, malgré l'endommagement, l'échantillon présente une certaine résistance jusqu'à la rupture complète de la pièce aux alentours de 900N. L'Annexe 7 page 261 présente un aperçu de l'éprouvette après rupture.

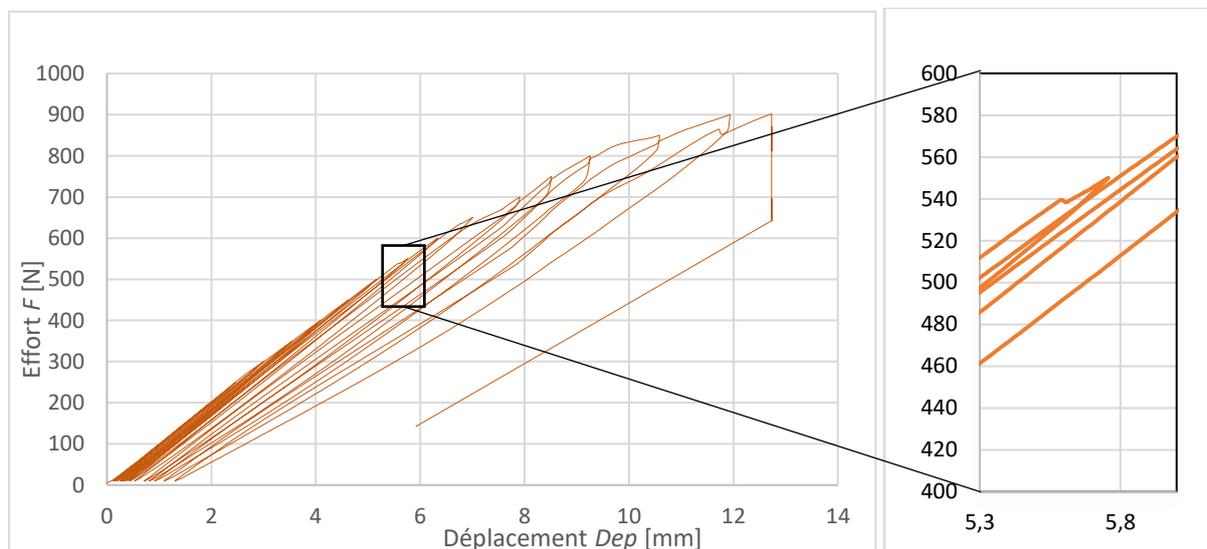


Figure 73 : Courbe décrivant l'effort en fonction du déplacement du mors de flexion pour l'essai sur bielle (n°157) non instrumentée. La zone des premiers endommagements est mise en évidence.

À partir des résultats des essais préliminaires, la valeur d'effort à appliquer pour les essais de caractérisation est identifiée. Dans le cas présent, une sécurité est prise et l'effort est défini à 300N pour ce type d'éprouvette et ce type de matériaux (PA12/CF Kepler). Le choix d'une valeur d'effort environ 40% inférieure à celle d'endommagement identifiée est lié au fait que des échantillons réalisés selon différents protocoles de fabrication ont été testés. Le processus ayant potentiellement un impact sur les propriétés mécanique, cette sécurité est nécessaire. Par la suite, il est nécessaire de définir une valeur d'effort plus proche de la limite d'endommagement, de sorte à maximiser celles d'allongement et de déformation mesurées. Dans le cadre de ces travaux, deux types de matériaux composites sont principalement caractérisés, du PA12/CF continus comme celui testé dans ces essais et du PEKK/CF continus. Ceux-ci présentent des propriétés assez proches, comme le montre l'estimation des caractéristiques élastique obtenues par homogénéisation, et décrite dans l'Annexe 8. Les résultats de ces essais préliminaires sont considérés comme applicables pour ces deux matières.

b) Comparaison des champs des déplacements numériques-expérimentaux

Comme précisé dans la partie précédente, la partie non instrumentée de l'éprouvette a servi pour des mesures de déplacement et déformation par corrélation d'images. L'objectif de cette démarche est d'acquérir des éléments de validation du modèle EF utilisé pour la caractérisation. La résolution d'image utilisée ne permet pas d'exploiter les champs de déformations, seuls les champs de déplacements sont exploitables. La Figure 74 expose le comparatif du champ de déplacements expérimentaux et numériques selon la direction \vec{X} , avec le modèle EF. La Figure 75 présente le même comparatif, mais pour la direction \vec{Y} . L'exploitation des champs de déplacements expérimentaux est effectuée avec le logiciel GOM Correlate. Force est de constater que les valeurs de déplacements ne correspondent pas ; puisque la simulation est effectuée avec des constantes élastiques de référence obtenues en utilisant les lois des mélanges.

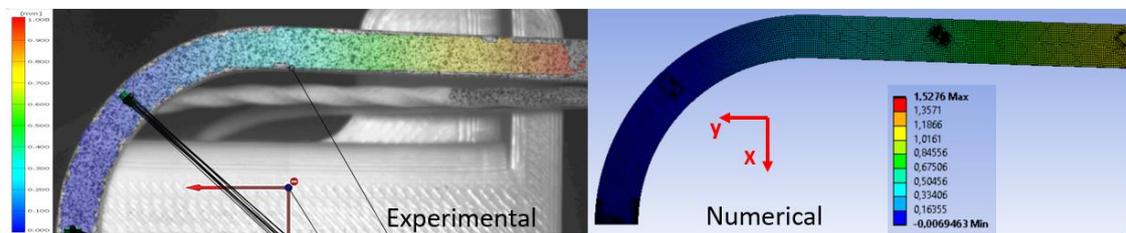


Figure 74 : Comparaison des champs de déplacement expérimentaux et numériques selon la direction \vec{X} .

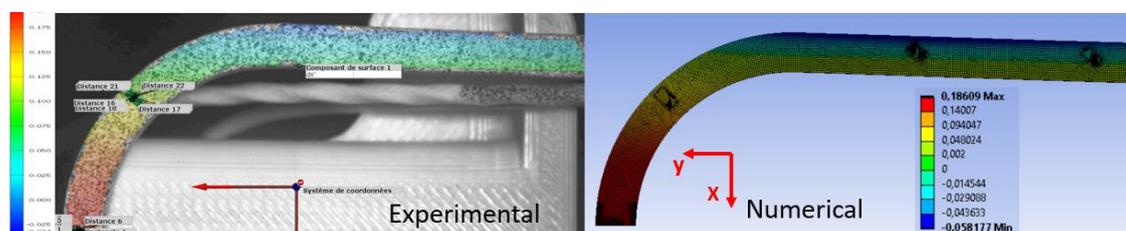


Figure 75 : Comparaison des champs de déplacement expérimentaux et numériques selon la direction \vec{Y} .

Les Figure 74 et Figure 75 permettent de constater une bonne corrélation entre les champs de déplacement expérimentaux et numériques. Ces derniers présentent les mêmes tendances. Les résultats recueillis permettent de conclure que la représentabilité du modèle EF est bonne. Ce dernier donne des solutions satisfaisantes et les hypothèses posées dans la définition du modèle sont considérées comme validées.

Pour conclure, les deux types d'essais préliminaires réalisés ont permis respectivement :

- La détermination de l'effort à appliquer lors de l'essai de caractérisation afin de rester dans le domaine élastique.
- La vérification de la bonne représentabilité du modèle EF, en le comparant avec des résultats expérimentaux.

Maintenant que les différents essais préliminaires réalisés dans le cadre du développement de la méthode de caractérisation sont présentés, ceux de caractérisation et l'exploitation des résultats dans l'identification numérique-expérimentale vont être exposés.

iii. Essais de caractérisation et résultats

a) Introduction

La dernière étape de la mise en place de la méthode d'identification inverse de recalage par éléments-finis est la réalisation des essais mécaniques et l'intégration des résultats dans la phase d'identification numérique-expérimentale. Grâce aux diverses étapes de qualification de la méthode d'identification et à l'étude de propagation d'incertitudes, les solutions obtenues pour les constantes élastiques à l'issue du cycle d'optimisation vont pouvoir être données avec une valeur incertitude prenant en compte l'ensemble de la méthode d'identification. Pour illustrer cette partie, un exemple d'essais de caractérisation ayant été réalisé dans le cadre de ces travaux va être mis en avant. D'autres applications de la méthode de caractérisation sont montrées par la suite, plus particulièrement dans le chapitre 4. L'éprouvette qui est caractérisée et qui sert d'exemple ici, est un composite formé d'une matrice PEKK et de fibres de carbone continues et courtes. Cette dernière est imprimée avec l'imprimante RedSeries® par déposés successives de couches incluant des fibres continues et d'autres courtes. Les deux types de filaments sont présentés respectivement en Figure 33 et en Figure 34. La mise en forme est réalisée avec la seconde version de l'outillage pour bielle alpha (Figure 40). Les paramètres procédés utilisés pour réaliser cette éprouvette sont décrits dans l'Annexe 8. a) en page 262.

b) Résultats expérimentaux

Les essais de caractérisation sont réalisés selon le protocole décrit précédemment en partie G. i. L'effort à appliquer, déterminé dans le cadre des essais préliminaires est appliqué ici et, il est défini à $F=300N$. L'essai mécanique correspond à l'application d'un effort progressif, allant d'une précharge de 10N afin de maintenir en position l'éprouvette jusqu'à la valeur de F, d'un maintien en effort puis d'une descente jusqu'à l'effort de précharge. Ce cycle de chargement est appliqué sur l'échantillon trois fois de suite. L'objectif de cette répétition est la vérification de la bonne répétabilité des résultats afin de valider le comportement purement élastique de l'éprouvette. Des écarts conséquents entre plusieurs cycles peuvent indiquer un éventuel endommagement de l'éprouvette. La Figure 76 présente un graphique montrant l'évolution du déplacement de la traverse en fonction de l'effort pour l'échantillon testé. Les trois cycles sont représentés sur le graphique.

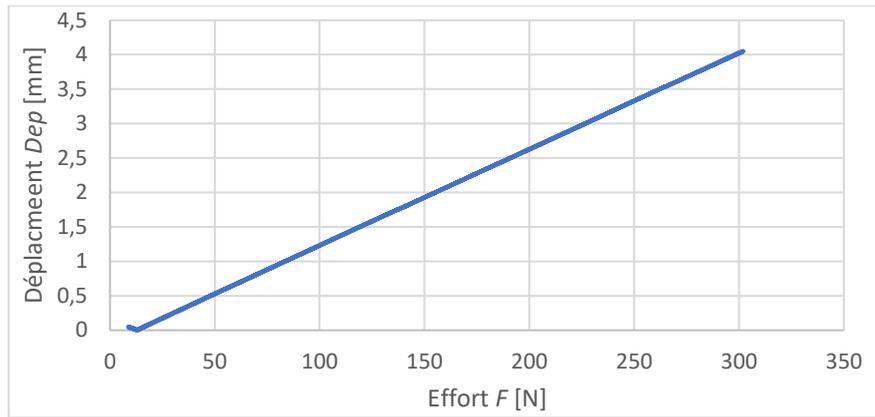


Figure 76 : Déplacement Dep [mm] en fonction de l'effort [N] durant l'essai de caractérisation (trois cycles superposés).

La Figure 76 met en évidence de la bonne répétabilité des trois cycles de sollicitation appliqués. Cela témoigne d'une réponse purement élastique de l'éprouvette. De plus, les réponses sont linéaires. Il s'agit d'un second point attestant de cet aspect. Un aperçu des déformations mesurées est décrit en Figure 77. L'ensemble des 11 paramètres mesurés n'est pas représenté, comme décrit précédemment dans l'étude de sensibilité aux variations des constantes élastiques car certains sont redondants. Les déformations représentées dans le graphique sont suffisantes pour décrire un aperçu représentatif des résultats expérimentaux. La synchronisation des données obtenues avec la station d'acquisition et les capteurs de la machine d'essai s'effectue grâce à la mesure d'effort qui est réalisée en doublon avec ces deux systèmes. Le graphique met également en évidence les valeurs de déformation relatives à un effort $F=300N$ pour chacun des paramètres décrits ici. Comme pour les résultats de la Figure 76, ces derniers permettent d'attester de la réponse linéaire de l'éprouvette.

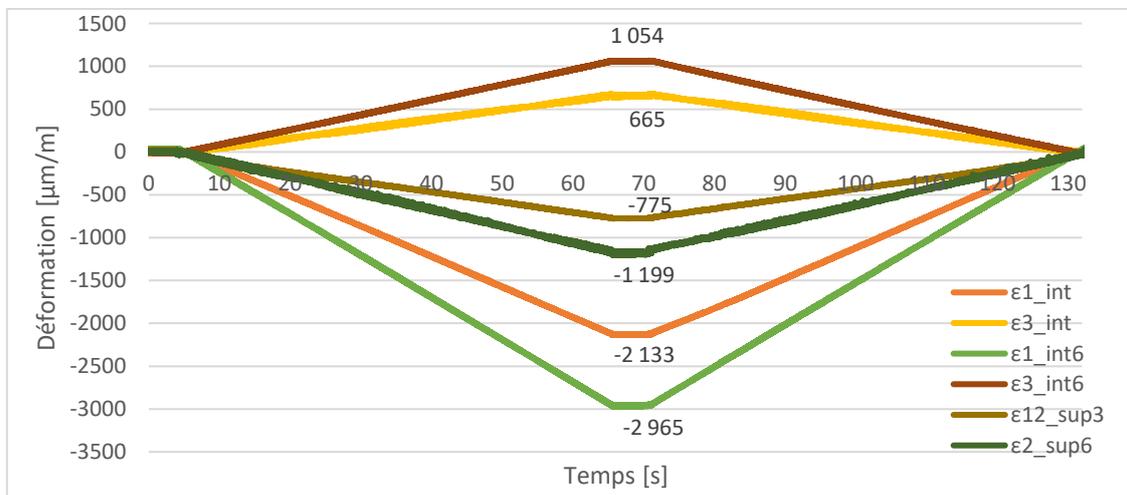


Figure 77 : Mesure de diverses déformations avec des jauges de déformation. La valeur maximale correspondant à un effort $F=300N$ est indiquée.

c) Identification numérique-expérimentale

Les résultats décrits dans la Figure 77 sont définis comme cible dans la démarche d'optimisation. Les paramètres d'optimisation sont les mêmes que ceux décrits précédemment dans le cadre de l'identification numérique-numérique. Ils sont présentés dans le Tableau 15. Pour le cas détaillé ici, le cycle d'optimisation a duré environ 100 heures et, il a convergé en 20 itérations avec une valeur de $S=0,4$. Les résultats d'optimisation sont exposés dans le Tableau 19. En comparaison, des

valeurs obtenues par homogénéisation, et plus particulièrement avec les diverses lois des mélanges, sont évoquées. L'écart entre la valeur identifiée et homogénéisée est cité. Ces estimations sont déterminées à partir des données théoriques de l'Annexe 8. a. page 262 ; et elles correspondent à un matériau équivalent composé de PEKK et de fibres de carbone. Les lois des mélanges utilisées sont décrites dans le chapitre 2. E. III. a. page 61. Les incertitudes absolues et relatives associées aux constantes élastiques sont également rappelées et, ces dernières sont évaluées précédemment, plus précisément dans la partie F. de ce chapitre.

Tableau 19 : Résultat d'identification inverse du PEKK/CF fibres continues et courtes et incertitudes. Les valeurs homogénéisées et l'écart entre ces deux données sont également présentés.

	E₁ [MPa]	E₂ [MPa]	G₁₂ [MPa]	v₁₂	v₂₃	G₂₃ [MPa]
Identification inverse	101495	7179	4583	0,3479	0,4058	2553
Incertitude	±2449	±247	±185	±0,0137	±0,0658	±137
Incertitude relative [%]	±2,4	±0,3	±4,04	±3,94	±16,2	±5,4
Loi des mélanges	107455	6806	4852	0,3583	0,4200	2431
Ecart relatif [%]	-5,55	5,49	-5,54	-2,88	-3,37	5,05

Les solutions exposées dans le Tableau 19 mettent en évidence le faible écart entre les valeurs résultant de la caractérisation de l'échantillon en PEKK/CF, et les valeurs obtenues par homogénéisation. Les écarts relatifs sont de l'ordre de 5%, ce qui est plutôt faible, sachant que les valeurs homogénéisées sont acquises grâce aux données théoriques des composants. Ces résultats permettent de conclure à propos du bon fonctionnement de la méthode de caractérisation et de la bonne représentabilité des résultats. Ceux-ci sont cohérents avec les données issues de la loi des mélanges. De plus, l'incertitude associée aux valeurs caractérisées est satisfaisante pour la plupart des constantes identifiées. Toutes les constantes élastiques identifiées présentent des incertitudes inférieures à 5% sauf pour le coefficient de Poisson v_{23} qui a une valeur de l'ordre de 16%. Comme dit précédemment, le coefficient est conservé dans la démarche d'identification malgré l'incertitude conséquente. Comme pour les méthodes de caractérisation classique basées sur les essais normalisés, la caractérisation d'éprouvettes de même type permet l'obtention de résultats plus fiables. Cette démarche de caractérisation mécanique est utilisée par la suite, en particulier dans le chapitre 4, dans le cadre d'une étude de répétabilité. Avant de conclure sur la mise en place de la méthode d'identification inverse de recalage par éléments-finis développée, une variante de cette dernière va être décrite en détail. L'objectif est de donner une alternative basée sur la même méthode pour la caractérisation des échantillons à un coût réduit.

H. Essais de flexion 4 points : Champs de déformations

i. Introduction et objectifs

La méthode d'identification inverse mise en place dans le cadre de ces travaux est déclinée dans une seconde version. Cette dernière vise à caractériser les cinq constantes élastiques indépendantes associées à un matériau isotrope transverse. Pour répondre à ce besoin, il est préférable d'utiliser des jauges de déformation pour leur mesure à différents emplacements des éprouvettes. Le montage exposé implique l'implantation de huit jauges de déformations pour la mesure de douze déformations. La seconde limite liée à l'utilisation de jauges est l'incertitude associée au positionnement du capteur sur l'échantillon. En effet, d'autant plus pour des jauges de très faibles dimensions comme celles utilisées ici, l'implantation doit être réalisée par un professionnel formé. Pour pallier ces problématiques et pour rendre la méthode plus facilement applicable à un grand nombre d'échantillons, une variante de cette méthode est développée. Elle consiste à remplacer les jauges de déformations par une mesure de champs de déformation utilisant la corrélation d'images. Ce type de mesure des déformations est brièvement décrit précédemment, au moment de la description des essais préliminaires. Ces derniers ont mis en évidence les difficultés d'exploitation des images pour la mesure des déformations. Dans un premier temps, le modèle EF mis en place, ainsi que l'étude de sensibilité aux variations des constantes élastiques associées vont être présentés. Dans un second temps, le protocole expérimental, et notamment, la démarche prévue pour l'amélioration de la mesure par corrélation d'images est décrite. Enfin, une dernière partie porte sur la description des résultats associés aux essais de caractérisation.

ii. Modèle EF et sensibilité

Le modèle EF utilisé pour la caractérisation mécanique des bielles en utilisant la corrélation d'images est très similaire à celui décrit précédemment en ce qui concerne le cas utilisant des jauges de déformation. La principale modification réside dans l'emplacement et la dimension des zones d'intérêt relatives aux différents paramètres de sortie. La Figure 78 décrit le modèle EF mis en place dans le cadre de l'exploitation des résultats de corrélation d'images. Grâce au moyen de mesure utilisé, les contraintes relatives à l'emplacement et au nombre de zones d'intérêt sont différentes du cas utilisant des jauges de déformation. Ici, il n'y a pas de limitations en termes de nombre ou de taille de zone, mais davantage sur leur position du fait du cadre de la caméra. De plus, le recours à la corrélation d'images avec une seule caméra permet de mesurer des déformations uniquement dans un plan. Autre modification : l'augmentation de la taille des zones, et donc de la surface sur laquelle les déformations sont moyennées.

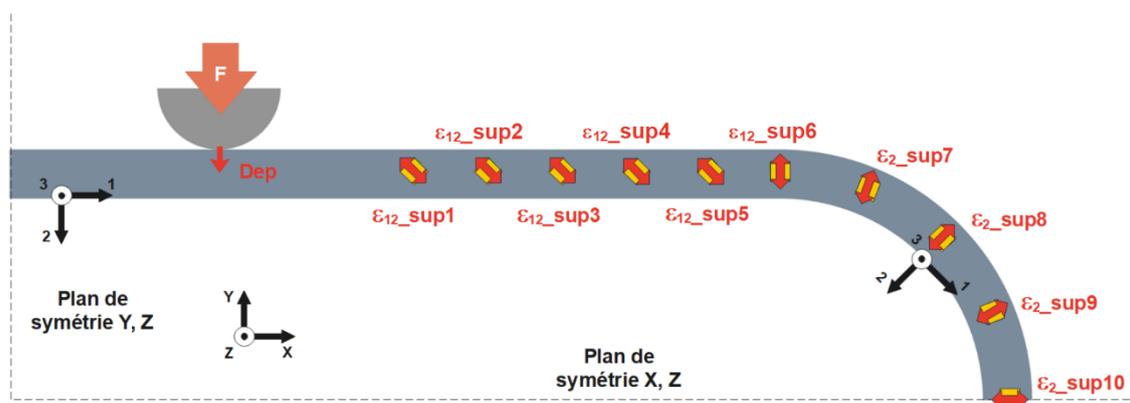


Figure 78 : Modèle EF du cas de flexion 4 points utilisés pour l'identification des constantes élastiques à partir de champs de déformations.

L'emplacement des différentes zones de mesure et de leur direction sont choisis à partir des résultats de l'étude de sensibilité réalisée pour le cas utilisant les jauges de déformation, et en prenant en compte les contraintes associées au moyen de mesure employé. L'objectif des zones d'intérêt définies est la mesure de paramètres sensibles à E_2 et G_{12} avec respectivement les déformations ε_2 et ε_{12} . L'identification de E_1 est envisageable par la mesure du déplacement des mors de flexion Dep . Ces différents aspects sont validés avec une étude de sensibilité aux variations des constantes élastiques. Dans le cas présent, un plus grand nombre de zones d'intérêt est pris en compte, étant donné que ce point n'implique pas de contrainte supplémentaire. De plus, le recours à un grand nombre de paramètres de sortie permet de fiabiliser les résultats et de limiter l'impact d'un seul paramètre sur ces derniers. Ce point est important car le mouchetis n'est pas forcément réalisé de manière homogène et il est, dans ce cas, envisageable que l'un soit trop grossier localement faussant la valeur de déformation mesurée. L'étude de sensibilité réalisée sur les paramètres choisis confirme ce qui est décrit précédemment et, les déformations ε_{12} exposent des sensibilités similaires à celle des paramètres équivalents décrit dans la Figure 63. Il en est de même pour les déformations ε_2 . L'essai étant le même, la sensibilité du déplacement Dep est identique. Pour résumer, cet essai permet l'identification des trois modules E_1 , E_2 et G_{12} mais pas des coefficients de Poisson ν_{12} et ν_{23} . Ces deux derniers doivent être définis comme des constantes dans le cadre de l'identification. Au vu des résultats de sensibilité, les paramètres de sortie pris en compte pour l'identification sont peu sensibles aux variations de ν_{12} et ν_{23} . Ainsi, la valeur de ces derniers a peu d'impact sur les résultats d'identification. Maintenant que les différents aspects relatifs au modèles EF sont présentés, la suite des travaux porte sur la mise en place du protocole expérimental, et sur la réalisation des essais de caractérisation.

iii. *Protocole expérimental*

a) *Corrélation d'images et mouchetis*

Comme décrit précédemment dans le chapitre 3. G. ii. page 137, des essais de corrélations d'images sont mis en place en parallèle de ceux de caractérisation utilisant des jauges de déformation. Ces derniers visaient à qualifier la bonne représentabilité du modèle EF par rapport à l'essai expérimental. Ces premiers essais de corrélation d'images n'ont pas permis d'obtenir des mesures de champs de déformations exploitables ; seuls les champs de déplacement le sont. La difficulté d'obtention des champs de déformation peut être liée à l'ordre de grandeur des déformations mesurées et/ou au couple taille du mouchetis/résolution d'image utilisé. Ainsi, il est possible de jouer sur les trois paramètres suivants pour améliorer la qualité des mesures effectuées :

- Augmenter la valeur d'effort appliquée lors de l'essai pour maximiser la déformation de l'éprouvette. L'augmentation de l'effort ne doit toutefois pas conduire à un endommagement de l'éprouvette.
- Réduire la taille des taches du mouchetis. La résolution d'images doit rester suffisante afin que les taches du mouchetis soient composées de plusieurs pixels sur l'image.
- Augmenter la résolution de l'image : rapprocher la caméra de l'échantillon. Cette modification implique une réduction de la zone d'étude ou elle nécessite l'utilisation d'une caméra plus performante.

Ici, il est préférable de travailler sur le couple : taille du mouchetis et résolution d'image. Différentes tailles sont réalisées avec des bombes aérosols et un aérographe. La réalisation de ceux-ci est une étape relativement « artisanale ». Pour l'utilisation des bombes aérosols, la distance de projection est assez impactante. Concernant l'application de la peinture avec l'aérographe, plusieurs tailles de buses existent. Elles permettent de projeter des gouttes de tailles variables. Les essais

correspondent à la réalisation de quatre types de mouchetis différents : deux à la bombe aérosol, et deux à l'aérographe avec un diamètre de buse de 0,5mm. La projection de la peinture est effectuée à deux distances différentes. L'Annexe 10 page 265 présente des micrographies des mouchetis réalisées pour les quatre cas décrits. Ces images témoignent bien du côté manuel de la tâche puisque la distance de projection et le geste effectué ont un impact majeur sur la taille des particules obtenues. À l'issue de ces différents essais de taille de mouchetis, les conclusions suivantes peuvent être faites. L'utilisation de l'aérographe pour la réalisation des taches conduit à l'obtention d'un mouchetis trop fin, cela implique une réduction conséquente de la zone d'étude pour l'obtention d'une résolution suffisante afin de distinguer de manière fiable ces mêmes taches. Avec un mouchetis trop fin par rapport à la résolution d'image, les taches sont représentées avec très peu de pixels. Les images montrent donc des nuances de gris, et non plus des tâches distinctes. Cela empêche l'exploitation de ces images pour la mesure des déformations. Un des patterns réalisés à la bombe aérosol donne des résultats satisfaisants : les champs de déformations sont toujours bruités à l'échelle du maillage défini ; mais il est possible d'obtenir des valeurs de déformations moyennées sur la surface de l'éprouvette fiables. Ainsi, avec ces modifications du protocole expérimental, il est possible d'obtenir un équivalent à l'essai mécanique tel que décrit précédemment, en remplaçant les jauges de déformations par la corrélation d'images. La réalisation des mouchetis pour la suite des travaux se base sur celui décrit dans la Figure annexe 7 a). La projection des particules de peinture est réalisée de la même manière et avec les mêmes moyens.

b) Mise en place des essais

Ces essais de caractérisation mettent en œuvre les mêmes équipements que ceux détaillés précédemment dans la partie G. ii. de ce chapitre. Les équipements associés aux mesures de déformations avec des jauges sont exclus. La Figure 79 a) donne un aperçu du montage d'essai mis en place. En b), le cadrage de la caméra est illustré. Ce dernier intègre une partie de la bielle mais pas un quart complet. L'ensemble des déformations décrit en Figure 78 ne peut pas être mesuré. Cela est dû à la résolution d'image choisie précédemment afin de rendre les images exploitables pour leur mise en corrélation. De plus, le cadre doit couvrir une zone autour de l'éprouvette, de sorte que cette dernière ne sorte pas du cadre lors de sa déformation.

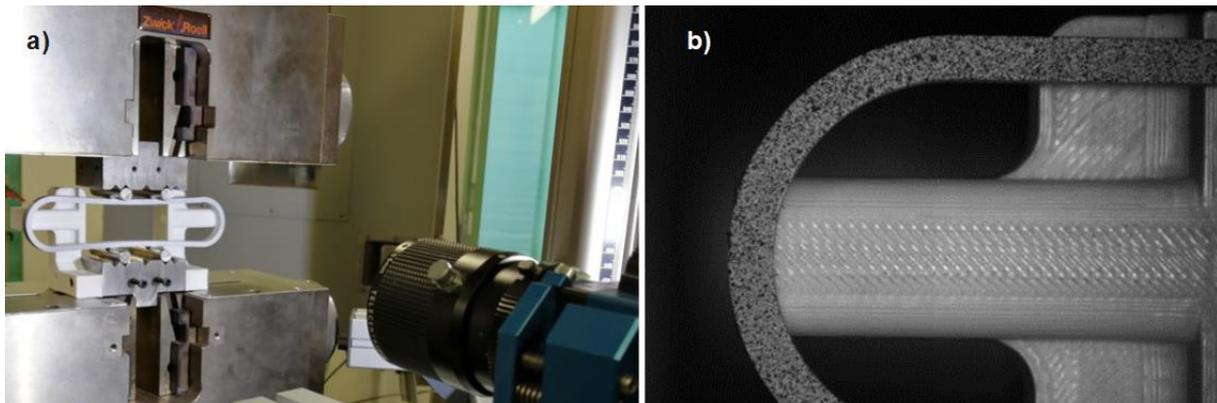


Figure 79 : a) Montage d'essai pour la flexion 4 points sur bielles et la réalisation des images pour la corrélation de celles-ci et b) Aperçu du cadrage de la caméra.

Durant l'essai, les déplacements de la traverse de la machine de traction/compression sont mesurés. Des images sont réalisées pendant tout l'essai et la fréquence d'acquisition a été définie à 10Hz. Les images réalisées sont ensuite exploitées pour déduire les déformations qui seront utilisées comme valeurs cibles pour l'identification inverse.

c) Exploitation des images : corrélation d'images

L'exploitation des images d'essai est réalisée avec le logiciel GOM Correlate. L'objectif de cette démarche est d'extraire des déformations moyennes associées aux zones d'intérêt décrites dans la Figure 78. Le logiciel utilisé permet de définir un maillage se fixant au mouchetis et suivant le déplacement et la déformation des particules de peinture. Des repères locaux sont définis, ces derniers décrivent les orientations spécifiques du matériaux mis en œuvre. Par la suite, ces repères permettent de définir la direction de mesure des déformations en prenant en compte les changements d'orientation de la matière dans le repère global. Afin de faciliter la définition de ces zones, une CAO décrivant la position de ces dernières est superposée aux images. Une fois les différentes zones d'intérêt et des repères locaux définis, le logiciel calcule la déformation moyenne dans la direction donnée pour chacune des zones d'intérêt. La Figure 80 illustre l'exploitation des images d'essai. En a) l'emplacement des zones d'intérêt et la CAO servant à leur positionnement sont mis en évidence. Le positionnement de ces emplacements s'effectue sur les images décrivant le début de l'essai mécanique, l'effort F étant nul. La Figure 80 b) montre le déplacement selon \vec{Y} en fin de test pour un effort $F=300N$. Le champ de déplacement est déterminé à partir du mouchetis. Diverses déformations sont extraites avec la corrélation d'images. En comparaison à celles définies dans l'étude de sensibilité, il est à noter que les déformations ε_{12_sup2} et ε_{12_sup1} ne sont pas exploitées car elles sortent du cadrage défini. Une fois les déformations déterminées, elles sont intégrées dans la démarche d'identification inverse. Un total de neuf paramètres de sortie sont pris en compte pour l'identification des trois modules : cinq déformations ε_2 , trois ε_{12} et un déplacement Dep .

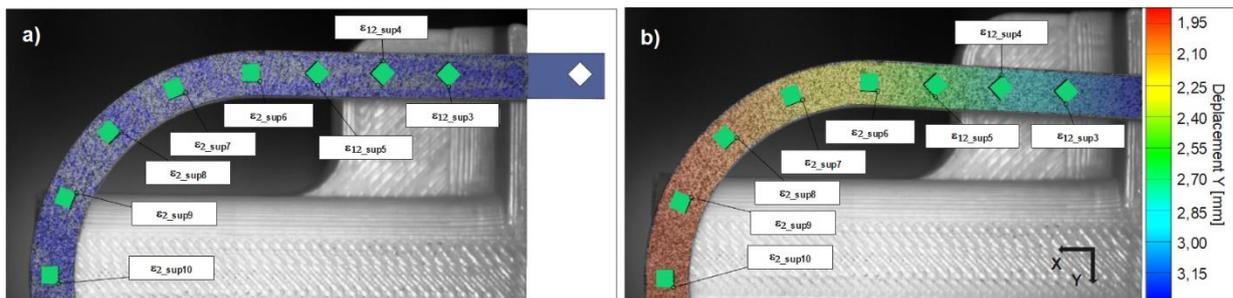


Figure 80 : Corrélation d'images et mise en évidence des zones d'intérêt, en a) Représentation de la CAO définissant l'emplacement des zones d'intérêt, effort $F=0N$ et b) Représentation du déplacement selon \vec{Y} pour un effort $F=300N$.

iv. Essais de caractérisation et résultats

a) Introduction

Les résultats de caractérisation sont présentés en prenant l'exemple de la caractérisation d'un échantillon composite. Comme pour l'application de la méthode mettant en œuvre des jauges de déformation, l'éprouvette testée ici est en PEKK/CF intégrant des fibres continues orientées et des courtes. Pour rappel, la stratification et les propriétés homogénéisées de ce type de matériau sont décrites en Annexe 8, les résultats du même type d'éprouvette sont présentés dans la partie G. iii. de ce chapitre. Enfin, les paramètres procédés utilisés pour la fabrication de l'éprouvette sont décrits en Annexe 8 b). Ces derniers sont très proches de ceux relatifs à la bielle étudiée précédemment avec la méthode utilisant des jauges de déformation. L'éprouvette caractérisée ici est réalisée dans le cadre des travaux et des caractérisations effectuées dans le chapitre 5. Les résultats relatifs à la mise en place de la méthode de caractérisation sont présentés en deux parties. La première porte sur les résultats expérimentaux obtenus à l'issue des essais de caractérisation. La seconde décrit l'étape d'identification numérique-expérimentale et les résultats associés.

b) Résultats expérimentaux

La réalisation des essais de caractérisation permet la mesure des valeurs expérimentales des paramètres de sortie. Le protocole mis en œuvre est décrit précédemment. En ce qui concerne le chargement appliqué sur l'éprouvette, il est également le même. L'effort défini est de $F=300N$. L'aboutissement des essais permet l'obtention des résultats décrits dans le Tableau 20 et, les valeurs décrites correspondent à celles obtenues pour l'effort F .

Tableau 20 : Valeurs de déplacements en [mm] et de déformations en [$\mu\text{m}/\text{m}$] mesurées pour un effort appliqué $F=300N$.

	Dep [mm]	ϵ_{2_sup10}	ϵ_{2_sup9}	ϵ_{2_sup8}	ϵ_{2_sup7}	ϵ_{2_sup6}	ϵ_{12_sup5}	ϵ_{12_sup4}	ϵ_{12_sup3}
Valeur	4,16	-975	-2332	-2331	-839	-652	-708	-1083	-1356

c) Identification numérique-expérimentale

Les résultats décrits dans le Tableau 20 sont définis comme cible dans la démarche d'identification. Les paramètres d'optimisation sont les mêmes que ceux décrits dans le Tableau 15. Le cycle d'optimisation a duré environ 30h et, il a convergé en 7 itérations avec une valeur de $S=0,6$. Les résultats d'optimisation, ainsi que les incertitudes absolues et relatives, sont détaillés dans le Tableau 21. Les valeurs obtenues avec l'application des lois des mélanges et l'écart entre les valeurs identifiées et homogénéisées sont également présentées. Ces données sont déterminées à partir des celles théoriques de l'Annexe 8. a. page 262 et elles correspondent à un matériau équivalent, du PEKK/CF. Les lois des mélanges utilisées sont décrites dans le chapitre 2. E. III. a. page 61. En ce qui concerne la définition de coefficients des constantes élastiques non identifiées, tels que les deux coefficients de Poisson, même si leur impact est probablement faible, leur valeur respective est fixée à $\nu_{12}=0,3479$ et $\nu_{23}=0,4058$, soit celles obtenues lors de la caractérisation du même type de matériau effectuée précédemment.

Tableau 21 : Résultat d'identification inverse pour du PEKK/CF fibres continues et courtes, et incertitude associée. Les valeurs homogénéisées et l'écart entre ces deux données sont également présentés.

	E_1 [MPa]	E_2 [MPa]	G_{12} [MPa]
Identification inverse	90313	7341	3750
Incertitude	2449	247	185
Incertitude relative [%]	2,7	3,4	4,9
Loi des mélanges	107455	6806	4852
Ecart relatif [%]	-16,0	7,9	-22,7

La caractérisation de l'éprouvette donne des résultats cohérents avec les propriétés connues pour ce type de matériau. Les modules E_1 et G_{12} présentent des valeurs identifiées inférieures à celles homogénéisées. À l'inverse, le module E_2 annonce une valeur supérieure, mais proche, de cette dernière. L'échantillon caractérisé n'est pas réalisé selon les mêmes conditions de fabrication que celui caractérisé précédemment avec des jauges de déformation. Il est donc difficile de comparer les valeurs obtenues pour ces deux éprouvettes. Toutefois, en les mettant en parallèle, elles sont proches et suivent les mêmes tendances. Il est difficile de dire si les écarts observés sont liés au processus de fabrication, aux paramètres associés, ou à la méthode de caractérisation. Pour cela, d'autres essais sont effectués dans la suite des travaux. Cette démarche de caractérisation est appliquée en particulier dans le chapitre 5. À nouveau, les incertitudes associées aux valeurs identifiées sont satisfaisantes.

v. *Bilan*

L'objectif visé initialement lors du développement de cette variante de la méthode de caractérisation mécanique est de réduire la complexité de mise en œuvre des essais de caractérisation. En effet, la première configuration employant des jauges de déformation conduit à la pose d'un nombre conséquent de ces dernières. Cela implique des délais et des coûts d'implémentation conséquents. Ainsi, malgré le potentiel de caractérisation conséquent de la méthode développée, cette dernière reste difficilement applicable pour l'étude d'un grand nombre d'échantillons. En remplaçant les jauges de déformation par la corrélation d'images cette contrainte n'existe plus. Toutefois, seuls les modules élastiques E_1 , E_2 et G_{12} sont identifiables ; mais la mise en œuvre des essais est simplifiée. La variante de la méthode de caractérisation basée sur la mesure de déformation par corrélation constitue une alternative intéressante à la première méthode développée, qui intégrait des jauges de déformation. Cette variante est mise en œuvre dans la suite des travaux et, principalement dans le chapitre 5 avec notamment son application pour la caractérisation d'échantillons réalisés dans le cadre d'un plan d'expériences.

I. Discussions

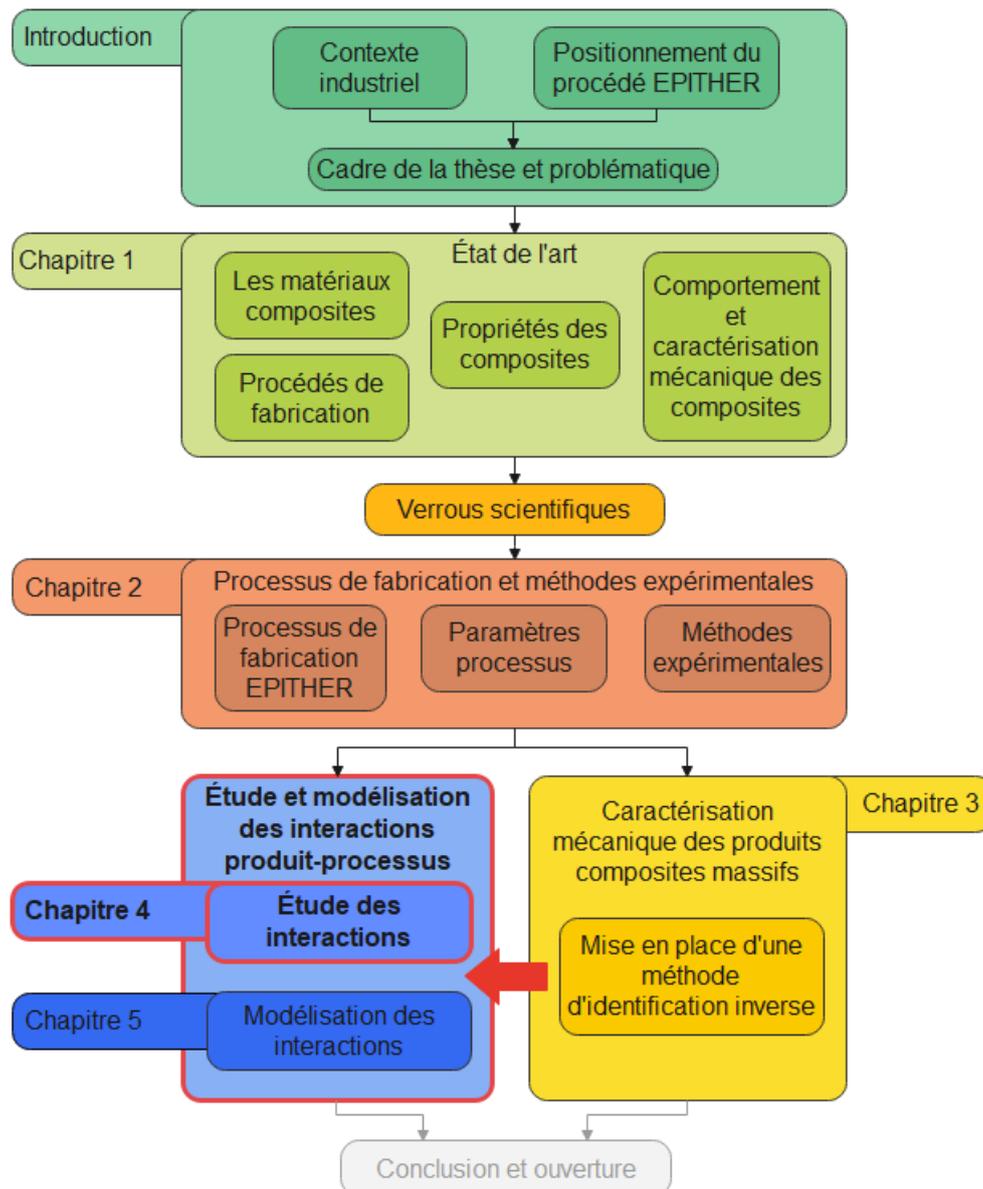
Ce troisième chapitre aborde la description de la mise en place d'une méthode de caractérisation inverse, permettant de qualifier les propriétés élastiques de produits composites massifs. Les matériaux pouvant être caractérisés sont définis comme isotrope-transverses. La méthode est applicable à tous types de matériaux présentant ces propriétés, mais également pour les matériaux isotropes. Deux variantes de cette méthode de caractérisation sont présentées. La première utilise des jauges de déformation pour la mesure des paramètres de sortie expérimentaux associés aux échantillons caractérisés. Elle permet l'identification des cinq constantes élastiques indépendantes associées à un matériau isotrope-transverse. La seconde se limite à l'identification de trois modules élastiques mais elle implique des coûts de mise en œuvre moindres, en remplaçant les jauges de déformation par une mesure de déformation par corrélation d'images. Pour ces deux méthodes, diverses études de sensibilité sont mises en place afin de qualifier la sensibilité des paramètres de sortie aux variations des constantes élastiques. En vue de qualifier les méthodes d'identification, d'autres études de sensibilité numériques portent sur différents aspects du modèle EF utilisé, ces dernières abordent :

- L'impact du positionnement des mors de flexion par rapport à l'échantillon.
- La gestion du contact entre les mors et l'éprouvette.
- La taille de maille.
- Les variations géométriques des éprouvettes.

Ces différentes études de sensibilité permettent de donner une estimation de l'incertitude relative au calcul des paramètres de sortie avec le modèle EF utilisé. Ensuite, afin de déterminer l'impact de ces incertitudes sur les résultats d'identification, une étude de propagation d'incertitude est menée. En complément, une démarche d'identification numérique-numérique est menée, afin de quantifier l'incertitude associée par les paramètres d'optimisation choisis. L'ensemble de ces étapes rend possible la caractérisation des propriétés élastiques des matériaux étudiés, le tout avec l'obtention d'une notion d'incertitude complète, associée aux résultats. À l'issue de la mise en place de la méthode de caractérisation, les deux variantes de cette dernière sont testées ; et un exemple de résultats est présenté. Celle développée complète les diverses méthodes expérimentales et les essais mécaniques décrits dans l'état de l'art. Elle est mise en application dans la plupart des études expérimentales réalisées dans le cadre de ces travaux. Les chapitres 4 et 5 présentent des résultats de caractérisation obtenus avec les deux variantes de la méthode décrite précédemment. Concernant les résultats présentés ici, l'identification des constantes élastiques donne des résultats cohérents et ayant des ordres de grandeur similaires aux données obtenues par homogénéisation avec les lois des mélanges. L'incertitude relative à l'identification est satisfaisante. Le développement et la mise en œuvre de cette méthode de caractérisation mécanique permet de lever, de manière partielle, un des verrous scientifiques décrit précédemment : la caractérisation mécanique des propriétés intrinsèques des composites massifs. Il est levé par rapport à la caractérisation des propriétés élastiques relatives aux matériaux isotrope-transverses. Des axes d'amélioration existent, comme par exemple, l'amplification des paramètres de sortie expérimentaux. Ce point est réalisable en augmentant les sollicitations mécaniques appliquées aux échantillons. Il peut être envisageable de réaliser un essai à rupture, en exploitant seulement les données d'essais décrivant un comportement linéaire, témoignant de la réponse élastique de l'éprouvette. De la sorte les paramètres de sortie expérimentaux sont maximisés. L'une des perspectives d'amélioration de la méthode est de la rendre applicable à la caractérisation de matériaux ayant un comportement orthotrope. Cet axe permet d'envisager la caractérisation de matériaux plus complexes, et dans le cas des matériaux composites

de prendre en compte d'autres types de matière ayant des orientations complexes. En ce qui concerne les composites UD massifs étudiés dans le cadre de ces travaux, leur description en tant que matériaux orthotropes permettrait d'étudier l'éventuel impact du processus de fabrication sur les modules transverses E_2 et E_3 et en cisaillement G_{12} et G_{13} . En guise de conclusion, la méthode présentée, cette dernière a été mise en œuvre dans deux des études décrites dans les chapitres 4 et 5. Un total de 10 échantillons sont caractérisés avec la configuration initiale mettant en œuvre des jauges de déformation et 21 échantillons sont caractérisés avec la seconde configuration employant la corrélation d'images.

Chapitre 4 : Étude des interactions produit-processus de fabrication



A. Introduction

Le chapitre 4 porte sur la description des différentes contributions apportées à l'étude des interactions produit-processus de fabrication. Deux campagnes d'essais distinctes ont été réalisées :

- Réalisation d'essais interrompus.
- Étude de répétabilité.

Ces deux campagnes consistent à réaliser des échantillons fabriqués selon différents protocoles de fabrication et à leur analyse avec la mise en application des plusieurs méthodes présentées dans les chapitres 2 et 3. Elles visent à contribuer à la résolution des verrous scientifiques 1 et 3 décrits précédemment, en l'occurrence, l'étude de l'impact des paramètres procédés sur les caractéristiques matériaux et mécaniques des produits composites massifs, ainsi que l'analyse et la modélisation des déplacements de matière intervenant lors du procédé de thermocompression.

B. Essais interrompus

i. Objectifs

Dans le cadre du développement du processus de fabrication et plus particulièrement de l'étape de mise en forme, il est nécessaire d'étudier l'impact de la phase de thermocompression sur les produits réalisés. Dans cette étude, l'intérêt porte en priorité sur les paramètres matériau dans le but de qualifier et de déterminer l'influence du procédé de thermocompression, sur les propriétés des pièces. Il est préférable de s'intéresser à l'impact du taux de compression sur les propriétés matériaux des pièces produites avec une étape de préformage par impression 3D et une de mise en forme par thermocompression. Ce choix va permettre d'étudier la microstructure des pièces pour différents niveaux de consolidation. Des échantillons sont produits avec différents taux de compression et sont par la suite analysés. Ces échantillons peuvent être analysés individuellement, ils correspondent à différents stades de consolidation. Ainsi, ils donnent un aperçu de l'évolution des propriétés des pièces au cours du processus de compression, depuis la préforme imprimée jusqu'aux pièces hautement consolidées. Evidemment d'autres paramètres peuvent avoir un impact conséquent sur la microstructure, mais l'effort ou la course de mise en forme apparaissent à première vue comme pouvant avoir un impact conséquent sur la microstructure. Par la suite, l'impact d'autres paramètres procédés est étudié. Cette partie décrit :

- Le protocole de réalisation des éprouvettes de test.
- Le protocole d'analyse des échantillons.
- Les résultats portant sur l'étude du procédé de fabrication et des dimensions des éprouvettes.
- Les résultats associés à l'analyse de la microstructure des échantillons.

ii. Méthode

a) Réalisation des éprouvettes

- **Matière première et préformage**

Les préformes produites lors de la première étape du processus sont obtenues par impression 3D avec le système CarbonKit® 9T LABS. Ce dernier est illustré en Figure 35 a) et, une préforme composite est représentée en b) (page 82). Les éprouvettes utilisées sont de type bielle alpha. Ce choix d'éprouvette est motivé par la présence de parties arrondies et droites. Ce point permet de prendre en compte l'impact de la géométrie de dépose sur la microstructure. La géométrie nominale des bielles alpha employée est représentée en Figure 48. Les préformes composites présentent les caractéristiques suivantes :

- La matière première est un filament PA12/CF APOLLO présentant un taux volumique de fibres théorique de 50%. La matière première est décrite plus en détail en Figure 32.
- Les préformes sont réalisées par dépose de filaments sur 3 rangées ce qui correspond à une largeur de 3,3mm et sur 70 strates soit une épaisseur théorique h_i de 18,9mm. Elles ont une masse d'environ 23g.
- L'orientation des fibres suit la géométrie oblongue de la préforme.

Les paramètres utilisés pour l'impression sont une température d'impression de 250 °C et une vitesse d'avance de 4mm/s. Les 70 couches sont déposées en continu sans découpe du filament composite grâce à l'utilisation d'un motif en spirale allant de l'intérieur vers l'extérieur de la pièce pour

les couches impaires et de l'extérieur vers l'intérieur pour les plis pairs. Le protocole de préformage est constant dans cette étude, toutes les préformes ont été réalisées avec ce même protocole. Un total de sept préformes sont réalisées par impression 3D, les préformes sont contrôlées et intégrées dans le procédé de mise en forme.

- **Mise en forme**

La mise en forme des éprouvettes va maintenant être décrite. Ces dernières sont fabriquées avec différents protocoles en vue d'obtenir des niveaux de consolidations différents. Pour faciliter l'obtention d'échantillons ayant des niveaux de consolidation différents, la réalisation passe par des mises en forme régulées en position. Toutes les pièces ont subi une mise en forme similaire, l'ensemble des paramètres opératoires est fixé, seule la valeur de commande en position varie d'un échantillon à un l'autre. L'une des 7 préformes est conservée telle quelle pour analyse. Cette pièce correspond à une mise en forme avec une commande en déplacement de 0mm. La commande en déplacement peut être associé au taux de compression, qui est défini par le rapport entre l'épaisseur de la préforme et celle de la pièce finie. Les taux de compression appliqués sur les préformes varient entre 0 pour la préforme gardée intacte, et 54,5%.

Les paramètres de mise en forme fixés sont la vitesse de mise en forme de 10mm/min et la température de l'outil de 250 °C. La température de thermocompression fixée est élevée dans l'objectif de maximiser la viscosité du thermoplastique. Bernet [118] apporte des informations concernant la viscosité du PA12 : à 190°C la viscosité est de l'ordre de 190Pa.s et, à 250°C, elle est de l'ordre de 600Pa.s. Ce choix vise à réduire la pression résultant de la commande en déplacement appliquée et également de maximiser le déplacement de la matrice thermoplastique dans la structure fibreuse. L'évolution i) de la température à l'intérieur de l'outil, ii) de la pression de formage, et iii) du mouvement de la matrice supérieure de l'outil sont mesurés durant le procédé. Les équipements utilisés pour la fabrication des échantillons sont :

- La version V1 de l'outillage de mise en forme pour bielle alpha (Figure 39 a)).
- Une machine de traction/compression LLOYD LR30K de 30kN.
- Un four ELTI.
- Un thermocouple K et un boîtier d'acquisition.

L'utilisation d'un four est liée à l'absence de système de chauffe intégré dans l'outillage V1. Ainsi la chauffe de l'outil et de la préforme est réalisée avec un four. Une fois chaud, l'ensemble outil et préforme est placé sous la presse pour l'application du déplacement. Dans le cas présent, le refroidissement de la pièce après mise en forme se fait à l'air libre, sans régulation.

b) Contrôle et analyse des échantillons

- **Préforme composite**

Cette partie décrit le protocole d'analyse mis en œuvre pour l'exploitation des échantillons fabriqués dans le cadre des essais interrompus. Les différents moyens d'analyse utilisés sont détaillés précédemment principalement dans le chapitre 2 mais ils vont être rappelés ici. Après impression 3D des préformes composites, l'ensemble de ces dernières subissent :

- Un scan 3D des préformes.
- Une mesure de masse.

L'intérêt de ces mesures vise principalement à vérifier que les préformes intégrées dans l'étape de thermocompression sont similaires.

- **Pièce mise en forme**

Une fois les préformes réalisées et contrôlées, elles sont mises en forme selon le protocole décrit précédemment. Les pièces finies passent ensuite par le protocole d'analyse suivant :

- Analyse géométrique et dimensionnelle.
 - Mesure des masses avant et après ébavurage.
 - Scan 3D des pièces et analyse des dimensions selon le protocole détaillé dans le chapitre 2. D. vi. page 105.
- Analyse de la microstructure avec la méthode décrite en chapitre 2. D. iii. page 98.
 - Prélèvement de deux échantillons dans chacune des sept éprouvettes : un dans la partie droite et un dans la partie courbée (voir Figure 48).
 - Réalisation de micrographies représentant des sections complètes de pièces.
 - Traitement des micrographies et mesure des taux de fibres, de porosité et des gradients de fibres et de porosité via analyse d'images.

iii. Analyse du processus de fabrication

a) Étude des préformes imprimées

Cette section présente les résultats relatifs à l'impression des échantillons. La Figure 81 expose la micrographie d'une préforme imprimée (échantillon C-PA0, 0 pour un taux de compression nul). En a), la ligne continue met en évidence un filament imprimé, et le contour de l'échantillon est observable. En b) les lignes discontinues soulignent la séparation entre trois rangées et celles pointillées soulignent la séparation entre les couches. L'étape de fabrication additive des préformes composites conduit à la production de pièces avec des surfaces irrégulières (Figure 81 a)) et avec de légers décalages d'un pli à l'autre. L'ensemble des caractéristiques illustrées précédemment dans la Figure 6 sont visibles sur la micrographie en Figure 81 avec notamment des : A) zones riches en fibres, B) en porosité et C) en matrice. Il est à noter que les porosités les plus conséquentes sont présentes à la jonction entre les rangées et les strates. Ces dernières sont probablement liées au procédé de dépose utilisé et aux paramètres opératoires définis. Cette observation est cohérente avec les résultats présentés par De Parscau [55]. Ces porosités ainsi que l'état de surface irrégulier de la pièce peuvent être la conséquence d'un léger décalage lors du dépôt des rangées, ou d'une mauvaise liaison entre le toron déjà déposé et celui en cours d'impression. Il est possible de dissocier la porosité intra-toron et la porosité inter-toron. En plus de la micrographie de filament PA12/CF décrite en Figure 32 page 80, d'autres de ce même filament sont réalisées. Ces dernières sont illustrées en Annexe 11 page 266 et, certaines d'entre elles mettent en évidence la présence de porosités macroscopiques directement dans le filament. La porosité inter-toron observée dans les préformes est liée directement au filament mis en œuvre. Les micrographies mettent en évidence d'autres aspects intéressants tel que :

- La transformation géométrique des filaments lors de leur mise en œuvre, avec le passage d'une section circulaire de diamètre 0,6mm à une section rectangulaire d'environ 0,27x1,1mm. Cette transformation est la conséquence de la valeur de hauteur de couche définie, effectuée par l'intermédiaire de la buse d'impression qui applique une pression sur la matière lors de sa dépose.

- Les surfaces intérieures et extérieures de la préforme (respectivement à gauche et à droite sur la figure) sont irrégulières. Ces irrégularités peuvent être la conséquence de légers décalages de dépose des filaments.

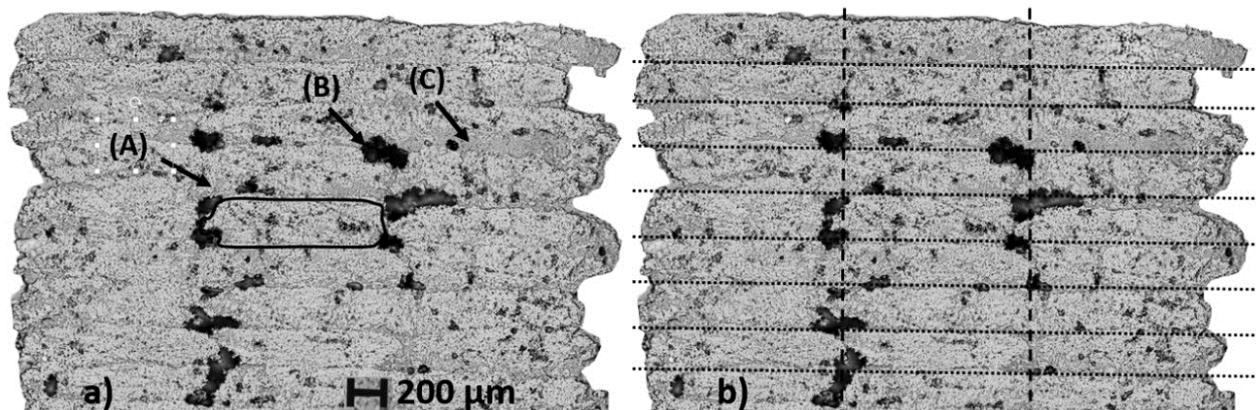


Figure 81 : Aperçu d'une micrographie de section de préforme composite, trois rangées de fils composites. a) La ligne continue met en évidence un filament après dépose. (A) Région riche en fibres, (B) Porosité, (C) Région riche en matrices et b) Les lignes hachées font ressortir la séparation entre les rangées et celles en pointillés met en évidence la séparation entre les strates.

Le Tableau 22 présente les masses et les hauteurs de chaque préforme imprimée. Ces dernières sont imprimées avec le même protocole de fabrication. Les mesures de masse donnent une valeur moyenne de 22,78g, et un écart-type de l'ordre de 0,28g. En ce qui concerne l'épaisseur, la valeur moyenne est de 19,2mm avec un écart-type de 0,21mm. Ces écarts types représentent environ 1% de la valeur moyenne ce qui témoigne de la bonne répétabilité du système d'impression. Il est notable que l'échantillon C-PA49 présente une masse et une épaisseur significativement inférieures aux autres préformes. Cela témoigne d'un éventuel défaut d'impression. Toutefois, ce point a peu d'impact sur la thermocompression du fait du recourt à une commande en déplacement pour le cycle de thermocompression. En ce qui concerne l'épaisseur des préformes, il est à noter que la valeur obtenue est supérieure à la valeur nominale de 18,9mm. Cela peut être dû au calibrage de la position en z du plateau chauffant qui s'effectue de manière manuelle. L'ajout d'un système de calibrage automatique doit permettre de réduire cette incertitude.

Tableau 22 : Masses et hauteurs des préformes imprimées dans les mêmes conditions de traitement.

Échantillon	Masse de la préforme m_i [g]	Épaisseur de la préforme h_i [mm]
C-PA 0	22,87	19,1
C-PA 31	23,12	19,5
C-PA 36	22,86	19,1
C-PA 42	23,02	19,3
C-PA 46	23,10	19,4
C-PA 49	22,03	18,7
C-PA 54	22,96	19,5
Moyenne	22,78	19,2
Ecart-type	0,28	0,21

b) Étude du procédé de thermoformage

Tout d'abord, la thermocompression correspond à la chauffe de la matière jusqu'à la fusion de la matrice TP du composite, et ensuite à l'application d'une pression, ici par l'intermédiaire d'une commande en déplacement. Durant ce procédé, divers phénomènes ont lieu :

- La matière s'écoule, se déplace dans l'outillage et remplit les espaces libres. Si les paramètres opératoires définis le permettent, elle comble l'outillage et évacue l'air présent dans l'outillage et dans les porosités.
- L'application d'une pression sur la matière tend également à évacuer les porosités présentes dans celle-ci.
- La matière peut aussi être évacuée de l'outil par les jeux fonctionnels de l'outillage ; cela conduit en la formation d'une bavure.

Maintenant que le procédé d'impression et les préformes composites en résultant sont décrits et étudiés, le procédé de thermocompression est détaillé. Tout d'abord quelques termes utilisés vont être présentés. Le pourcentage de perte de matière pendant la mise en forme, τ_l , est défini par l'équation (47). Il s'agit du rapport entre la masse après ébavurage de la pièce finie m_f et de la masse de la préforme intégrée dans le cycle de mise en forme m_i rapportée en pourcentage.

$$\tau_l[\%] = 100\left(1 - \frac{m_f}{m_i}\right) \quad (47)$$

Le taux de mise en forme, ou de compression est défini par τ_c . Il est décrit dans l'équation (48). Il s'agit du rapport entre la hauteur finale de la pièce h_f et celle de la préforme h_i rapportée en pourcentage. Ce paramètre permet de donner une indication quant aux déplacements subits par la matière, là où la commande en déplacement ne prend pas en compte l'épaisseur initiale de la préforme. Les propriétés matériaux étudiées par la suite vont être reliées à ce paramètre.

$$\tau_c[\%] = 100\left(1 - \frac{h_f}{h_i}\right) \quad (48)$$

En considérant les phénomènes décrits précédemment, il est possible de définir un terme qui détaille la valeur du taux de compression « idéal » : T . Ce critère correspondant au taux de compression à appliquer pour que l'ensemble des pores présents dans la préforme soit évacués, et que l'outillage soit comblé par de la matière dans son intégralité. L'hypothèse qu'aucune évacuation de matière n'a lieu durant la thermocompression est faite. En théorie, le taux de compression idéal permet d'obtenir une pièce finie ayant les dimensions souhaitées et un taux de porosité nul. La formule le décrivant est définie dans l'équation (49). ρ_c correspondant à la masse volumique théorique du composite mis en œuvre. S définit la surface de fond de la matrice inférieure de l'outillage et ici à la surface correspondant à la partie supérieure des bielles alpha, il s'agit d'une constante. Le volume intérieur nominal de l'outillage correspond à $S \cdot h_i$.

$$T[\%] = 100 \left(1 - \frac{m_i}{\rho_c \cdot h_i \cdot S}\right) \quad (49)$$

En se basant sur les hypothèses décrites pour le calcul de T en équation (49), il est possible d'illustrer la configuration de la matière dans l'outillage en fonction de la valeur du taux de mise en forme. La Figure 82 détaille ces configurations pour différents stades du procédé de mise en forme et pour différentes valeurs de τ_c . Les essais de fabrication des échantillons et l'analyse de leur microstructure, vont permettre de valider, ou non, ces hypothèses. Les différentes configurations illustrées sont les suivantes :

- a) $\tau_c=0$, état initial : la préforme imprimée est intégrée dans l'outillage
- b) $\tau_c < T$: l'outillage n'est pas comblé par la matière et des pores sont présents.
- c) $\tau_c = T$: taux de mise en forme idéal : pas de porosité et la matière remplit l'outillage.
- d) $\tau_c > T$: au-delà de la valeur de T la matière fuit par les jeux fonctionnels de l'outillage et ces derniers forment des bavures. La formation de bavures est détaillée en e).

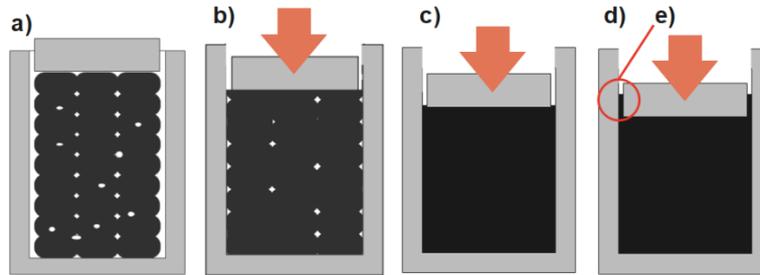


Figure 82 : Configuration outillage et matière à différentes étapes durant le procédé de thermocompression. En a) état initial avant mise en forme $\tau_c=0$, b) $\tau_c < T$, c) $\tau_c = T$: et d) $\tau_c > T$. La formation de bavures par les jeux fonctionnels de l'outillage est illustrée en e).

Le Tableau 23 présente les données résultant de la mise en forme des sept échantillons. Des taux de compression variant entre 0 (préforme imprimée seule) et 54,5% sont appliqués lors de la réalisation des échantillons. Un de ces derniers présente une valeur de taux de mise en forme très proche de la valeur de T déterminée pour le type de préforme utilisée. Cette valeur vaut $T=42,4\%$ et correspond au taux idéal de mise en forme pour ces préformes.

Tableau 23 : Données relatives à la mise en forme des sept échantillons.

Échantillon	Taux de mise en forme [%]	Masse des bielles [g]	Hauteur après mise en forme [mm]	Masse de bavure [g]	Perte de matière [% _m]	Pression maximale appliquée [Bar]
C-PA0	0	22,87	19,1	0	0	0
C-PA31	31,5	23,07	13,4	0,05	0,22	1,9
C-PA36	36,1	22,73	12,2	0,13	0,57	3,3
C-PA42	42,7	22,74	11,1	0,28	1,22	13,6
C-PA46	46,2	22,01	10,4	1,09	4,72	104,5
C-PA49	49,4	20,37	9,5	1,66	7,54	136,1
C-PA54	54,5	19,31	8,9	3,65	15,90	204,2

La Figure 83 illustre une partie des résultats présentés dans le Tableau 23, avec la pression maximale de mise en forme et le pourcentage de perte de matière en fonction du taux de mise en forme. Une droite verticale met en évidence la valeur de $T=42,4\%$ et elle sépare le graphique en deux zones I et II qui correspondent respectivement aux valeurs du taux de mise en forme inférieures et supérieures à T . L'état supposé de la configuration outil/matière est également rappelé.

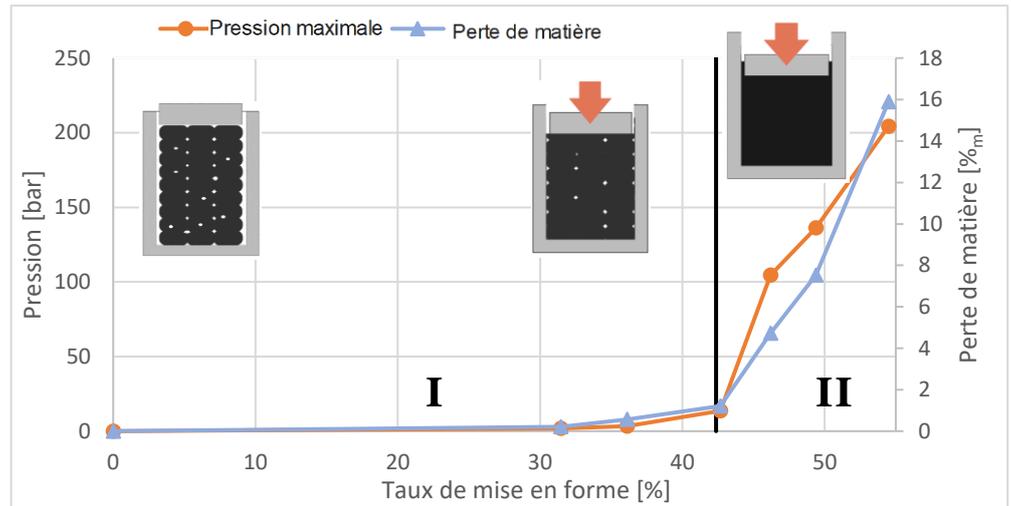


Figure 83 : Pression appliquée et perte de matière en fonction du taux de mise en forme. La configuration théorique de l'outillage présentée en Figure 82 est rappelée.

Les mesures associées à la compression montrent des valeurs de perte de matière exprimées en pourcentage de masse comprises entre 0 et 15,9 % et des pressions se situant entre 0 et 205 bars. Ces résultats permettent de tirer les conclusions suivantes :

- Pour les échantillons auxquels est appliqué un taux de compression inférieur à T (Figure 83, zone I). La pression résultant de ces commandes en déplacement ne dépasse pas 13 bars. Les valeurs de perte de matière associées à ces échantillons sont inférieures à 1,2 % mais jamais nulles. Ceci montre qu'une légère bavure se forme avant le remplissage complet du moule et des porosités.
- Au-delà des valeurs T (Figure 83, zone II), la perte de matière devient vite conséquente avec des valeurs comprises entre 2 et 16%_m de la masse engagée. Les valeurs de pression résultant de la compression peuvent également être élevées (13,6 à 205bar).
- L'échantillon C-PA42 est mis en forme avec un taux de compression proche de T . Il présente une perte de matière de 1,22% pour une pression appliquée de 13,6 bars. Une formation de bavure est constatée, en considérant les hypothèses posées pour le calcul de T , il est envisageable que des pores soient toujours présents dans la matière.

Les micrographies utilisées pour réaliser le traitement d'image permettent d'observer le résultat du déplacement du matériau rapporté à la section de la pièce. La Figure 84 montre un exemple de l'état de la surface extérieures, échantillons C-PA0, 31, 42 et 54 respectivement en a), b), c) et d). Les zones représentées sont caractéristiques des contours observés sur les micrographies. Il est intéressant de noter que les deux premiers échantillons ont des surfaces extérieures non planes, comme illustré dans la Figure 84 a) et b). Ceci témoigne du fait que l'outil n'a pas été comblé lors de la compression. Les échantillons C-PA42 et 54 ont un contour net, ce qui indique que la matière a comblée l'outillage.

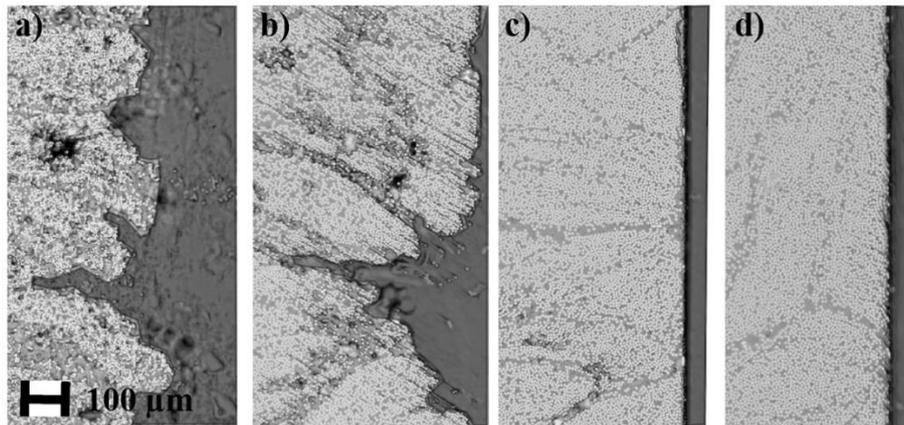


Figure 84 : Micrographies de sections d'échantillons montrant le profil des surfaces extérieures des éprouvettes afin de mettre en évidence le niveau de remplissage de l'outillage. Les échantillons représentés sont à) C-PA0, b) C-PA31, c) C-PA42 et d) C-PA54.

En ce qui concerne les hypothèses posées pour le paramètre T , et la configuration outillage et matière illustrée en Figure 82, elles sont partiellement validées. La partie concernant le remplissage de l'outillage est confirmé, l'outillage est comblé pour un taux de mise en forme supérieur ou égal à T . Toutefois, en ce qui concerne l'évacuation de matière, la réalisation de l'échantillon C-PA42 conduit sans surprise à la formation d'une légère bavure. Un outillage présentant des jeux fonctionnels plus faibles pourrait encore limiter cet aspect. Il est envisageable que cet échantillon présente de la porosité. Cependant, la définition du taux de mise en forme idéal T reste utile, il correspond finalement à une valeur minimale à appliquer pour l'obtention d'une pièce ayant les bonnes dimensions lors d'une commande en déplacement. La seconde partie décrivant les résultats expérimentaux relatifs à cette étude va maintenant être développée. Cette dernière porte sur l'étude de la microstructure des échantillons réalisés avec notamment l'analyse du taux volumique de fibres et de porosité ainsi que l'évolution de la taille des pores.

iv. Étude de la microstructure

a) Taux de fibres et de porosité

Les résultats du traitement des images sont résumés et analysés dans cette section. L'objectif est d'établir un lien entre les paramètres du processus et les résultats de l'analyse micrographique. Le Tableau 24 et Tableau 25 présentent respectivement les résultats en ce qui concerne les échantillons prélevés dans la partie droite et dans la partie courbée des bielles étudiées. Ces résultats correspondent au traitement d'image des 7 éprouvettes, comme le taux volumique de fibres et de porosité. Le taux volumique de fibres dans la matière est déduit des précédentes grandeurs. Il correspond au taux de fibres obtenu en excluant la surface des porosités de celle de l'ensemble de de l'échantillon. Ce dernier paramètre permet de décorrélérer l'évolution du taux de fibres de celui de porosité et ainsi de voir la réelle évolution du taux de fibres. L'Annexe 12 page 267 montre un aperçu des micrographies traitées pour l'obtention des résultats présentés ici.

Tableau 24 : Résultats du traitement d'image pour les échantillons de parties droites.

Échantillon	Taux de mise en forme τ_c [%]	Taux volumique de fibres [% _v]	Taux volumique de porosité [% _v]	Taux volumique de fibres dans la matière [%] (Calculé)
C-PA 0	0	42,6	14,58	49,9
C-PA 31	31,5	44,2	10,96	49,6
C-PA 36	36,1	43,9	7,14	47,3
C-PA 42	42,7	49,2	1,07	49,7
C-PA 46	46,2	50,3	0,40	50,5
C-PA 49	49,4	50,2	0,41	50,4
C-PA 54	54,5	51,3	0,21	51,4

Tableau 25 : Résultats du traitement d'image pour les échantillons des parties courbées.

Échantillon	Taux de mise en forme τ_c [%]	Taux volumique de fibres [% _v]	Taux volumique de porosité [% _v]	Taux volumique de fibres dans la matière [%] (Calculé)
C-PA 0	0	46,7	10,92	52,4
C-PA 31	31,5	45,9	6,43	49,0
C-PA 36	36,1	47,0	4,41	49,2
C-PA 42	42,7	49,9	1,31	50,6
C-PA 46	46,2	49,6	0,84	50,0
C-PA 49	49,4	51,2	0,29	51,4
C-PA 54	54,5	51,6	0,25	51,7

À partir des résultats décrits dans le Tableau 24 et le Tableau 25, il est possible de conclure que le taux volumique de fibres des éprouvettes est peu impacté par le taux de mise en forme appliqué. En effet, en s'intéressant au taux volumique de fibres dans la matière (ou hors porosité) il est à noter que les valeurs varient peu. Ce paramètre présente une valeur moyenne de 50,2%_v avec un écart-type de 1,3%_v en considérant les échantillons droits et courbés. La valeur moyenne mesurée est cohérente avec la valeur donnée par le constructeur et indiquée en Figure 32. Quant à l'écart-type, il est relativement faible et il témoigne de l'absence d'interactions entre taux de mise en forme et taux volumique de fibres. En considérant ce phénomène et la conclusion antérieure portant sur la formation de bavures, il est possible d'admettre que cette dernière n'a pas d'impact sur le rapport fibres/matrice du matériau mis en œuvre. Les bavures présentent un taux de fibres similaire au reste de l'échantillon. Par rapport au taux volumique de porosité, la Figure 85 met en perspective les résultats des deux tableaux précédents. Les zones I et II séparées par la valeur de T sont également illustrées.

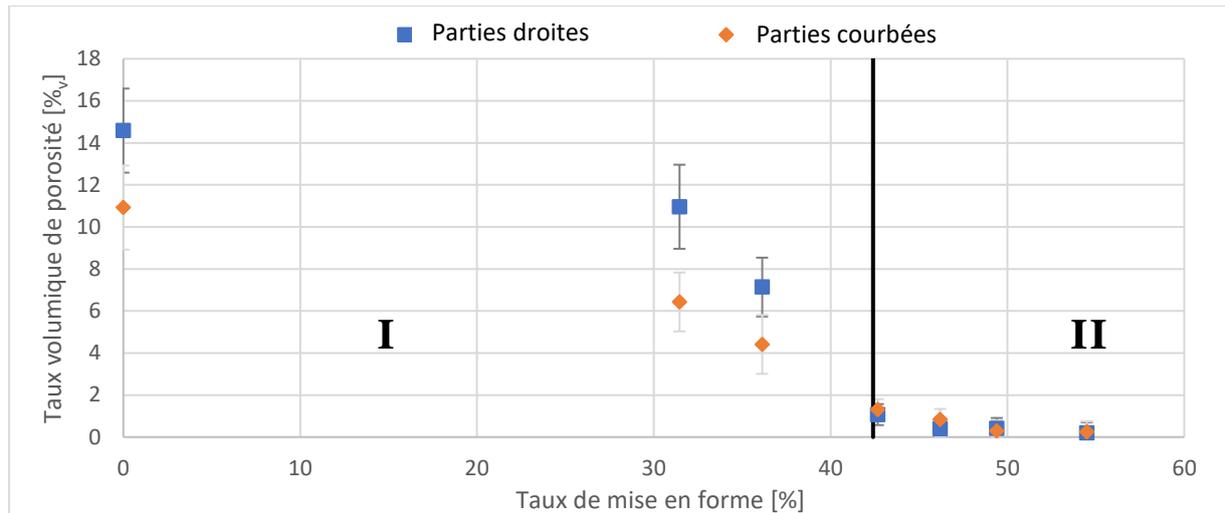


Figure 85 : Taux volumique de porosité en fonction du taux de mise en forme pour les échantillons de parties droites et courbées.

Les résultats présentés mettent en évidence un écart entre le taux volumique de porosité obtenu sur les parties droites et sur celles courbées. La porosité mesurée dans la préforme imprimée (C-PA0) est plus élevée dans la partie droite que dans la partie courbée. Cette observation est également vraie pour les pièces peu consolidées comme C-PA31 et C-PA36. Les quatre échantillons les plus consolidés ne suivent pas ces analyses ; les taux de porosité sont très similaires. Ces observations amènent aux conclusions suivantes, la présence d'un taux de porosité dans la préforme imprimée moins important conduit à l'observation d'un taux de porosité globalement moins important dans les pièces consolidées. Cet aspect est validé pour les pièces faiblement consolidées, mais avec un taux de compression plus élevé, sachant que les taux de porosité tendent vers des valeurs similaires. La différence de taux de porosité entre les pièces courbées et les droites est probablement liée à une qualité différente de dépose pendant l'impression. Pour finir, dans le cas décrit, le taux de porosité initial a peu d'importance sur celui de la pièce consolidée réalisée avec un certain niveau de consolidation.

L'hypothèse posée précédemment concernant l'évolution du taux de porosité en fonction de celui de mise en forme est validée. En effet, pour des valeurs du taux de compression inférieures à T (Figure 85, zone I), les échantillons présentent des taux de porosité conséquents. La Figure 84 permet de mettre en évidence le fait que la matière n'a pas comblé l'outillage pour ces échantillons. De plus, le Tableau 23 montre que la pression appliquée est restée inférieure à 4 bars. À l'issue de ces premières observations, il est possible de dire que l'ensemble des pores présents initialement dans la préforme mise en œuvre, ne sont pas évacués dans ces conditions. Ce point est confirmé par les mesures du taux de porosité. La première phase de mise en forme implique principalement des déplacements de la matière et le remplissage de l'outillage ; alors que l'évacuation des pores s'effectue principalement dans un second temps, lors montée en pression de la matière. Pour les échantillons dont le taux de compression est supérieur ou égal à T (Figure 85, zone II), il est à noter que des taux de porosité inférieurs à 1%_v sont présents. En comparant les résultats associés aux échantillons C-PA 42 à 54, il est à noter que la forte augmentation du taux de mise en forme conduit à une légère réduction du taux de porosité volumique en passant de 1,07 à 0,21%, soit une réduction de 0,86%. Toutefois, l'augmentation de ce paramètre entraîne une évacuation conséquente de matière passant de 1,22 à 15,90%_m. La formation de bavures est un aspect négatif associé à la mise en forme pour deux raisons principales. La première est la perte de matière via les jeux d'outillage. La seconde correspond aux déplacements de matière non souhaités intervenants. Ce dernier point est encore plus important dans

le cadre de la mise en œuvre de composites à fibres continues orientées. En effet, la formation de bavures peut altérer l'orientation des fibres initialement établie ; et les propriétés mécaniques du produit peuvent en être affectées. La formation de bavure est impactée par la conception de l'outillage de mise en forme et notamment des jeux fonctionnels définis. L'usure de ce dernier peut également influencer ce point. Pour finir, en ce qui concerne à l'étude du taux de porosité, il est à noter de que, même si ce dernier atteint des valeurs très faibles, une porosité résiduelle existe, même pour les échantillons les plus consolidés. Afin d'avoir plus d'éléments pour discuter de l'évacuation de la porosité lors de l'étape de compression, l'évolution des dimensions de la porosité en fonction des conditions de fabrication est étudiée.

b) Dimensions des pores

En plus du taux de porosité, l'état de l'art a montré que la taille des porosités est un paramètre pouvant avoir un impact sur les propriétés des pièces fabriquées [20]. L'étude de l'évolution de la taille des porosités peut fournir des éléments de compréhension à propos des phénomènes impliqués dans l'évacuation de la porosité. Cela permet également d'observer si le procédé de fabrication impacte ou non la taille des porosités. Dans cette section, l'intérêt porte sur la dimension des porosités et sur l'impact du taux de compression sur celles-ci. Les paramètres étudiés sont la taille de la plus grande porosité observée et les proportions des différentes classes de porosités triées par taille. La Figure 86 illustre la dimension maximale de la porosité mesurée dans les échantillons arrondis et droits. Il est préférable de considérer la plus grande taille de la porosité, et non sa taille moyenne, car ce dernier paramètre est trop sensible à la qualité de la micrographie. De légers défauts de polissage peuvent avoir un impact sur la dimension moyenne de la porosité, car ils augmentent artificiellement la quantité de porosités de petit format. En effet, ces légers défauts de polissage correspondent à des micro-facettes sur la surface des fibres qui apparaissent noires. Ces défauts ont une taille inférieure au diamètre des fibres qui vaut ici $7\mu\text{m}$. Comme décrit dans l'état de l'art, ce paramètre peut avoir un impact significatif sur les limites à rupture des produits.

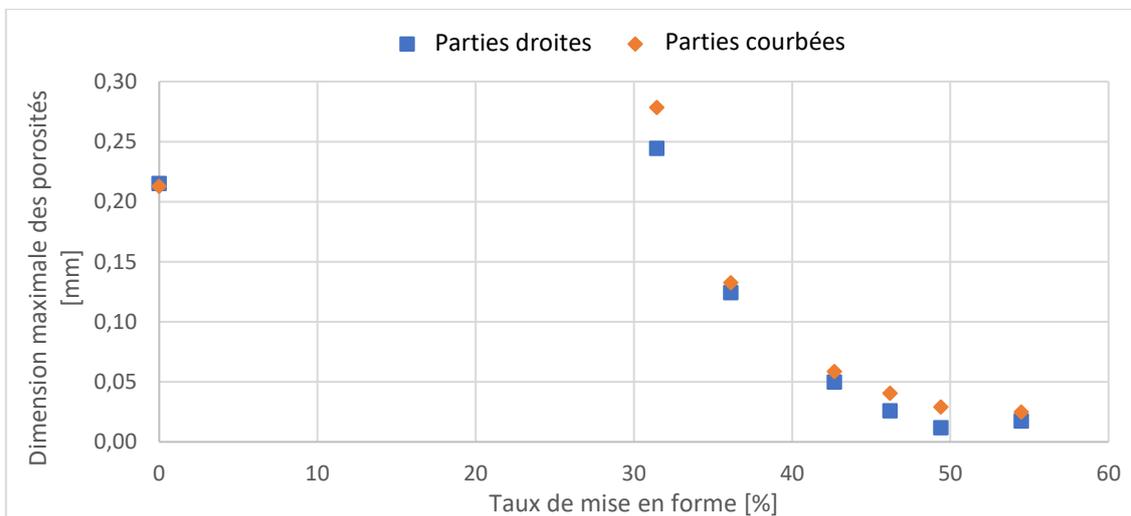


Figure 86 : Dimension maximale des pores représentée en fonction du taux de mise en forme pour les sept échantillons étudiés.

Précédemment, l'étude a démontré que les échantillons de la zone courbée présentent des taux de porosité globalement plus faibles par rapport aux parties droites, seulement dans le cas des échantillons peu consolidés. En ce qui concerne l'évolution des tailles de porosité, les parties courbées présentent des valeurs dans l'ensemble plus importantes que les parties droites. Avec l'augmentation du taux de mise en forme, la taille des porosités tend à diminuer, et ce, de manière équivalente, pour

les deux types d'échantillons étudiés. Il est à noter que l'échantillon C-PA31 présente une taille maximale de porosité plus importante que l'échantillon non consolidé. Ce point peut s'expliquer par les conditions de mise en forme. La pression appliquée lors de la compression est faible et entraîne des déplacements importants du matériau. Ces mouvements peuvent éventuellement conduire à l'ouverture ou à la fusion des porosités. L'expansion de l'air contenu dans les porosités due à la température de traitement peut également expliquer la présence de porosités plus grandes par rapport à l'échantillon C-PA0 qui n'a pas subi le cycle de mise en forme. Pour compléter ces résultats, les Figure 87 et Figure 88 mettent en évidence la proportion de cinq classes de surface de porosités (0-3, 3-100, 100-200, 200-400 et plus de 400 μm^2) respectivement pour les échantillons droits et arrondis. À titre de comparaison, les fibres de carbone mises en œuvre dans les pièces étudiées ont un diamètre de 7 μm , ce qui correspond à une surface de 38,5 μm^2 . Les taux volumiques de porosité globaux mesurés précédemment sont rappelés.

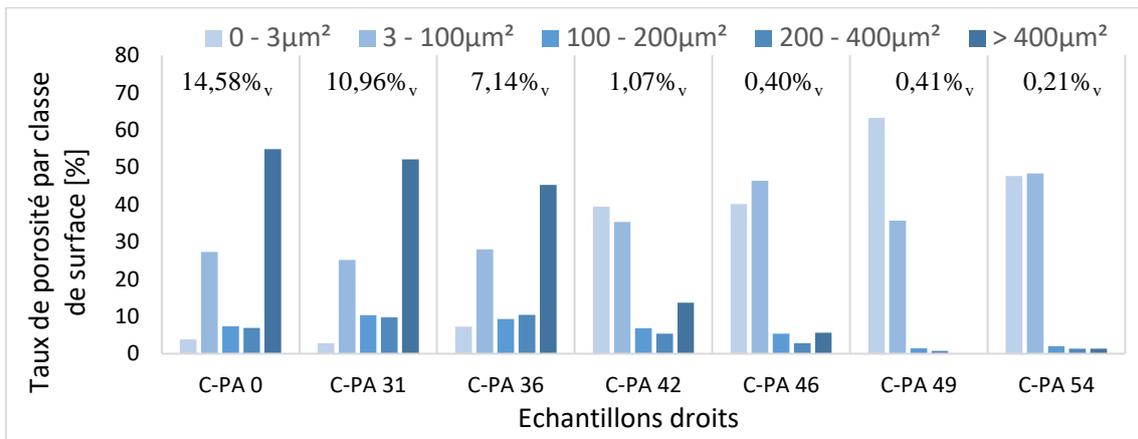


Figure 87 : Représentation des taux volumiques de porosité par classe de taille de pores pour les parties droites des sept échantillons.

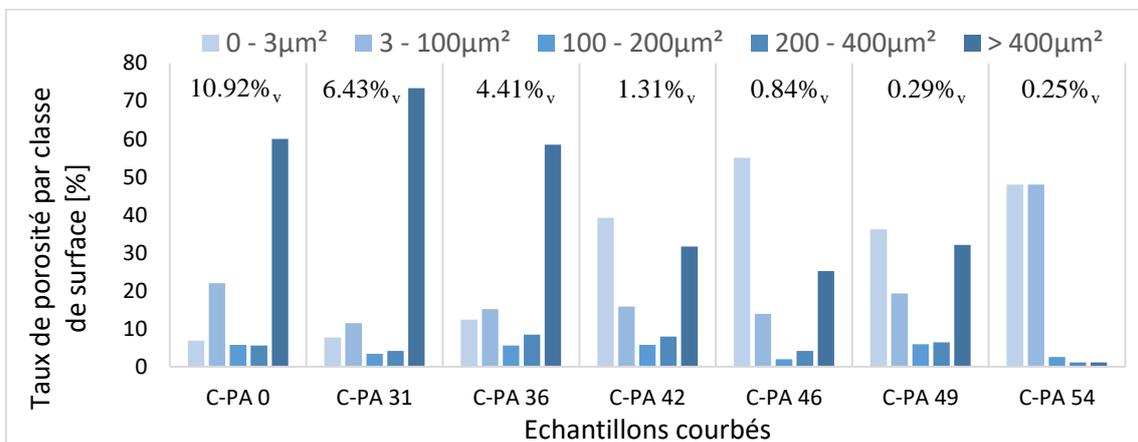


Figure 88 : Représentation des taux volumiques de porosité par classe de taille de pores pour les parties courbées des sept échantillons.

Dans les Figure 87 et Figure 88, il est possible d'observer que, plus le taux de compression augmente, plus la proportion de porosités de grandes dimensions tend à diminuer, et plus la proportion de pores de faibles dimensions augmente. Ce résultat est cohérent par rapport à ce qui a été observé précédemment, étant donné que l'augmentation du taux de compression tend à diminuer la taille et le contenu de la porosité. Les résultats relatifs aux dimensions de porosité pour l'échantillon C-PA0 sont cohérents avec les observations faites antérieurement dans la Figure 81. Les porosités de grande taille sont probablement principalement des porosités extra-torons ; et celles de petite taille

des intra-torons. Dans l'ensemble, les échantillons arrondis présentent des proportions plus importantes de pores de grandes dimensions. Ce point est également valable pour les échantillons fortement consolidés C-PA 42, 46 et 49 et ce malgré des taux volumiques de porosité très proches. Plusieurs pistes permettent d'expliquer ces résultats. Compte tenu du faible taux de porosité présent dans ces échantillons, il est important de noter que la présence de quelques porosités de grande taille peut avoir un impact conséquent sur la proportion de cette classe de surface. Il est envisageable que ces écarts entre parties droites et courbées soient liés à une différence dans le procédé de mise en forme. Par le moyen de chauffe utilisé (four à convection) et la géométrie de l'outillage, les variations thermiques sont exclues. Il est probable que ce point soit rattaché à des variations dans l'application de la pression sur la matière dans ces régions. Les jeux d'outillage et la formation de bavures peuvent être en cause. Un outillage moins ajusté a la capacité de conduire à une formation de bavures plus conséquente, qui amène à l'application d'une pression plus faible sur la matière puisque qu'une partie de l'effort s'applique sur les bavures. Outre ces aspects, il est à noter que, pour les échantillons fortement consolidés, la plupart des porosités présentent des dimensions inférieures à $100\mu\text{m}^2$. De plus, la surface totale de ces classes de porosités est plus faible dans les échantillons fortement consolidés que dans les échantillons faiblement consolidés. Toutes les classes de porosité ont tendance à diminuer en termes de surface totale. Ces aspects permettent de conclure que le procédé de thermocompression a un impact sur les porosités de petites dimensions et de grandes dimensions. Une partie de ces porosités de petites dimensions est évacuée lors de la thermocompression. Il est également notable que les classes de surface $3\text{-}100\mu\text{m}^2$ et $100\text{-}200\mu\text{m}^2$ soient peu représentées dans les échantillons. Leur proportion est inférieure à 10% des porosités pour tous les échantillons étudiés. Ces deux classes de surface de porosités varient peu d'un échantillon à un autre. Cette perspective donne lieu de dire que la réduction de taille des pores se fait sans transition : les pores de grandes dimensions sont soit directement évacués, soit réduits à de faibles dimensions directement. Maintenant que les résultats sont présentés et discutés, les conclusions de cette étude vont être rappelées.

v. Discussions

L'objectif de cette étude est principalement d'observer l'impact du taux de mise en forme sur les propriétés des produits. En tout, sept bielles présentant différents niveaux de consolidation sont étudiées, depuis la préforme imprimée (non formée) qui présente des taux de porosité importants de l'ordre de 11-14%_v jusqu'aux pièces fortement consolidées qui montrent des rapports de porosité de l'ordre de 0,25 %_v. Deux types d'échantillons sont prélevés sur les éprouvettes de forme oblongue, un dans la partie droite et un autre dans la partie arrondie afin de voir l'incidence de la géométrie sur les propriétés locales des pièces. Les résultats expérimentaux associés à ces essais sont scindés en deux parties principales. La première porte sur l'analyse du processus et des données de fabrication avec notamment l'étude du procédé d'impression 3D et des préformes composites en résultant. Ces résultats permettent de décrire :

- La présence de porosité inter et intra-torons respectivement associée au procédé d'impression 3D et à la matière première mise en œuvre.
- La modification géométrique du filament composite lors de l'impression.
- Des décalages de position sur les filaments déposés.
- La bonne répétabilité du procédé de fabrication.

L'étude du procédé de thermocompression comprend :

- La définition du taux de mise en forme idéal et la validation partielle des hypothèses posées.

- La quantification de l'impact du taux de mise en forme sur la formation de bavures et sur le remplissage de l'outillage. Les conditions de fabrication conduisent à la formation de bavures conséquentes, jusqu'à 16%_m de la masse engagée, pour des niveaux de consolidation élevés.

La seconde partie de cette étude porte sur l'analyse de la microstructure des échantillons réalisés avec notamment :

- Le taux volumique de fibres.
- Le taux volumique de porosité.
- La taille maximale des porosités.
- La surface des pores triées en plusieurs classes.

Ces travaux montrent les conclusions suivantes, concernant les valeurs de taux volumique de fibres et de porosité :

- Le rapport fibres/matrice est peu impacté par le taux de mise en forme et par le procédé de thermocompression tel qu'il est mis en œuvre. Ce point est validé par l'étude du taux volumique de fibres dans la matière (hors porosité).
- L'augmentation du taux de compression tend à réduire le taux de porosité présent dans les pièces. Les valeurs mesurées passent d'environ 14%, pour les préformes imprimées à des taux de porosité très faibles, allant jusqu'à 0,2%. Cet aspect témoigne de l'impact conséquent du procédé de mise en forme sur la porosité des produits réalisés.
- Des variations existent entre les échantillons provenant des parties droites et courbées.

En ce qui concerne l'évolution des dimensions des porosité en fonction du taux de mise en forme, deux paramètres sont pris en compte. Il s'agit de la dimension maximale des pores et de leur surface, représentées par la proportion du taux de porosité total avec un classement dans différentes classes. Les résultats permettent de faire les conclusions suivantes :

- L'augmentation du taux de mise en forme tend à réduire la taille des pores.
- En ce qui concerne l'observation des différentes classes de surface des pores, la proportion de celles ayant de grandes dimensions diminue avec l'augmentation du taux de mise en forme. La proportion de porosités de faibles dimensions tend, quant à elle, à augmenter.
- Les classes intermédiaires des surfaces de pores sont dans l'ensemble peu représentées. Cet aspect témoigne de l'absence d'étape de transition lors de l'évacuation des pores : ils sont probablement évacués directement ou réduits à des dimensions très faibles.

Cette étude a permis de lier la commande en déplacement ou le taux de compression défini lors de la thermocompression à diverses propriétés des produits réalisés. Les micrographies réalisées donnent une image de la microstructure de la matière à différentes étapes du procédé de mise en forme. Il s'agit d'une phase vers la compréhension des déplacements de matière. Pour compléter ces résultats, une seconde étude portant sur les interactions produit-processus de fabrication est présentée. Il s'agit d'une étude de répétabilité portant sur le même processus de fabrication mis en œuvre et dans des conditions très similaires. Ces travaux ont donné lieu à la publication d'un article : « Effect of processing parameters on properties of printed and consolidated thermoplastics composites » publié en 2022 dans le « Journal of Reinforced Plastics and Composites » [119].

C. Étude de Répétabilité

i. Objectifs

L'objectif de cette étude de répétabilité est d'analyser la variabilité associée au processus de fabrication EPITHER pour la réalisation de produits composites. L'étude porte sur différents aspects relatifs aux préformes et aux échantillons mis en forme, comme :

- La géométrie, les dimensions et la masse des préformes.
- La géométrie, les dimensions et la masse des échantillons après mise en forme.
- La microstructure des échantillons.
- Les propriétés élastiques des échantillons.

L'intérêt de l'étude de ces aspects est de statuer dans quelle mesure il est possible de considérer comme représentatifs, des résultats relatifs à un faible nombre d'échantillons pour les quatre classes de paramètres pris en compte. Ce point est nécessaire dans les travaux de recherches expérimentales, notamment lorsque la réalisation d'essais est longue et coûteuse. La variabilité de certaines méthodes d'analyse est également étudiée. Un protocole expérimental permettant de répondre à ces besoins est mis en place. La configuration du processus étudié est similaire à celle décrite précédemment dans la partie B de ce chapitre : « Essais interrompus ». Cet aspect rend l'étude de répétabilité valable pour la qualification des résultats décrits en amont et en aval.

ii. Méthode

Dans cette partie, la méthode mise en œuvre pour la réalisation, le contrôle et l'analyse des échantillons dans le cadre de l'étude de répétabilité portant sur le processus de fabrication, les produits en résultant ainsi que les méthodes d'analyse étudiées, sont mis en avant. Dans un premier temps le protocole de fabrication des échantillons est décrit. Dans un second temps, le protocole d'analyse des préformes, puis celui des pièces finies, sont présentés.

a) Protocole de fabrication

Le protocole de fabrication conduit à la fabrication d'un total de 21 échantillons en PA12/CF continues. Le protocole de fabrication mis en œuvre ici présente de faibles différences avec celui de la partie B. Ces différences portent principalement sur la mise en application du procédé de thermocompression. Concernant le reste du protocole d'essai, les moyens techniques, la matière employée et les paramètres procédés utilisés sont :

- Les préformes imprimées en PA12/CF continues KEPLER. La matière première est décrite dans le chapitre 2. B. ii. Cette dernière est très similaire de celle utilisées pour les essais interrompus détaillés dans le chapitre 4. B.
- Le paramètre procédé pour l'impression 3D sont décrits en détail dans le cadre du protocole de fabrication des échantillons pour les essais interrompus en partie B. ii. a) en page 151 de ce même chapitre. Le système d'impression utilisé est le CarbonKit®
- Le matériel utilisé pour la thermocompression est également décrit en partie B. ii. a) de ce chapitre. L'outillage V1 pour bielle alpha est employé. Des éléments d'outillage supplémentaires sont utilisés afin de réaliser des mises en forme sur cale.

Maintenant le matériel utilisé est connu, la suite porte sur la description du protocole de fabrication. La thermocompression des préformes composite s'effectue selon trois protocoles de mise en forme différents. Ces derniers sont proches ; seule la course de mise en forme appliquée varie. Trois

valeurs de courses sont appliquées, l'objectif est d'obtenir des éprouvettes présentant trois niveaux de consolidation différents. Ainsi, il est possible d'étudier la répétabilité du processus de fabrication pour trois conditions de fabrication distincts. Le protocole de thermocompression est le suivant.

- Mise en forme sur cales, utilisation de trois cales de hauteurs différentes de sorte à obtenir des échantillons plus ou moins consolidés. Les cales permettent de garantir la bonne côte en épaisseur sur les éprouvettes.
- Réalisation d'un total de 7 échantillons par type de cale.
- Application d'un protocole de mise en forme très similaire (équipement de mise en forme, imprimante 3D CarbonKit®, outillage V1...). La température de mise en forme est définie à 220°C (réduite par rapport aux essais interrompus : 250°C).
- Acquisition de l'effort et du cycle thermique appliqué lors de la thermocompression.
- Ébavurage des pièces après mise en forme.

Le choix d'effectuer des mises en forme avec des cales résulte de la volonté de négliger les incertitudes associées au guidage de la presse et de la commande en déplacement. Les trois types de cales utilisées lors de la mise en forme conduisent à l'obtention de trois types d'échantillons présentant des épaisseurs et des niveaux de consolidation différents :

- Type *L* (Low consolidation) épaisseur visée : 11,80mm.
- Type *M* (Medium consolidation) épaisseur visée : 10,50mm. Le taux de consolidation défini pour ce type d'échantillon correspond au taux de consolidation « idéal » T défini précédemment dans l'équation (49).
- Type *H* (High consolidation) épaisseur visée : 9,30mm.

Le protocole de fabrication des éprouvettes étant défini, le protocole d'analyse des éprouvettes est maintenant décrit.

b) Contrôle des préformes imprimées

Cette partie décrit le protocole d'analyse mis en œuvre pour l'exploitation des échantillons fabriqués dans le cadre des essais de répétabilité. Après impression 3D, des préformes composites sont pesées. L'intérêt de ces mesures portant sur les préformes imprimées est principalement de vérifier dans quelle mesure ces dernières sont répétables. Il est également possible de déterminer l'incertitude de masse de matière intégrée dans l'outillage. Ces mesures de masse sont également prises en compte dans l'étude de répétabilité de sorte à qualifier le système d'impression 3D utilisé.

c) Contrôle et analyse des échantillons après mise en forme

Les pièces finies, résultant de l'intégrabilité du processus de fabrication, passent par les étapes de contrôle ou d'analyse suivantes. Dans un premier temps, comme pour les préformes imprimées, les pièces finies sont amenées vers une étape de mesure des dimensions et de la masse :

- Mesure de la masse des échantillons avant et après ébavurage.
- Scan 3D des pièces et analyse des dimensions selon le protocole décrit dans le chapitre 2. D. vi. en page 105.

Une fois ces mesures réalisées, les échantillons sont séparés en deux lots qui vont subir des protocoles d'analyse différents. Le premier vise à la caractérisation de la microstructure des produits composites. Le protocole d'analyse associé est décrit dans le chapitre 2. D. iii. en page 98. Dans le cadre de ces essais, ce dernier conduit à :

- La réalisation d'un total de neuf échantillons soit trois pour chaque type d'éprouvette.
- La réalisation d'une macrographie représentant la section complète des échantillons en réalisant un assemblage de micrographies.
- Au traitement des micrographies pour la mesure des taux de fibres et de porosité.
- L'exploitation des gradients de taux de fibres et de porosité à partir des mêmes macrographies. L'exploitation des macrographies pour l'analyse des gradients passe tout d'abord par une étape de découpage en différentes zones de la surface étudiée. La découpe des macrographies est réalisée avec un nombre de zones différents en fonction du type d'échantillon puisque ces derniers ne présentent pas la même épaisseur. Les zones d'études mesurent environ 0,4mm par 0,4mm, ces dimensions sont les mêmes pour tous les échantillons, seul leur nombre varie. Le nombre de zones pour les différents types d'éprouvettes sont les suivants :
 - Type H, 23 zones par 10.
 - Type M, 26 zones par 10.
 - Type L, 29 zones par 10.

Le second lot d'échantillons est intégré dans une démarche de caractérisation des propriétés élastiques. La méthode utilisée pour la caractérisation mécanique de ces échantillons est celle d'identification inverse développée dans le chapitre 3. La configuration d'essai utilisée est celle mettant en œuvre des jauges de déformation. Un total de 8 échantillons sont instrumentés pour l'étape de caractérisation. Quatre échantillons de type H et de type M sont réalisés, puis instrumentés afin d'être intégrés dans cette démarche de caractérisation. Les échantillons de type L présentent un niveau de consolidation faible et leur état de surface médiocre rend difficile l'implantation de jauges de déformation. Pour cette raison, ce type d'éprouvette est exclu de la démarche de caractérisation. L'exploitation des échantillons et leur analyse sont résumées dans le schéma Figure 89.

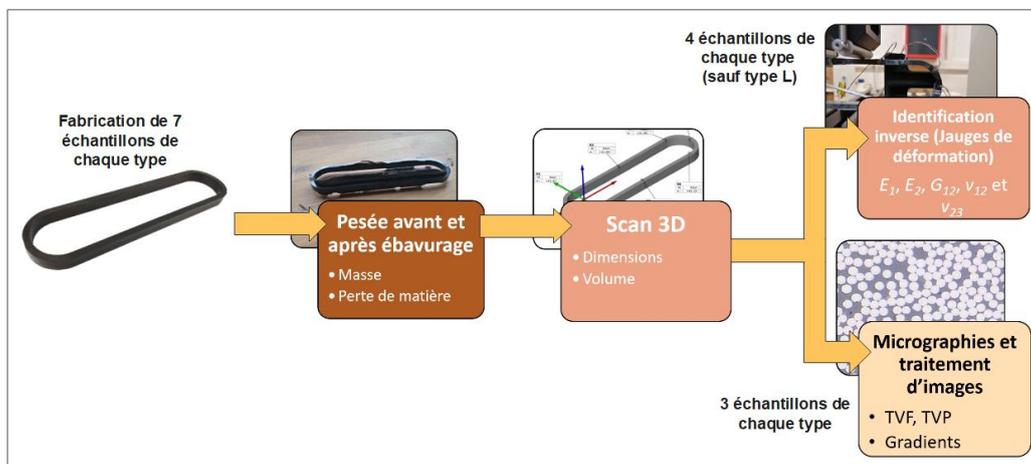


Figure 89 : Résumé du protocole d'analyse mis en œuvre pour l'analyse des échantillons.

iii. Résultats expérimentaux

a) Masse des préformes composites

L'objectif ici est de qualifier la répétabilité du procédé d'impression 3D sur la masse de matière déposée. Pour compléter ces données, il est possible d'utiliser les données présentées précédemment dans le Tableau 22. Les masses obtenues présentent une valeur moyenne de 22,78g et un écart-type de 0,21g. La variabilité du procédé d'impression 3D est satisfaisante, l'écart-type représente environ

0,9% de la masse totale de matière mise en œuvre pour la réalisation des préformes. Ces données sont comparées par la suite avec celles relatives au second système d'impression employé dans ces travaux.

b) Masse, Perte de matière et Volume

Comme dit précédemment dans le protocole d'analyse, les échantillons sont scannés en 3D et pesés après leur ébavurage. Le but ici est d'étudier les résultats et la répétabilité des diverses dimensions, masses et volumes et également de déduire la perte de matière par ébavurage. Ce dernier paramètre correspond à la différence entre la masse engagée dans le procédé de thermocompression, donc celle de la préforme, et celle de l'échantillon après ébavurage. Cet élément est ensuite rapporté à la masse de la préforme. Ainsi, la perte de matière correspond au pourcentage de la masse engagée perdue lors de l'ébavurage. En ce qui concerne les préformes, les données sont enrichies avec les préformes du même type, imprimées pour d'autres travaux. Le volume est déterminé à partir des scans 3D réalisés pour la mesure des dimensions. Le Tableau 26 présente les données brutes mesurées pour les trois types d'échantillons considérés. Le Tableau 27 décrit les valeurs moyennes et l'écart-type pour les différents types d'échantillons et pour les trois paramètres étudiés ici. Les résultats détaillés dans les deux tableaux suivants sont analysés par la suite.

Tableau 26 : Masse, évacuation de matière et volume des échantillons après mise en forme et ébavurage.

Type d'échantillon	H1	H2	H3	M1	M2	M3	L1	L2	L3
Masse finale [g]	20,13	20,29	20,22	22,44	22,34	22,09	22,46	22,84	22,89
Perte de matière [g]	2,77	2,38	2,58	0,26	0,29	0,34	0,04	0,05	0,05
Volume [mm³]	14062	13999	14021	15516	16051	15454	17728	17994	18090

Tableau 27 : Valeurs moyennes et écarts-types par type de pièces relatifs aux résultats du Tableau 26.

	Type d'échantillon	H	M	L
Valeur moyenne	Masse finale [g]	20,21	22,29	22,73
	Perte de matière [g]	2,58	0,30	0,05
	Volume [mm³]	14027	15674	17937
Écart-type	Masse finale [g]	0,08	0,18	0,24
	Perte de matière [g]	0,131	0,029	0,004
	Volume [mm³]	32	328	188

- **Masse**

Les échantillons de type H, M et L présentent des masses moyennes respectives de l'ordre de 20,21g, 22,29g et 22,73. Les écarts-types sont respectivement de 0,08g, 0,18g et 0,20g. En moyenne, ils représentent respectivement 0,4%, 0,8% et 1,0% des masses mesurées pour les trois types d'échantillons. Il est intéressant de noter que ce dernier paramètre est plus faible pour les échantillons types H alors qu'une quantité de matière plus importante est évacuée lors de la mise en forme puis ébavurée. Il est à noter que plus la commande en déplacement est importante, plus la variabilité associée à la masse est faible. Pour expliquer cette dernière conclusion, il est important de mettre en avant l'écart-type pour les échantillons de type L, très proche de celui déterminé précédemment pour les préformes. Par conséquent, il est probable que l'évacuation de matière intervenant lors de la mise en forme permette de rattraper les faibles écarts de masse liés à l'impression 3D. Pour conclure, la masse des échantillons présente peu de variabilité. Cet aspect témoigne de la bonne exécution de la commande en déplacement réalisée sur cales, et du peu d'incertitudes associées à l'enlèvement des bavures. Pour compléter ces résultats, la perte de matière est maintenant analysée.

- **Perte de matière**

En ce qui concerne la perte de matière par ébavurage résultant de la thermocompression des préformes composites, les résultats suivants sont obtenus. Les valeurs moyennes de la perte de matières sont de 2,58g, 0,30g et 0,05g soit 11,3%, 1,31% et 0,20% de la masse engagée, et ce respectivement pour les échantillons H, M et L. L'objectif des commandes en déplacement appliquées est atteint au vu des pertes de matières. Les échantillons de type H présentent des bavures conséquentes du fait du fort taux de mise en forme appliqué. Comme prévu, les échantillons H et L exposent une évacuation de matière faible. L'écart-type entre les différents échantillons d'un même type sont de 0,131g, 0,029g et 0,004g, et ce, respectivement, pour les échantillons de type H, M et L. Les écarts-types relatifs sont de l'ordre de 5% pour le type H et de 10% pour les échantillons de type M et L. Ces valeurs sont faibles et, la masse des bavures varie relativement peu. Par ailleurs, elle est relativement négligeable par rapport à l'incertitude de la masse de matière engagée dans l'étape de thermocompression.

- **Volume**

Le volume des échantillons est maintenant étudié. Concernant les écarts-types relevés, les valeurs sont de 32mm³, 328mm³ et 188mm³ soit, en relatif, 0,23%, 2,09% et 1,04% respectivement, pour les échantillons H, M et L. À nouveaux, ces variations de volume sont relativement faibles, ce qui laisse supposer que les dimensions et en particulier l'épaisseur sont également bien répétables. Les dimensions des échantillons sont étudiées par la suite.

- **Masse volumique**

Maintenant que le volume et la masse des échantillons sont mesurés, il est possible d'estimer leur masse volumique. Les échantillons de type H, L et M présentent une masse volumique respective de 1,44g.cm⁻³, 1,42g.cm⁻³ et de 1,27g.cm⁻³. En comparaison, la masse volumique théorique donnée pour ce type de matériau est indiquée dans la Figure 32 et elle vaut 1,405g.cm⁻³. Ces variations de masse volumique entre les différents échantillons peuvent indiquer la présence de porosités, notamment dans les échantillons présentant les masses volumiques les plus faibles. Le faible écart entre les échantillons H et M indique que leur taux de fibres et de porosité est probablement assez proche. Il est à noter que ces deux valeurs sont proches, mais supérieures, à la valeur théorique. Cela confirme le probable faible taux de porosité présent dans ces échantillons. Concernant les échantillons de type L, il est très probable qu'ils affichent un taux de porosité bien plus conséquent. Ces estimations de la masse volumique des échantillons sont comparées par la suite avec celles déterminées à partir de la masse volumique théorique des deux composants et des taux de fibres et de porosité mesurés expérimentalement. Maintenant que ces différents paramètres sont étudiés, les dimensions des échantillons sont analysées.

c) Dimensions

Le protocole d'analyse décrit précédemment conduit à l'obtention d'un grand nombre de dimensions permettant de caractériser les éprouvettes de type bielle alpha. Des données sont disponibles pour 6 échantillons de type H, 5 de type M et 4 de type L. Pour rappel, l'ensemble des paramètres géométriques mesurés sont décrits en détail dans le Chapitre 2, D. v. et notamment dans la Figure 55. Ici les paramètres géométriques pris en compte sont :

- L'épaisseur h et la largeur b , à huit emplacements sur les échantillons.
- La distance entre les deux parties droites, à trois emplacements : I_1 , I_2 et I_3 .
- La distance L entre l'intérieur des deux parties courbées.

L'analyse de ces données se fait en trois étapes. Dans un premier temps, les échantillons sont étudiés individuellement. Les paramètres mesurés à plusieurs emplacements de l'échantillons sont comparés entre eux. Dans un deuxième temps, les échantillons du même types sont mis en parallèle afin de qualifier la répétabilité dimensionnelle de ces derniers. Dans une troisième et dernière étape, l'étude porte sur la comparaison des différents types d'échantillons entre eux, afin de qualifier l'éventuel impact du taux de mise en forme sur la géométrie des pièces. Le Tableau 28 présente les données relatives aux mesures de l'épaisseur et de la largeur des échantillons aux huit emplacements considérés. Les données présentées sont la valeur moyenne déterminée à partir de l'ensemble des mesures, ainsi que la moyenne des écarts-types, correspondant à la valeur moyenne des écarts-types déterminée à partir des mesures de dimensions relevées aux huit emplacements sur les échantillons individuellement. La valeur nominale de l'épaisseur pour les trois types d'échantillons est rappelée.

Tableau 28 : Valeurs moyennes pour l'épaisseur et la largeur des bielles et moyenne des écarts-types déterminée à partir des valeurs mesurées aux huit emplacements considérés.

		Type H	Type M	Type L
Epaisseur h [mm]	Valeur nominale	9,30	10,50	11,80
	Valeur moyenne	9,32	10,54	11,81
	Moyenne des écarts-types	0,05	0,04	0,03
	Moyenne des écarts-types [%]	0,57	0,34	0,24
Largeur b [mm]	Valeur moyenne	4,13	4,08	4,07
	Moyenne des écarts-types	0,04	0,06	0,12
	Moyenne des écarts-types [%]	0,87	1,38	2,95

Tout d'abord, concernant les résultats du Tableau 28, il est à noter que l'épaisseur moyenne mesurée est proche de la valeur nominale, qui correspond à la commande en déplacement, imposée par les cales. La moyenne des écarts-types donne une indication quant à la variation de l'épaisseur et de la largeur dans un échantillon d'un même type. Pour l'épaisseur h , cet écart-type représente respectivement 0,05mm, 0,04mm et 0,03mm pour les échantillons de type H, M et L. Ces valeurs représentent moins de 0,5% de l'épaisseur totale mesurée. Pour conclure, l'épaisseur des échantillons présente peu de variabilité. En ce qui concerne la largeur b des échantillons, la valeur nominale est de 4mm. Les valeurs moyennes relevées sont supérieures d'environ un dixième de millimètre par rapport à la valeur nominale. Par rapport à la variabilité de ce paramètre, en moyenne, l'écart-type dans un même échantillon est de 0,04mm, 0,06 et 0,12mm, dans les échantillons de type H, M et L. Cela représente 0,87%, 1,38% et 2,95% de la valeur moyenne. Dans l'ensemble les variations restent faibles. Toutefois, le niveau de consolidation des pièces joue sur ce paramètre. Les échantillons de type L présente des variations plus importantes. Cela peut être lié au faible niveau de consolidation de ces échantillons. En effet, ces éprouvettes montrent un état de surface rugueux qui indique que l'outillage n'a pas été comblé durant la mise en forme. Ce point peut impliquer la présence de variations géométriques locales.

Maintenant que les variations de l'épaisseur et de la largeur relevées aux différents emplacements des mêmes pièces sont discutées, l'étude porte sur la comparaison des échantillons de même type. Le Tableau 29 présente la valeur nominale des différents paramètres géométriques, que les valeurs moyennes pour chaque type d'échantillon et les valeurs pour h et b sont rappelées. Les écarts-types comparant les différents échantillons d'un même type sont également détaillés.

Tableau 29 : Paramètres géométriques, valeurs nominales et moyennes. Écart-types entre les différents échantillons d'un même type.

		<i>L</i>	<i>l1</i>	<i>l2</i>	<i>l3</i>	<i>b</i>	<i>h</i>
	Valeur nominale	158	33	33	33	4	Variable
Type H	Valeur moyenne	158,38	32,73	31,83	32,70	4,13	9,32
	Écart-type	0,02	0,03	0,05	0,04	0,01	0,06
	Écart-type [%]	0,01	0,09	0,17	0,12	0,21	0,62
Type M	Valeur moyenne	158,42	32,67	31,89	32,76	4,08	10,54
	Écart-type	0,04	0,04	0,07	0,01	0,03	0,05
	Écart-type [%]	0,03	0,12	0,21	0,02	0,73	0,51
Type L	Valeur moyenne	158,35	32,71	32,18	32,82	4,07	11,81
	Écart-type	0,01	0,05	0,08	0,01	0,04	0,01
	Écart-type [%]	0,01	0,14	0,26	0,03	0,88	0,11

Tout d'abord, en ce qui concerne la variabilité des différents paramètres géométriques par type d'échantillon, les écarts-types relevés sont faibles, avec une valeur maximale relevée de 0,08mm pour le paramètre *l2*. En faisant la moyenne de l'ensemble des écart-types, la valeur de 0,04mm est obtenue. Ce point témoigne de la bonne répétabilité des échantillons d'un même type. Ainsi il est possible de conclure, que, pour le processus de fabrication et les configurations étudiées ici, les échantillons présentent une bonne répétabilité dimensionnelle. Cette même conclusion est applicable pour les trois types d'échantillons considérés. Les valeurs mesurées sont maintenant comparées à celles nominales afin de qualifier la précision dimensionnelle. Avant de s'intéresser à ce point, il est important de spécifier que l'outillage de mise en forme utilisée est contrôlé en amont. Un scan 3D de l'outillage monté est réalisé ; ce dernier présente des cotes très proches des valeurs nominales décrites dans le Tableau 29 avec des écarts de l'ordre de 0,01mm. Ceux entre les valeurs mesurées et moyennes sont probablement liés au procédé de fabrication, aux retraits, aux dilatations de la matière mise en œuvre ou de l'outillage, ou encore aux déformations associées aux contraintes résiduelles présentes dans les pièces. Les paramètres géométriques tels que *L* et *h*, sont proches de la valeur nominale. La largeur *b* présente des valeurs légèrement supérieures à celle nominale avec jusqu'à +0,13mm en moyenne pour les échantillons de type H. Pour les distances entre les parties droites *l1*, *l2* et *l3*, les tendances sont différentes. Les valeurs mesurées sont inférieures à celle nominales. Ce point indique un gauchissement des échantillons. En prenant exemple sur les échantillons de type H, les distances entre les parties droites *l2* et *l3* présentent à la jonction entre les parties droites et les courbées indiquent une valeur d'environ 32,7mm. La distance entre les deux parties droites à leur centre *l1* présente une valeur d'environ 31,8mm impliquant une différence de l'ordre de 0.9mm. Cet écart indique des courbures présentes sur les parties droites des échantillons. La cause de ces courbures est probablement l'effet « Spring-in » décrit précédemment dans le chapitre 1. D. iii. et notamment en Figure 11. Cet aspect explique la déformation et la formation de CR dans des pièces courbées avec les différences de coefficient de dilatation thermique intervenant dans les matériaux anisotropes. Dans le cas décrit ici, les échantillons étudiés sont constitués d'un composite UD, dont l'orientation de la matière suit la géométrie courbée de la pièce. L'observation de courbures sur les parties droites des échantillons est probablement la conséquence de la déformation des parties courbées. Cet aspect est confirmé lors de la découpe des échantillons, les contraintes résiduelles se relâchent et les parties droites tendent à se déplacer vers l'intérieur de la forme oblongue. Une méthode permettant de qualifier ces contraintes résiduelles est mise au point et, elle est présentée dans le chapitre 2. D. vi. Cette dernière n'est mise en application dans ce chapitre. Toutefois, elle donne des détails sur les phénomènes observés. La Figure 56 illustre la déformation des bielles après

découpe. Pour conclure quant à la géométrie et aux dimensions des échantillons, ces derniers présentent une bonne répétabilité d'une pièce à l'autre. Les mêmes conclusions sont faites à propos des dimensions de même nature mesurés sur un même échantillon tel que l'épaisseur et la largeur mesurées à huit emplacements de l'éprouvette. L'analyse des données a également permis de mettre en évidence de légers écarts entre les valeurs mesurées et nominales. La principale variation géométrique identifiée est la courbure des parties droites, un défaut géométrique qui est à prendre en compte dans l'exploitation des échantillons. Maintenant que la géométrie et les dimensions des pièces sont décrites et analysées, la suite des travaux porte sur l'exploitation des micrographies réalisées, et sur l'étude de la microstructure.

d) Taux de fibres et de porosité

Cette partie porte sur la description et sur l'analyse des données résultant du traitement de trois échantillons de chaque type considéré. Comme décrit précédemment dans la partie méthode, un total de trois mesures successives du taux de fibres et de porosités est réalisé sur chacune des micrographies à disposition. L'objectif de cette démarche est de qualifier la répétabilité de la méthode de mesure, en plus de la répétabilité du procédé de fabrication. La Figure 90 donne un aperçu de l'aspect de la macrostructure des trois types d'échantillons réalisés.

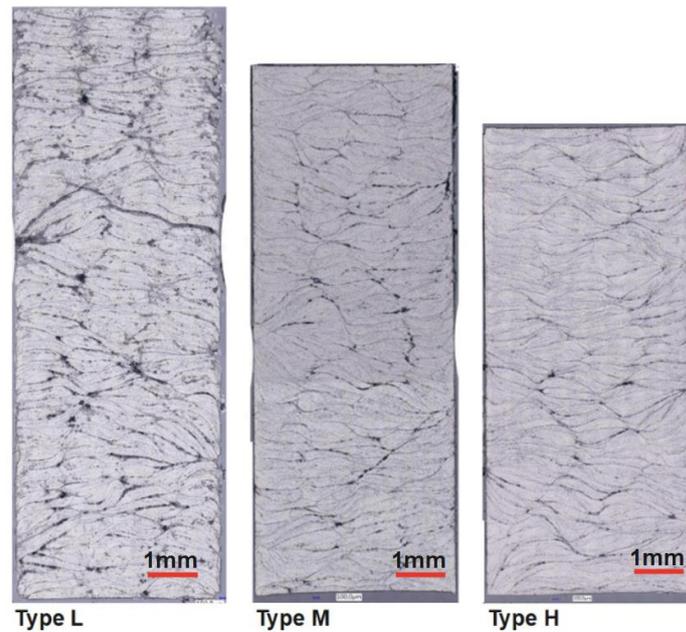


Figure 90 : Macrographies pour les sections complètes d'échantillons de type L, M et H.

La Figure 90 permet d'observer différents aspects. Tout d'abord, la micrographie pour l'échantillon de type L met en évidence un contour rugueux, ce qui témoigne du fait que l'outillage n'est pas comblé dans son intégralité. Les trois macrographies mettent en avant la présence de porosités, elles sont moins conséquentes sur les échantillons de type H. Des zones de forte concentration de matrice TP sont à nouveau visibles à la jonction entre les différents torons. Ce dernier point permet de visualiser facilement les torons, et d'observer l'évolution de la microstructure. Deux aspects sont apparents sur les macrographies, le premier étant la réorganisation de la structure initialement établie lors de l'impression 3D. La matière est déposée selon trois rangées de large. Ces dernières sont toujours observables dans la Figure 90 pour les échantillons mis en forme. Toutefois, la matière s'est réorganisée et la structure initialement établie est modifiée. Il est envisageable que cette réorganisation de la matière induise des défauts d'orientations des fibres dans les échantillons. La présence de désorientations de fibres dans les échantillons est confirmée par les observations visuelles

faites directement sur les surfaces extérieures des pièces. Cet aspect est notamment visible sur l'éprouvette de type L illustré en Figure 90. Le second aspect porte sur l'évacuation de la matière. Les macrographies relatives aux échantillons de type H et M mettent en évidence l'évacuation de la matière survenant sur les arêtes vives des échantillons. En effet, des flux de matière sont visibles sur les macrographies. Cet élément peut également être une source de défauts d'orientation des fibres et d'hétérogénéité de la matière. Ces observations faites, les résultats du traitement d'images sont maintenant présentés. Le Tableau 30 détaille les données brutes issue du traitement d'images des différents échantillons considérés et pour les trois mesures réalisées sur chacun. Les échantillons sont décrits comme H1, H2 et H3 pour désigner les trois échantillons de type H étudiés. La même désignation est utilisée pour les deux autres types de pièces.

Tableau 30 : Résultats de traitement d'images des macrographies pour la détermination du taux volumique de fibres et de porosité.

	Type d'échantillon	H1	H2	H3	M1	M2	M3	L1	L2	L3
Taux volumique de fibres [%v]	Mesure 1	56,9	56,8	55,0	55,1	54,9	54,6	48,6	48,2	49,2
	Mesure 2	55,2	55,9	54,7	54,7	54,0	54,0	47,0	47,1	47,0
	Mesure 3	57,9	57,4	53,8	53,9	55,8	55,8	49,4	48,9	46,3
	Moyenne	56,7	56,7	54,5	54,5	54,9	54,8	48,3	48,1	47,5
Taux volumique de porosité [%v]	Mesure 1	1,1	1,5	2,0	2,3	4,3	3,2	10,1	11,8	11,6
	Mesure 2	1,0	1,9	1,4	2,6	3,4	3,2	9,2	12,8	9,6
	Mesure 3	1,8	1,3	1,6	2,2	4,9	2,4	12,6	11,3	12,7
	Moyenne	1,3	1,6	1,7	2,4	4,2	2,9	10,6	12,0	11,3

À partir des résultats du Tableau 30, les données du Tableau 31 sont obtenues. Ces dernières présentent les valeurs moyennes des taux de fibres et de porosité pour les différents types d'échantillons. De plus, les écarts-types moyens déterminés entre les différentes mesures d'un même échantillon, et les ceux obtenus entre les divers échantillons d'un même type sont détaillés. Ces deux données permettent respectivement de qualifier la variabilité associée à la méthode de mesure, et au procédé de fabrication.

Tableau 31 : Valeur moyenne, écarts-types entre mesures et entre échantillons relatifs aux résultats présentés en Tableau 30.

	Type d'échantillon	H	M	L
Taux volumique de fibres [%v]	Valeur moyenne	56,0	54,8	48,0
	Écart-type entre les mesures	0,9	0,8	1,2
	Écart-type entre les échantillons	1,3	0,2	0,4
Taux volumique de porosité [%v]	Valeur moyenne	1,5	3,2	11,3
	Écart-type entre les mesures	0,3	0,5	1,4
	Écart-type entre les échantillons	0,2	0,9	0,7

Les résultats décrits dans le Tableau 30 et dans le Tableau 31 sont maintenant analysés. Cette analyse se fait en plusieurs étapes :

- Analyse des valeurs moyennes du taux de fibres et de porosité puis comparaison des résultats relatifs aux trois types d'échantillons. Étude des écarts-types obtenus avec

les données des échantillons d'un même type, afin de qualifier la répétabilité du procédé de fabrication.

- Exploitation des écarts-types entre les mesures réalisées sur un même échantillon pour qualifier la méthode de mesure.
- Mise en place de la méthode des étendues pour la qualification de la répétabilité de la méthode de mesure mise en place.

Tout d'abord, l'analyse porte sur les valeurs de taux de fibres relevées. Les échantillons de type H, M et L présentent respectivement des estimations de taux volumique de fibres moyen de 56,0%, 54,8%_v et de 48,0%_v. À partir de celles de taux de fibres et de porosité déterminées, il est possible de calculer le taux de fibres hors porosité, ou dans la matière. Les valeurs de ce paramètre sont de 56,8%_v, 56,5%_v et 54,1%_v pour les échantillons de type H, M et L. Ces résultats donnent une indication à propos du taux de fibres présent dans les échantillons, qui est proche de 56%_v en moyenne. Le PA12/CF KEPLER présente un taux de fibres volumique plus important que le matériau PA12/CF APOLLO utilisé précédemment. Ce dernier donne des valeurs de l'ordre de 50%_v. En ce qui concerne le taux de porosité des échantillons, les types H, L et M affichent respectivement les données suivantes : 1,5%_v, 3,2%_v et 11,3%_v. Ces valeurs indiquent bien l'obtention d'échantillons ayant trois niveaux de consolidation distincts. Dans ces conditions, l'objectif des trois commandes en déplacement est par conséquent atteint. Pour résumer ces résultats, les propriétés des différents types d'échantillons sont les suivantes :

- Type H, évacuation de matière conséquente et faible taux de porosité.
- Type M, évacuation de matière modérée et taux de porosité moyen.
- Type L, évacuation de matière faible et fort taux de porosité.

La suite de l'analyse porte maintenant sur les écarts-types relevés pour les échantillons d'un même type. Concernant les mesures du taux volumique des fibres effectuées sur les différents échantillons, les écarts types observés sont compris entre 0,8%_v et 1,2%_v entre les diverses mesures effectuées pour un même échantillon. Ces valeurs correspondent aux incertitudes associées à la méthode de mesure de la teneur en fibres. Concernant le taux volumique de porosité, l'écart-type entre les mesures dépend du niveau de consolidation des échantillons considérés, et il varie entre 0,3%_v et 1,4%_v. Cela représente entre 11% et 20% de la porosité totale mesurée. Il s'agit dans ce cas d'une incertitude conséquente et, il est important de noter que, plus le taux de porosité mesuré est important, plus l'écart-type entre mesures l'est aussi. En comparaison, les écarts types des mesures du taux volumique de fibres représentent entre 1 et 3% de la valeur mesurée. Les mesures du rapport de fibres affichent moins de variabilité que celles du taux de porosité. Ce point peut être expliqué comme suit : la porosité présente des couleurs non uniformes contrairement aux fibres qui, si le polissage est effectué correctement, sont parfaitement blanches. Ces variations de couleurs dans les porosités font que le seuillage peut parfois en exclure une partie et ainsi réduire le taux de porosité mesuré. Pour prendre en compte ces zones manquantes, un outil de remplissage est utilisé pour les combler. Par rapport à la mesure du ratio de fibres, ces étapes supplémentaires tendent à augmenter la variabilité de l'analyse par traitement d'images. En ce qui concerne les écarts-types entre différents échantillons du même type, les résultats suivants ont été observés. Concernant les mesures du ratio de fibres, les écarts types sont compris entre 0,2%_v et 1,3%_v selon le type d'échantillons. Ces valeurs pour les ratios de porosité sont comprises entre 0,2%_v et 0,9%_v. Pour les deux types de mesure, ces valeurs sont faibles et montrent la bonne répétabilité du processus de fabrication. Il est possible de conclure que la réalisation d'une pièce avec ce procédé est répétable à $\pm 1,3\%$ des fibres et à $\pm 0,9\%$ concernant le taux de porosité. Les variations des taux volumiques de fibres et de porosité entre les mêmes types de pièces peuvent être les conséquences de plusieurs facteurs. Il est possible que le

filament utilisé pour fabriquer les préformes affiche des variations dans la teneur en fibres et la porosité. Ces variabilités peuvent se refléter dans les concentrations mesurées dans les pièces finies.

Maintenant que les résultats sont analysés, la méthode des étendues est appliquée. L'objectif de cette dernière est de qualifier la répétabilité du processus de fabrication, et celle associée au système de mesure, ainsi que la variabilité associée à l'échantillon. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet de séparer ces diverses données et de les qualifier individuellement. Dans le cas présent, la notion de reproductibilité n'est pas étudiée, car les mesures ont été effectuées par un seul opérateur. Les paramètres étudiés sont la répétabilité R , la variabilité associée au type d'échantillon Vp et la variabilité totale Vt , regroupant les deux précédents éléments. Le Tableau 32 montre ces données relatives au taux de fibres et de porosité.

Tableau 32 : Résultats pour la répétabilité de la méthode de mesure R , pour la variabilité relative au type d'échantillon Vp et pour la variabilité totale Vt .

	Échantillon	R [%]	Vp [%]	Vt [%]
Taux volumique de fibres	Type H	5,2	6,5	8,3
	Type M	4,6	1,0	4,7
	Type L	6,8	2,4	7,2
Taux volumique de porosité	Type H	1,9	1,1	2,2
	Type M	2,8	5,3	5,9
	Type L	7,7	4,0	8,7

À partir des résultats décrits dans le Tableau 32, les conclusions suivantes peuvent être faites. Dans l'ensemble les solutions obtenus confirment ce qui a été observé précédemment, avec les écarts-types, la variabilité associée aux types d'échantillons est faible. Il en est de même pour la répétabilité caractérisant le moyen de mesure. Plusieurs points sont à noter. Tout d'abord, en ce qui concerne la répétabilité R , pour le taux volumique de fibres, la valeur est assez similaire pour les trois types d'échantillons et la moyenne est de l'ordre de 5,5%. Cela n'est pas le cas pour le taux de porosité. Pour ce dernier paramètre, la répétabilité de la mesure est meilleure pour les échantillons H et M. Ce point peut s'expliquer par le type de méthode de mesure utilisée et la nature des échantillons. En effet, ceux de type L exposent des porosités de grandes dimensions. Ces dernières peuvent présenter une couleur peu uniforme, avec parfois des zones affichant des reflets plus clairs, alors que les porosités ressortent généralement noires. Cet aspect fait que la définition du seuillage peut impacter la valeur du taux de porosité. Le réglage du seuil étant une étape manuelle, la répétabilité en est impactée. Malgré cela, les valeurs sont largement acceptables et le moyen de mesure est jugé répétable. En ce qui concerne la variabilité des échantillons Vp , elle reste faible dans l'ensemble, et elle confirme les précédentes conclusions faites lors de l'analyse des écarts-types. Pour finir, la variabilité totale Vt obtenue est inférieure à 9% pour l'ensemble des cas pris en compte, ce qui est satisfaisant. Maintenant que le taux de fibres et de porosité des échantillons sont analysés, l'étude de la microstructure des échantillons se poursuit avec l'observation des gradients.

e) Gradients dans la microstructure

Comme décrit précédemment dans la partie méthode, les micrographies réalisées sont exploitées pour la mesure du taux de fibres et de porosité mais également pour l'analyse des gradients de ces deux grandeurs. L'analyse de ceux-ci passe par la réalisation de mesures locales des taux de fibres et de porosités. À partir de ces données, il est possible de réaliser un équivalent de la Figure 51 pour l'ensemble des échantillons. Ce type de figure permet d'observer les variations locales du taux

de fibres et de porosité. Outre ces représentations, les graphiques, tels que représentés en Figure 52, permettent d’observer des tendances selon la largeur et l’épaisseur dans la section des échantillons. L’analyse et l’observation de la microstructure réalisée précédemment met en évidence la désorganisation de la matière et les désorientations de fibres présentes. L’étude des gradients de taux de fibres et de porosité peut éventuellement permettre de constater si cette désorganisation de la matière induit des variations locales des propriétés. Diverses données sont analysées pour la qualification des gradients. Pour observer d’éventuels gradients selon l’épaisseur et selon la largeur des échantillons, les mesures de taux de fibres et de porosité sont moyennées par rapport à l’épaisseur (par colonne) et par rapport à la largeur (par ligne). Une régression linéaire est effectuée, et l’étendue associée à la droite obtenue est exploitée. Il s’agit de la pente multipliée par le nombre de zones de mesure. Le choix de la régression linéaire permet de remarquer une variation globale de ces paramètres entre le haut et le bas, ainsi qu’entre la partie intérieure et extérieure de la forme oblongue. Une valeur positive indique un taux supérieur dans la partie basse de l’éprouvette pour l’étude des gradients dans l’épaisseur. Pour ceux dans la largeur, une valeur positive indique un taux supérieur sur l’extérieur de l’échantillon. La Figure 91 donne un aperçu de l’exploitation des données pour l’éprouvette L2.

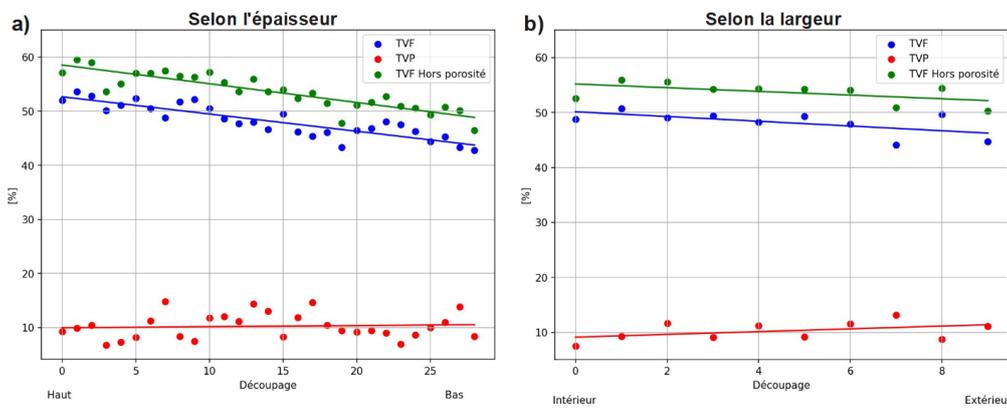


Figure 91 : Gradients du taux de fibres, de porosité et de fibres hors porosité a) selon l’épaisseur et b) selon la largeur pour l’échantillon L2.

Le Tableau 33 présente le TVF, le TFP et le TVP hors porosité selon l’épaisseur et selon la largeur des échantillons. Les résultats relatifs à l’éprouvette L2 décrite en Figure 91 sont également présentés.

Tableau 33 : Variation du TVF, TVP et du TVF hors porosité pour les éprouvettes de différents types.

		H1	H2	H3	M1	M2	M3	L1	L2	L3
Épaisseur : Haut vers bas	TVF [% _v]	-4,8	1,4	2,3	-8,1	-2,8	3,8	3,2	-9,2	12,1
	TVP [% _v]	-1,1	0,6	2,2	-0,8	1,0	0,9	-2,0	0,6	-4,4
	TVF hors porosité [% _v]	-5,5	1,7	3,5	-8,8	-2,3	4,4	2,2	-10,0	11,1
Largeur : Intérieur vers extérieur	TVF [% _v]	-0,2	-2,7	-6,2	4,0	0,0	-4,1	-3,0	-4,3	-3,3
	TVP [% _v]	1,2	0,9	1,5	-2,0	0,2	2,0	0,8	2,5	0,3
	TVF hors porosité [% _v]	0,5	-2,3	-5,4	3,0	0,1	-3,1	-2,8	-3,4	-3,8

À partir des résultats décrits dans le Tableau 33, plusieurs conclusions peuvent être amenées. Tout d’abord, la comparaison entre le TVP et son équivalent en excluant les porosités et à noter. En comparant ces deux paramètres, il apparaît que, pour l’ensemble des éprouvettes, leurs tendances sont similaires. Ce point indique que les gradients de taux de fibres mesurés sont faiblement liés par

la porosité. Toutefois, il est plus pertinent de prendre en compte le TVF hors porosité pour étudier la répartition des fibres dans les échantillons. Ensuite, en ce qui concerne les tendances observées, des gradients sont présents dans les pièces. Pour l'exemple décrit dans la Figure 91, un gradient de TVF conséquent est visible selon l'épaisseur de l'éprouvette. Ce dernier indique un TVF plus important, de l'ordre de 10%_v, sur la partie supérieure de l'échantillon, par rapport à la partie inférieure. Un autre de TVF est également présent entre l'intérieur et l'extérieur de l'échantillon, mais ce dernier est moins marqué. Un gradient de TVP moins marqué est également présent dans cette direction. Malgré la présence de gradients caractérisés dans l'ensembles des échantillons, il est difficile de trouver des tendances communes entre les éprouvettes d'un même type. Concernant le cas des éprouvettes de type L, des gradients similaires sont visibles selon la largeur. Toutefois, selon l'épaisseur, L3 offre des tendances inverses à L2 ; et L1 montre un gradient de TVF moins marqué que les deux autres échantillons. Pour les deux autres types, les mêmes conclusions sont faites : des gradients sont à noter ; mais les tendances et les ordres de grandeur varient d'une pièce à l'autre. Il existe donc une variabilité notable en ce qui concerne la microstructure. Un autre point à mettre en parallèle avec ces résultats est la bonne répétabilité des taux de fibres et de porosité moyens mesurés sur une macrographie. Les éprouvettes présentent les mêmes proportions globales de fibres, de matrice et de porosité ; mais leur répartition dans la section varie. Ces aspects sont relativement surprenants. En effet, le préformage de la matière conduit à l'obtention d'une pièce relativement homogène grâce à la bonne régularité de la dépose. Des variations liées à la qualité de la matière première mise en œuvre sont éventuellement envisageables. Toutefois, il est peu probable qu'elles conduisent à des variations aussi conséquentes. La formation de gradients est alors principalement liée au procédé de thermocompression. Les phénomènes pouvant induire ces gradients sont probablement des déplacements, ou un réarrangement de la matière, liées éventuellement à des relâchements de tensions dans les filaments composites utilisés, ou à l'évacuation de matière. Il reste difficile d'évaluer la cause exacte de ces gradients. Pour compléter ces résultats et ces conclusions, le Tableau 34 est dressé. Ce dernier présente la moyenne absolue par type d'échantillon des valeurs absolues décrites dans le Tableau 33. Ces données visent à comparer les types d'échantillons entre eux.

Tableau 34 : Variations moyennes du TVF, TVP et du TVF hors porosité pour les types d'échantillons.

		Type H	Type M	Type L
Épaisseur	TVF [% _v]	2,8	4,9	8,2
	TVP [% _v]	1,3	0,9	2,3
	TVF hors porosité [% _v]	3,6	5,1	7,8
Largeur	TVF [% _v]	3,0	2,7	3,5
	TVP [% _v]	1,2	1,4	1,2
	TVF hors porosité [% _v]	2,7	2,1	3,3

À partir des résultats décrits dans le Tableau 34, les conclusions suivantes sont faites. Tout d'abord en ce qui concerne les gradients selon l'épaisseur, le gradient de TVP présente des valeurs assez similaires pour les échantillons de type H et M. Le gradient est légèrement plus marqué pour les types L. À propos du TVF, toujours dans cette même direction, il est intéressant de noter que, plus les pièces sont consolidées, moins les gradients sont marqués. Ce point permet de conclure sur l'impact du niveau de consolidation sur la réduction des gradients de taux de fibres. En mettant ces résultats en parallèle avec les données relatives à la formation de bavures lors de la thermocompression, il est possible de conclure sur le fait que cette dernière n'est pas la cause des gradients de TVF observés, puisque les pièces ayant conduit une formation conséquente de bavure présentent les gradients les moins marqués. Pour les gradients selon la largeur, l'ordre de grandeur est similaire pour les différents

types de pièces. Pour les types M et L, les gradients selon la largeur sont moins marqués que ceux calculés selon l'épaisseur. Maintenant que ceux de taux de fibres et de porosité dans la section des éprouvettes sont analysés, la caractérisation mécanique et l'étude des propriétés élastiques sont étudiées.

f) Propriétés élastiques

La suite des travaux porte sur la caractérisation mécanique des propriétés élastiques de ce type d'éprouvette. Les échantillons de type H et M sont pris en compte. Comme dit précédemment, ceux de type L sont exclus de la démarche de caractérisation étant donné leur état de surface peu propice à l'implantation de jauges de déformation. Pour rappel, la méthode de caractérisation mise en œuvre permet de caractériser les cinq propriétés élastiques suivantes : E_1 , E_2 , G_{12} , ν_{12} et ν_{23} . Le module G_{23} est ensuite calculé à partir de l'équation (20). La réalisation d'essais mécaniques et l'application de la méthode inverse pour la caractérisation permet d'obtenir les résultats suivants. Le Tableau 35 présente les résultats de caractérisation obtenus pour les quatre échantillons de type H. La valeur moyenne et l'écart-type, relatif à chaque constante élastique, sont détaillés. Les mêmes résultats et données concernant les échantillons de type M sont illustrés dans le Tableau 36.

Tableau 35 : Résultats de caractérisation relatifs aux échantillons de type H.

	E_1 [MPa]	E_2 [MPa]	G_{12} [MPa]	ν_{12}	ν_{23}	G_{23} [MPa] (déduit)
H1	99718	5765	4201	0,3275	0,3199	3516
H2	96824	6429	5034	0,3814	0,3040	3998
H3	80996	8045	4998	0,4279	0,3016	5018
H4	89837	8392	9401	0,4205	0,3892	4719
Moyenne	91844	7158	5908	0,3893	0,3287	4313
Écart-type	8337	1263	2360	0,0460	0,0412	682
Écart-type [%]	9,1	17,6	39,9	11,8	12,5	15,8

Tableau 36 : Résultats de caractérisation relatifs aux échantillons de type M.

	E_1 [MPa]	E_2 [MPa]	G_{12} [MPa]	ν_{12}	ν_{23}	G_{23} [MPa] (déduit)
M1	91036	6131	3917	0,3680	0,3243	3719
M2	80361	5806	5201	0,4217	0,3577	3385
M3	93311	8399	6056	0,3162	0,3362	5022
M4	90230	4180	4722	0,4249	0,3941	2338
Moyenne	88734	6129	4974	0,3827	0,3531	3616
Écart-type	5733	1738	895	0,0514	0,0306	1107
Écart-type [%]	6,5	28,3	18,0	13,4	8,7	30,6

Les résultats relatifs aux deux types d'échantillons caractérisés sont analysés simultanément. Pour les deux types d'échantillons, les valeurs du module sens fibres E_1 présentent une variabilité globalement plus faible que pour les autres paramètres. Cet aspect s'explique par deux points : le premier est l'incertitude d'identification de E_1 qui est plus faible que pour les autres paramètres. Le second est l'utilisation d'un plus grand nombre de paramètres de sortie pour l'identification de ce module. En effet, la plupart de ces derniers sont sensibles aux variations de E_1 . Ainsi, son identification est moins impactée par d'éventuelles variations locales de propriétés. Mis à part le module E_1 , les

variabilités relevées pour les autres constantes élastiques sont non négligeables. L'ordre de grandeur est similaire pour les types H et M. Les écarts recueillis entre les échantillons d'un même type sont probablement liés à des variations locales des propriétés, présentes ou non, d'une pièce à l'autre. Deux approches décrites précédemment peuvent avoir un lien : il s'agit des désorientations de fibres constatées sur les surfaces extérieures des pièces par l'observation des macrographies Figure 90 et de la partie précédente, avec notamment de l'observation des gradients de taux de fibres non répétables entre les échantillons d'un même type. Ces deux aspects décrivent des variations locales des propriétés matériaux non répétables. Ces dernières induisent des variations locales de propriétés mécaniques. La méthode de caractérisation mise en place ici relève des déformations locales pour caractériser les propriétés élastiques. Il est donc envisageable que la variabilité relevée lors de l'identification des constantes élastiques soit la cause de la présence d'hétérogénéités non répétables entre les échantillons d'un même type. Maintenant que les données brutes pour ces deux types d'échantillons sont analysées, les valeurs moyennes obtenues sont comparées entre elles, et aussi avec celles théoriques, obtenues par homogénéisation. L'obtention de ces valeurs homogénéisées est détaillée dans l'Annexe 8 en page 263. Le Tableau 37 présente ces résultats.

Tableau 37: Comparaison des résultats des échantillons de type H et M entre eux et avec les valeurs homogénéisées.

	E_1 [MPa]	E_2 [MPa]	G_{12} [MPa]	ν_{12}	ν_{23}	G_{23} [MPa] (déduit)
Type H	91844	7158	5908	0,3893	0,3287	4313
Type M	88734	6129	4974	0,3827	0,3531	3616
Écart H/M	3109	1029	934	0,007	-0,024	697
Écart H/M [%]	3,4	14,4	15,8	1,7	-7,4	16,2
Valeur homogénéisé	118568	4242	2909	0,3861	0,3900	2214
Écart homogénéisation/H [%]	-22,5	68,8	103,1	0,8	-15,7	94,8
Écart homogénéisation/M [%]	-25,2	44,5	71,0	-0,9	-9,5	63,3

À partir des résultats dépeints dans le Tableau 37, les conclusions suivantes sont faites. En ce qui concerne l'écart entre les deux types d'échantillons caractérisés, une tendance se dégage. Ceux de type H présentent des modules globalement plus élevés que ceux de type M. Toutefois, ces écarts restent relativement restreints ; et, à la vue des écarts-types relevés dans le Tableau 35 et dans le Tableau 36, ils restent peu significatifs. Le module sens fibres E_1 expose des valeurs très proches pour les deux types d'échantillons. Ce point est cohérent avec les taux de fibres relevés étudiés précédemment. Pour rappel, ces derniers offrent des valeurs très proches pour les deux types d'échantillons, de l'ordre de 56%_v. Afin de conclure sur ce point, les paramètres procédés définis pour la réalisation des éprouvettes de types H et M ont relativement peu d'impact sur les propriétés mécaniques de ces derniers. Du moins, la variabilité entre les échantillons et l'incertitude d'identification de la méthode est significative par rapport à l'impact du procédé de fabrication. Ces conclusions faites, les écarts avec les valeurs homogénéisées sont analysés. Dans l'ensemble, l'ordre de grandeur des constantes élastiques identifiées est respecté. Toutefois, des écarts conséquents sont relevés avec les valeurs homogénéisées. Les conclusions sont similaires pour les deux types d'échantillons caractérisés. Le module E_1 est plus faible d'environ 25% par rapport aux valeurs homogénéisées. À l'inverse, les autres modules ont des valeurs plus importantes. Ces écarts peuvent être expliqués par deux causes. Le premier se rapporte aux lois des mélanges, qui prennent en compte uniquement les propriétés théoriques des composants du composite ainsi que la proportion de chacun. Il est à envisager que les données matériaux utilisés pour l'homogénéisation ne correspondent pas à la réalité du matériau caractérisé. Le second est celui cité précédemment pour expliquer les

écarts-types relevés dans le Tableau 35 et dans le Tableau 36, en l'occurrence les désorientations de fibres. Il est envisageable que les désorientations observées précédemment puisse causer ces écarts, comme pour les écarts-types relevés entre les échantillons d'un même type. La désorientation des fibres est une cause potentielle cohérente, puisqu'elle tend, en théorie, à diminuer le module sens fibres E_1 , et à augmenter les valeurs des modules E_2 et G_{12} . Ce dernier point est notamment visible sur la Figure 90, et il est discuté dans la partie associée. L'étude des macrographies met en évidence la présence de gradients de répartition des fibres et de la porosité. Ces variations locales des propriétés matériaux peuvent également impacter les résultats de caractérisation. En comparaison, lors de la description de la méthode de caractérisation inverse dans le chapitre 3, l'exemple d'éprouvette en PEKK/CF caractérisée dans la partie G. iii. donne des résultats proches de celles homogénéisées pour ce type de matériau. Dans le cas de cet échantillon, la thermocompression, et notamment le type d'outillage utilisé, induit la formation de peu de bavures, et potentiellement de peu de défauts d'orientation de la matière. Ce type d'échantillons sert de support d'étude et il est analysé dans le chapitre 5. Pour revenir aux échantillons caractérisés ici, l'orientation de la matière peut induire des variations locales de la rigidité. Dans ce cas, la structure de la matière sort du cas nominal décrit dans le modèle EF, et les résultats de caractérisation sont associés à un repère local lié à l'éprouvette, et non à l'orientation des fibres. Cependant, ce point est intéressant, puisque les propriétés mécaniques obtenues peuvent être mises en parallèle avec la microstructure des pièces ; et l'impact du processus de fabrication est qualifié. Pour mettre ces résultats en parallèle avec un produit composite réalisé dans les mêmes conditions de fabrication, il est nécessaire de vérifier la bonne représentabilité de l'éprouvette afin de qualifier le produit en question. Pour conclure à propos de l'application de la méthode de caractérisation, comme pour les essais normalisés, il est nécessaire de multiplier le nombre d'essais afin de valider les résultats, et d'avoir une notion de variabilité.

iv. Discussions

L'étude de répétabilité est menée et elle conduit à la réalisation d'éprouvettes fabriquées avec le même matériau, et selon trois protocoles de fabrication, conduisant à des éprouvettes faiblement, modérément et fortement consolidées. La variabilité relative au procédé de fabrication est qualifiée. Les différents paramètres étudiés et les conclusions faites sont rappelés, puis discutés ici. La première partie porte sur l'étude des préformes et des échantillons après thermocompression, avec notamment les paramètres et les conclusions suivantes :

- **Masse des préformes** : Les masses mesurées sur les préformes présentent une valeur moyenne de 22,78g et un écart-type de 0,21g. La répétabilité du procédé d'impression 3D utilisée est satisfaisante en ce qui concerne la quantité de matière déposée. L'écart-type représente environ 0,9% de la masse totale de matière engagée. Ce point est important car il permet d'attester que la masse de matière intégrée dans l'étape de thermocompression est la même pour tous les échantillons.
- **Masse et la perte de matière** : Les écarts-types relevés sont compris entre 0,08g et 0,20g suivant les types d'échantillons pris en compte. À nouveau, la répétabilité est satisfaisante, d'autant que les écarts-types relevés présentent des valeurs inférieures à celles obtenues pour les préformes. Il est donc envisageable que la variabilité relevée sur la masse des échantillons est principalement liée à celle associée à l'impression des préformes. L'étude de la quantité de matière perdue lors de l'ébavurage conduit aux mêmes conclusions. Il est intéressant de noter que les trois types de commandes en déplacement, définies pour la thermocompression, conduisent à une formation de bavures pouvant être conséquente, allant jusqu'à 11% de la masse engagée pour les éprouvettes les plus consolidées types H.

Les types M et L exposent des bavures moins conséquentes avec respectivement 1,3% et 0,2% de la masse engagée.

- **Dimensions** : La mesure des dimensions des échantillons met en évidence une bonne répétabilité dimensionnelle avec des écarts-types inférieurs à 0.1mm pour toutes les dimensions relevées sur les trois types d'échantillons. Les échantillons de type L présente la variabilité la plus importante même si elle reste faible. Ce point a été expliqué par la faible consolidation de ces éprouvettes et notamment par le fait que l'outillage n'est pas totalement comblé par la matière avec la course de thermocompression définie. Après analyse des dimensions, un défaut géométrique est mis en évidence. Les bielles présentent de légères courbures vers l'intérieur de la forme oblongue sur leurs parties droites. Ce défaut est dépendant des conditions de fabrication et peut être relié à l'effet "Springs-in", décrit précédemment dans l'état de l'art.

Une fois ces différents éléments étudiés, les éprouvettes sont découpées et échantillonnées afin d'analyser leurs microstructures. Les macrographies réalisées permettent d'analyser les paramètres suivants et de faire ces conclusions :

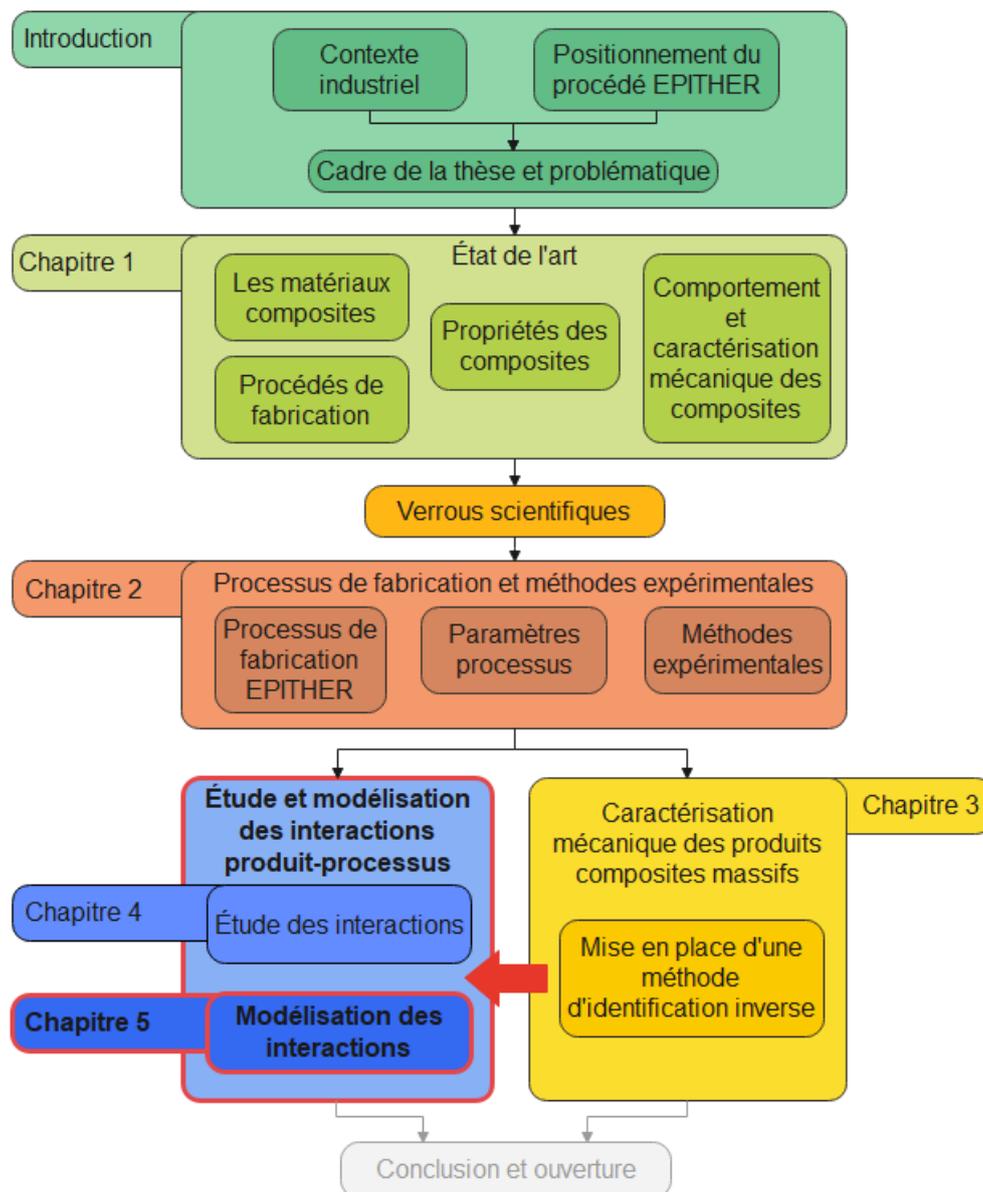
- **Taux volumique de fibres** : Les échantillons de types H, M et L amènent respectivement un TVF de 56,0%, 54,8% et de 48,0%. En excluant la porosité, cela donne un taux similaire pour les trois de l'ordre de 56%. Cet aspect témoigne de l'absence d'évolution du TVF durant la thermocompression, et ce même quand une formation de bavures conséquente est constatée. En ce qui concerne la variabilité, ce paramètre est répétable à $\pm 1,3\%$ pour les échantillons de même type. L'écart-type entre les mesures réalisés sur une même macrographie est de l'ordre de 1,3%. La méthode de mesure utilisée donne donc des résultats satisfaisants
- **Taux volumique de porosité** : Les échantillons de types H, M et L présentent respectivement un TVF de 1,5%, 3,2% et 11,3%. Une bonne répétabilité est également observée pour ce paramètre. Celle du taux de porosité se trouve entre 0,3% et 1,4% selon le type d'échantillon. L'écart-type entre les mesures est de l'ordre de 0,9%. Les mêmes conclusions que pour le TVF sont faites.
- **Gradients de TVF et de TVP** : L'observation et la qualification des gradients dans la section des échantillons mettent en évidence des gradients de TVF et de TVP selon la largeur et selon l'épaisseur. Ces derniers donnent des variations de TVF pouvant aller jusqu'à 10% selon l'épaisseur. Les gradients selon l'épaisseur sont plus marqués que ceux dans la largeur, pour le cas du TVF. Ceux de TVP sont relativement équivalents dans les deux directions, et pour les différents échantillons. Contrairement aux données précédentes, une variabilité non négligeable est relevée entre les pièces de même type, mais avec des tendances pouvant être parfois opposées. En étudiant les données par types de pièce, les gradients selon la largeur sont du même ordre pour les trois types d'échantillons. Il en est de même pour le TVP selon l'épaisseur. Concernant le TVF dans cette même direction, il est à noter que, plus le niveau de consolidation est important, moins les gradients sont caractérisés.

Maintenant que les éprouvettes et leurs microstructures sont analysées, la dernière partie porte sur l'étude des propriétés mécaniques. Un total de huit échantillons supplémentaires, de deux types différents, sont réalisés pour la caractérisation mécanique des propriétés élastiques avec la méthode développée dans le chapitre 3. Les valeurs obtenues indiquent que les échantillons de type H et M présentent des propriétés mécaniques similaires. Une variabilité non négligeable est observée entre les éprouvettes de même nature. Cet aspect peut être mis en parallèle avec la présence de

gradients du taux de fibres et de porosité, ainsi qu'avec des désorientations de fibres non répétables d'une pièce à l'autre. Ces points sont également comparés avec les valeurs de modules élastiques identifiées.

Pour conclure, l'étude menée ici témoigne de l'intérêt du processus de fabrication pour la réalisation d'échantillons présentant une bonne répétabilité en termes de géométrie, de dimensions et de masse, ainsi que de propriétés relatives à la microstructure, telles que le TVF et le TVP global. Toutefois, des gradients de fibres et de porosité sont mis en évidence ; et la répétabilité de ces derniers présentent des tendances différentes. La caractérisation mécanique des propriétés élastiques met également en évidence une variabilité qui peut être reliées aux variations locales des propriétés matériaux. La prise en compte des propriétés moyennées permet d'avoir un aperçu des propriétés élastiques des échantillons en PA12/CF étudiés ici. De plus, des valeurs très proches sont relevées pour les deux types de pièces caractérisés. Les deux études présentées dans ce chapitre donnent des éléments de compréhension du processus de fabrication, des mécaniques intervenant lors des deux procédés le composant, et de faire des liens entre les propriétés du produit et les paramètres procédés. Afin d'aller plus loin dans cette maîtrise du processus, La suite des travaux porte sur la mise en place d'un plan d'expériences, visant à la modélisation des interactions entre le produit et le processus de fabrication.

Chapitre 5 : Modélisation des interactions produit-processus de fabrication



A. Introduction et Objectifs

Les deux études décrites dans le chapitre 4 permettent de donner des éléments de compréhension et également de qualifier le processus de fabrication et sa répétabilité. Toutefois, aucune notion de modélisation des interactions produit-processus de fabrication n'y est abordée. L'objectif de l'étude mise en place ici est à nouveau de lier paramètres processus et propriétés produits mais en y intégrant une notion de modélisation. Ainsi, il s'agit de déterminer des équations permettant de caractériser et de modéliser les interactions entre les produits et le processus de fabrication. Pour atteindre ce but, les travaux s'orientent vers la mise en œuvre d'un plan d'expériences. Ce type de méthode a été décrit plus en détail dans l'état de l'art. L'ensemble des travaux relatifs à ces essais d'étude et de modélisation des interactions produit-processus de fabrication sont exposés à travers différentes sous-parties portant sur :

- Le choix d'un type de plan d'expériences et des paramètres d'étude : paramètres processus et produit.
- Le protocole de fabrication.
- Le protocole d'analyse des échantillons.
- L'analyse du procédé de fabrication avec l'étude de la matière première, de l'étape de préformage et de thermocompression.
- La description et l'analyse des résultats expérimentaux ainsi que, des réponses du plan d'expériences.
- La modélisation des interactions et la validation des modèles à travers des essais de validation.

Pour finir une partie discussion résume l'ensemble des résultats et des conclusions faites.

B. Choix du plan d'expériences et des paramètres d'étude

Cette première partie porte sur le type de plan d'expériences choisi, ainsi que les paramètres d'étude retenus et pris en compte dans le plan d'expériences. Ces derniers sont les paramètres processus, les facteurs et les paramètres produits, et les réponses. La sélection de la méthode et celle des paramètres sont effectuées de manière simultanée.

i. Paramètres processus : facteurs

Comme pour les deux précédentes études, l'intérêt porte principalement sur l'étape de thermocompression. L'impact du procédé de préformage n'est pas pris en compte. Désormais, le choix des paramètres processus étudiés se fait uniquement dans ceux relatifs au procédé de thermocompression. Les différents facteurs intervenant dans le procédé de fabrication sont décrits dans les parties B et C du chapitre 2. Toutefois, il est nécessaire de s'intéresser à la configuration du processus de fabrication et donc aux systèmes utilisés pour la réalisation des pièces. Pour ces travaux, le processus de fabrication est mis en œuvre en associant à nouveau les procédés d'impression 3D et de thermocompression. Le type d'échantillon employé est également le même : la bielle Alpha. Cependant, les systèmes utilisés sont différents de ceux employés pour les deux précédentes études. Il en est de même pour la matière première utilisée. Le choix d'utiliser la géométrie de bielle alpha comme support d'étude se justifie par les développements antérieurs réalisés sur ce type d'éprouvette avec notamment le développement de la méthode inverse de caractérisation mécanique, exposée dans le chapitre 3, ou encore la réalisation d'essais normalisés à partir d'éléments de la bielle. Dans le cas présent, les systèmes de production utilisés sont l'imprimante 3D RS décrite en Figure 36 pour le préformage. Pour la mise en forme, l'outillage V2 de mise en forme pour les bielles alpha est utilisée. L'outillage est décrit en Figure 40. Il est intéressant d'axer cette partie sur les paramètres procédés associés à celui de mise en forme, et notamment sur ceux intervenant dans la configuration utilisée ici. Les paramètres procédés sont décrits en Figure 46 et ils sont rappelés ici :

- Effort de mise en forme.
- Effort de précharge.
- Température de mise en forme.
- Température de préchauffe.
- Température d'extraction de la pièce.
- Temps de maintien en effort.
- Vitesse de refroidissement.
- Vitesse de chauffe.
- Vitesse de mise en forme.

D'autres paramètres procédés, plus secondaires existent. Par exemple, le couple outillage/préforme en fait partie, comme les jeux fonctionnels de l'outillage, l'ajustement de la préforme dans l'outillage, ... La course de mise en forme n'est pas considérée comme un paramètre procédé, puisque le pilotage se fait en effort avec un maintien en effort. La course est vue comme une réponse, au même titre que l'épaisseur finale des éprouvettes réalisées, étant donné qu'il s'agit d'une conséquence du pilotage du procédé. Afin de choisir les paramètres procédés à prendre en compte dans l'étude, plusieurs aspects sont étudiés comme :

- La corrélation entre les paramètres procédés.
- Les interactions supposées entre paramètres procédés et paramètres produits.
- Les notions d'accessibilité des paramètres procédés.

Les outils utilisés comme aide à la décision sont principalement qualitatifs. Les interactions supposées entre paramètres procédés et produits relèvent des connaissances acquises sur le processus lors de travaux antérieurs, ainsi que de l'étude bibliographique portant sur les interactions. Le Tableau 38 présente en a) l'accessibilité des paramètres procédés, et en b) une matrice de corrélation entre ces derniers. Le premier critère est défini par une échelle allant de -- pour une corrélation considérée comme faible, à ++ pour une forte corrélation entre paramètres.

Tableau 38 : a) Accessibilité des paramètres procédés et b) Corrélation entre les paramètres procédés.

a) Paramètre procédé		Accessibilité
Effort de MEF	F_{Mef}	++
Température de MEF	T_{Mef}	++
Temps de maintien	t_{Mef}	++
Effort précharge	F_{Pre}	++
Température extraction	T_{Ext}	++
Vitesse de refroidissement	V_r	+
Vitesse de MEF	V_{Mef}	+
Vitesse de chauffe	V_c	+
Ajustement préforme	A	-
Jeux outillage	j_{Out}	--

b)	F_{Mef}	V_{Mef}	T_{Mef}	V_c	V_r	t_{Mef}	F_{Pre}	A	j_{Out}	T_{Ext}	Total
F_{Mef}	5	0	5	0	0	2	0	2	5	0	19
V_{Mef}	0	5	0	0	0	0	0	0	0	0	5
T_{Mef}	5	0	5	0	2	3	3	0	0	0	18
V_c	0	0	0	5	0	0	0	0	0	0	5
V_r	0	0	2	0	5	0	0	0	0	0	7
t_{Mef}	2	0	3	0	0	5	0	0	0	0	10
F_{Pre}	0	0	3	0	0	0	5	0	4	0	12
A	2	0	0	0	0	0	0	5	0	0	7
j_{Out}	5	0	0	0	0	0	4	0	5	0	14
T_{Ext}	0	0	0	0	0	0	0	0	0	5	5

Enfin, le Tableau 39 présente les interactions supposées entre paramètres procédés et produits. L'interaction supposée est définie avec la même échelle que celle servant à décrire les notions de corrélation. Pour rappel, ces valeurs sont qualitatives et elles découlent de l'expérience acquise sur le procédé, ainsi que de l'état de l'art exposés dans le chapitre 1. L'interaction supposée est détaillée par une échelle allant de -- pour une interaction considérée comme inexistante, à ++ pour une forte interaction entre les grandeurs étudiées. Les paramètres produits pris en compte correspondent aux principaux paramètres produits décrits dans la bibliographie et dans la description du processus de fabrication.

Tableau 39 : Interactions supposées entre paramètres procédés et produits.

Paramètre procédé		Géométrie, dimensions	Perte de matière	Taux de fibre	Taux de porosité	Orientations des fibres	Taux de cristallinité	Gradient taux de fibre	Gradient taux de porosité	Contraintes résiduelles	Gradient taux de cristallinité
Effort de MEF	F_{Mef}	++	++	-	++	++	--	+	++	+	--
Vitesse de MEF	V_{Mef}	-	+	--	+	++	--	+	+	+	--
Température de MEF	T_{Mef}	+	++	-	++	++	++	++	++	+	++
Vitesse de chauffe	V_c	--	--	--	--	-	-	--	--	-	-
Vitesse de refroidissement	V_r	+	--	--	--	--	++	--	--	++	++
Temps de maintien	t_{Mef}	+	+	--	++	--	--	--	++	+	--
Effort précharge	F_{Pre}	-	-	-	+	+	--	-	+	-	--
Ajustement préforme	A	+	-	--	+	++	--	++	++	+	--
Jeux outillage	j_{Out}	++	++	+	++	++	--	+	++	+	--
Température extraction	T_{Ext}	+	--	--	--	--	++	--	--	++	++

Les facteurs du plan d'expériences sont déterminés à partir des Tableau 38 et Tableau 39 et, un premier tri est effectué en prenant en compte le tableau d'accessibilité. En effet, certains paramètres procédés sont peu accessibles et ils sont donc difficiles à faire varier. Les jeux d'outillages

et l'ajustement de la préforme sont respectivement des dimensions d'outillage et de la préforme. Ils sont considérés comme peu accessibles, puisque, pour faire varier le premier il est nécessaire de réaliser différents éléments mécaniques de l'outillage pour tester des jeux d'outillage différents. Ce point implique un coût d'usinage conséquent. Pour le second, ce dernier implique la réalisation de préformes différentes, ce qui s'avère complexe à cause des contraintes d'une pièce comme la bielle alpha (faible largeur de la pièce et du filament, etc.). Pour ces raisons, ces deux paramètres procédés sont exclus du plan d'expériences et leurs valeurs sont fixées. La température d'extraction de la pièce T_{Ext} est également exclue. Ce dernier paramètre est probablement influent lorsque la valeur choisie est hors de ses conditions « normales » d'utilisation. En effet, la température d'extraction est généralement inférieure à celle de transition vitreuse T_g afin d'éviter que la cristallisation du thermoplastique impacte la géométrie de la pièce. En dessous de T_g , T_{Ext} a un impact qui est négligeable. Il est préférable de rester dans un cadre normal d'utilisation du procédé de fabrication. Des variations de T_{Ext} à des valeurs supérieures à T_g ne sont pas étudiées. Le Tableau 39 indique que les paramètres, tels que l'effort de précharge et la vitesse de chauffe, sont probablement peu influents sur les paramètres produits et pour cette raison, ils sont également exclus. Les paramètres procédés apparaissant comme influents sont l'effort, la température et la vitesse de MEF. De manière secondaire, la température de refroidissement paraît influente sur la formation de contraintes résiduelles et la cristallisation du thermoplastique. Le temps de maintien en effort a éventuellement un impact sur la porosité. Ces cinq paramètres procédés sont susceptibles d'être étudiés. Pour rendre le plan d'expériences réalisable en termes de temps, seuls quatre d'entre eux vont être pris en compte. Les paramètres procédés qui sont analysés et qui sont les facteurs du plan d'expériences sont :

- L'effort de MEF F_{Mef} .
- La température de MEF T_{Mef} .
- La vitesse de refroidissement V_r .
- Le temps de maintien en effort t_{Mef} .

La vitesse de MEF n'est pas retenue, car son impact supposé sur les paramètres produits réside principalement dans le caractère rhéofluidifiant de la matrice thermoplastique, lorsqu'elle est en fusion, et dans les déplacements de matière intervenant lors de la mise en forme. Il n'y a actuellement aucune certitude à propos d'un réel impact de ce paramètre. Concernant le choix de V_r et de t_{Mef} , ces paramètres touchent des paramètres produits mesurés par la suite. L'effort et la température de mise en forme paraissent être des paramètres primordiaux du procédé de mise en forme.

ii. Choix du domaine d'étude

Maintenant que les facteurs sont choisis, il est nécessaire de définir leurs plages de variations. Il s'agit de déterminer le domaine d'étude du plan d'expériences ; puisque la modélisation des interactions est valable uniquement pour celui-ci. Afin de définir les bornes de certains paramètres, des essais préliminaires sont réalisés dans le but d'identifier les limites physiques de ces paramètres procédés. Ce point concerne principalement la vitesse de refroidissement V_r . En effet, cette dernière est un facteur dont la régulation dépend des capacités de refroidissement du couple système de refroidissement et outillage de thermocompression. Des essais portant sur l'identification des capacités de refroidissement sont entrepris. Des vitesses de refroidissement très importantes sont testées de sorte à identifier la vitesse de refroidissement maximale que le système peut atteindre. Cet essai a permis d'identifier une valeur de l'ordre de $V_r = 30^\circ\text{C}/\text{min}$. Une marge de sécurité est prise et la borne supérieure de V_r a été définie à : $25^\circ\text{C}/\text{min}$. Concernant la valeur minimale, une vitesse de refroidissement faible implique principalement des temps de cycle très importants. De plus, si cette dernière est trop faible, le système de refroidissement est très peu exploité et la régulation peut même

dans ce cas présent, utiliser le système de chauffe pour pouvoir garantir la pente de refroidissement demandée. Il est préférable de rester dans une configuration où la pente de refroidissement est gérée uniquement par les canaux de refroidissement. La limite inférieure du domaine est définie à $V_r=5^\circ\text{C}/\text{min}$ à l'issue de ces essais préliminaires.

Concernant les autres facteurs pris en compte, les limites du domaine d'étude ne nécessitent pas d'essais complémentaires. À propos de l'effort de MEF F_{Mef} , le choix du domaine est principalement défini en fonction du capteur d'effort de la presse utilisée. Celui présent sur le système exploité est un capteur 30kN. L'effort maximal appliqué est défini à 25kN. Quant à elle la valeur inférieure, elle est définie à 5kN. Pour rappel, ce domaine correspond à un intervalle de pression compris entre 34 et 171 Bar. Concernant la température de mise en forme, deux limites physiques existent : la température de fusion du thermoplastique mis en œuvre, ainsi que sa température de dégradation. Dans le cas du PEKK mis en œuvre dans ces travaux, la température de fusion est de $T_f=337^\circ\text{C}$ et le PEKK commence à se dégrader aux alentours de 500°C [120]. Afin de prendre une marge de sécurité par rapport à ces valeurs, le domaine pour T_f est défini entre 340°C et 420°C . Le dernier facteur pris en compte est le temps de maintien en effort. Ce facteur est relativement peu contraint. Le seul point à prendre en compte est son impact sur le temps de réalisation des essais. Les valeurs de t_{Mef} sont définies entre 60 et 900 secondes. Maintenant que le domaine d'étude du plan d'expériences est décrit, il est nécessaire de s'intéresser aux choix des réponses du plan d'expériences.

iii. Paramètres produits : Réponses

Comme dit précédemment, le choix des paramètres produits est effectué simultanément à celui des paramètres procédés. Les outils utilisés pour la sélection des réponses sont :

- L'accessibilité des paramètres produits.
- Les interactions supposées entre paramètres procédés et produits, présentées dans le Tableau 39.
- Le caractère destructif, ou non, de la mesure.

Le Tableau 40 présente les moyens de mesure envisagés, leur caractère destructif ou non ainsi que l'accessibilité des paramètres d'étude. Cette dernière est caractérisée par un indicateur allant de -- pour les paramètres peu accessibles, à ++ pour ceux facilement mesurables. La plupart des mesures destructives envisagées implique le prélèvement d'une partie de l'éprouvette et, le reste de cette dernière reste éventuellement utilisable pour d'autres essais.

Tableau 40 : Tableau présentant les moyens de mesure envisagés, leur caractère destructif ou non ainsi que l'accessibilité des paramètres d'étude.

Paramètres	Moyen de mesure	Accessibilité	Destructif
Géométrie, dimensions	Scan 3D	++	NON
	Mesure manuelle	++	NON
Perte de matière	Balance de précision	++	NON
Propriétés élastiques	Méthode inverse	-	NON
Taux de fibres	Micrographie	+	OUI
	Tomographie RX	-	OUI
Taux de porosité	Micrographie	+	OUI
	Tomographie RX	-	OUI
Orientation des fibres	Micrographie	+	OUI
	Tomographie RX	-	OUI
Taux de cristallinité	DSC	-	OUI
Gradient taux de fibres	Micrographie	-	OUI
	Tomographie RX	-	OUI
Gradient taux de porosité	Micrographie	-	OUI
	Tomographie RX	-	OUI
Contraintes résiduelles	Perçage pour relâchement des contraintes	--	OUI
	Mesure dimensionnelle des pièces après découpe	+	OUI
Gradient taux de cristallinité	DSC	--	OUI
Propriétés à rupture	Essai normalisé D2344M	+	OUI

L'ensemble des paramètres impliquant des mesures non destructives, présentées dans le Tableau 40, est pris en compte comme réponses dans le plan d'expériences. Les mesures de dimensions de l'éprouvette sont réalisées comme précédemment, avec la réalisation d'un scan 3D de l'échantillon, et la mesure de diverses dimensions à partir de ce dernier. La perte de matière est prise en compte, et, elle correspond à l'écart de masse entre la préforme composite utilisée et la pièce finale après ébavurage. La caractérisation mécanique des éprouvettes est un point important. De plus, dans le cas de l'étude des propriétés élastiques, la méthode de caractérisation développée dans le Chapitre 3 est applicable. La méthode de caractérisation utilisant la corrélation d'images, plutôt que les jauges de déformation, est plus adaptée au nombre de mesures à réaliser. Ainsi, les constantes élastiques E_1 , E_2 et G_{12} sont examinées. Concernant les autres paramètres produits mesurés avec des méthodes destructives, le choix des paramètres est principalement réalisé à partir du Tableau 39. L'ensemble des éléments décrits dans ce tableau sont intéressants à étudier. Toutefois, à cause de l'aspect destructif des méthodes de mesure, et également du temps d'exploitation, il est nécessaire de faire un choix. L'orientation des fibres n'est pas prise en compte dans l'immédiat. Ce paramètre est difficilement accessible avec des micrographies ; et il donne des résultats limités, et difficilement extrapolables sur l'orientation des fibres dans le volume de l'échantillon. Les réponses obtenues par mesures destructives sélectionnées sont les suivantes :

- Taux de fibres et de porosité. Ces quatre réponses sont mesurables à partir d'une seule micrographie par échantillon. Il s'agit toutefois d'une représentation locale des propriétés.
- Estimation des contraintes résiduelles à travers le relâchement des contraintes par découpe des éprouvettes.
- Limite à rupture en cisaillement : F_{SBS} avec les essais de type ASTM D2344M.
- Taux de cristallinité du thermoplastique obtenu avec une DSC.

Ces mesures laissent à disposition des échantillons d'éprouvettes qui sont éventuellement exploités en vue de futures mesures, telles que la tomographie pour compléter les réponses déjà exploitées.

iv. Choix du type de plan d'expériences

Différents types de plans d'expériences sont décrits dans le chapitre 1. D. iv. Ces derniers visent à donner des éléments de compréhension d'un procédé, à déterminer les paramètres influents d'un système, et à donner des notions de modélisation des interactions entre les facteurs et les réponses. Dans le cadre de ces travaux, le type de plan d'expériences choisi est un plan fractionnaire. Cette sélection est réalisée par un souci de temps, car tester l'ensemble des combinaisons entre paramètres conduit à un trop grand nombre d'essais. Il est nécessaire de limiter le nombre d'essais afin de rendre le plan d'expériences réaliste en termes de temps d'exécution. La réalisation des éprouvettes et leur exploitation avec les diverses méthodes d'analyses sont des démarches longues. Le Tableau 41 présente le plan d'expériences tel qu'il est mis en œuvre dans ces travaux. Les valeurs sont le résultat d'un échantillonnage par hypercube latin [113], ce qui fait qu'un caractère aléatoire est présent dans la définition des valeurs des facteurs.

Tableau 41 : Plan d'expériences obtenu avec un échantillonnage par hypercube latin.

N° Essai	Effort de MEF F_{Mef} [kN]	Température de MEF T_{Mef} [°C]	Vitesse de refroidissement V_r [°C/min]	Temps de maintien t_{Mef} [s]
1	7,7	374	6,7	429
2	24,7	402	23,0	386
3	16,7	347	7,9	562
4	9,8	407	9,3	142
5	17,7	353	24,8	321
6	6,8	357	18,4	604
7	5,4	366	17,3	757
8	19,9	387	14,7	69
9	13,9	380	16,2	182
10	19,3	411	14,0	655
11	22,8	391	12,8	874
12	21,3	343	20,1	842
13	11,9	370	10,4	691
14	11,2	420	6,1	506
15	15,2	394	22,1	229

Le plan d'expériences défini dans le Tableau 41 permet de tester différents types de modèles pour la modélisation des interactions. Une liste des divers modèles pouvant être étudiés, et une autre décrivant le nombre de constantes à identifier, sont présentées dans le Tableau 42. Le nombre d'essais est défini à 15 de sorte à pouvoir expérimenter la modélisation des interactions avec les modèles présentés dans le Tableau 42.

Tableau 42 : Différents modèles possibles pour le plan d'expériences mis en œuvre et nombre de constantes associées.

Cas	Degré	Interaction	Nombre de constantes à identifier
1	1	0	5
2	2	0	9
3	3	0	13
4	1	2	11
5	2	2	15

Maintenant que l'ensemble des facteurs, des réponses, ainsi que le type de plan d'expériences est défini, un bref récapitulatif est présenté en Figure 92, cette dernière résume le plan d'expériences mis en œuvre.

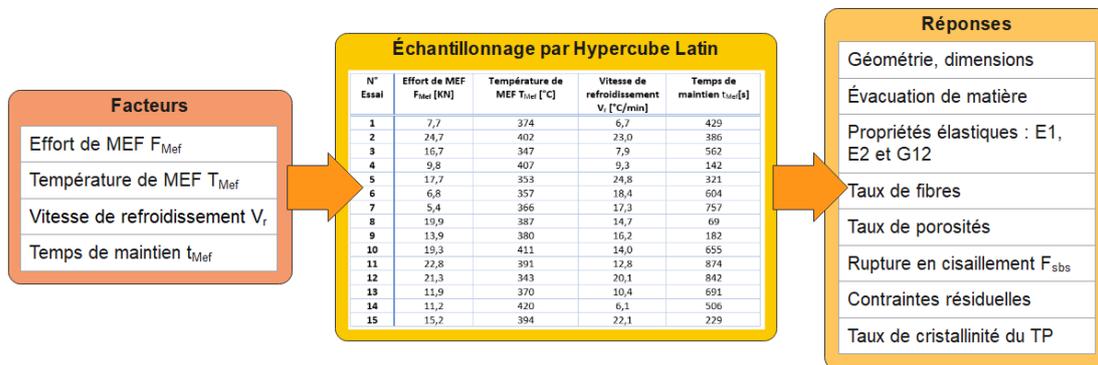


Figure 92 : Récapitulatif du plan d'expériences mis en œuvre.

C. Protocole de fabrication et d'analyse des échantillons

i. Introduction

Maintenant que le plan d'expériences ainsi que les facteurs et les réponses associées, sont décrits, il est nécessaire de définir en détail le protocole de fabrication et d'analyse des échantillons utilisés pour cette étude. La description du protocole de fabrication porte dans un premier temps sur celle de la matière première mise en œuvre, puis sur le procédé de préformage et sur celui de thermocompression. Les différents paramètres opératoires sont décrits. Quatre paramètres procédés associées à la thermocompression sont définis comme facteurs et leurs valeurs sont présentés précédemment. Un total de 22 échantillons sont réalisés. 15 correspondent aux différents essais du plan d'expériences, 6 échantillons supplémentaires servent pour étudier les notions de répétabilité. Enfin, le dernier correspond à une préforme imprimée qui est gardée telle quel. Les autres paramètres procédés qui sont définis comme des constantes sont présentés ici. En ce qui concerne le protocole d'analyse des échantillons, les mesures non-destructives et destructives mise en œuvre ainsi que le protocole de découpe des échantillons sont exposées. Les méthodes d'analyses employées ont été présentés dans les chapitres précédents, des rappels vers ces différentes parties sont effectués tandis que la mesure des réponses du plan d'expériences est détaillée.

ii. Protocole de fabrication des échantillons

a) Matière première et préformage

Comme abordé précédemment, les éprouvettes servant de support à cette étude sont de type bielle alpha. Ces dernières sont réalisées avec une matrice thermoplastique PEKK et des fibres de carbone. Deux types de fibres sont associés : des fibres continues et des fibres courtes. L'association de ceux-ci est rendue possible par l'association, lors de l'étape de préformage, de deux types de filaments composites. Ces derniers sont les suivants :

- Filament PEKK/CF continues 60%_v sous forme de ruban. Une micrographie du filament et ses propriétés sont présentées en Figure 33.
- Filament PEKK/CF courtes 5%_v sous forme de filament pour impression FDM. Ce dernier est décrit en détail dans la Figure 34.

Les deux filaments décrits présentent une matrice de même type. Ils peuvent ainsi être associés lors de l'impression. Ces derniers sont intégrés dans l'étape de préformage. L'impression 3D des préformes correspond à la dépose de couches intégrant des fibres continues et de couches intégrant des fibres courtes de manière alternée avec le système d'impression RS 9T Labs. La première et la dernière couche imprimées sont en filaments fibres courtes pour l'alternance de couche permette d'obtenir une préforme symétrique selon l'épaisseur. Les préformes présentent une épaisseur théorique de 10,78mm. Elles sont réalisées en alternant des couches contenant des fibres continues d'épaisseur 0,20mm et des couches avec des fibres courtes d'épaisseur 0,03mm. Le filament composite est déposé sur quatre rangées selon la largeur de l'échantillon. Selon l'épaisseur, un total de 91 strates est déposé avec 45 strates fibres continues et 46 strates fibres courtes. Les deux types de strates sont déposés de manière alternée. Les surfaces inférieures et supérieures de l'éprouvette consistent en deux strates présentant une épaisseur de 0,23mm. La matière présente ainsi une symétrie selon l'épaisseur de l'éprouvette. L'Annexe 8 présente un schéma décrivant la stratification de ce type d'éprouvettes. Le Tableau 43 résume les principaux paramètres d'impression utilisés pour la réalisation des préformes. L'ensemble des préformes réalisées est réalisées en utilisant le même programme d'impression et des paramètres procédés similaires. Diverses données associées au

procédé de fabrication sont mesurées durant l'impression. Il s'agit notamment des températures de buses, de l'enceinte, ou encore de la plaque chauffante.

Tableau 43 : Principaux paramètres d'impression utilisées pour la réalisation des préformes.

Paramètre	Valeur
Température d'impression	380°C
Température de la plaque chauffante	180°C
Température d'enceinte	100°C
Vitesse d'impression	15mm/s
Épaisseur de couche fibres continues	0,20mm
Épaisseur de couche fibres courtes	0,03mm
Première couche (PEKK/CF court)	0,23mm

b) Thermocompression

La mise en forme des éprouvettes est réalisée avec la presse de mise en forme RedSeries® et la version 2 de l'outillage de mise en forme. Cette dernière est illustrée en Figure 40. Les paramètres considérés dans le plan d'expériences sont ceux présentés dans le Tableau 41, il s'agit des facteurs étudiés. L'ensemble des autres paramètres relatifs à la mise en forme est fixé. Ces derniers sont contrôlés durant l'exécution du procédé. L'objectif est d'étudier uniquement l'impact des facteurs sur les réponses en limitant celui des autres paramètres opératoires. Les valeurs des paramètres, maintenus constants durant la fabrication des échantillons, sont les suivantes :

- Effort de précharge $F_{pre}=5\text{kN}$.
- Température de préchauffe $T_{pre}=200^\circ\text{C}$.
- Vitesse de chauffe $V_c=15^\circ\text{C}/\text{min}$.
- Température d'extraction $T_{Ext}=180^\circ\text{C}$
- Vitesse de mise en forme $V_{Mef}=2\text{mm}/\text{s}$

Les échantillons analysés dans cette étude sont réalisés en suivant le même protocole de mise en forme. Il s'agit d'une thermocompression avec une régulation en effort telle que décrit dans la partie chapitre 2. B. iv. Voici les différentes étapes suivies pour la fabrication de chaque éprouvette :

- Application d'un agent démoulant sur les surfaces outils en contact avec la matière, et chauffe de l'outillage à 100°C.
- Insertion de la préforme.
- Lancement du cycle de mise en forme.
- Extraction de la pièce.
- Nettoyage de l'outillage.

Comme pour le procédé d'impression 3D, l'ensemble des données de fabrication est enregistré durant la réalisation des essais. Ces résultats sont étudiés par la suite.

iii. Analyse des échantillons et mesure des réponses

Maintenant que les éprouvettes sont réalisées, il est nécessaire de se pencher sur le protocole d'analyse et d'exploitation des échantillons. L'objectif est de définir un protocole à suivre afin d'extraire les différentes réponses présentées précédemment. Pour rappel, les éprouvettes sont soumises à des mesures destructives et non-destructives. Ces dernières sont donc réalisées en priorité et dans l'ordre suivant :

- Mesure de la masse après ébavurage.
- Scan 3D des pièces et mesure des dimensions, comme défini dans le chapitre 4. B. ii.
- Réalisation des essais de caractérisation mécanique : E_1 , E_2 et G_{12} .

Une fois ces données obtenues, les mesures destructives sont opérées. Un protocole de découpe des échantillons est mis en place et, ce dernier est présenté dans La Figure 93.

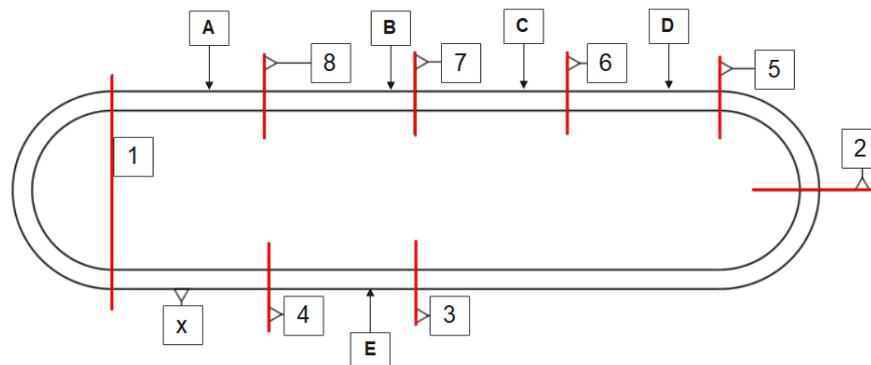


Figure 93 : Protocole de découpe des éprouvettes appliqué dans le cadre du plan d'expériences mis en œuvre.

Ce protocole de découpe indique l'emplacement et l'ordre des différentes coupes, ainsi que les divers segments exploités. Ces derniers servent pour les mesures suivantes :

- La découpe n°1 est utile au relâchement des contraintes résiduelles. À l'issue de la première découpe, un scan 3D est réalisé afin de mesurer l'écartement entre les deux parties droites de l'éprouvette. La démarche pour l'étude des contraintes résiduelles des éprouvettes est décrite dans le chapitre 2.
- Les segments A, B, C et D vont être exploités pour les essais à rupture de type ASTM D2344M. Ainsi, quatre échantillons par pièce sont exploités.
- Le segment E est utile pour la réalisation d'une micrographie sur la surface de la découpe n°3.
- En plus des différents échantillons, un de quelques milligrammes de matière est prélevé sur chaque éprouvette en vue d'effectuer une DSC. Cette mesure vise à déterminer le taux de cristallinité du thermoplastique présent dans les échantillons.

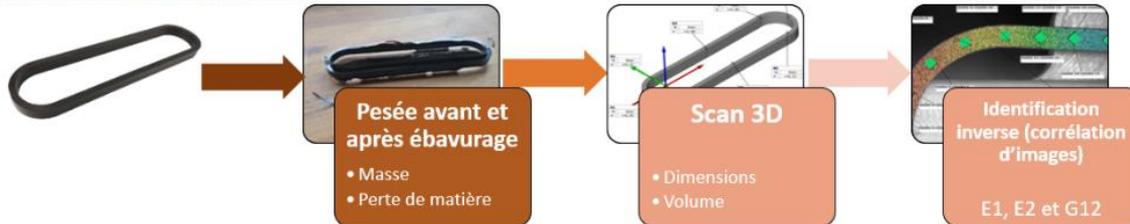
L'indicateur x indique un marquage présent sur l'éprouvette afin de garantir l'orientation de l'échantillon et de s'assurer que le prélèvement de ce dernier est fait au bon emplacement. L'ensemble des protocoles de mesure et de caractérisation utilisés est présenté précédemment. Voici un renvoi aux parties relatives concernant les différents protocoles de mesure employés dans le cadre de cette étude :

- Mesure des dimensions : Chapitre 2. D. vi. Page 105.
- Mesure des constantes élastiques E_1 , E_2 et G_{12} avec la corrélation d'images : Chapitre 3.H. page 141.

- Étude des contraintes résiduelles : Chapitre 2. D. v. page 106.
- Essais ASTM D2344M : Chapitre 2. E. i. c) page 56.
- Analyse micrographique : Chapitre 2. D. iii. page 98.
- Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) : Chapitre 2. D. v. page 103.

Le schéma présenté en Figure 94 résume la démarche d'exploitation des éprouvettes et il les représente de manière chronologique, en commençant par les mesures non destructives, et en finissant par celles destructives. L'ordre de présentation des résultats associés à ces mesures est le même. Les méthodes de mesure et d'analyse choisies sont également rappelées.

Mesures non destructives



Mesures destructives



Figure 94 : Protocole d'analyse des échantillons.

D. Analyse du processus de fabrication

i. Introduction

Maintenant que le protocole de fabrication et d'analyse des échantillons est défini, cette partie porte sur l'étude du procédé de fabrication. Cette dernière est assez similaire à celle réalisée dans le chapitre 4 pour le cas étudié. Ici l'étude porte sur la description et l'analyse :

- De la matière première, et notamment des deux filaments composites utilisés.
- Du procédé de préformage, des données de fabrication et des préformes composites réalisées.
- Du procédé de thermocompression, avec notamment l'analyse des données de fabrication.

ii. Matière première

L'étude de la matière première vise à qualifier les filaments composites utilisés pour la réalisation des préformes. Pour la mise en œuvre de cette étude, des micrographies des deux types de filaments sont employées. Les méthodes d'échantillonnage, de réalisation des micrographies et de traitement d'images employées sont décrits dans le Chapitre 2. D. iii. page 98. Un total de 13 échantillons de filament PEKK/CF continues, et de 8 pour le filament PEKK/CF courtes, sont disponibles pour l'analyse. Le premier type de filament est bien consolidé et il ne présente pas de porosités apparentes sur les micrographies réalisées. Du fait de cette absence de porosité visible dans les rubans PEKK/CF continues, le taux de porosité n'est pas mesuré et il est considéré comme nul, ou quasi-nul. Concernant le second type, des porosités sont visibles. Ces dernières sont mises en évidence notamment sur la micrographie présentée en Figure 34 et en Figure 95. Les porosités sont visibles directement à l'observation des micrographies de section du filament, elles sont bien réparties dans le filament. Du fait de ces observations, les échantillons de ruban PEKK/CF sont traités uniquement pour la mesure des taux de fibres. Les échantillons de filament intégrant des fibres courtes subissent quant à eux une mesure de taux de fibres et de porosité. Le Tableau 44 a) et b) présente les résultats de traitement d'images relatifs au filament intégrant des fibres continues, et celui intégrant des fibres courtes.

Tableau 44 : Résultats de traitement d'images des micrographies d'échantillons de : a) PEKK/CF fibres continues (voir Figure 33) et b) PEKK/CF fibres courtes (voir Figure 34).

a) Échantillon	Taux surfacique de fibres [%]
1	57,28
2	55,76
3	52,71
4	56,75
5	55,33
6	55,68
7	61,05
8	56,11
9	59,88
10	59,00
11	59,95
12	57,91
13	57,58
Moyenne	57,31
Écart-type	2,29

b) Échantillon	Taux surfacique de fibres [%]	Taux surfacique de porosité [%]
1	3,30	2,4
2	4,24	2,95
3	3,54	2,35
4	3,76	2,98
5	3,46	2,2
6	3,23	3,87
7	3,51	3,01
8	3,71	2,63
Moyenne	3,59	2,80
Écart-type	0,32	0,53

Le Tableau 44 permet de s'affranchir des données constructeur pour les filaments utilisés. À l'issue du traitement d'images appliqué aux micrographies il est à noter que le filament PEKK/CF continues présente un taux de fibre moyen de $57,31 \pm 2,29\%$. Cette valeur est cohérente avec le taux de fibre volumique donné par le fournisseur à 60%. Concernant le filament PEKK/CF courtes, Le taux de fibres surfacique moyen est de $3,59 \pm 0,32\%$. Ces valeurs sont à nouveau cohérentes avec les données du constructeur. Concernant le taux de porosité mesuré, la valeur obtenue est de $2,80 \pm 0,53\%$. Maintenant que les filaments sont qualifiés, la suite de l'analyse du processus de fabrication porte sur le procédé d'impression 3D utilisé. Les conséquences de l'impression des filaments sur leurs propriétés sont étudiées.

iii. Préformage

a) Masse des préformes

Avant son introduction dans le procédé de mise en forme, l'ensemble des préformes est pesé et contrôlé. Les préformes présentent une masse moyenne de $17,22 \pm 0,07\text{g}$. Cet écart-type de $0,07\text{g}$ témoigne de la bonne répétabilité du procédé d'impression 3D quant à la masse de matière déposée, l'incertitude représente environ $0,4\%$ de cette dernière. Les mesures de masses réalisées sur les préformes sont décrites dans l'Annexe 13 page 268. L'incertitude associée à la masse déposée avec l'imprimante Redseries® est également satisfaisante en comparaison à celle décrite dans le cas de l'impression de préformes en PA12/CF avec le système CarbonKit®. Pour comparaison, cette dernière était de l'ordre de $0,28\text{g}$ pour des préformes présentant une masse moyenne de l'ordre de $22,78\text{g}$. Soit une incertitude de $\pm 1,2\%$ de la masse déposée. Même si le système utilisé précédemment présente une répétabilité de dépose satisfaisante en ce qui concerne la masse de matière déposée, le système Redseries® offre de meilleurs résultats.

b) Étude de la microstructure

Pour compléter l'analyse micrographique réalisée sur les échantillons mis en forme du plan d'expériences, et sur ceux relatifs aux filaments utilisés pour l'impression, une préforme supplémentaire est imprimée et elle est conservée pour la réalisation d'une micrographie. La Figure 95 présente en a) une micrographie complète de section d'une préforme imprimée utilisée dans le cadre de ces travaux, en b) une vue agrandie de la partie centrale de la section, en c) une vue agrandie avec une mise en évidence : en 1) d'un filament PEKK/CF fibres continues, en 2) d'une dépose de filament PEKK/CF fibres courtes et en 3) une porosité extra-toron, et en d) une vue agrandie de la partie inférieure de la préforme avec la mise en évidence de la première strate imprimée.

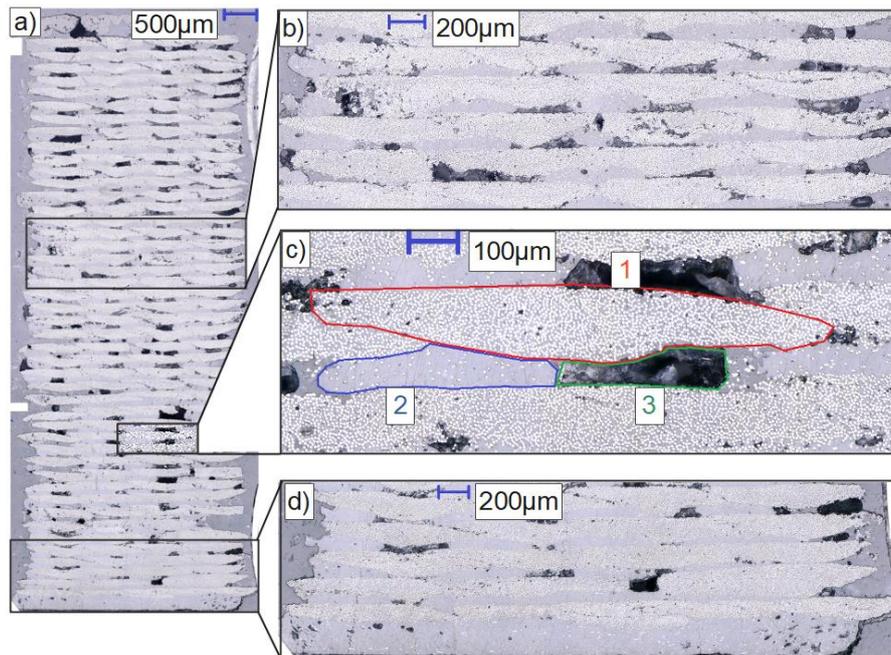


Figure 95 : a) Micrographie de section d'une préforme imprimée, b) Vue agrandie de la partie centrale de la section, c) Vue agrandie et mise en évidence en 1. d'un filament PEKK/CF fibres continues, en 2. d'une dépose de filament PEKK/CF fibres courtes et en 3. d'une porosité (extra-filament) et en d) Vue agrandie de la partie inférieure de la préforme.

Les différentes strates et rangées déposées lors de l'impression 3D sont visibles sur la Figure 95. Il est à noter qu'une porosité conséquente est visible sur l'échantillon. Les porosités sont présentes principalement entre les déposes de filaments intégrant des fibres courtes. Des porosités sont également perceptibles entre les strates intégrant des fibres continues ; mais ces dernières sont moins récurrentes et conséquentes. Outre ces porosités extra-torons, de la porosité est présente dans les torons des deux types de filaments imprimés, quand bien même le ruban composite intégrant des fibres continues ne présente pas de porosité avant sa dépose. Ce point témoigne de l'impact du procédé d'impression 3D sur la formation de porosité dans les préformes. La micrographie réalisée met également en évidence d'importantes irrégularités de surface présentes sur l'éprouvette imprimée. Concernant l'orientation de la micrographie exposée, la partie gauche correspond à l'extérieur de la préforme de bielle et la partie droite à l'intérieur. Un point à remarquer sur cette micrographie est le décalage entre les filaments intégrant fibres courtes et ceux intégrant des fibres continues. Les déposes comprenant des fibres courtes sont décalées vers l'extérieur de l'échantillon. De plus la micrographie met en évidence des chevauchements entre les torons présents les uns à côté des autres.

c) Taux de fibres et de porosité

À partir de la micrographie illustrée en Figure 95, le taux volumique moyen de fibres et le taux volumique moyen de porosité sont mesurés. Ces deux paramètres permettent de déduire le taux volumique de fibres hors porosités et le taux volumique de matrice. Ces données sont données dans le Tableau 45.

Tableau 45 : Résultats du traitement d'images réalisé sur la micrographie décrite en Figure 95 a), avec les valeurs de taux volumique de fibres et de porosité. Le taux de matrice et de fibres hors porosité est déduit des deux premiers paramètres.

TVF [% _v]	36,99
TVP [% _v]	8,52
TVM [% _v]	54,49
TVF hors porosité [% _v]	40,44

Les résultats décrits dans le Tableau 45 permettent de faire les observations suivantes. Tout d'abord en ce qui concerne le taux de porosité, la valeur mesurée du TVP est de l'ordre de 8,52%. En observant la macrographie illustrée en Figure 95, il est probable que la majorité de la porosité mesurée corresponde à de la porosité extra-toron. Cette valeur peut être mise en parallèle avec les résultats des préformes en PA12/CF APPOLO décrit dans le chapitre 4 B. iv. où les taux de porosité relevés étaient compris entre 11 et 14%. Le procédé d'impression 3D tel qu'il est mis en œuvre ici induit moins de porosité dans les préformes qu'avec le système utilisé précédemment. En ce qui concerne le TVF une valeur de l'ordre de 37%_v est mesurée. Cette dernière valeur et le TVP permettent de déduire le TVF hors porosité qui est de l'ordre de 40,44%_v. L'association des deux types de filaments décrits précédemment réduit de manière non négligeable le taux de fibres des préformes en comparaison aux valeurs de l'ordre du filament intégrant qui présente un TVF de 57%_v. Les résultats du TVF du Tableau 45 prennent en compte l'ensemble des fibres observées sur la macrographie et le type de fibres, continues ou courtes, ne peut pas être dissocié. Afin d'avoir une estimation de la proportion de fibres continues et courtes présente dans la préforme la valeur théorique est calculée. cela est réalisé à partir de la dimension théorique des filaments après dépose, le nombre, puis le type de strates, et le TVF des deux composants. Ces données sont décrites dans l'Annexe 8 page 262. Ces calculs donnent les résultats suivants :

- La proportion de filaments intégrant des fibres continues est de 79,4%. Celle pour les filaments intégrant des fibres courtes est de 20,6%.
- En prenant en compte le TVF des deux types de filaments et leur proportion, le TVF moyen estimé est de 45,9%_v de fibres. Cette valeur peut être comparée avec celle du TVF hors porosité de 40,44%_v. L'estimation du taux de fibres est supérieure à la valeur mesurée expérimentalement. Cet écart entre la valeur théorique et celle mesurée peut être lié aux variations dans la section des filaments intégrant des fibres continues ou dans la quantité de filament fibres courtes déposés.
- Les fibres courtes représentent une faible part du total de fibres présentes dans l'éprouvette avec 1,6% des fibres. Les fibres continues représentent donc 98,4% des renforts.

Maintenant que le procédé de préformage mis en œuvre dans le cadre de ces travaux, la matière première et les préformes sont analysés, la suite porte sur l'analyse du procédé de thermocompression tel qu'il a été mis en place ici.

iv. Thermocompression

a) Introduction

La mise en forme des 21 échantillons du plan d'expériences fournit une quantité non négligeable de données associées au procédé de thermocompression. Ces données correspondent à la mesure de l'ensemble des paramètres procédés fixées, et aux quatre facteurs étudiés. L'étude de ces données consiste en l'analyse :

- Du cycle thermique.
- De l'effort de mise en forme.
- Des autres paramètres mesurés durant le cycle de thermocompression.

b) Analyse du procédé de thermocompression : Cycle thermique.

Comme décrit précédemment dans la partie portant sur le protocole de fabrication, l'effort et le déplacement appliqués, ainsi que la température dans quatre emplacements de l'outillage, sont mesurés lors de la fabrication. Les courbes de mise en forme sont enregistrées et exploitées de manière systématique. Celles récupérées à l'issue du procédé de fabrication sont celles de l'effort, de températures à quatre emplacements de l'outillage et de déplacements. Pour contrôler le bon déroulement du procédé de fabrication, ces courbes sont exploitées de sorte à pouvoir comparer commande et mesure. La Figure 96 présente un aperçu des courbes expérimentales récupérées à l'issue de la mise en forme pour le cas de l'essai n°11. Ce dernier est réalisé en définissant les facteurs suivants : $F_{Mef}=22,8\text{kN}$, $T_{Mef}=391^\circ\text{C}$, $t_m=874\text{s}$ et $V_r=12,8^\circ\text{C}/\text{min}$.

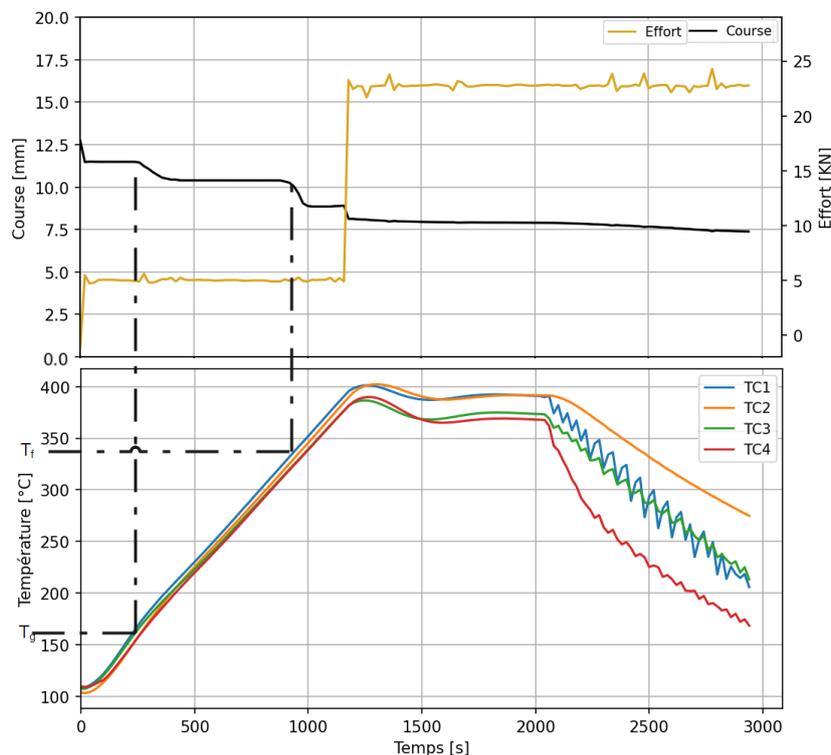


Figure 96 : Courbes expérimentales relatives à l'essai n°11 : Course et effort en fonction du temps. Températures en fonction du temps pour 4 emplacements de l'outillage.

La Figure 96 donne des éléments importants pour la compréhension du procédé de mise en forme et elle apporte notamment des aspects pratiques aux courbes de mise en forme présentées dans la Figure 46. Les quatre températures présentées correspondent aux emplacements suivants :

- TC1 : Température dans la matrice inférieure de l'outil, au plus proche des surfaces de contact avec la matière. Ce thermocouple sert à la régulation en température de la matrice inférieure de l'outil (chauffe et refroidissement).
- TC2 : Température dans la matrice supérieure, utilisée pour la régulation de la partie supérieure de l'outil (en chauffe uniquement).
- TC3 : Seconde mesure au plus proche des surfaces de contact avec la matière de l'outillage inférieur.
- TC4 : Température proche du circuit de refroidissement de l'outillage inférieur.

Les températures d'intérêt sont TC1 et TC2, qui correspondent à celles au plus proche de la matière. Un point important à considérer est, la température dans la partie supérieure de l'outil, qui n'est pas régulée en refroidissement. Concernant l'application du cycle thermique plusieurs points peuvent être relevés. Le cycle de chauffe est bien suivi, étant donné qu'un dépassement de la consigne en température est mis en évidence. Dans le cas présenté ici, le temps de maintien est relativement long, ce qui permet à la température de se restabiliser vers celle de commande. Dans le cas où le temps de maintien est plus court, la stabilisation de la température de la MEF et la phase de refroidissement peuvent être concomitantes. L'Annexe 14 en page 269 présente d'autres exemples de courbes de mise en forme. Concernant l'évolution de la température lors du cycle de refroidissement, plusieurs aspects sont à noter :

- Les oscillations lors du refroidissement sont liées à l'inertie thermique de l'outil et au système de refroidissement. La pente de refroidissement est gérée en envoyant des impulsions d'eau dans les canaux de refroidissement.
- TC1 et TC3 présentent des cycles assez similaires.
- L'écart entre l'outil inférieur et celui supérieur (entre TC1 et TC2) est lié à l'absence de régulation en refroidissement sur TC2. Plus V_r est important, plus cet écart est marqué.
- TC4 est au plus près des canaux de refroidissement. Il est donc cohérent d'observer une chute de température plus importante sur ce TC.

Ces remarques sont valables pour l'essai 11 ($T_{MeF}=391^\circ\text{C}$ et $V_r=12,8^\circ\text{C}$) mais elles ne sont pas forcément applicables à tous les tests. Par exemple, une valeur de V_r plus faible va tendre à réduire l'écart entre TC1 et TC2 lors du refroidissement. Cet exemple est illustré en Figure annexe 12 présentée dans l'Annexe 14 page 269. il s'agit ici de l'essai 2. Un cas présentant une V_r plus importante, avec le cas de l'essai 4 est décrit en Figure annexe 13 de la même annexe. L'analyse des données de mise en forme permet par la suite de mettre en évidence ces écarts.

c) Analyse du procédé de thermocompression : Effort de mise en forme.

Maintenant que le cycle thermique est commenté, il est nécessaire de s'intéresser à l'effort de mise en forme et à la course. Concernant le premier, il répond correctement à la commande. En effet, les efforts de précharge et de MEF sont bien appliqués. La régulation est convenable ; seuls quelques pics et oscillations divers sont observables dans les phases où la course varie. À propos de la course, elle est le résultat de l'évolution de la température et de celle de l'effort durant le cycle. Sur la Figure 96, deux températures sont mises en évidence lors du cycle de chauffe, et elles sont mis en parallèle à la course : $T_g=159^\circ\text{C}$ et $T_f=337^\circ\text{C}$. En s'intéressant à cette dernière, il est important de noter qu'une diminution de la course correspond à un enfoncement du poinçon supérieur. Une première diminution est à remarquer lors de l'application de l'effort de précharge F_{Pre} . Ensuite, la course tend à se stabiliser durant le début de la chauffe. Lorsque T_g est atteinte, elle diminue jusqu'à se stabiliser à nouveau. Le même constat est posé à l'approche de T_f . Enfin, lorsque F_{MeF} est appliqué, la course diminue à

nouveau. Elle diminue lentement durant le maintien en effort pour se stabiliser à nouveau. Lors du cycle de refroidissement, une nouvelle diminution de la course est constatée ; cette dernière est probablement liée à la rétractation de la matière et à celle de l'outillage lors du refroidissement. Pour conclure, l'évolution de la course est un point intéressant à étudier et il est un bon indicateur de l'état de la matière dans l'outillage. Maintenant que les courbes de mise en forme sont décrites, il est intéressant de se pencher sur l'analyse et le contrôle des données associées à ces courbes.

d) Exploitation et analyse des données de fabrication

À partir des courbes expérimentales obtenues lors de la thermocompression, il est possible d'étudier les données suivantes :

- L'effort moyen et l'écart-type durant le maintien en effort.
- La température maximale relevée aux différents emplacements de l'outillage.
- La vitesse de refroidissement pour les quatre températures relevées.

Ces données correspondent à la vérification des facteurs du plan d'expériences. Le temps de maintien n'est pas décrit ici puisque la commande est bien respectée. Pour la mesure des températures et de la vitesse de refroidissement, seules celles associées à TC1 et à TC2 sont conservées puisqu'il s'agit des thermocouples utilisés pour la régulation en température des deux zones de l'outillage. Le Tableau 46 présente ces données mesurées lors de la réalisation de l'ensemble des éprouvettes : les 15 correspondant aux essais et les 6 supplémentaires réalisées afin d'étudier la répétabilité. Les valeurs de commande pour ces paramètres sont également rappelées. Pour la suite, les résultats relatifs aux éprouvettes pour répétabilité sont traités à part.

Tableau 46 : Mesure de la valeur réelle des différents facteurs étudiés. Les valeurs de commande sont rappelées.

N° Essai	Commande				Mesure					
	F _{Mef} [kN]	T _{Mef} [°C]	V _r [°C/min]	t _m [s]	F _{Mef} (moyen) [kN]	Ecart type (maintien en effort)	T _{Mef} TC1 [°C]	T _{Mef} TC2 [°C]	V _r TC1 [°C/min]	V _r TC2 [°C/min]
1	7,7	374	6,7	429	7,2	-0,3	384,5	384,3	6,0	4,3
2	24,7	402	23,0	386	24,7	0,5	411,6	415,7	23,7	13,8
3	16,7	347	7,9	562	15,1	0,6	356,9	358,0	6,8	5,2
4	7,4	407	9,3	142	7,5	0,3	417,3	418,2	8,1	7,0
5	15,4	353	24,8	321	14,9	0,6	363	364,5	23,0	11,0
6	6,8	357	18,4	604	6,8	0,2	366,7	368,7	18,9	9,4
7	5,4	366	17,3	757	5,4	0,1	374,3	379,6	16,9	9,2
8	19,9	387	14,7	69	19,9	0,4	395,8	398,3	15,2	8,6
9	13,9	380	16,2	182	13,8	0,4	390,1	392,3	15,6	11,0
10	19,3	411	14,0	655	19,3	0,3	421,3	421,4	12,3	9,3
11	22,8	391	12,8	874	22,8	0,3	401,2	402,2	14,7	8,6
12	21,3	343	20,1	842	21,3	0,3	352,9	353,5	17,6	8,9
13	11,9	370	10,4	691	11,9	0,2	379,8	381,0	8,5	5,9
14	11,2	420	6,1	506	11,2	0,1	430,3	431,6	5,1	2,9
15	15,2	394	22,1	229	14,6	0,6	404,6	404,6	22,4	14,2
1 bis	7,7	374	6,7	429	7,0	0,4	384,3	384,7	6,0	4,7
2 bis	24,7	402	23,0	386	24,8	0,7	412,4	412,4	21,0	12,9
4 bis	7,4	407	9,3	142	7,4	0,3	417,4	419,6	9,2	6,8
4 ter	7,4	407	9,3	142	7,3	0,3	417,6	417,1	9,0	6,8
5 bis	15,4	353	24,8	321	15,4	0,7	363,1	363,6	24,2	13,0
8 bis	19,9	387	14,7	69	19,9	0,3	393,9	398,9	14,7	8,4

À partir des données brutes décrites dans le Tableau 46, les écarts entre la commande et la mesure des facteurs sont calculés. Ces écarts sont décrits dans le Tableau 47.

Tableau 47 : Écart entre commande et mesure pour les différents essais du plan d'expériences.

N° Essai	Effort de MEF		Température MEF		Vitesse de refroidissement	
	Ecart [kN]	Ecart [%]	TC1	TC2	TC1	TC2
1	0,55	7,1	10,50	10,30	-0,7	-2,4
2	0,02	0,1	9,60	13,70	0,7	-9,2
3	1,61	9,6	9,90	11,00	-1,1	-2,7
4	-0,06	-0,8	10,30	11,20	-1,2	-2,3
5	0,53	3,4	10,00	11,50	-1,8	-13,8
6	0,01	0,1	9,70	11,70	0,5	-9,0
7	0,00	0,0	8,30	13,60	-0,4	-8,1
8	-0,02	-0,1	8,80	11,30	0,5	-6,1
9	0,06	0,4	10,10	12,30	-0,6	-5,2
10	-0,01	-0,1	10,30	10,40	-1,7	-4,7
11	0,02	0,1	10,20	11,20	1,9	-4,3
12	-0,02	-0,1	9,90	10,50	-2,5	-11,2
13	0,01	0,1	9,80	11,00	-1,9	-4,5
14	0,01	0,1	10,30	11,60	-1,0	-3,2
15	0,64	4,2	10,60	10,60	0,3	-8,0
1 bis	0,66	8,6	10,30	10,70	-0,7	-2,0
2 bis	-0,06	-0,2	10,40	10,40	-2,0	-10,1
4 bis	-0,03	-0,4	10,40	12,60	-0,1	-2,5
4 ter	0,10	1,4	10,60	10,10	-0,3	-2,5
5 bis	-0,02	-0,1	10,10	10,60	-0,6	-11,8
8 bis	0,03	0,2	6,90	11,90	0,0	-6,3
Écart minimum	0,0	0,0	6,9	10,1	0,0	2,0
Écart maximum	1,6	9,6	10,6	13,7	2,5	13,8
Écart moyen	0,2	1,8	9,9	11,3	1,0	6,2

À partir des données du Tableau 46 et du Tableau 47, il est possible de conclure à propos de la bonne exécution des différents protocoles de fabrication appliqués lors des essais. En ce qui concerne l'effort de mise en forme, les écarts observés présentent une valeur moyenne de 0,2kN soit environ 2% de la valeur définie. Des écarts importants sont remarqués lors de certains essais. L'écart maximal est de l'ordre 1,5kN soit 10% de la valeur définie. Ce point peut être problématique. Pour pallier ce problème, il est possible de définir ces valeurs mesurées directement dans le plan d'expériences. En ce qui concerne les températures de mise en forme, la mesure des deux zones de chauffe TC1 et TC2 est prise en compte. Il est à noter qu'un dépassement de la consigne est observé pour l'ensemble des pièces réalisées. Ce dépassement présente une valeur moyenne d'environ 10°C. En ce qui concerne la phase de refroidissement, la régulation de la partie basse de l'outillage est satisfaisante et présente un écart avec la commande d'environ 1°C/min pour l'ensemble des pièces. Pour la partie supérieure de l'outillage, à cause de l'absence de régulation, de grands écarts sont observés. Ils sont au maximum de l'ordre de 13°C/min lors des refroidissements rapides, et de 2°C/min lors des refroidissement lents. Ces écarts peuvent induire des écarts de température entre la surface de la préforme en contact avec la partie supérieure de l'outillage et le reste de cette dernière. D'autres données sont également mesurées, comme la vitesse de chauffe. Ce paramètre présente un écart moyen par rapport à la commande de 15°C/min, de l'ordre de 0,3°C/min. La température de début de cycle est définie à 100°C et elle est bien respectée pour l'ensemble des échantillons. Maintenant que les données de fabrication relatives à la réalisation des échantillons du plan d'expériences sont décrites et analysées, la suite des travaux porte sur la description des résultats expérimentaux mesurés sur les échantillons étudiés.

E. Résultats expérimentaux et répétabilité

i. Introduction

Cette partie porte sur la description des résultats expérimentaux obtenus à l'issue des essais de caractérisation. Pour chaque paramètre étudié, les résultats bruts sont présentés et analysés, ensuite les notions de répétabilité sont analysées. Les réponses étudiées dans le cadre du plan d'expériences sont rappelées ici. Dans un premier temps, l'étude porte sur l'analyse des éprouvettes avec :

- La masse.
- La perte de matière.
- Le volume et la masse volumique déduite.
- Les dimensions.

Ensuite, l'étude se concentre sur l'analyse de la microstructure et de quelques paramètres connexes avec notamment :

- Le taux de fibres.
- Le taux de porosité.
- Le taux de cristallinité de la matrice thermoplastique.

Enfin, une fois les propriétés matériaux prises en comptes, les caractéristiques mécaniques sont analysées. Ces propriétés sont :

- La limite à rupture en cisaillement F_{sb} .
- Les propriétés élastiques avec les modules E_1 , E_2 et G_{12} .

Pour finir, les contraintes résiduelles présentes dans les échantillons sont étudiées. Une fois les résultats présentés, un résumé, et bilan de ces derniers, est réalisé.

ii. Masse, perte de matière et volume

a) Résultats

Comme pour les échantillons étudiés dans les précédentes études, les éprouvettes sont ébavurées après l'étape de mise en forme. Cet aspect conduit à une perte de matière par ébavurage. La perte de matière et la masse finale associée aux échantillons dépendent donc du procédé de fabrication. La perte de matière est considérée comme une réponse. En plus de ces données, le volume des échantillons et la masse volumique calculée sont présentés. Le Tableau 48 présente la masse des bielles après mise en forme et ébavurage, la perte de matière absolue en gramme et relative de la masse de matière mise en œuvre. Enfin, le volume des échantillons est présenté. Ces différentes réponses sont analysées et elles sont intégrées par la suite dans la démarche de modélisation afin de les lier aux quatre facteurs.

Tableau 48 : Données expérimentales pour la masse finale après ébavurage, la perte de matière engendrée par l'ébavurage, le volume et la masse volumique déduite des données précédentes pour les différents essais.

N° Essai	Masse finale [g]	Perte de matière [g]	Perte de matière [%]	Volume [mm ³]
1	17,20	0,09	0,52	11145
2	15,95	1,30	7,54	10386
3	16,88	0,40	2,31	10991
4	16,90	0,38	2,20	11155
5	16,86	0,43	2,49	10966
6	16,84	0,31	1,81	11014
7	17,03	0,18	1,05	11160
8	16,54	0,73	4,23	10783
9	16,62	0,49	2,86	10790
10	16,18	0,97	5,66	10580
11	16,18	1,01	5,88	10506
12	16,86	0,35	2,03	10949
13	16,96	0,32	1,85	11007
14	16,93	0,33	1,91	11083
15	17,00	0,29	1,68	10996
Valeur min	15,95	0,09	0,52	10386
Valeur max	17,2	1,3	7,54	11160
Étendue	1,25	1,21	7,02	774

Les résultats du Tableau 48 sont maintenant étudiés. À l'issue de la thermocompression et de l'étape d'ébavurage, les éprouvettes obtenues présentent des masses comprises entre 15,95g et 17,20g, soit un écart maximal de l'ordre de 1,25g. Rapporté à la masse de matière mise en œuvre, cela représente entre 0,09g à 1,30g de matière ébavurée, soit respectivement entre 0,52% et 7,54% de la masse engagée. Les conditions de fabrication définies conduisent à une formation de bavure variable d'un échantillon à l'autre.

b) Répétabilité

La répétabilité étudiée ici est celle associée au procédé de thermocompression. Comme dit dans la partie méthode, six éprouvettes supplémentaires sont réalisées pour l'étude de la répétabilité. Les valeurs moyennes et les écarts relevés avec les essais associés sont présentés dans le Tableau 49 pour les essais 1, 2, 5 et 8, qui sont doublés, et pour l'essai 4 qui est triplé. Le numéro d'essai est indiqué. En plus de ces données, l'écart moyen est décrit.

Tableau 49 : Valeurs moyennes et écarts mesurées entre les échantillons de même nature pour la masse finale, la perte de matière et le volume. Le numéro d'essai est indiqué.

	Masse finale [g]	Perte de matière [g]	Perte de matière [%]	Volume [mm ³]
Moyenne 1	17,02	0,205	1,19	11091
Écart 1	0,18	0,12	0,67	55
Moyenne 2	15,9	1,24	7,23	10773
Écart 2	0,05	0,06	0,30	387
Moyenne 4	16,88	0,34	1,96	10835
Écart 4	0,02	0,03	0,16	392
Moyenne 5	16,795	0,44	2,55	10925
Écart 5	0,06	0,01	0,07	42
Moyenne 8	16,54	0,745	4,31	10811
Écart 8	0,00	0,02	0,08	28
Écart moyen	0,06	0,05	0,26	181

Les résultats du Tableau 49 mettent en évidence les écarts moyens suivants. La masse finale des pièces réalisées avec un protocole de fabrication identique présente une valeur de 0,06g. La perte de matière est un paramètre fortement corrélé et il offre une valeur similaire. L'écart moyen de la masse représente en moyenne 0.4% de la masse des pièces. Pour le volume l'écart moyen relevé est de 181mm³ soit environ 1% du volume total. Ces données témoignent d'une bonne répétabilité des paramètres étudiés ici.

iii. Dimensions

a) Résultats

Diverses dimensions sont mesurées à partir des scans 3D réalisés. Toutes les dimensions relevées ne sont pas analysées ; seules les dimensions variant en fonction du procédé de thermocompression sont analysées. Ces paramètres sont les suivants :

- L'épaisseur moyenne h , résultant de la mesure de l'épaisseur à huit emplacements.
- L'écart entre l'intérieur des parties droites des bielles : l_1 .

Seules ces deux grandeurs présentent des variations liées aux conditions de fabrication. Le Tableau 50 présente les valeurs pour les différentes dimensions décrites ci-dessus. L'Annexe 15 page 270 expose un tableau décrivant l'ensemble des dimensions mesurées sur les échantillons et, les écarts-types relevés sur un même échantillon pour les mesures des épaisseurs, et des largeurs sont également détaillées.

Tableau 50 : Valeurs de l'épaisseur moyenne h et de la distance entre les deux parties droites des bielles $l1$

N° Essai	Épaisseur moyenne h [mm]	$l1$ [mm]
1	7,71	31,94
2	7,10	32,14
3	7,54	32,20
4	7,69	32,17
5	7,54	32,20
6	7,63	32,14
7	7,75	32,21
8	7,38	32,36
9	7,43	32,28
10	7,23	32,06
11	7,18	32,28
12	7,48	32,34
13	7,58	32,18
14	7,60	31,97
15	7,56	32,10
Valeur min	7,10	31,94
Valeur max	7,75	32,36
Étendue	0,65	0,42

Les résultats du Tableau 50 mettent en évidence les variations de l'épaisseur h et de la distance $l1$. Concernant le premier paramètre, les épaisseurs mesurées sont comprises entre 7,10mm et 7,75mm, soit une étendue de 0,65mm. Ces variations restent relativement faibles et, ce paramètre est un témoin de la consolidation des pièces. Il va être mis en parallèle avec les autres réponses par la suite, et en particulier avec la microstructure et les propriétés mécaniques. La distance entre les parties droites $l3$ présente une étendue de 0,42mm. Comme décrit dans le chapitre 4, ce paramètre peut éventuellement être relié aux CR, ou aux propriétés élastiques. Il est donc intéressant de constater des variations non négligeables de cette réponse. La répétabilité associée à ces paramètres est maintenant étudiée. Par la suite, ces derniers sont intégrés dans la démarche de modélisation.

b) Répétabilité

Le Tableau 51 détaille les écarts relevés entre les échantillons réalisés avec le même protocole de fabrication. La valeur moyenne des écarts relevés ainsi que les valeurs moyennes pour chaque essai sont présentées. Comme dit précédemment, les autres dimensions sont décrites dans L'Annexe 15 page 270. La répétabilité associée y est également brièvement exposée.

Tableau 51 : Valeurs moyennes et écarts pour l'épaisseur moyenne h et pour la distance entre les parties droites $l1$. L'écart moyen est également détaillé.

	Épaisseur moyenne h [mm]	$l1$ [mm]
Moyenne 1	7,66	32,00
Écart 1	0,05	0,05
Moyenne 2	7,04	32,21
Écart 2	0,05	0,07
Moyenne 4	7,68	32,09
Écart 4	0,01	0,06
Moyenne 5	7,50	32,19
Écart 5	0,04	0,01
Moyenne 8	7,40	32,28
Écart 8	0,02	0,09
Écart moyen	0,03	0,06

La répétabilité observée pour l'épaisseur moyenne des éprouvettes réalisées est de l'ordre de 0,03mm. Cela représente moins de 0,5% de la valeur moyenne de l'épaisseur des pièces. Cette donnée est intéressante à étudier. En effet, dans l'étude de répétabilité présentée dans la partie C. du chapitre 4, les éprouvettes étudiées sont fabriquées avec un protocole de thermocompression utilisant une régulation en déplacement. Ce type de mise en forme permet de garantir la valeur d'épaisseur visée. Pour rappel, la répétabilité associée à l'épaisseur est comprise entre 0,03mm et 0,05mm. Ces résultats sont donc très similaires à ceux présentés ici. Il est possible de déduire que la thermocompression réalisée avec une régulation en effort permet de garantir une bonne répétabilité géométrique des éprouvettes réalisées. Cette répétabilité est probablement très fortement liée à la variabilité associée à la quantité de matière intégrée dans l'outillage. Concernant le paramètre $l1$, la même conclusion est faite, la répétabilité est satisfaisante. Toutefois, elle reste significative par rapport à l'étendue observée. Cet aspect fait que cette dimension n'est pas intégrée dans la démarche de modélisation.

iv. Taux volumique de fibres et de porosité

a) Résultats

Cette partie porte sur la description de la microstructure des pièces du plan d'expériences. Les macrographies réalisées sont exploitées et les données suivantes sont étudiées :

- Le TVF.
- Le TVP.
- Le TVF hors porosité déduit des deux données précédentes.

Ces éléments sont présentés dans le Tableau 52. Les valeurs minimales, maximales et l'étendue sont également détaillées.

Tableau 52 : Mesures expérimentales du TVF et du TVP. Les valeurs déduites du TVF hors porosité et de la masse volumique déduite de cette valeur sont décrites.

N° Essai	TVF [% _v]	TVP [% _v]	TVP hors porosité [% _v]
1	41,7	0,15	41,76
2	41,26	0,01	41,26
3	41,43	0,05	41,45
4	40,74	2,01	41,58
5	41,96	0,19	42,04
6	41,14	0,47	41,33
7	40,31	1,17	40,79
8	41,03	0,04	41,05
9	39,13	0,05	39,15
10	40,14	0,07	40,17
11	44,58	0,05	44,60
12	41,75	0,04	41,77
13	42,18	0,04	42,20
14	41,64	1,23	42,16
15	46,92	0,04	46,94
Valeur min	39,13	0,01	39,15
Valeur max	46,92	2,01	46,94
Étendue	7,79	2,00	7,79

À partir des résultats décrits dans le Tableau 52, les conclusions suivantes sont faites. Tout d'abord, concernant le TVP, des valeurs comprises entre 0,01%_v et 2,00%_v sont observés. Il est intéressant de constater que l'ensemble de ces valeurs est plutôt faible et que même les éprouvettes présentant le plus de porosités, sont de l'ordre de 2%_v. En comparant cela aux éprouvettes réalisées dans les études menées précédemment et décrites dans le chapitre 4, ces valeurs sont satisfaisantes. Pour rappel, celles de TVP mesurées sur les échantillons en PA12/CF étudiées étaient de l'ordre de 11 à 14%_v pour la préforme, et compris entre 11%_v et 0,25%_v pour les pièces mises en forme. Ces observations permettent de conclure que l'ensemble des protocoles de fabrication mis en œuvre dans le cadre de ces essais conduit à l'obtention d'éprouvettes ayant un faible TVP. L'analyse du taux de fibres présente des valeurs de TVF hors porosité compris entre 39,2%_v et 46,9%_v soit une étendue de 7,8%_v. Le procédé de thermocompression tel qu'il est mis en œuvre ici a un impact sur le TVF final des échantillons réalisés. À nouveau, pour comparer avec les résultats décrits dans le chapitre 4, ces derniers mettent en évidence l'absence d'impact du taux de mise en forme sur le taux de fibres. Ce dernier est resté similaire pour tous les échantillons et ce malgré une évacuation de matière pouvant être conséquente. Ici ce n'est pas le cas, une interaction entre les facteurs étudiés et le TVF existe. Il est également intéressant de noter que la valeur minimale repris sur les échantillons présente une valeur proche du TVF hors porosité relevé dans l'échantillon de préforme. Ce point témoigne de l'évolution du TVF passant d'une valeur initiale d'environ 39 à 40%_v vers des valeurs allant jusqu'à 47%_v pour un essai en particulier. Pour donner une notion d'incertitude, la répétabilité relative à ces paramètres est étudiée.

b) Répétabilité

Le Tableau 53 est dressé afin de qualifier la répétabilité associée aux valeurs de TVF, de TVP et de TVF hors porosité. La valeur moyenne des écarts relevés est également décrite.

Tableau 53 : Qualification de la répétabilité relative au TVF, au TVP et au TVF hors porosité.

	TVF [% _v]	TVP [% _v]	TVF hors porosité [% _v]
Moyenne 1	40,46	0,17	41,14
Écart 1	1,24	0,02	0,62
Moyenne 2	40,97	0,02	40,57
Écart 2	0,29	0,01	0,70
Moyenne 4	40,46	1,56	41,67
Écart 4	0,19	0,51	0,20
Moyenne 5	40,91	0,12	40,64
Écart 5	1,05	0,07	1,40
Moyenne 8	41,34	0,03	41,35
Écart 8	0,31	0,01	0,30
Écart moyen	0,62	0,12	0,64

Les résultats décrits dans le Tableau 53 mettent en évidence des écarts de l'ordre 0,6%_v pour les mesures de TVF, et pour le TVF hors porosité. Ces variations moyennent représentent environ 1,5% de la valeur moyenne du TVF mesuré. Pour le TVP, des variations moyennes de 0,12%_v sont relevées. Ces dernières sont comprises entre 0,01%_v et 0,51%_v en fonction de l'essai considéré. Celles conduisant à l'obtention d'un TVP plus conséquent dans les éprouvettes présentent des variabilités plus importantes. Pour conclure à propos de ces résultats, la répétabilité relative au taux de fibres et de porosités est satisfaisante. Ces résultats et les conclusions associées sont similaires à celles décrites dans le chapitre 4 pour les échantillons en PA12/CF.

v. Taux de cristallinité du thermoplastique

a) Application de la méthode de mesure et résultats

La Figure 97 présente une courbe de DSC pour un des échantillons du plan d'expériences. Seule la phase de chauffe est représentée puisqu'elle est suffisante pour l'obtention de l'enthalpie de fusion ΔH_m , et de l'enthalpie de la cristallisation froide ΔH_{cc} .

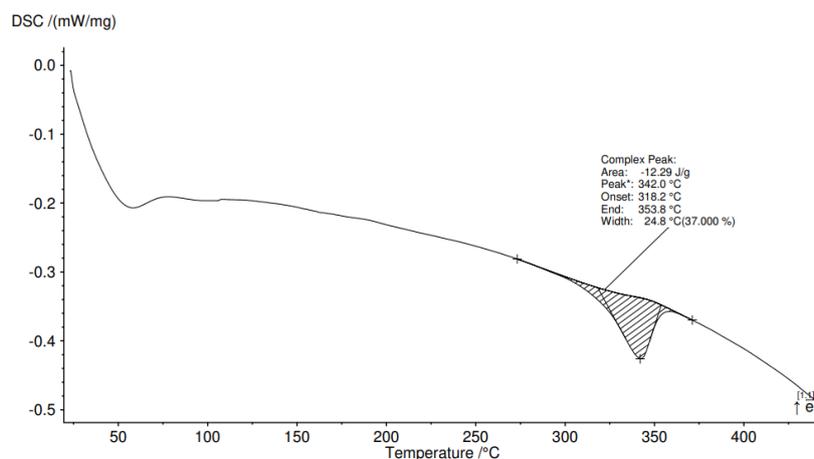


Figure 97 : DSC de l'échantillon associé à l'essai 11 (PEKK/CF).

La Figure 97 met en évidence l'absence de cristallisation froide, contrairement à ce qui a été observé pour le cas d'une préforme imprimée servant à la réalisation de ce type d'échantillon (Figure

54). ΔH_{cc} est dans ce cas un terme négligeable. Pour l'exemple présenté en Figure 97, la valeur de $\Delta H_m = 12,29 J/g$ est obtenue. La dernière donnée nécessaire pour la détermination du taux de cristallinité du thermoplastique est la fraction massique de thermoplastique présente dans l'échantillon testé. Pour l'exemple présenté, le taux massique de fibres $\alpha = 0,533$ est déterminé à partir des mesures de taux volumiques de fibres réalisées sur les macrographies. À partir de ces données, la valeur du taux de cristallinité $\chi = 0,93$ est obtenue, soit un taux de cristallinité de la matrice thermoplastique de 9,3%. Les données expérimentales associées aux 15 échantillons étudiés sont présentés. Le Tableau 54 présente les valeurs de α , de ΔH_m ainsi que la valeur calculée pour le taux de cristallinité. Les valeurs de α sont obtenues à partir des valeurs du taux volumique de fibres décrits dans le Tableau 52 et des valeurs théoriques de lamasses volumiques des composants, la masse volumique de la matrice PEKK : $\rho_m = 1,261 g.cm^{-3}$ et de la masse volumique des fibres de carbone : $\rho_f = 1,790 g.cm^{-3}$.

Tableau 54 : Résultats pour le taux massique de fibres, pour l'enthalpie de fusion et pour la fraction cristalline du thermoplastique.

N° Essai	α	ΔH_m [J.g ⁻¹]	Taux de cristallinité [%]
1	0,504	-11,26	11,1
2	0,499	-14,53	14,4
3	0,501	-12,06	11,9
4	0,503	-12,91	12,7
5	0,507	-12,07	11,8
6	0,500	-12,11	12,0
7	0,494	-11,83	11,8
8	0,497	-12,85	12,8
9	0,477	-12,02	12,5
10	0,488	-13,43	13,6
11	0,533	-10,04	9,3
12	0,504	-16,3	16,0
13	0,509	-12,07	11,7
14	0,508	-11,75	11,4
15	0,557	-13,4	11,9
Valeur min	0,477	-16,30	9,3
Valeur max	0,557	-10,04	16,0
Étendue	0,079	6,26	6,7

Les résultats du Tableau 52, et plus particulièrement les valeurs du taux de cristallinité, sont étudiés. Les valeurs du taux de cristallinité obtenues indiquent que les échantillons présentent des valeurs variables. Il semble que le procédé de fabrication ait un impact sur cette propriété du TP. Les valeurs mesurées sont comprises entre 9,3% et 16%. En plus des solutions exposées dans le tableau, un échantillon de la préforme décrit en page 197 dans la partie D. iii. de ce chapitre est analysé de la même manière. L'analyse de cet échantillon est utilisée en amont comme support pour la présentation de la méthode de détermination du taux de cristallinité du TP. La description de la méthode et celle des résultats relatifs à la préforme composite sont décrites dans le chapitre 2 partie D. iv. en page 103. L'exploitation de cet échantillon conduit à l'obtention d'une valeur du taux de cristallinité de 44,8%. Il est intéressant de noter que cette valeur est 30 à 35% supérieure à celles relevées pour les échantillons mis en forme. Cet aspect peut s'expliquer en prenant en compte le procédé utilisé pour la réalisation des préformes. Lors du procédé d'impression 3D mis en œuvre pour la réalisation des préformes, la

matière dépasse le point de fusion et la première strate est déposée sur une plaque chauffante à 180°C. Puis, les strates suivantes sont déposées les unes sur les autres. Ce dernier point laisse supposer que la strate “n” apporte de la chaleur, lors de sa dépose, à la strate “n-1”. L’enceinte de l’imprimante est, quant à elle, chauffée à une température de 100°C. Ces différents points laissent penser que le refroidissement de la matière lors du procédé d’impression 3D est relativement lent, d’autant plus que la réalisation d’une bielle dure environ deux heures. En se référant à l’état de l’art, le taux de cristallinité est un paramètre matériau indiqué comme étant sensible à la vitesse de refroidissement du TP. Il est cohérent ici d’observer une valeur de/du taux de cristallinité plus importante pour l’échantillon imprimé par rapport aux échantillons mis en forme. La répétabilité des résultats est maintenant présentée et analysée

b) Répétabilité

Le Tableau 55 montre la répétabilité du taux de cristallinité du thermoplastique relevé entre les échantillons réalisés avec le même protocole de fabrication.

Tableau 55 : Qualification de la répétabilité du taux de cristallinité du thermoplastique.

	Taux de cristallinité [%]
Moyenne 1	12,00
Écart 1	0,95
Moyenne 2	12,76
Écart 2	1,64
Moyenne 4	12,67
Écart 4	0,74
Moyenne 5	11,93
Écart 5	0,15
Moyenne 8	12,15
Écart 8	0,64
Écart moyen	0,82

Les résultats du Tableau 55 mettent en évidence des variations moyennes du taux de cristallinité entre les échantillons de même type, de l’ordre de 0,82%. Cette variation est non négligeable par rapport à l’étendue relevée dans le Tableau 54, qui vaut 6,7%. La répétabilité associée à ce paramètre est peu satisfaisante. Malgré cette conclusion, l’interaction entre les quatre facteurs et le taux de cristallinité est maintenant étudiée. Pour rappel, les notions d’incertitudes associées aux valeurs de réponses ne peuvent pas être prises en compte dans la démarche de modélisation. Les conclusions faites pour les résultats de modélisation des interactions doivent faire état de ces incertitudes.

vi. Limite à rupture en cisaillement

a) Résultats et répétabilité

Maintenant que les résultats associés à la microstructure des échantillons sont présentés, la suite des travaux porte sur l’exploitation des essais de caractérisation mécaniques réalisés. Dans un premier temps les résultats relatifs aux essais ASTM D2344 sont exploités. Pour rappel, ces essais permettent de caractériser la limite à rupture en cisaillement d’une barre courte en composite. La Figure 98 illustre la mise en application de cette méthode de caractérisation sur les échantillons en

PEKK/CF étudiés ici. Le Tableau 56 décrit les résultats relatifs à la caractérisation de l'ensemble des pièces réalisés dans le cadre du plan d'expériences. Pour rappel, quatre échantillons par pièce sont prélevés et caractérisés. Les résultats présentés sont les valeurs moyennes, ainsi que les écarts-types.

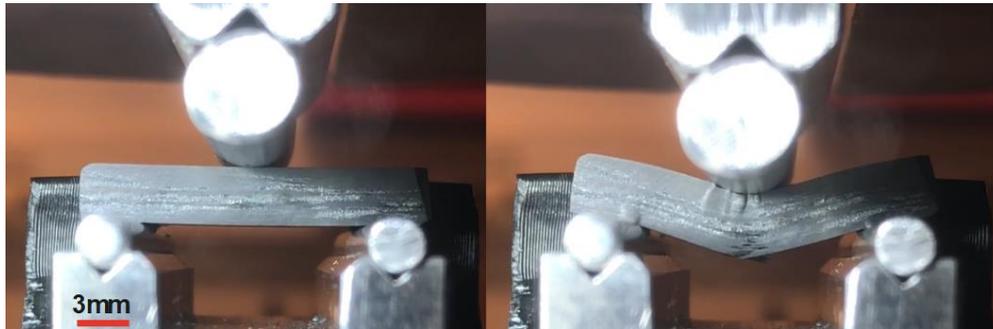


Figure 98 : Images décrivant un essai ASTM D2344 appliqué à une éprouvette PEKK/CF.

Tableau 56 : Valeurs moyennes et écarts-types de la limite à rupture en cisaillement F_{sbs} .

N° Essai	Moyenne F_{sbs} [MPa]	Écart-type [MPa]	Écart-type [%]
1	113,5	3,83	3,38
2	114,5	6,23	5,44
3	118,2	8,75	7,41
4	115,7	5,69	4,92
5	105,2	1,43	1,36
6	109,0	1,18	1,08
7	120,0	7,61	6,34
8	110,3	6,21	5,63
9	111,1	10,28	9,25
10	114,6	20,16	17,59
11	110,3	6,16	5,59
12	114,7	3,81	3,32
13	115,8	7,77	6,71
14	112,3	7,81	6,95
15	113,4	7,12	6,28
Valeur min	105,2		
Valeur max	120,0		
Étendue	14,8		

Les résultats décrits dans le Tableau 56 sont maintenant étudiés. La caractérisation des échantillons met en évidence des valeurs moyennes de F_{sbs} comprises entre environ 105 et 120 MPa soit une variation de l'ordre de 15MPa, soit environ 13% de la valeur moyenne. En ce qui concerne les écarts-types entre les échantillons de mêmes pièces, ils présentent une valeur moyenne de l'ordre de 6.9MPa soit environ 6% de la valeur moyenne de la limite à rupture F_{sbs} . Un essai en particulier expose des écarts-types importants entre les échantillons avec un écart type de l'ordre de 20MPa. À partir de ces résultats, les conclusions suivantes peuvent être faites. Tout d'abord, la variation de cette limite à rupture reste relativement faible par rapport aux écarts-types relevées. Cet aspect fait qu'il est complexe de considérer les variations relevées entre les différents essais comme significatives par rapport à la variabilité entre les essais réalisés sur les échantillons d'un même essai. Malgré ce trait, la démarche de modélisation des interactions est appliquée. Toutefois, les résultats sont à mettre en perspective avec ceux du tableau ci-dessus. L'étude de la répétabilité relative à des éprouvettes réalisées selon les mêmes conditions est également décrite par la suite. Pour compléter ces résultats,

une préforme imprimée est caractérisée dans les mêmes conditions que les différents échantillons du plan d'expériences. Les résultats obtenus pour cet échantillon présentent une valeur moyenne $F_{sbs}=51,6\text{MPa}$, et un écart-type de $3,1\text{MPa}$, soit $6,0\%$ de la valeur moyenne. Ces résultats mettent en évidence un écart conséquent entre les propriétés relevées pour la préforme, et celles des pièces mises en forme. L'écart moyen est de l'ordre de $61,6\text{MPa}$, ce qui correspond à une amélioration des propriétés de la préforme de l'ordre de 120% . Cette augmentation des propriétés à rupture peut être attribuée au procédé de thermocompression. Ces différents résultats vont être ensuite mis en parallèle avec les autres données et notamment avec les résultats relatifs à la microstructure. Pour compléter les notions d'incertitudes décrites dans le Tableau 56, le Tableau 57 est dressé. Ce dernier présente les écarts et les valeurs moyennes relevées pour les éprouvettes issues des mêmes essais. Ces données permettent de qualifier la répétabilité.

Tableau 57 : Qualification de répétabilité relative à la limite à rupture en cisaillement F_{sbs} .

	Moyenne F_{sbs} [MPa]
Moyenne 1	111,69
Écart 1	1,81
Moyenne 2	113,50
Écart 2	1,02
Moyenne 4	112,71
Écart 4	2,06
Moyenne 5	105,17
Écart 5	0,03
Moyenne 8	111,84
Écart 8	1,50
Écart moyen	1,28

Les résultats décrits dans le Tableau 57 mettent en évidence un écart moyen de l'ordre de $1,28\text{MPa}$ pour le F_{sbs} . Cette valeur est relativement faible par rapport aux valeurs relevées pour ce paramètre, et également par rapport aux écarts-types relevés entre les échantillons prélevés sur une même pièce. Pour conclure à propos de cet aspect, la réalisation d'éprouvettes avec le même protocole de fabrication permet d'obtenir des valeurs moyennées sur plusieurs échantillons très proches. Toutefois, des variations non négligeables entre les échantillons issus d'une même pièce peuvent parfois être observées. Ce dernier point indique que des variations de propriétés mécaniques sont relevées en fonction de l'emplacement de prélèvement de l'échantillon. L'écart-type relevé entre les échantillons d'une même pièce est considéré comme un indicateur d'homogénéité des propriétés à rupture de l'échantillon. La limite à rupture en cisaillement F_{sbs} est maintenant intégrée dans la démarche de modélisation.

vii. Propriétés élastiques

a) Résultats

La caractérisation des propriétés élastiques est réalisée avec la méthode développée dans le chapitre 3 partie H. Pour rappel, il s'agit d'une méthode de caractérisation inverse, non-destructive, et qui vise à prendre en compte l'impact du procédé de fabrication et de la section massive des échantillons dans la démarche de caractérisation. La méthode mise en œuvre ici permet la caractérisation de trois constantes élastiques E_1 , E_2 et G_{12} . L'identification de ces trois constantes nécessite la définition d'autres constantes caractérisant le comportement élastique. Ces dernières sont les suivantes et sont définies ainsi : $\nu_{12}=0,3479$, $\nu_{23}=0,4058$ et $G_{23}=2553\text{MPa}$. Ces valeurs sont le

résultat de la caractérisation d'une éprouvette de même nature, fabriquée avec le protocole de fabrication décrit dans l'Annexe 9 a), et instrumentée avec des jauges de déformations. L'essai en question sert d'exemple pour la mise en place de la méthode de caractérisation et les résultats associés sont décrits dans le Tableau 19 page 140. Ces paramètres peuvent être impactés par les conditions de fabrication des éprouvettes. Toutefois, ici, ils sont définis comme constants pour l'ensemble des essais. Les données résultant de la caractérisation de l'ensemble des essais réalisés sont décrites dans le Tableau 58.

Tableau 58 : Valeur des modules élastiques E_1 , E_2 et G_{12} caractérisés pour les différents essais du plan d'expériences.

N° Essai	E_1 [MPa]	E_2 [Ma]	G_{12} [MPa]
1	93309	7910	3522
2	88836	7595	2746
3	89519	5250	4723
4	87130	5393	4723
5	90313	7341	3750
6	85173	5186	4735
7	84642	5287	3292
8	92003	5250	4783
9	91415	8097	3725
10	92641	8890	2393
11	93199	5261	4686
12	98557	6038	3700
13	93326	5152	3384
14	95168	4819	4769
15	98618	4237	2613
Valeur min	84642	4237	2393
Valeur max	98618	8890	4783
Étendue	13976	4653	2390

Les résultats décrits dans le Tableau 58 permettent de faire les observations suivantes. Tout d'abord, en ce qui concerne le module sens fibres E_1 , des variations comprises entre 84600MPa et 98600MPa correspondent à une étendue d'environ 14000MPa. La valeur moyenne mesurée est de 91500MPa et les variations relevées représentent 15,3% de cette valeur. Pour les deux autres constantes étudiées, les variations relevées sont plus importantes. Pour le module transverse E_2 , des valeurs comprises entre 4200MPa et 8900MPa sont mesurées et la valeur moyenne est d'environ 6100MPa. L'étendue est significative ; certains essais montrent des valeurs jusqu'à deux fois supérieures à celles d'autres essais. Les mêmes observations sont faites pour le module G_{12} . Les valeurs observées varient, quant à elles, entre 2400MPa et 4800MPa. Maintenant que les propriétés élastiques sont décrites, la répétabilité associée à ces caractéristiques est analysée.

b) Répétabilité

Le Tableau 59 permet de qualifier la répétabilité des propriétés élastiques mesurée. En plus de l'analyse de ces résultats, ils sont mis en parallèle avec ceux présentés précédemment dans le chapitre 4 et relatifs à la caractérisation d'éprouvettes en PA12/CF.

Tableau 59 : Qualification de la variabilité associée aux propriétés élastiques E_1 , E_2 et G_{12} mesurées.

	E_1 [MPa]	E_2 [Ma]	G_{12} [MPa]
Moyenne 1	90879	7042	3374
Écart 1	2429	867	148
Moyenne 2	90525	6871	2604
Écart 2	1689	724	141
Moyenne 4	86586	4695	3789
Écart 4	373	596	640
Moyenne 5	93764	6811	3051
Écart 5	3451	530	699
Moyenne 8	91659	5124	4982
Écart 8	344	126	198
Écart moyen	1657	569	365

Les résultats du Tableau 59 mettent en évidence les écarts moyens relevés entre les éprouvettes réalisées avec le même protocole. En ce qui concerne le module sens fibre E_1 , l'écart moyen relevé est de l'ordre de 1650MPa. Cette valeur est mise en perspective avec celle moyenne de ce module, ainsi qu'avec les variations relevées entre les différents essais. La valeur moyenne représente environ 91600MPa, donc la variabilité comprend en moyenne 1,8% des valeurs mesurées. Par rapport à l'étendue qui vaut 14000MPa, correspond à environ 11%. Pour conclure sur ce paramètre, la répétabilité est largement satisfaisante. Pour le module transverse E_2 , une variation moyenne de 570MPa est mesurée. En comparaison à la valeur moyenne du module qui vaut environ 6100MPa, cela représente environ 9%. Par rapport à l'étendue de 4650MPa relevée dans le Tableau 58, le taux est d'environ 12%. Le module G_{12} présente des tendances assez similaires avec un écart moyen relevé de l'ordre de 365MPa. En comparaison avec la valeur moyenne du module de 3840MPa, cela constitue environ 9% ; et par rapport à l'étendue, cela correspond à 15%. Les conclusions pour ces deux modules sont les mêmes dans l'ensemble la répétabilité est satisfaisante. En comparant les écarts moyens relevés pour les trois constantes élastiques étudiées ici, avec l'incertitude déterminée pour la méthode d'identification. Les valeurs exposent des ordres de grandeur similaires. Ces incertitudes sont décrites dans le chapitre 3. F. v. page 133. Pour rappel, les incertitudes associées à l'identification de E_1 , E_2 et G_{12} sont de ± 2450 MPa, ± 250 MPa, et de ± 185 MPa. Les écarts moyens relevés sont égaux ou inférieurs aux valeurs des incertitudes associées à la méthode d'identification. Pour comparer avec la mise en application de la méthode de caractérisation faite dans le chapitre 4, les résultats décrits ici indiquent une bonne répétabilité. Ce point peut être la cause de plusieurs aspects. Le premier est le nombre de zones de mesures utilisées pour l'identification des modules E_2 et G_{12} , avec respectivement 5 et 3 zones, contre 2 pour chaque paramètre par rapport à la méthode appliquée avec des jauges de déformation. Le second correspond à l'éventuelle bonne répétabilité des propriétés matériaux des échantillons, ou à de faibles variations locales des propriétés matériaux et mécaniques.

viii. Contraintes résiduelles

a) Résultats

Les résultats relatifs aux champs de contraintes résiduelles présentes dans les échantillons sont affichés en dernier, et notamment après les propriétés élastiques. Ce choix est fait car la démarche de caractérisation mise en place nécessite la connaissance des propriétés élastiques des éprouvettes caractérisées. Pour rappel, ces dernières sont déterminées avec une méthode non-destructive, puis intégrées dans la démarche de caractérisation des CR. Cette démarche implique la réalisation d'une découpe sur les pièces afin de relâcher les CR. Comme décrit dans la partie méthode

associée, deux paramètres géométriques sont mesurés sur les éprouvettes après relâchement des contraintes. Ces paramètres ont une dimension correspondant au déplacement de l'éprouvette à l'emplacement de découpe, ainsi qu'un angle qui décrit la rotation de la surface de découpe. Ils sont décrits dans la Figure 56 page 108. L'intégration de ces deux paramètres, de la géométrie des éprouvettes et de leurs propriétés mécaniques dans la simulation EF permet de déterminer le champ de CR présentes dans les pièces avant relâchement. L'exploitation faite de ces champs de contraintes dans le cas présent correspond à la mesure de la valeur maximale de la déformation et de la contrainte dans le sens des fibres et dans le sens transverse. Le Tableau 60 décrit ces différents paramètres.

Tableau 60 : Valeurs mesurées pour le déplacement D , l'angle α , les déformations et les contraintes maximales relevées dans le sens des fibres et dans le sens transverse.

N° Essai	Déplacement D [mm]	Angle β [°]	$\epsilon 1$ max [$\mu\text{m}/\text{m}$]	$\epsilon 2$ max [$\mu\text{m}/\text{m}$]	$\sigma 1$ max [MPa]	$\sigma 2$ max [MPa]
1	2,70	2,00	476	478	40,5	2,5
2	2,80	2,09	490	487	41,5	2,6
3	2,85	2,06	520	570	47,8	3,1
4	4,19	3,00	771	574	70,4	4,7
5	2,66	1,92	482	337	44,6	3,0
6	3,15	2,35	548	587	51,1	3,2
7	3,29	2,46	562	561	55,4	3,5
8	3,06	2,35	553	560	51,6	3,0
9	3,46	2,50	623	750	59,3	3,7
10	3,34	2,53	591	773	58,3	3,4
11	2,45	1,78	445	347	41,5	2,8
12	2,39	1,67	456	354	40,5	2,7
13	3,14	2,47	608	529	54,4	2,9
14	3,11	2,38	565	515	49,2	2,8
15	2,42	1,65	476	384	42,9	2,9
Valeur min	2,39	1,65	445	337	40,5	2,5
Valeur max	4,19	3,00	771	773	70,4	4,7
Étendue	1,80	1,35	326	435	30,0	2,1

Les différents résultats détaillés dans le Tableau 60 peuvent permettre de quantifier les CR présentes dans les échantillons étudiés. Ces différents paramètres sont intéressants dans la mesure où ils sont plus ou moins corrélés avec d'autres propriétés relatives aux échantillons. Par exemple, les déformations dépendent de la géométrie définie dans le modèle EF, et également de la valeur des propriétés élastiques définies. Il en est de même pour les contraintes. Toutefois, les deux paramètres géométriques D et β sont directement mesurés sur les éprouvettes après découpe. Il peut être intéressant de les étudier directement. Ces deux derniers paramètres présentent des valeurs comprises entre 2,4mm et 4,2mm pour D , et de 1,65° à 3,00° pour β . Les déformations maximales obtenues affichent des valeurs comprises entre 445 $\mu\text{m}/\text{m}$ et 771 $\mu\text{m}/\text{m}$ pour $\epsilon 1$ max, soit une étendue de 326 $\mu\text{m}/\text{m}$. Pour $\epsilon 2$ max, les valeurs exposent des ordres de grandeur similaires. Les variations des contraintes longitudinales et transverses relevées sont proportionnelles aux valeurs de déformation et aux constantes élastiques remarquées précédemment. Ainsi, les contraintes longitudinales montrent des valeurs environ 20 fois supérieures aux contraintes transverses.

b) Répétabilité

Maintenant que les données relatives à la caractérisation des contraintes résiduelles présentes dans les échantillons sont décrites, la répétabilité associée à ces paramètres est étudiée. Les résultats permettant de qualifier la répétabilité et ils sont décrits dans le Tableau 61.

Tableau 61 : Qualification de la répétabilité des réponses associées aux contraintes résiduelles.

	Déplacement D [mm]	Angle β [°]	ϵ_1 max [$\mu\text{m}/\text{m}$]	ϵ_2 max [$\mu\text{m}/\text{m}$]	σ_1 max [MPa]	σ_2 max [MPa]
Moyenne 1	3,18	2,35	556	667	47,79	2,96
Écart 1	0,48	0,35	80	189	7,3	0,4
Moyenne 2	2,94	2,16	525	551	44,8	2,9
Écart 2	0,14	0,07	35	64	3,3	0,2
Moyenne 4	3,64	2,66	652	543	61,1	4,0
Écart 4	0,55	0,35	119	31	9,3	0,7
Moyenne 5	2,71	1,95	492	398	44,5	2,9
Écart 5	0,04	0,03	10	61	0,1	0,0
Moyenne 8	2,90	2,14	532	570	49,1	3,0
Écart 8	0,16	0,21	21	9	2,5	0,0
Écart moyen	0,27	0,20	53	71	4,51	0,28

Les résultats décrits dans le Tableau 61 permettent de faire les observations suivantes. Tout d'abord, en ce qui concerne les paramètres géométriques, le déplacement D indique un écart moyen de l'ordre de 0,27mm. De son côté, l'angle β en présente un d'environ 0,2°. Ces deux valeurs représentent environ 10% de la valeur moyenne associées à ces paramètres. Les ordres de grandeurs sont similaires pour les déformations et les contraintes déterminées. Les écarts moyens représentent environ 15% de la valeur des étendues relevées dans le Tableau 60. Les écarts sont non négligeables par rapport aux variations étudiées.

F. Modélisation des interactions produit-processus de fabrication

i. Introduction

La partie précédente a présenté les résultats expérimentaux et la répétabilité associée, pour les diverses réponses mesurées. Les données expérimentales sont maintenant intégrées dans une démarche de modélisation. L'objectif de cette démarche est de lier les facteurs du plan d'expériences aux réponses de ce dernier et ainsi de qualifier les interactions produit-processus de fabrication. Pour rappel, les interactions étudiées sont celles liant les quatre facteurs du plan d'expériences que sont l'effort, la température de mise en forme, la vitesse de refroidissement et le temps de maintien en effort avec les différentes réponses présentées dans la partie précédente. Dans un premier temps, une première partie porte sur l'étude de la corrélation entre les différents paramètres intervenant dans le plan d'expériences. Les liens de corrélation entre les facteurs et les réponses mais également entre les réponses entre elles sont analysés. Une deuxième partie détaille la démarche mise en place pour la modélisation ainsi que le choix des modèles pour les différentes interactions étudiées. Les parties suivantes décrivent ensuite l'ensemble des interactions modélisées.

ii. Étude de corrélation

Cette partie porte sur l'étude des liens et des corrélations entre les paramètres étudiés dans le plan d'expériences. Les corrélations entre les facteurs et les réponses ainsi que celles entre les diverses réponses sont étudiées. Ce dernier point permet éventuellement de réduire le nombre de paramètres étudiés et modélisés par la suite. En effet, si des réponses présentent une forte corrélation entre elles et que leur corrélation avec les autres paramètres est similaire, il est possible de considérer que l'étude de l'un d'entre eux est suffisante pour caractériser ces deux paramètres. Cette étude permet également de constater si des interactions linéaires fortes existent entre les paramètres. Cet aspect donne des indications pour la modélisation d'interactions linéaires entre facteurs et réponse. Les valeurs de corrélation varient entre -1 et 1, le signe indique la tendance observée entre deux grandeurs. Par exemple, une corrélation de 1 entre deux paramètres indique que l'augmentation d'un des deux paramètres conduit à une augmentation proportionnelle du second. À l'inverse un signe négatif indique que l'augmentation du premier conduit à une diminution du second. Concernant l'ordre de grandeur de la corrélation, des valeurs comprises entre 1 et 0,75 indiquent une corrélation forte et entre 0,75 et 0,5 une corrélation modérée. Une valeur inférieure à 0,5 témoigne d'une corrélation linéaire faible. Pour rappel, ce critère donne des indications quant à l'interaction linéaire entre les paramètres, une absence de corrélation linéaire n'implique pas une absence d'interaction entre ces données. La Figure 99 illustre une matrice de corrélation de Pearson décrivant la corrélation linéaire entre les facteurs et les réponses décrits précédemment dans ce chapitre. Une donnée supplémentaire est indiquée, il s'agit de la masse volumique des éprouvettes déterminées à partir des mesures de masse et de volume.

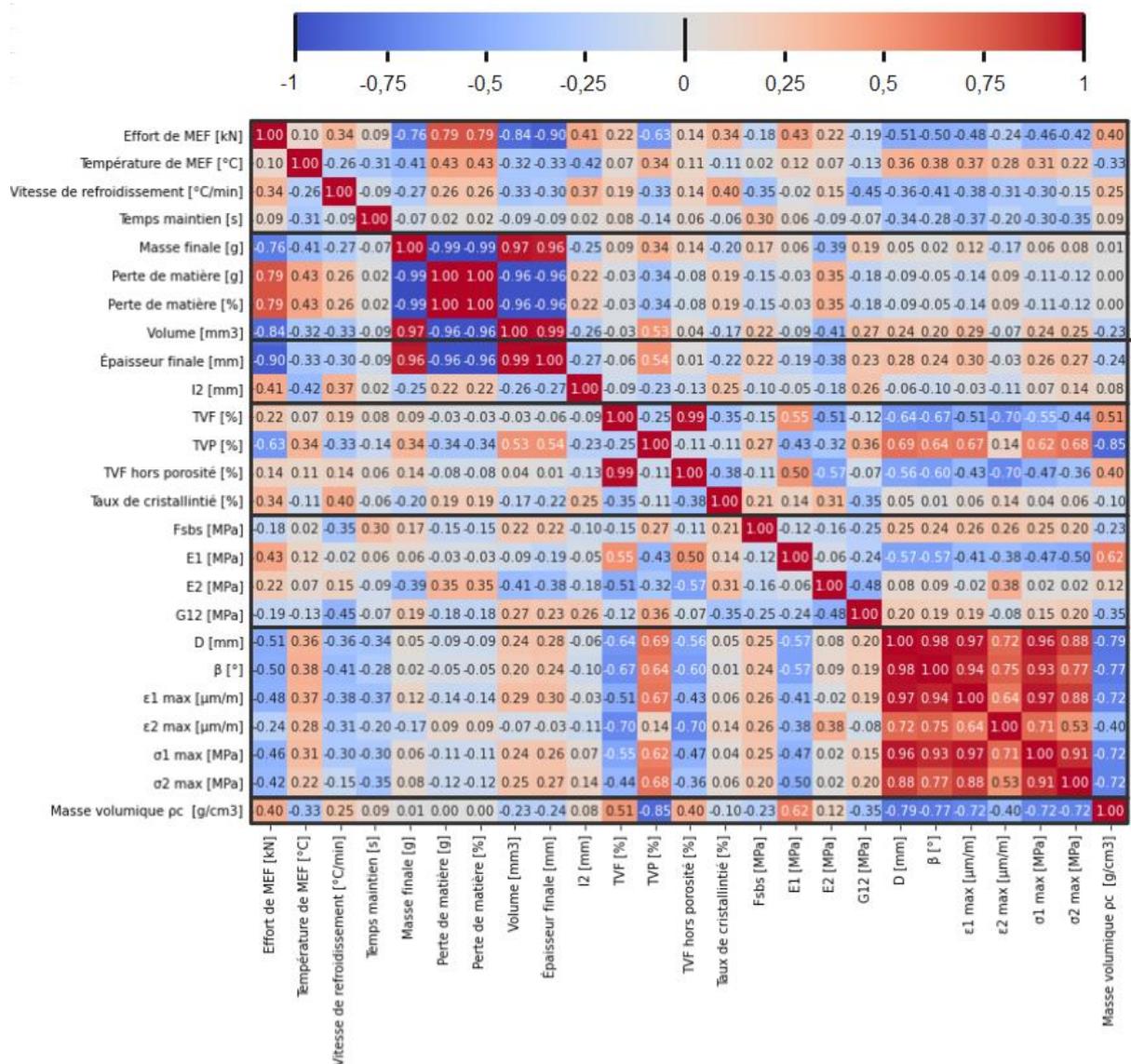


Figure 99 : Représentation de la matrice de corrélation de Pearson relative à l'ensemble des facteurs et des réponses décrites précédemment.

L'étude de la corrélation décrite dans la Figure 99 met en évidence deux ensembles de paramètres qui présentent une corrélation forte entre eux ainsi que des corrélations avec les autres paramètres similaires. Le premier ensemble correspond à la masse finale, la perte de matières gramme et en pourcent, l'épaisseur finale et au volume des éprouvettes. Ces paramètres sont directement liés entre eux, il est donc logique d'observer ces résultats. Pour détailler, la masse finale des pièces dépend directement de la perte de matière ayant eu lieu lors de la mise en forme. Il en est de même pour le volume et l'épaisseur finale des pièces. L'épaisseur est une dimension variable impactant directement la section de l'éprouvette et donc son volume. La forte corrélation entre ces quatre paramètres indique que l'obtention d'une éprouvette ayant une masse importante est directement corrélée avec son volume. Ce point met en évidence le fait que les variations du taux volumique de fibres relevés précédemment n'induisent pas de grandes variations de volume ou de masse dans les éprouvettes. Le second ensemble de paramètres correspond aux grandeurs prises en compte pour l'étude des contraintes résiduelles. Il s'agit de D , β , puis des déformations et des contraintes longitudinales et transverses. Tous ces paramètres indiquent des corrélations fortes entre eux et similaires avec les autres paramètres, sauf pour la déformation maximale transverse ϵ_2 max. Dans ces conditions, il est

donc possible de réduire le nombre de paramètres intégré dans la démarche de modélisation. Les deux paramètres suivants sont exclus : la perte de matière en gramme et le volume. La perte de matière défini en pourcentage et l'épaisseur finale sont conservés. Pour l'étude des CR, le paramètre conservé est la déformation sens fibre. Pour finir, une corrélation évidente existe entre le TVF et le TVF hors porosité, la modélisation porte par la suite uniquement sur le second paramètre puisque celui-ci présente des valeurs indépendantes du TVP.

Ces simplifications faites, la corrélation entre les quatre facteurs et les réponses est étudiée. Il est à noter que les trois facteurs suivants : la température de mise en forme, la vitesse de refroidissement et le temps de maintien en effort n'indiquent pas de corrélation linéaire forte avec les réponses. Cela n'est pas le cas de l'effort de mise en forme. En effet, des corrélations modérées et fortes sont visibles. Une corrélation forte est relevée entre l'effort de mise en forme et la masse finale des pièces. Ainsi il est possible de dire que plus l'effort de MEF est important, plus la masse et l'épaisseur finale des éprouvettes tend à diminuer, et plus la perte de matière augmente avec une relation linéaire forte. Ces observations permettent de conclure que l'impact de l'effort de MEF sur ces réponses peut probablement être décrit par un modèle linéaire simple. Cette conclusion sera validée ou non par la suite. Une corrélation négative modérée entre l'effort de MEF et le TVP. Ce point indique que le TVP tend à diminuer avec l'augmentation de l'effort, ce qui, comme pour les précédentes conclusions, est cohérent.

Concernant la corrélation entre les facteurs, les observations suivantes peuvent être faites :

- Des corrélations positives modérées sont observées entre le taux volumique de fibres, le module sens fibre E_1 et avec la masse volumique. Ces observations sont cohérentes. En effet, La masse volumique est directement liée au taux de fibres du fait des différences de masses volumiques entre les fibres la matrice, l'augmentation du TVF tend à augmenter la masse volumique du composite. Ensuite, comme décrit dans l'état de l'art, le module E_1 dépend également du TVF.
- La masse volumique présente une corrélation négative forte avec le taux volumique de porosité. À nouveau, cette observation est cohérente.
- Une corrélation négative modérée est relevée entre le TVF et le module transverse E_2 , ces tendances sont également cohérentes avec les interactions décrites dans l'état de l'art.
- Des corrélations modérées sont également visibles entre les grandeurs associées à la caractérisation des contraintes résiduelles, le module sens fibre E_1 , le TVF, le TVP et la masse volumique. Cette corrélation décrit probablement un lien entre les contraintes résiduelles et le module E_1 , ainsi l'augmentation de la rigidité de l'échantillon limite probablement la déformation liée à l'effet « Spring-in » ce qui limite les CR induite.

Maintenant que ces différents aspects sont présentés, la suite des travaux porte sur le choix des types de modèles utilisés pour décrire les interactions entre les facteurs et les réponses.

iii. Choix des modèles

Afin de modéliser les interactions, plusieurs types de régressions sont testés. Ces dernières sont présentées précédemment dans le Tableau 42. Il s'agit de régressions linéaire $D=1$, avec ou sans interactions entre facteurs, $I=0$ ou $I=2$. ou de régressions polynomiales d'ordre 2 ou 3, $D=2$ ou $D=3$, à nouveau avec ou sans interactions entre facteurs pour le cas $D=2$. La mise en place de cette démarche permet de déterminer les coefficients décrivant les cinq modèles cités pour l'ensemble des réponses. Les équations et les constantes associées à ces cinq modèles sont décrits dans l'Annexe 16 page 271.

Les différents types de régressions sont testés pour l'ensemble des réponses. La détermination des différents coefficients permet ensuite de déterminer les valeurs numériques correspondants à celles expérimentales. La comparaison de ces deux données permet de calculer le coefficient de détermination R^2 qui permet de qualifier l'adéquation du modèle avec les résultats expérimentaux. Outre la prise en compte de ce critère, d'autres aspects sont pris en compte comme le nombre de constantes du modèle. Les modèles les plus simples sont privilégiés, ainsi le nombre de constantes associées est minimisé tout en conservant un R^2 acceptable. Le dernier point pris en compte dans le choix du modèle est l'hypothèse faite par rapport aux interactions entre les facteurs. Il peut être intéressant de voir si la prise en compte ou non des termes d'interaction dans la modélisation a un intérêt ou non et si les interactions donnent des tendances explicables et exploitables. Le Tableau 62 décrit la valeur du coefficient de détermination R^2 pour l'ensemble des modèles et des réponses étudiées ici.

Tableau 62 : Valeur des coefficients de détermination R^2 pour chaque réponse et chaque modèle de régression étudiés. Le nombre de constantes associées aux modèles est rappelé.

Degré	1	2	3	1	2
Interaction	0	0	0	2	2
Nombre de constantes	5	9	13	11	15
Masse finale [g]	0,73	0,89	0,90	0,92	1,00
Perte de matière [%]	0,75	0,91	0,96	0,94	0,56
Épaisseur finale [mm]	0,87	0,95	0,96	0,97	1,00
TVP [%]	0,56	0,87	0,91	0,79	1,00
TVF hors porosité [%]	0,07	0,47	0,43	0,67	1,00
Taux de cristallinité [%]	0,22	0,58	0,69	0,80	1,00
F_{sbs} [MPa]	0,21	0,30	0,34	0,96	1,00
E_1 [MPa]	0,22	0,62	0,77	0,57	0,17
E_2 [MPa]	0,07	0,26	0,41	0,86	1,00
G_{12} [MPa]	0,32	0,54	0,49	0,80	1,00
$\epsilon_1 \max$ [$\mu\text{m}/\text{m}$]	0,47	0,69	0,84	0,63	1,00

Les résultats présentés dans le Tableau 62 permettent d'orienter le choix de modèle pour chacune des interactions. Les modèles choisis pour les différentes réponses sont maintenant décrits.

- Concernant la masse, la perte de matière et l'épaisseur finale des éprouvettes, l'étude de corrélation a mis en évidence une forte corrélation entre ces trois grandeurs. Le Tableau 62 indique que la plupart des modèles donnent des résultats intéressants, le choix s'oriente vers les modèles les plus simples, en l'occurrence il s'agit des modèles issus de la régression linéaire sans interactions pour l'épaisseur finale. Pour la masse finale et la perte de matière, le même modèle ou un polynôme de degré 2 est suffisant pour représenter les interactions.
- Le TVP est décrit avec un polynôme de degré 2.
- La plupart des modèles donnent des résultats peu représentatifs pour le TVF hors porosité, le seul modèle acceptable est un polynôme de degré 2 avec interaction.
- Le taux de cristallinité, la limite à rupture F_{sbs} et les modules E_2 et G_{12} sont modélisés avec un modèle de degré 1 avec interaction.
- Le module E_1 est assez peu représenté, le modèle choisit est le polynôme de degré 3.
- Pour finir, les paramètres associés à la caractérisation des contraintes résiduelles, D , $\epsilon_1 \max$ et $\epsilon_2 \max$ sont représentés avec des polynômes d'ordre 2 ou 3 sans interactions.

Maintenant que les modèles choisis pour les différentes réponses ont été décrits, les résultats associés à la modélisation des interactions produit-processus de fabrication sont présentés et analysés. Les données analysées par la suite sont les coefficients du modèle déterminé afin de quantifier l'impact des facteurs ainsi que les surfaces de réponse décrivant le modèle pour le cas des modèles simples.

iv. Masse des pièces et perte de matière

a) Masse des pièces

L'étude des interactions liant les facteurs avec la masse finale passe par la prise en compte des modèles D=1 et 2, I=0. Le cas D=1 et I=2 est également étudié afin de vérifier si les termes d'interactions ont un apport ici. Le Tableau 63 décrit les coefficients normalisés pour ces trois modèles. Les facteurs sont numérotés de 1 à 4 avec en 1 l'effort de MEF, F_{Mef} , en 2 la température de MEF, T_{Mef} , en 3 la vitesse de refroidissement, V_r , et en 4 le temps de maintien, t_m . Cet ordre est conservé pour l'exploitation de l'ensemble des réponses.

Tableau 63 : Coefficients des modèles décrivant les interactions entre les quatre facteurs et la masse finale des éprouvettes.

D=1 ; I=0		D=2 ; I=0		D=1 ; I=2	
a0	16,70	a0	16,49	a0	16,69
a1	-0,36	a1	-0,48	a1	-0,53
a2	-0,26	a2	-0,17	a2	-0,19
a3	-0,10	a3	0,00	a3	0,01
a4	-0,09	a4	0,05	a4	0,04
		a11	-0,29	a12	-0,72
		a22	0,01	a13	0,11
		a33	0,44	a14	-0,16
		a44	0,37	a23	0,09
				a24	-0,09
				a34	-0,43

1= F_{Mef}
2= T_{Mef}
3= V_r
4= t_m

À partir de résultats décrits dans le Tableau 63, plusieurs tendances se dégagent. L'évolution de la masse est principalement impactée par l'effort de MEF. La température présente également un impact certain mais plus faible sur l'évolution de ce paramètre. Ces tendances sont observées pour l'ensemble des trois modèles pris en compte. Ces observations sont cohérentes puisque l'augmentation de l'effort de MEF tend à augmenter la formation de bavures et ainsi la perte de matière par ébavurage. La température de MEF peut avoir le même impact du fait de son action sur la viscosité du thermoplastique. En ce qui concerne les deux autres facteurs étudiés, l'impact sur la masse finale des éprouvettes est peu représenté. Le modèle D=1 ; I=0 indique un impact faible de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort sur la grandeur étudiée. Celui d'ordre D=2 ; I=0 indique des valeurs positives sur les coefficients d'ordre 2, il est difficile de relier ces tendances à un phénomène physique. Il est envisageable que ces variations décrivent du bruit de mesure. Concernant le modèle D=1 ; I=2, à nouveau l'impact de F_{Mef} et T_{Mef} est certain. Le terme d'interaction entre ces deux paramètres est également significatif et a une valeur négative. Ce point indique que l'augmentation simultanée de ces paramètres implique une diminution de la masse finale. En ce qui concerne les autres interactions, la plupart sont négligeables sauf pour l'interaction entre V_r et t_m . Ce terme indique que la variation de ces deux valeurs de manière simultanée tend à impacter la réponse étudiée alors que leur impact individuel est nul. Cet aspect est difficilement explicable d'un point de vue physique, de plus, ces tendances sont différentes de celles décrites dans le modèle D=2 ; I=0. Ce

point tend à confirmer que ces coefficients sont peu significatifs. Pour conclure sur ces résultats, les paramètres V_r et t_m ne sont pas étudiés, seul l'impact de F_{Mef} et de T_{Mef} est pris en compte. Cette hypothèse faite, les deux types de modèles sont testés à nouveau sans prendre en compte les paramètres négligés. Le Tableau 64 décrit les coefficients obtenus pour ces différents modèles. Les modèles D=2 ; I=0 et D=1 ; I=2 conduisent à l'obtention de coefficients de détermination R^2 respectivement de 0,79 et de 0,84. Pour rappel, le cas prenant en compte les quatre facteurs donne des valeurs de R^2 de 0,89 et de 0,92. Cela indique pour le cas D1 ; I=2, la suppression de l'interaction avec V_r et t_m a peu d'impact sur les résultats.

Tableau 64 : Coefficients des modèles décrivant les interactions entre l'effort et la température de MEF avec la masse finale des éprouvettes.

	a)	D=2 ; I=0	b)	D=1 ; I=2
1=F_{Mef} 2=T_{Mef}	a0	16,78	a0	16,71
	a1	-0,44	a1	-0,46
	a2	-0,17	a2	-0,22
	a11	-0,29	a12	-0,47
	a22	0,10		

La Figure 100 illustre les surfaces de réponses correspondant aux modèles détaillés dans le Tableau 64, avec en a) D=2 ; I=0 et en b) D=1 ; I=2. Ces données décrivent l'évolution de la masse finale des éprouvettes en fonction de l'effort et de la température de MEF. Les points expérimentaux sont également représentés sur les deux graphiques.

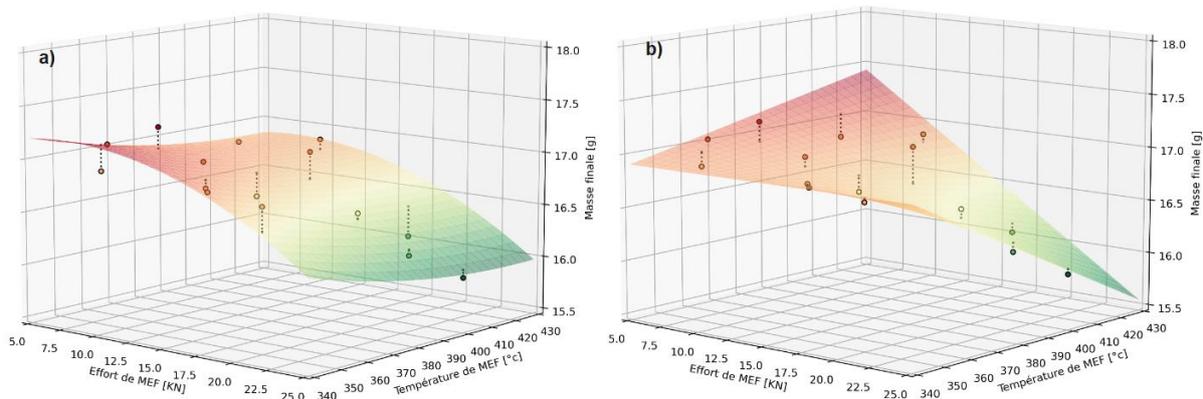


Figure 100 : Représentation de la masse finale des éprouvettes en fonction de l'effort et de la température de MEF. Avec en les surfaces de réponse associées en a) au modèle D2 ; I=0 et en b) au modèle D=1 ; I=2.

Les courbes de réponses décrites dans la Figure 100 décrivent de manière fiable les interactions entre l'effort, la température de MEF et la masse finale des pièces réalisées. Les surfaces de réponse décrivent des tendances similaires mais avec quelques différences. Globalement ces deux modèles indiquent que l'augmentation de l'effort et la température de MEF tendent à diminuer la masse finale, l'effort ayant un effet plus conséquent que la température. Le cas D=2 ; I=0 indique que l'interaction entre F_{Mef} et T_{Mef} est significative. Cet aspect implique que l'application d'un effort important avec une température faible impacte peu la masse relevée. Il en est de même pour l'application d'une température élevée avec un effort faible. Pour conclure, les deux modèles décrivent un comportement cohérent, afin de choisir un des deux modèles pour représenter cette interaction il est possible de se fier à la valeur de R^2 . En l'occurrence, le modèle avec interaction présente le coefficient de détermination R^2 le plus élevé, il est donc probable que ce modèle soit le plus

représentatif des phénomènes intervenant lors de la thermocompression. La réalisation d'essais supplémentaires pour la validation d'un des deux modèles est également un moyen possible qui peut être mis en place. Maintenant que ces résultats sont présentés et analysés, la suite des travaux porte sur la description de la perte de matière par ébavurage.

b) Perte de matière

Comme décrit précédemment, la perte de matière par ébavurage est un paramètre très fortement lié à la masse finale des éprouvettes. Les conclusions faites précédemment pour ce dernier paramètre sont applicables directement à la perte de matière par ébavurage. Les mêmes types de modèles sont utilisés pour représenter les interactions, à nouveau, l'impact de V_r et t_m est négligé. Cette partie vise juste à présenter l'application des modèles décrit précédemment pour décrire l'évolution de la masse des échantillons appliqué à la perte de matière. Le Tableau 65 décrit ces modèles. La Figure 101 décrit les surfaces de réponse et les points expérimentaux pour la perte de matière.

Tableau 65 : Coefficients des modèles décrivant les interactions entre l'effort et la température de MEF avec la perte de matière par ébavurage en [%].

	D=2 ; I=0		D=1 ; I=2	
1=F_{Mef}	a0	2,68	a0	3,08
2=T_{Mef}	a1	2,51	a1	2,62
	a2	1,03	a2	1,26
	a11	1,55	a12	2,39
	a22	-0,54		

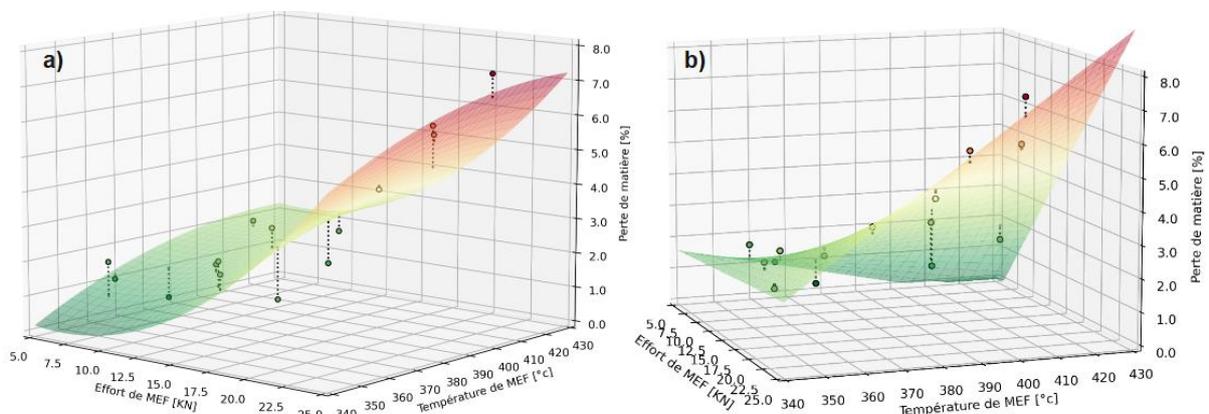


Figure 101 : Représentation de la perte de matière en fonction de l'effort et de la température de MEF. Avec les surfaces de réponse associées en a) au modèle D2 ; I=0 et en b) au modèle D=1 ; I=2.

v. Épaisseur

L'épaisseur finale des éprouvettes est également un paramètre qui dépend fortement de la formation de bavures et qui est donc fortement lié à la perte de matière et la masse finale des éprouvettes. Un aspect supplémentaire pouvant jouer sur l'épaisseur est la porosité présente dans les éprouvettes. Ainsi en théorie deux éprouvettes présentant la même masse peuvent présenter une épaisseur finale différente en fonction de la porosité présente dans ces dernières. Comme dit précédemment, les modèles qui sont adéquats pour représenter l'évolution de l'épaisseur des éprouvettes sont : D=1 ; I=0 et D=2 ; I=0. Le cas D=1 ; I=2 est également étudié. Le Tableau 66 décrit les valeurs des coefficients obtenus pour ces trois modèles.

Tableau 66 : Coefficients des modèles décrivant les interactions entre les quatre facteurs et l'épaisseur des éprouvettes.

	D=1 ; l=0	D=2 ; l=0	D=1 ; l=2
a0	7,48	7,36	7,48
a1	-0,25	-0,29	-0,31
a2	-0,10	-0,07	-0,06
a3	-0,03	0,00	0,02
a4	-0,03	0,00	0,02
		a11	-0,06
		a22	0,06
		a33	0,15
		a44	0,16
		a12	-0,30
		a13	0,02
		a14	-0,08
		a23	0,04
		a24	-0,03
		a34	-0,08

1=F_{Mef}
2=T_{Mef}
3=V_r
4=T_m

Les coefficients illustrés dans le Tableau 66 mettent en évidence de la faible interaction existant entre la vitesse de refroidissement et le temps de maintien avec l'épaisseur. L'absence d'interaction est encore plus marquée que ce qui est observé pour l'analyse de la masse des éprouvettes. Cette observation faite, les modèles sont réalisés à nouveau en excluant V_r et t_m. Le Tableau 67 présente les coefficients des mêmes modèles que ceux décrits dans le Tableau 66 mais obtenues en négligeant l'impact de V_r et de t_m.

Tableau 67 : Coefficients des modèles décrivant les interactions de F_{Mef} et T_{Mef} avec l'épaisseur des éprouvettes.

	D=1 ; l=0	D=2 ; l=0	D=1 ; l=2	
1=F _{Mef}	a0	7,48	a0	7,48
2=T _{Mef}	a1	-0,27	a1	-0,28
	a2	-0,07	a2	-0,07
		a11	-0,07	
		a22	0,07	
		a12	-0,19	

Les trois modèles présentés dans le Tableau 67 donnent des résultats satisfaisants. Leurs coefficients de détermination R² sont respectivement de 0,86, 0,90 et 0,94. Le modèle D=1 ; l=0 et D=2 ; l=0 sont très semblables. Cela permet de conclure qu'un modèle linéaire est quasiment suffisant pour représenter l'interaction entre ces facteurs et l'épaisseur. La Figure 102 décrit les réponses de surfaces associées aux modèles D=2 ; l=0 en a) et D=1 ; l=2 en b). Les valeurs expérimentales sont également représentées.

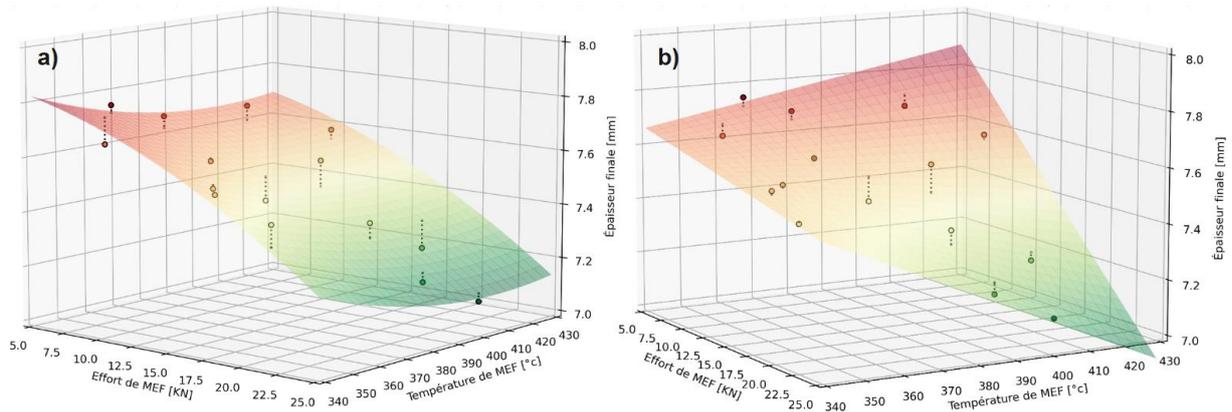


Figure 102 : Représentation de l'épaisseur en fonction de l'effort et de la température de MEF. Avec les surfaces de réponse associées en a) au modèle D2 ; I=0 et en b) au modèle D=1 ; I=2.

Les modèles décrits dans le Tableau 67 et les surfaces de réponses associées présentées en Figure 102 présentent des tendances similaires à celles observées pour la masse des échantillons et pour la perte de matière. Cet aspect permet de confirmer du lien direct entre ces données. Une différence est toutefois visible sur la surface de réponse décrite en Figure 102 b). Cette différence correspond à l'impact de l'effort de mise en forme pour une faible température. Dans le modèle décrit ici, l'application d'un effort avec une température faible induit une diminution de l'épaisseur des éprouvettes. Dans modèle équivalent illustré en Figure 100 b), dans les mêmes conditions, la masse de l'éprouvette reste constante. Cet aspect à une explication logique. En effet, il est envisageable que l'application d'une température faible et d'un d'effort croissant conduit à l'évacuation des porosités présentes dans la préforme imprimée sans pour autant former de bavures, ainsi l'épaisseur finale de l'éprouvette diminue mais aucune bavure ne se forme. Cette conclusion est rappelée lors de l'étude de l'impact des paramètres procédé sur le TVP, elle pourra donc être confirmée ou non.

vi. Microstructure

a) Taux volumique de porosité

Cette partie porte sur la modélisation des interactions entre les facteurs et les propriétés liées à la microstructure des échantillons. Concernant le TVP, l'étude des coefficients R^2 indique que divers modèles donnent des résultats satisfaisants. Il s'agit des modèles D=2 ; I=0 avec $R^2=0,87$; D=3 ; I=0 avec $R^2=0,91$. Ces deux modèles sont étudiés et les coefficients déterminés pour ces derniers sont décrits dans le Tableau 68.

Tableau 68 : Coefficients des modèles pris en compte pour la description des interactions des facteurs avec le TVP.

	D=2 ; I=0	D=3 ; I=0
a₀	-0,60	-0,60
a₁	-0,76	-0,90
a₂	0,40	0,36
a₃	0,03	-0,57
a₄	-0,15	-0,32
a₁₁	0,55	0,66
a₂₂	0,91	1,12
a₃₃	0,26	0,08
a₄₄	0,81	0,70
a₁₁₁		0,13
a₂₂₂		0,05
a₃₃₃		0,83
a₄₄₄		0,19

1=F_{Mef}
2=T_{Mef}
3=V_r
4=t_m

Les modèles décrits dans le Tableau 68 sont maintenant analysés. L'analyse de ces modèles passe par l'analyse des surfaces de réponse. La Figure 103 décrit les surfaces de réponses obtenues pour le modèle D=2 ; I=0 avec en a) le TVP en fonction de F_{Mef} et T_{Mef} et en b) en fonction de V_r et t_m. La Figure 104 décrit les mêmes données mais pour le modèle D=3 ; I=0. La donnée étudiée étant un pourcentage, les valeurs négatives décrites par les surfaces de réponse sont fixées à 0.

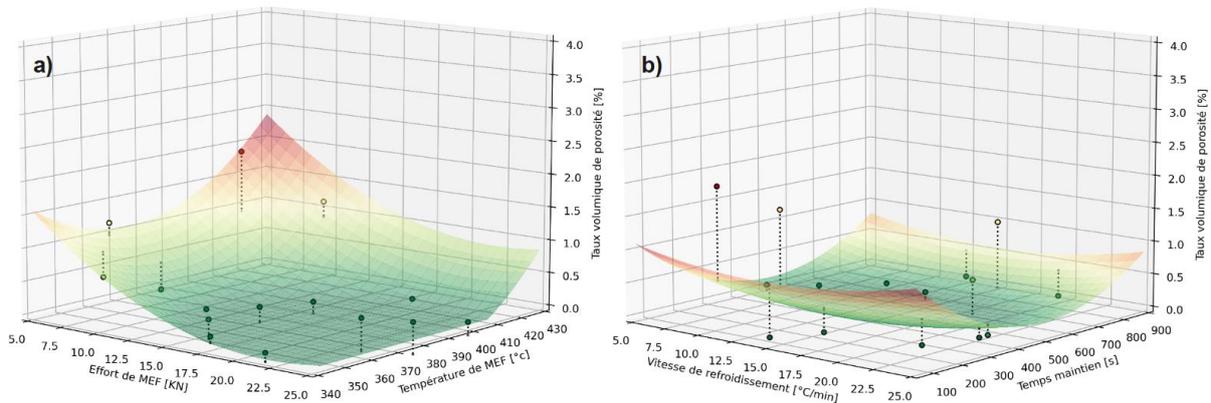


Figure 103 : Représentation du modèle D=2 ; I=0 décrivant le TVP en fonction en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.

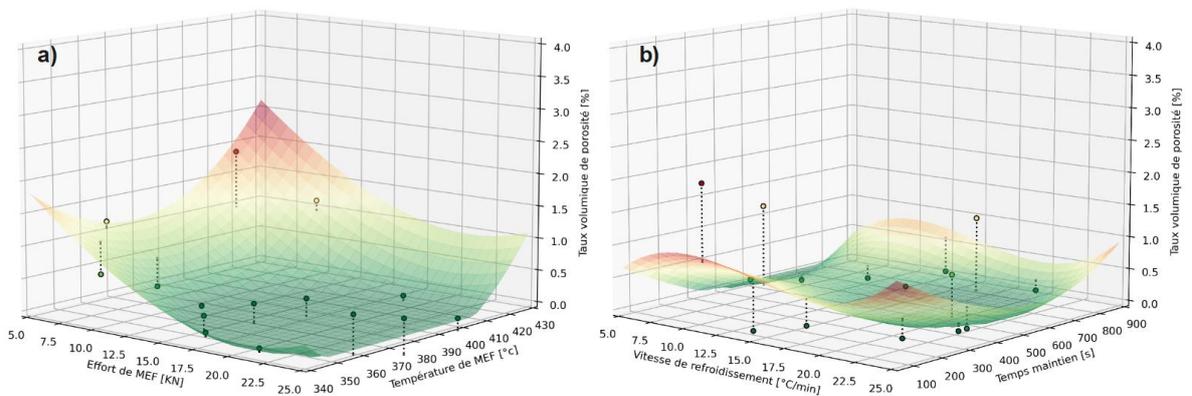


Figure 104 : Représentation du modèle D=3 ; I=0 décrivant le TVP en fonction en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.

Les modèles $D=2 ; I=0$ et $D=3 ; I=0$ sont assez similaires. L'apport des termes de degrés 3 est relativement faible, seul l'interaction des paramètres V_r et t_m est modifiée. L'observation des surfaces de réponse et des coefficients associés aux deux modèles pris en compte permet de faire les conclusions suivantes. Tout d'abord en ce qui concerne l'effort de mise en forme, l'augmentation de ce paramètre tend à fortement diminuer le TVP. Cette observation est cohérente, l'application d'un effort ou d'une pression sur la matière tend à évacuer les porosités présentes dans la matière. En ce qui concerne la température de MEF, deux tendances sont observées. Dans un premier temps l'augmentation de la température tend à diminuer la porosité observée dans les éprouvettes. Toutefois, passer un certain stade ce paramètre à l'effet inverse. Le point de bascule se trouve environ à $T_{MeF}=390^{\circ}\text{C}$. Il est possible d'expliquer cette tendance, l'augmentation de la température tend à réduire la viscosité du TP et donc rend plus simple l'évacuation des porosités. Toutefois passé une certaine température, il est envisageable que la faible viscosité du TP implique une formation conséquente de bavure. Ce point peu limiter l'évacuation de la porosité dans la mesure ou une partie de l'effort est appliqué pour sortir la matière de l'outillage ce qui peut limiter la consolidation. Cette observation est cohérente avec les conclusions faites lors de l'analyse de l'épaisseur finale et de la perte de matière. Pour rappel, le modèle $D=1 ; I=2$ utilisé pour décrire l'évacuation de matière indique que l'interaction entre l'effort et la température est significative. Ainsi, l'application d'un effort et d'une température élevée conduit à une formation de bavures conséquente. Une autre piste expliquant l'augmentation du TVP associée à l'application d'une température élevée peut être la dilatation de l'air présent dans les pores. L'analyse porte maintenant sur les deux autres facteurs. Pour la vitesse de refroidissement, les deux modèles indiquent un faible impact de ce paramètre sur l'évolution du TVP. Le t_m impacte de manière modérée le TVP. Comme pour la température, l'augmentation tend dans un premier temps à limiter le TVP puis à l'augmenter. La diminution s'explique, il est envisageable que l'application d'un temps de maintien suffisant favorise l'évacuation des porosités. L'augmentation constatée au-delà d'un certain temps de maintien en effort n'est pas expliquée et est éventuellement liée aux incertitudes de mesure relative au TVP. Pour conclure sur ces résultats, il est intéressant de constater que l'application d'un effort et d'une température de MEF suffisante permet l'évacuation de la majorité des pores présents initialement dans la préforme imprimée. L'observation des surfaces de réponses permet la définition des domaines pour l'effort et la température de MEF afin de garantir un TVP faible. Les graphiques présentés ici sont des outils intéressants pour la réalisation de produits présentant des propriétés satisfaisantes.

b) Taux volumique de fibres hors porosité

La modélisation des interactions liant les facteurs et le TVF hors porosité est complexe. En effet, les modèles pris en compte mettent en évidence des coefficients de détermination R^2 faibles entre les résultats expérimentaux et ceux des modèles. L'exploitation de ces modèles ne met pas en évidence de liens cohérents entre le taux volumique de fibres hors porosité et les facteurs étudiés. L'étude des données brutes et de la répétabilité pour ce paramètre a mis en évidence une étendue de l'ordre de 7.8%, la variabilité déterminée entre des échantillons réalisés dans les mêmes conditions vaut 0,6%. En observant les mesures de TVF, la plupart des échantillons présentent des valeurs comprises entre 40% et 42%. Seuls quelques échantillons se démarquent et présentent des valeurs supérieures. Il est envisageable que l'incertitude de mesure associée à ce paramètre est trop importante pour représenter de manière fiable les interactions avec les facteurs. Cet aspect est éventuellement confirmé par l'étude de la corrélation entre la masse volumique et le TVF. Le coefficient de corrélation obtenu est de 0,51. L'observation d'une corrélation linéaire aussi faible entre deux paramètres normalement fortement corrélés indique une incertitude de mesure. Cette incertitude est associée à la mesure de TVF plutôt qu'à la détermination de la masse volumique. Pour

comprendre les phénomènes impliqués dans l'obtention des valeurs de TVF plus importantes, quelques macrographies sont observées. La Figure 105 montre un aperçu de la microstructure des éprouvettes relatives en a) à l'essai 15 et en b) à l'essai 12. Ces deux éprouvettes présentent respectivement des TVF hors porosité de 46,94% et de 41,77%. La formation de bavure associées à ces éprouvettes est très proche.

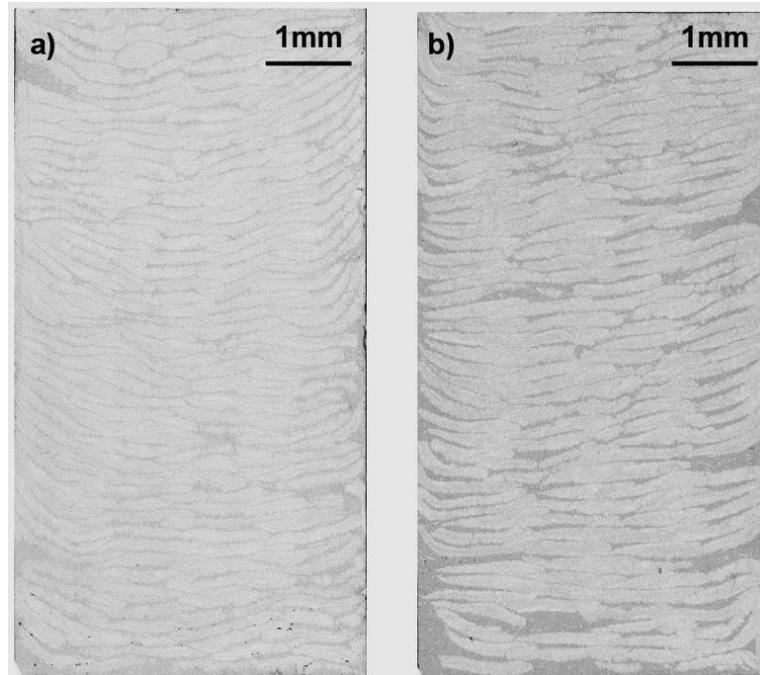


Figure 105 : Macrographies de la section complète des échantillons a) 15 et b) 12. Mise en évidence des zones de forte concentration de matrice.

La Figure 105 met en évidence des différences de microstructure entre les deux échantillons considérés. En effet, l'essai 12 présente des zones de forte concentration de matrice représentées en gris foncé. Ces dernières sont beaucoup moins représentées pour l'essai 15. Ces zones de forte concentration de matrice correspondent aux déposes du filament PEKK/CF courtes, ce type de filament présente un TVF de l'ordre de 3%. En considérant que ces deux éprouvettes ont conduit à une formation de bavure équivalente, il est possible de conclure que la matière évacuée en bavure ne l'est pas. Les bavures formées lors de la fabrication de l'éprouvette 15 sont probablement composés de plus de matrice que pour celles de l'éprouvette 12. Cet aspect conduit à l'observation d'un TVF plus important pour l'essai 15. Pour conclure quant à l'étude du TVF, les essais réalisés n'ont pas permis de modéliser l'évolution du TVF associée aux facteurs étudiés, ce point peut être attribué aux incertitudes de mesure du TVF. Toutefois, la cause de l'augmentation de ce paramètre pour certains échantillons est expliquée. Pour compléter ces résultats, la modélisation porte maintenant sur l'étude de la masse volumique.

c) Masse volumique

La masse volumique est étudiée afin de répondre aux difficultés rencontrées dans la modélisation est interactions entre les facteurs et le TVF. Plusieurs propriétés associées au matériau composite peuvent avoir un impact sur la masse volumique. Ces derniers sont :

- Le taux de fibres, dans le cas présent la masse volumique des fibres de carbone est supérieure à celle de la matrice PEKK.

- Le taux de porosité. La présence de porosités induit une diminution de la masse volumique.
- Le taux de cristallinité du thermoplastique. Les phases cristallines du thermoplastique présentent une masse volumique plus importance que celles amorphes.

Les résultats associés à l'étude de ce paramètre sont mis en parallèle avec ceux associés à ces trois réponses. Les valeurs des masses volumiques des échantillons n'ont pas été présentés précédemment, elles le sont ici. Le modèle $D=3 ; I=0$ présente un coefficient de corrélation $R^2=0,84$ ce qui est satisfaisant. Le Tableau 69 décrit en a) les résultats expérimentaux correspondant à la masse volumique des échantillons, pour rappel ces valeurs correspondent au rapport entre la masse et le volume des éprouvettes. Le b) décrit les coefficients déterminés pour le modèle $D=2 ; I=0$ décrivant le lien entre les facteurs et la masse volumique

Tableau 69 : a) Valeur de la masse volumique calculées à partir des mesures de masses et de volume réalisées sur les échantillons et b) Coefficients du modèle $D=3 ; I=0$ pris en compte pour la description des interactions entre les facteurs et la masse volumique.

a) N° Essai	Masse volumique [g.cm-3]	b)	D=3 ; I=0
1	1,543	a0	1,5443
2	1,536	a1	0,0018
3	1,536	a2	0,0015
4	1,515	a3	0,0153
5	1,537	a4	0,0058
6	1,529	a11	-0,0147
7	1,526	a22	-0,0215
8	1,534	a33	0,0096
9	1,54	a44	-0,0005
10	1,529	a111	0,0045
11	1,54	a222	-0,0083
12	1,54	a333	-0,0205
13	1,541	a444	0,0007
14	1,528		
15	1,546		
Valeur min	1,515		
Valeur max	1,546		
Étendue	0,031		

1= F_{Mef}
2= T_{Mef}
3= V_r
4= t_m

La Figure 106 présente les surfaces de réponse correspondant au modèle $D=3 ; i=0$ présenté dans le Tableau 69 b). Ces surfaces de réponse décrivent l'impact en a) de F_{Mef} et T_{Mef} et en b) de V_r et t_m sur la masse volumique des éprouvettes.

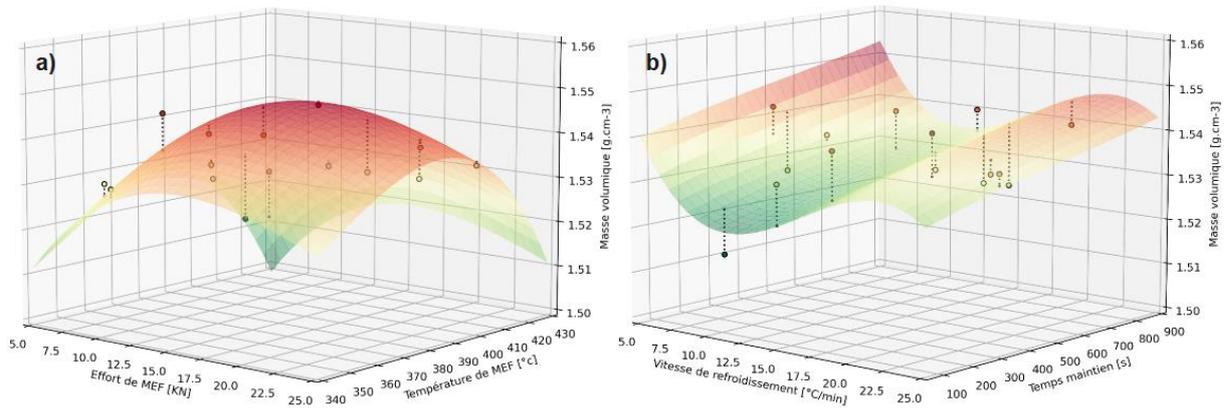


Figure 106 : Représentation du modèle D=3 ; I=0 décrivant la masse volumique en fonction, en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.

L'observation résultats décrits dans la Figure 106 permet de faire les conclusions suivantes. Tout d'abord, concernant l'impact de F_{Mef} , il est à noter que l'augmentation de l'effort tend globalement à augmenter la masse volumique. Ce point peut être lié soit à l'augmentation du TVF, soit à la diminution du TVP. L'ordre de grandeur de cette augmentation est de l'ordre de 1 à 2%. Cet aspect tend à confirmer que ces variations sont principalement liées à l'évacuation de la porosité, car des variations similaires et ayant des ordres de grandeur similaires sont observés dans la Figure 104 a). En ce qui concerne l'impact de la température de MEF, les tendances et les ordres de grandeur témoignent également indiquer le lien entre TVP et masse volumique, l'évolution de ces deux grandeurs est dans l'ensemble similaire. Une différence est notable dans le cas où la température est comprise entre 340°C et 390°C et pour un effort supérieur à 15kN. Les valeurs expérimentales et le modèle associé au TVP indique des valeurs très proches de 0%_v dans ces conditions. Toutefois l'augmentation de la température induit une augmentation de la masse volumique. Cet aspect peut indiquer que ces conditions de fabrication impliquent une augmentation du TVF associée à une évacuation de matrice plus importante. Pour conclure sur l'impact de ces deux facteurs, la mise en parallèle des modèles décrivant l'évolution de la masse volumique, du TVP et de l'évacuation de matière permet de relier l'évolution de la masse volumique associée à F_{Mef} et T_{Mef} au TVP et au TVF.

Ces conclusions faites, l'impact de V_r et t_m est étudié. Concernant le temps de maintien en effort t_m , le modèle indique que l'augmentation tend à augmenter légèrement et de manière linéaire la masse volumique des éprouvettes. Pour la vitesse de refroidissement, la diminution de ce facteur tend dans un premier à faire diminuer la masse volumique puis tend à l'augmenter fortement pour l'application d'une V_r faible. Ce dernier point peut éventuellement un indicateur de l'impact de V_r sur la masse volumique par l'intermédiaire du taux de cristallinité du thermoplastique. Toutefois cette hypothèse est infirmée par la prise en compte de l'ordre de grandeur associées aux variations du taux de cristallinité du TP. Des données décrivent la masse volumique des phases cristallines et amorphes pour un TP PEEK [28]. Il s'agit d'un TP présentant des propriétés très proches du PEKK mis en œuvre ici. La masse volumique d'un PEEK purement amorphe est de 1,26g.cm⁻³ alors qu'un purement cristallin est de 1,40g.cm⁻³. En considérant une augmentation de 10% du taux de cristallinité du TP présent dans un composite similaire à celui étudié ici (42%_v de fibres, 10% de taux de cristallinité initial). Cette augmentation induit une augmentation de la masse volumique de l'ordre de 0,008g.cm⁻³. Cet ordre de grandeur ne correspond pas aux variations relevées dans la Figure 106. La fin de l'étude de la microstructure porte maintenant sur l'étude du taux de cristallinité du TP.

d) Taux de cristallinité du thermoplastique

Les données et les modèles associés à l'étude du taux de cristallinité du thermoplastique sont peu exploitables. Comme pour l'exploitation du TVF, aucun lien cohérent entre le taux de cristallinité et les facteurs n'est observé. Il est envisageable que l'incertitude associée à la détermination de ce paramètre est supérieure aux variations liées aux facteurs. Cet aspect est d'autant plus plausible que le calcul du taux de cristallinité prend en compte le taux massique de fibres déduit du TVF. Pour étudier ce paramètre de manière fiable, il est nécessaire de réaliser une estimation plus fiable du taux de fibres présent dans les éprouvettes. Également, le protocole suivi pour la réalisation des DSC implique un prélèvement d'une faible quantité de matière, il est envisageable que des variations locales du TVF impactent les valeurs de taux de cristallinité déterminées. Maintenant que la microstructure des échantillons est analysée, les propriétés élastiques sont étudiées.

vii. Propriétés élastiques

a) Module E_1

L'exploitation du module élastique E_1 est maintenant effectuée. L'étude des coefficients R^2 indique que le modèle $D=3 ; I=0$ est viable pour la qualification de l'impact des facteurs sur ce module. Le Tableau 70 décrit les coefficients de ce modèle.

Tableau 70 : Coefficients du modèle $D=3 ; I=0$ pris en compte pour la description des interactions entre les facteurs et le module sens fibre E_1 .

	D=3 ; I=0	
1= F_{Mef}	a0	91382
2= T_{Mef}	a1	-3601
3= V_r	a2	10858
4= T_m	a3	10910
	a4	9780
	a11	-11280
	a22	-5959
	a33	9341
	a44	7269
	a111	4138
	a222	-12381
	a333	-13113
	a444	-6506

Les coefficients décrits dans le Tableau 70 permettent de tracer les surfaces de réponses décrites dans la Figure 107. Ces dernières représentent l'impact en a) de F_{Mef} et T_{Mef} et en b) de V_r et t_m sur le module E_1 .

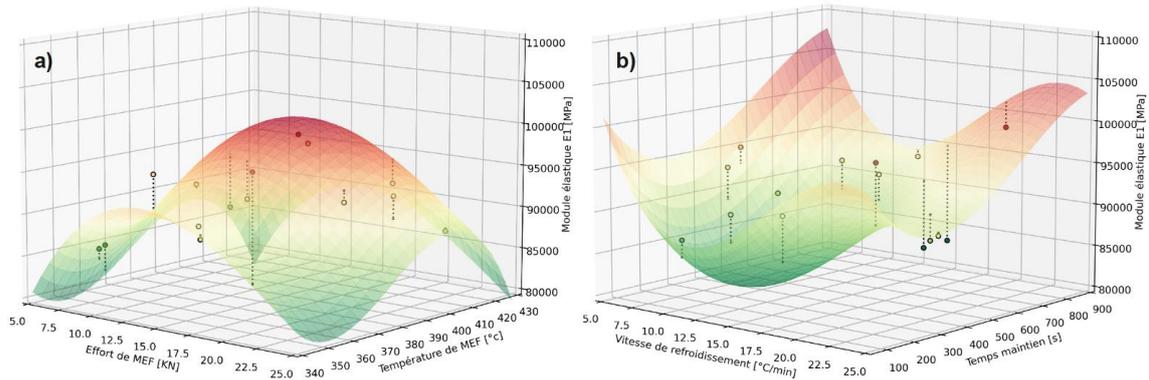


Figure 107 : Représentation du modèle D=3 ; I=0 décrivant le module E_1 en fonction, en a) de l’effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.

L’observation des surfaces de réponse associées à la modélisation de l’interaction entre les facteurs et E_1 mettent en évidence des tendances très similaires à celles observées lors de l’étude de la masse volumique. Pour rappel, ces variations de la masse volumique ont pu être associées et attribuées à l’évolution du TVP et du TVF. Les liens avec l’évolution du TVF ont été déduits de la comparaison des valeurs de TVP, de la masse volumique et de l’évolution de matière. Pour rappel un coefficient de corrélation de 0,61 a été identifié entre l’évolution du module E_1 et de la masse volumique. Pour conclure quant à l’analyse du module E_1 , le lien établi entre ce paramètre et la masse volumique est cohérent. L’évolution du TVP et de TVF observée à travers l’observation de la masse volumique est un témoin des variations effectives du taux de fibres. L’observations de tendances similaires pour E_1 confirme cet aspect dans la mesure où, en théorie, le module E_1 , comme la masse volumique est fortement corrélée à l’évolution du taux de fibre.

b) Modules E_2 et G_{12}

L’exploitation des deux autres modules élastiques qualifiés est complexe. Pour les deux modules, aucun modèle simple ne permet de représenter ces deux paramètres. Les modèles éventuellement exploitables sont ceux prenant en compte l’interaction entre les facteurs, comme ceux de type D=1 ; I=2 et D=2 ; et I=2. Pour les deux modèles le module D=1 ; I=2 donne un coefficient $R^2=0,86$ pour E_2 et $R^2=0,80$ pour G_{12} . Le Tableau 71 décrits les coefficients associés à un modèle D=1 ; I=2 en a) pour E_2 et en b) pour G_{12} .

Tableau 71 : Coefficients du modèle D=1 ; I=2 pris en compte pour la description des interactions entre les facteurs et en a) le module E_2 et en b) le module G_{12} .

	a) E_2	D=1 ; I=2	b) G_{12}	D=1 ; I=2
1= F_{Mef}	a0	7602	a0	2950
2= T_{Mef}	a1	-845	a1	1361
3= V_r	a2	-281	a2	-1086
4= t_m	a3	2884	a3	-2651
	a4	1533	a4	-1668
	a12	-4659	a12	4307
	a13	2397	a13	-1118
	a14	-719	a14	1089
	a23	3839	a23	-3422
	a24	11424	a24	-4440
	a34	8006	a34	-2174

Pour conclure quant aux modèles décrits dans le Tableau 71 pour le cas du module E_2 . Les termes définissant les interactions entre les facteurs présentent des valeurs importantes. Il semble que l'application d'une température important associée à un long temps de maintien en effort tendent à augmenter la valeur de E_2 . La même observation est faire pour l'association d'une forte vitesse de refroidissement et d'un long temps de maintien. Une autre interaction présentant une tendance inverse est visible entre l'effort et la température de MEF. En observant les coefficients de degrés 1, F_{Mef} et T_{Mef} impactent faiblement E_2 , V_r et t_m décrivent un impact plus important. L'observations des coefficients décrivant le modèle associé à G_{12} décrit des tendances similaires mais inverses à E_2 . Ce point est confirmé par l'étude de corrélation décrite en Figure 99 qui indique une corrélation négative modérée entre G_{12} et E_2 . Les diverses interactions décrites par ces modèles sont difficilement attribuables à des phénomènes connu et décrit dans l'état de l'art. Pour finir avec la modélisation des interactions, la suite des travaux porte sur l'exploitation des paramètres décrivant les contraintes résiduelles.

viii. Contraintes et déformations résiduelles

Pour l'analyse des contraintes résiduelles, le paramètre étudié est la déformation maximale relevée dans le sens des fibres $\varepsilon_1 max$. Le choix de ce paramètre est justifié dans l'étude de corrélation. Pour décrire l'interaction entre les paramètres et les facteurs, le modèle envisagé est le modèle D=3 ; I=0. Le Tableau 72 présente les coefficients relatifs à ce modèle.

Tableau 72 : Coefficients du modèle D=3 ; I=0 pris en compte pour la description des interactions entre les facteurs et les déformations résiduelles maximales relevées dans la direction des fibres : $\varepsilon_1 max$.

	D=3 ; I=0	
1= F_{Mef}	a0	-0,60
2= T_{Mef}	a1	-0,90
3= V_r	a2	0,36
4= t_m	a3	-0,57
	a4	-0,32
	a11	0,66
	a22	1,12
	a33	0,08
	a44	0,70
	a111	0,13
	a222	0,05
	a333	0,83
	a444	0,19

À partir des coefficients décrits dans le Tableau 72, les graphiques décrits dans la Figure 108 sont dressés. Ces graphiques décrivent les surfaces de réponses associées au modèle avec l'impact en a) de F_{Mef} et T_{Mef} et en b) de V_r et t_m .

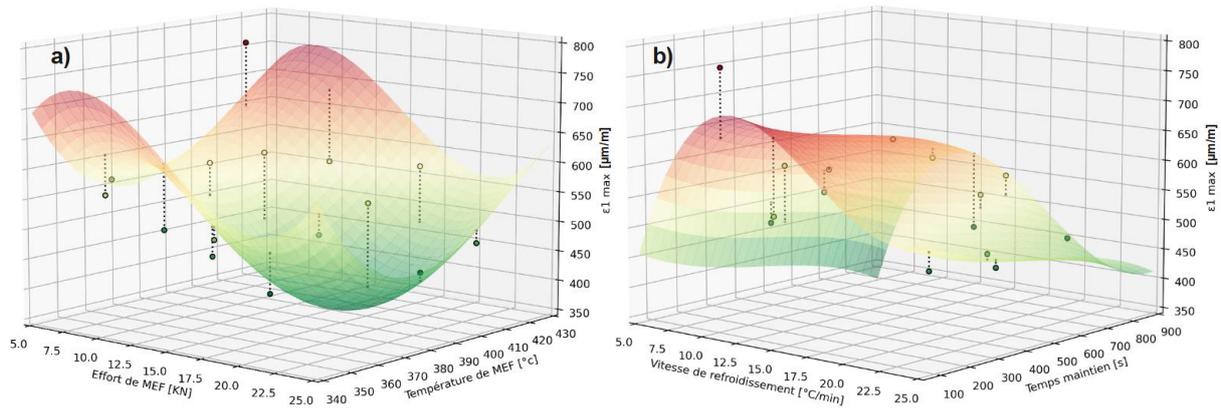


Figure 108 : Représentation du modèle D=3 ; I=0 décrivant la déformation maximale dans le sens des fibres $\epsilon_1 \text{ max}$ en fonction en a) de l'effort et de la température de MEF et en b) de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort.

Pour l'exploitation de ces résultats, la déformation $\epsilon_1 \text{ max}$ est considéré comme un indicateur des contraintes résiduelles présentes dans les éprouvettes. Afin de simplifier l'analyse, les références au paramètres $\epsilon_1 \text{ max}$ sont faites en parlant des contraintes résiduelles directement. Les surfaces de réponse décrites dans la Figure 108 met en évidence les interactions suivantes. Tout d'abord concernant l'impact de l'effort de MEF, les surfaces indiquent que l'augmentation de ce paramètre tend à réduire les CR. Une explication possible pour cette interaction est le lien entre pression et contraintes résiduelles. Ce lien est un des aspects connus du moulage des thermoplastiques, l'application une pression importante tend à limiter le retrait et les CR. L'autre possibilité est le lien avec le module sens fibre E_1 . Des tendances inverses sont observées entre E_1 et les CR, ainsi les pièces présentant les modules sens fibres les plus importants sont moins sujettes aux CR. Concernant l'impact des deux autres facteurs, l'augmentation du temps de maintien tend à limiter légèrement les CR observées. Une explication à cette observation est éventuellement la stabilisation de la température dans l'outillage associée au temps de maintien en effort. Ainsi la phase de refroidissement commence avec une température de l'outillage plus homogène. Comme décrit dans l'état de l'art, des écarts de température induisent conduisent à un refroidissement hétérogène pouvant indure des CR. Pour finir, l'impact de la vitesse de refroidissement est décrit. L'observation de la surface de réponse met en évidence une interaction complexe entre V_r et les contraintes résiduelles. En considérant l'intervalle étudié, l'augmentation de V_r tend dans un premier temps à augmenter les CR puis la tendance s'inverse lorsqu'une certaine valeur est passée. La première tendance peut s'expliquer de la même manière que celle observée pour le temps de maintien en effort. Une vitesse de refroidissement faible permet d'effectuer un refroidissement plus homogène de la matière. Cette tendance ne serait pas forcément visible avec une régulation plus fine de la température de l'outillage. L'observation de CR plus faibles pour des vitesses de refroidissement importantes n'est pas expliquée.

G. Discussions

L'étude décrite dans ce chapitre a pour objectif de modéliser les interactions existantes entre les paramètres processus et les propriétés des produits réalisées. Pour répondre à cet objectif, un plan d'expérience est mis en œuvre. Ce dernier s'est orienté vers l'étude de l'impact des paramètres associés au procédé de thermocompression. L'impact du procédé de préformage utilisé, en l'occurrence, l'impression 3D n'est pas étudié dans ces travaux. Le choix des facteurs et des réponses pris en compte dans le plan d'expérience prend en compte les liens supposés entre les propriétés des produits et les paramètres procédés. Le plan d'expériences mis en œuvre est réalisé avec un échantillonnage par hypercube latin et consiste en quinze essais. Quatre paramètres procédés sont utilisés comme facteurs dans le plan, il s'agit de l'effort de mise en forme, de la température de mise en forme, de la vitesse de refroidissement et du temps de maintien en effort. Le choix de ces facteurs a été fait de manière simultanée avec le choix des réponses. Ces dernières sont nombreuses et portent sur différents aspects relatifs aux produits étudiés. Les différentes réponses sont :

- La masse des éprouvettes.
- La formation de bavure lors de la thermocompression.
- Diverses dimensions associées aux éprouvettes.
- Les propriétés associées à la microstructure avec le TVF, TVP et le taux de cristallinité du TP.
- Les propriétés mécaniques avec la limite à rupture F_{sbs} et les modules élastiques E_1 , E_2 et G_{12} .
- Divers paramètres qualifiant les contraintes résiduelles.

Dans un premier temps, les résultats expérimentaux relatifs à ces paramètres ont été présentés. La répétabilité associée est également étudiée, certains essais sont doublés voir triplés et un total de six essais supplémentaires sont réalisés dans cet objectif. L'étude de répétabilité met en évidence une bonne répétabilité pour la plupart des réponses caractérisées. En ce qui concerne la répétabilité associée aux constantes élastiques, il est intéressant de noter que les résultats relevés sont très satisfaisants. Cet aspect témoigne de l'intérêt de la méthode de caractérisation inverse développée dans ces travaux et présentée dans le chapitre 3. La répétabilité pour ces propriétés témoigne de la bonne répétabilité des propriétés matériaux des échantillons étudiés.

Dans un second temps, une étude de corrélation est présentée. Cette étude permet de réduire le nombre de paramètres étudiés en mettant en évidence les réponses très fortement corrélées en elles. L'observation des corrélations entre les facteurs et les réponses permet de mettre en évidence des interactions en amont de la modélisation. Enfin, l'observation de la corrélation entre les facteurs à mis en évidence des liens cohérents entre certains facteurs. Ces résultats sont résumés ici :

- Des corrélations positives modérées sont observées entre le TVF, le module sens fibre E_1 et avec la masse volumique.
- La masse volumique présente une corrélation négative forte avec le taux volumique de porosité.
- Une corrélation négative modérée est relevée entre le TVF et le module transverse E_2 .
- Un lien entre le module E_1 et les contraintes résiduelles est mis en évidence.

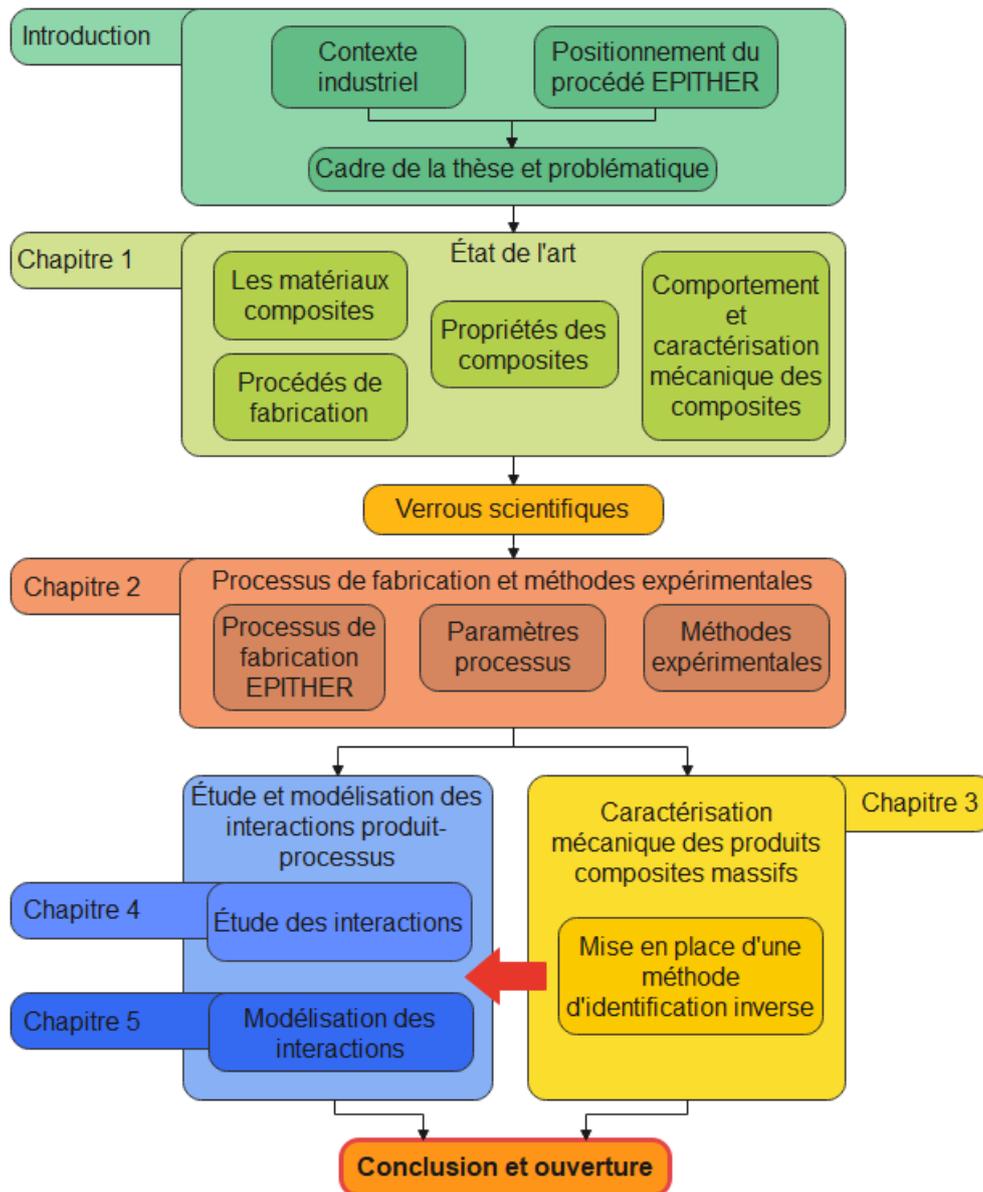
Pour finir, La dernière partie de ces travaux porte sur des interactions entre les facteurs et les réponses. Il s'agit dans le cas présent de la modélisation des interactions produit-processus de fabrication avec principalement la qualification du procédé de thermocompression. L'impact des

quatre facteurs sur l'ensemble des réponses a été étudié. Les conclusions faites lors de l'étude des interactions sont résumées ici :

- La masse des éprouvettes et la perte de matière par ébavurage ne présente pas de lien avec la vitesse de refroidissement V_r ou avec le temps de maintien en effort t_m . Ces deux facteurs sont donc exclus de l'analyse. Concernant les deux autres facteurs, l'effort F_{Mef} et la température de MEF T_{Mef} ont un impact significatif sur ces paramètres. Une interaction forte entre ces deux paramètres est également mise en avant, l'application de valeurs élevées pour F_{Mef} et T_{Mef} induit une formation de bavure conséquente et tend à réduire la masse des éprouvettes ébavurées.
- L'étude des dimensions a porté sur l'épaisseur finales des pièces. Ce paramètre est fortement corrélé avec la formation de bavure et la masse des éprouvettes Mais pas uniquement. Ce paramètre fait le lien entre la formation de bavure et l'évacuation de la porosité. En effet, lors de l'application d'un effort croissant et d'une température faible, l'évacuation de matière reste constante alors que l'épaisseur des éprouvettes tend à diminuer. Ce point est un témoin de l'évacuation de matière survenant. Ce point est confirmé par la suite lors de l'étude du TVP.
- L'analyse du TVF a mis en évidence un lien entre ce paramètre et l'évacuation de matière. Les éprouvettes présentant les taux de fibres les plus important présentent peu de zones de forte concentration de matrice que les autres. Ce point indique que le rapport fibre matrice des bavures est inégal en fonction des conditions de fabrication. Toutefois, la modélisation des interactions entre le TVF et les facteurs n'est pas concluant et indique probablement une incertitude de mesure trop importante par rapport aux variations de ce paramètre. Pour pallier cette problématique, l'évolution de la masse volumique est étudiée.
- L'évolution de la masse volumique des éprouvettes est également modélisée, ce paramètre est mis en parallèle avec l'évolution du TVP et de l'évacuation de matière. Ces comparaisons permettent d'observer les phases d'évacuation de matière et les phases d'évacuation de la porosité. Un domaine fonctionnel dans lequel la température et l'effort de mise en forme tend à évacuer plus de matrice que de fibres est également mis en avant. Ce point est confirmé par le fait que la masse volumique des éprouvettes augmente alors que leur TVP reste constant et très proche de 0.
- L'étude du module élastique dans le sens des fibres E_1 présente des tendances similaires à celles observées pour l'évolution de la masse volumique. Cet aspect confirme le lien entre masse volumique, TVP, TVF et module sens fibres E_1 . La masse volumique est un indicateur de l'évolution du taux de fibres dans les éprouvettes que cette évolution soit liée aux variations de fibres dans la matière ou de la porosité. Ainsi ces variations du taux de fibres impactent directement les propriétés élastiques dans le sens des fibres.
- La modélisation des interactions entre les facteurs et les termes décrivant les contraintes résiduelles a mis en évidence un lien évident entre le module E_1 et les CR avec l'observation de l'impact de F_{Mef} et T_{Mef} sur ces dernières. Les pièces présentant des modules E_1 présentent des CR plus faibles. Un lien avec la vitesse de refroidissement et le temps de maintien en effort est également établi. Une vitesse de refroidissement faible tend à l'observation de CR plus faibles, il en est de même pour le temps de maintien en effort. Ces aspects ont pu être reliés à l'homogénéité de la température dans l'éprouvette au moment du refroidissement et durant ce dernier.

Pour conclure quant à la mise en place du plan d'expériences et à la modélisation des interactions produit-processus de fabrication. Les résultats décrits ont permis d'étudier et de caractériser un total de 21 éprouvettes réalisées par l'association de deux procédés de fabrication, l'impression 3D et la thermocompression. Ces éprouvettes ont été réalisées en PEKK/CF avec l'association de deux filaments, un contenant des fibres continues et orientées et le second des fibres courtes. Les essais de fabrication et de caractérisation ont mis en évidence des liens certains entre le procédé de thermocompression et les propriétés des éprouvettes. Également, les éprouvettes réalisées pour l'étude de la répétabilité ont présenté des résultats satisfaisants pour la plupart des paramètres étudiés. À terme, les résultats décrits ici seront complétés par la mise en place d'essais supplémentaires visant à la validation des modèles décrits. Pour compléter ces résultats et confirmer les conclusions faites ici d'autres essais de caractérisation sont envisagés et sont réalisables avec les parties restantes des éprouvettes, les parties disponibles correspondent à un quart des bielles intégrant une partie droite et une courbée. Ces essais visent principalement à compléter l'analyse de la microstructure avec notamment l'exploitation des gradients de TVF et de TVP observables sur les micrographies et la réalisation de tomographies pour l'observation des porosités et de l'orientation des fibres dans les échantillons.

Conclusion et ouverture



Le processus de fabrication EPITHER est un moyen de production innovant permettant la réalisation de produits composites massifs intégrant une matrice thermoplastique et des renforts fibreux de différentes natures, principalement des fibres longues ou continues. La mise en œuvre de ce processus comprend deux étapes de fabrication principales. La première correspond à l'étape de préformage, consistant à établir et orienter la matière afin de réaliser une préforme. Dans le cadre de ces travaux, cette étape est réalisée à l'aide d'un système d'impression 3D. La seconde étape consiste en la thermocompression d'une ou plusieurs des préformes réalisées lors du préformage. Ces travaux portent sur l'étude du processus de fabrication et des produits issus de ce dernier. Les problématiques scientifiques associées ont été déterminées grâce à la réalisation d'un état de l'art.

L'état de l'art commence par une présentation générale des matériaux utilisés, en mettant particulièrement l'accent sur les composites à matrice thermoplastique intégrant des fibres continues. Il détaille les propriétés matériaux ainsi que les méthodes de caractérisation, en se penchant sur la microstructure et les défauts caractéristiques de ces matériaux. Les relations entre les paramètres matériaux et mécaniques sont expliquées, et les lois de comportement mécanique sont exposées. La caractérisation des propriétés mécaniques est ensuite abordée, incluant les méthodes directes comme les essais normalisés, et les méthodes indirectes, telles que les approches d'identification inverse. En complément de la revue de la littérature, une section finale présente divers procédés de fabrication couramment employés pour ces composites, les distinguant entre les processus de fabrication additive et ceux de mise en forme. La synthèse de cet état de l'art permet de couvrir l'ensemble des propriétés liées aux matériaux composites considérés, tout en exposant certains des moyens de les caractériser. La recherche bibliographique associée à une mise en perspective avec les travaux antérieurs réalisés au sein du laboratoire identifie trois verrous scientifiques liés au processus de fabrication.

- Le premier verrou porte sur les interactions entre le processus de fabrication et les propriétés des produits réalisés. L'état de l'art met en évidence un manque de connaissances concernant les phénomènes intervenant lors de la fabrication. De ce fait, l'impact des paramètres du processus sur les propriétés des produits réalisés, et par conséquent, le réglage du processus, n'est que partiellement maîtrisé.
- L'étude des propriétés et des moyens de caractérisation mécanique existants a conduit à la détermination d'un second verrou scientifique. L'état de l'art a mis en évidence l'impact du procédé de fabrication et la dimension massive des produits réalisés sur les propriétés mécaniques associées à ces derniers. La qualification des propriétés mécaniques doit prendre en compte cet aspect, et il est nécessaire de qualifier des échantillons représentatifs des produits issus du processus de fabrication. Actuellement, peu de moyens de caractérisation sont adaptés à l'intégration d'échantillons massifs.
- Le troisième verrou porte sur la compréhension et la modélisation des déplacements de matière associés au procédé de thermocompression dans le cas de la réalisation de pièces massives intégrant des fibres continues. Le procédé induit des déplacements de matière, et actuellement, le lien entre les paramètres du procédé et ces derniers est peu connu. En ce qui concerne la modélisation numérique du procédé de fabrication et des phénomènes associés, relativement peu de travaux traitent ce sujet. Les publications sont d'autant plus rares lorsque des fibres continues et des sections massives sont prises en compte.

Le troisième verrou n'est pas traité dans ce manuscrit. Avant d'exposer les travaux visant à résoudre les problématiques précédemment identifiées Une partie aborde deux aspects essentiels pour la compréhension des études entreprises : une description approfondie du processus de fabrication EPITHER et une présentation des méthodes expérimentales utilisées pour caractériser les propriétés des produits. La première partie détaille les matériaux étudiés, le processus de fabrication

et les paramètres associés. La seconde partie se concentre sur l'exposition des méthodes expérimentales, couvrant divers aspects, de la microstructure aux propriétés élastiques et à la rupture.

La première étude expérimentale présentée vise à répondre au verrou concernant la caractérisation des propriétés intrinsèques des produits composites. L'objectif principal est de mettre en place ou de développer des méthodes de caractérisation des propriétés élastiques adaptées aux produits composites massifs issus du processus de fabrication EPITHER. L'état de l'art et la section méthodologique ont exposé diverses approches pour répondre à cette problématique, telles que les essais normalisés et les méthodes d'identification inverse. La recherche bibliographique a révélé que les essais normalisés présentent des limites pour la caractérisation d'échantillons massifs, avec seulement quelques normes partiellement applicables. Ces essais ne prennent pas en compte les effets potentiels de taille et d'échelle sur de telles pièces, et ils se limitent souvent à l'identification d'une constante élastique et d'une limite à rupture. La deuxième catégorie de méthodes étudiées concerne les méthodes inverses, privilégiant la flexibilité et la facilité de mise en œuvre. Les travaux décrits ici portent sur la mise en place d'une méthode d'identification inverse de recalage par éléments finis pour qualifier les propriétés élastiques des composites massifs. La méthode développée est applicable à la caractérisation des matériaux isotropes-transverses. Deux variantes sont présentées : la première, utilisant des jauges de déformation, identifie les cinq constantes élastiques indépendantes associées à ce type de matériaux (E_1 , E_2 , G_{12} , ν_{12} et ν_{23}), tandis que la seconde, moins coûteuse en instrumentation en remplaçant les jauges par une mesure de déformation par la corrélation d'images, permet la caractérisation des modules élastiques E_1 , E_2 et G_{12} . Des études de sensibilité évaluent la réaction des paramètres de sortie aux variations des constantes élastiques, avec une estimation de l'incertitude relative. La mise en place de cette méthode a permis de lever partiellement le verrou scientifique associé à la caractérisation mécanique des propriétés intrinsèque des composites massifs, notamment pour la caractérisation des propriétés élastiques. Des perspectives d'amélioration et d'extension de cette méthode s'ouvrent, notamment en explorant d'autres types de matériaux, tels que les matériaux orthotropes, et en considérant des paramètres expérimentaux plus variés. Ces développements futurs pourraient contribuer à une caractérisation encore plus approfondie des composites massifs, nourrissant ainsi la résolution du second verrou scientifique énoncé précédemment. La méthode développée constitue également un moyen d'analyse disponible et applicable dans la suite des travaux.

Dans un premier temps, deux études sont réalisées afin d'examiner l'impact des paramètres procédés sur les caractéristiques matériaux et mécaniques des composites massifs, tout en analysant et modélisant les déplacements de matière pendant le processus de thermocompression. Ces initiatives visent à approfondir la compréhension des interactions complexes entre le produit final et le processus de fabrication. La première étude se penche sur l'impact du taux de mise en forme sur les propriétés des composites. Elle explore des échantillons présentant divers niveaux de consolidation, allant de la préforme imprimée à des pièces fortement consolidées. L'étude porte sur la microstructure, évaluant le taux de fibres, la porosité, la taille et la surface des pores. Les conclusions soulignent la diminution du taux de porosité avec le taux de compression, ainsi que l'influence de ce dernier sur la taille et le volume des pores. Ces résultats offrent ainsi un premier aperçu des interactions produit-processus de fabrication. La suite des travaux porte sur la mise en place d'une étude de répétabilité. Des éprouvettes sont réalisées selon le même protocole de fabrication et sont ensuite analysées pour évaluer la variabilité liée au processus de fabrication. Les résultats mettent en évidence une répétabilité satisfaisante des procédés d'impression 3D et de thermocompression, notamment en termes de masse, de dimensions et de formation de bavure. L'étude microstructurale révèle la présence de gradients de taux de fibres et de porosité variables. L'analyse des propriétés

mécaniques indique une variabilité liée aux variations locales des propriétés matériaux pouvant être reliée à la précédente conclusion.

L'objectif de modélisation des interactions entre les paramètres du processus et les propriétés des produits est traité dans la dernière étude, en se concentrant sur le procédé de thermocompression. Un plan d'expérience explore l'impact de quatre facteurs (effort de mise en forme, température de mise en forme, vitesse de refroidissement, temps de maintien en effort) sur diverses réponses, telles que la masse des éprouvettes, la formation de bavure, les dimensions, la microstructure, les propriétés mécaniques, et les contraintes résiduelles. Les résultats expérimentaux montrent une bonne répétabilité, particulièrement pour les constantes élastiques. L'étude de corrélation révèle des liens significatifs entre plusieurs paramètres, guidant la modélisation des interactions produit-processus. Les conclusions soulignent l'impact de l'effort et de la température de mise en forme sur la formation de bavure et la masse des éprouvettes, et démontrent des tendances cohérentes entre la masse volumique, la microstructure, et les propriétés mécaniques, contribuant ainsi à la compréhension approfondie du procédé de thermocompression. Des essais supplémentaires sont envisagés pour valider les modèles et compléter l'analyse de la microstructure.

Pour conclure, Les travaux présentés offrent plusieurs perspectives prometteuses dans le domaine des composites massifs fabriqués par le processus EPITHER. Tout d'abord, la méthode d'identification inverse développée pour caractériser les propriétés élastiques ouvre la voie à son extension à d'autres types de matériaux et à d'autres propriétés telles que les limites à ruptures, renforçant ainsi la caractérisation mécanique des composites massifs. Les études sur l'interaction produit-processus permettent d'envisager une optimisation du processus en comprenant mieux les effets des paramètres procédés sur les caractéristiques matériaux et mécaniques. Par ailleurs, le développement de modèles numériques reste une perspective cruciale pour comprendre et prédire les déplacements de matière associés au procédé, particulièrement dans le cas de pièces massives intégrant des fibres continues. Enfin, les résultats obtenus ouvrent la possibilité d'explorer de nouvelles applications dans des secteurs tels que l'aérospatiale et l'automobile, élargissant ainsi le champ d'application de ces composites innovants. Ces perspectives contribuent à consolider les fondements scientifiques et technologiques du processus EPITHER, ouvrant la voie à des avancées significatives dans le domaine des matériaux composites.

Bibliographie

- [1] N. Piccirelli and A. Giocosa, "Les composites dans l'industrie," *Les techniques de l'ingénieurs*, vol. 33, no. 0, pp. 1–14, 2011, [Online]. Available: <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/plastiques-et-composites-ti100/les-composites-dans-l-industrie-automobile-am5600/>
- [2] P. MAYER, "Contribution à la définition du processus de conception et de réalisation de pièces produits à hautes caractéristiques spécifiques," 2017, [Online]. Available: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01735238>
- [3] D. D. E. B. Europeen, "Brevet Européen EP003578347A1," vol. 1, no. 19, pp. 1–16, 2019.
- [4] D. D. E. B. Europeen, "Brevet Européen EP003808546A1," vol. 1, no. 19, pp. 1–19, 2021.
- [5] "Les matériaux composites," 2014.
- [6] M. H. Akonda, C. A. Lawrence, and B. M. Weager, "Recycled carbon fibre-reinforced polypropylene thermoplastic composites," *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 43, no. 1, pp. 79–86, 2012, doi: 10.1016/j.compositesa.2011.09.014.
- [7] B. Giesecking *et al.*, "Excitation dynamics in low band gap donor-acceptor copolymers and blends," *Adv Energy Mater*, vol. 2, no. 12, pp. 1477–1482, 2012, doi: 10.1002/aenm.201200304.
- [8] B. M. Icten, C. Atas, M. Aktas, and R. Karakuzu, "Low temperature effect on impact response of quasi-isotropic glass/epoxy laminated plates," *Compos Struct*, vol. 91, no. 3, pp. 318–323, Dec. 2009, doi: 10.1016/j.compstruct.2009.05.010.
- [9] B. Vieille, V. M. Casado, and C. Bouvet, "About the impact behavior of woven-ply carbon fiber-reinforced thermoplastic- and thermosetting-composites: A comparative study," *Compos Struct*, vol. 101, pp. 9–21, Jul. 2013, doi: 10.1016/j.compstruct.2013.01.025.
- [10] M. F. Ashby *et al.*, "Materials Selection in Mechanical Design." [Online]. Available: <http://books.elsevier.com>
- [11] Z. Hou *et al.*, "A constitutive model for 3D printed continuous fiber reinforced composite structures with variable fiber content," *Compos B Eng*, vol. 189, no. February, p. 107893, 2020, doi: 10.1016/j.compositesb.2020.107893.
- [12] H. L. Tekinalp *et al.*, "Highly oriented carbon fiber-polymer composites via additive manufacturing," *Compos Sci Technol*, vol. 105, pp. 144–150, 2014, doi: 10.1016/j.compscitech.2014.10.009.
- [13] S. Motahhari, "Fiber prestressed composites: A study of the influences of fibre prestressing on the mechanical properties of polymer matrix composites," 1998.
- [14] H. Schoeller, "Hydrogéologie," *Ecole Nationale Supérieur du Pétrole, Technip, Paris*, vol. 2 vol, p. 443, 1955.

-
- [15] E. Gauthier, "Comportement mécano-fiabiliste de structures composites-approche matériaux." [Online]. Available: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01925057>
- [16] J. R. Wood and M. G. Bader, "Void control for polymer-matrix composites (1): theoretical and experimental methods for determining the growth and collapse of gas bubbles."
- [17] A. Zou *et al.*, "Study on porosity of aramid fiber reinforced composites prepared by additive manufacturing," *Composites and Advanced Materials*, vol. 31, p. 263498332211218, Jan. 2022, doi: 10.1177/26349833221121831.
- [18] J. Bréard, A. Saouab, and G. Bouquet, "Numerical simulation of void formation in LCM," in *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Elsevier Ltd, 2003, pp. 517–523. doi: 10.1016/S1359-835X(03)00055-1.
- [19] M. Ashir, A. Nocke, A. Bulavinov, R. Pinchuk, and C. Cherif, "Influence of defined amount of voids on the mechanical properties of carbon fiber-reinforced plastics," *Polym Compos*, vol. 40, no. S2, pp. E1049–E1056, 2019, doi: 10.1002/pc.24820.
- [20] H. Huang and R. Talreja, "Effects of void geometry on elastic properties of unidirectional fiber reinforced composites," *Compos Sci Technol*, vol. 65, no. 13, pp. 1964–1981, 2005, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.02.019.
- [21] A. Siver, "Mechanistic effects of porosity on structural composite materials," p. 300, 2014.
- [22] M. Mehdikhani, L. Gorbatikh, I. Verpoest, and S. V. Lomov, "Voids in fiber-reinforced polymer composites: A review on their formation, characteristics, and effects on mechanical performance," *J Compos Mater*, vol. 53, no. 12, pp. 1579–1669, 2019, doi: 10.1177/0021998318772152.
- [23] R. B. Eric Becker, Victor Haguenaer, Ludovic Freund, Damien Félix, "Compression of Printed CFRT Composite: Shaping Parameters and Material Health." 2021.
- [24] V. Haguenaer, E. Becker, R. Bigot, L. Freund, and N. Bonnet, "Forging C / Thermoplastic Printed Composite , Shaping Parameters Impact," *Procedia Manuf*, vol. 47, no. 2019, pp. 169–173, 2020, doi: 10.1016/j.promfg.2020.04.165.
- [25] A. Blaise, "Caractérisation microstructurale d'un PEHD semi-cristallin déformé, par tomographie X et diffusion de lumière polarisée," p. 216, 2011.
- [26] R. Várdai *et al.*, "Crystalline structure and reinforcement in hybrid PP composites," *J Therm Anal Calorim*, vol. 147, no. 1, pp. 145–154, Jan. 2022, doi: 10.1007/s10973-021-11053-1.
- [27] A. P. Gray, "Polymer crystallinity determinations by DSC," *Thermochim Acta*, vol. 1, no. 6, pp. 563–579, 1970, doi: 10.1016/0040-6031(70)80008-9.
- [28] M. Doumeng *et al.*, "A comparative study of the crystallinity of polyetheretherketone by using density, DSC, XRD, and Raman spectroscopy techniques," *Polym Test*, vol. 93, no. October 2020, 2021, doi: 10.1016/j.polymertesting.2020.106878.
- [29] T. L. Nguyen, "Approche multi-échelles dans les matériaux polymères : de la caractérisation nanométrique aux effets d' échelles Thanh Loan Nguyen To cite this version : HAL Id : tel-01127516 Thèse présentée pour l' obtention du grade de Docteur de l' UTC," 2015.

-
- [30] M. F. Talbott, G. S. Springer, and L. A. Berglund, "The Effects of Crystallinity on the Mechanical Properties of PEEK Polymer and Graphite Fiber Reinforced PEEK," *J Compos Mater*, vol. 21, no. 11, pp. 1056–1081, 1987, doi: 10.1177/002199838702101104.
- [31] N. L. Batista *et al.*, "Correlation between degree of crystallinity , morphology and mechanical properties of PPS / carbon fiber laminates To cite this version : HAL Id : hal-01620301," 2018.
- [32] K. Friedrich, "Mesoscopic aspects of polymer composites: Processing, structure and properties," *J Mater Sci*, vol. 33, no. 23, pp. 5535–5556, 1998, doi: 10.1023/A:1004495611093.
- [33] V. Haguenaer, E. Becker, R. Bigot, L. Freund, and N. Bonnet, "Forging C/thermoplastic printed composite, shaping parameters impact," in *Procedia Manufacturing*, 2020. doi: 10.1016/j.promfg.2020.04.165.
- [34] M. B. Bever and P. E. Duwez, "Gradients in composite materials," *Materials Science and Engineering*, vol. 10, no. C, pp. 1–8, 1972, doi: 10.1016/0025-5416(72)90059-6.
- [35] M. Shen and M. B. Bever, "Gradients in polymeric materials," 1972.
- [36] S. M. A. Hosseini, M. Schäkel, I. Baran, H. Janssen, M. van Drongelen, and R. Akkerman, "Non-uniform crystallinity and temperature distribution during adjacent laser-assisted tape winding process of carbon/PA12 pipes," *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 111, no. 11–12, pp. 3063–3082, 2020, doi: 10.1007/s00170-020-06215-8.
- [37] P. P. Parlevliet, W. A. W. van der Werf, H. E. N. Bersee, and A. Beukers, "Thermal effects on microstructural matrix variations in thick-walled composites," *Compos Sci Technol*, vol. 68, no. 3–4, pp. 896–907, 2008, doi: 10.1016/j.compscitech.2007.08.016.
- [38] P. P. Parlevliet, H. E. N. Bersee, and A. Beukers, "Residual stresses in thermoplastic composites - a study of the literature. Part III: Effects of thermal residual stresses," *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 38, no. 6, pp. 1581–1596, Jun. 2007, doi: 10.1016/j.compositesa.2006.12.005.
- [39] D. Kugler and T. J. Moon, "Identification of the Most Significant Processing Parameters on the Development of Fiber Waviness in Thin Laminates," *J Compos Mater*, vol. 36, no. 12, 2002, doi: 10.1106/002199802023575.
- [40] Iaconis JM, "Process variables evaluation of PEEK APC-2 thermo-plastic matrix composite," *Proceedings of advanced materialstechnology'87 conference, Anaheim (CA), USA, 6–9 April 1987.p. 104–15.*, 1987.
- [41] E. Oromiehie, B. G. Prusty, P. Compston, and G. Rajan, "Automated fibre placement based composite structures: Review on the defects, impacts and inspections techniques," *Compos Struct*, vol. 224, no. March, p. 110987, 2019, doi: 10.1016/j.compstruct.2019.110987.
- [42] J. P. H. Belnoue, O. J. Nixon-Pearson, A. J. Thompson, D. S. Ivanov, K. D. Potter, and S. R. Hallett, "Consolidation-driven defect generation in thick composite parts," *Journal of Manufacturing Science and Engineering, Transactions of the ASME*, vol. 140, no. 7, 2018, doi: 10.1115/1.4039555.
- [43] M. R. Piggott, "THE EFFECT OF FIBRE WAVINESS ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF UNIDIRECTIONAL FIBRE COMPOSITES : A REVIEW," vol. 53, pp. 201–205, 1995.

-
- [44] B. N. Fedulov, F. K. Antonov, A. A. Safonov, A. E. Ushakov, and S. V. Lomov, "Influence of fibre misalignment and voids on composite laminate strength," *J Compos Mater*, vol. 49, no. 23, pp. 2887–2896, 2015, doi: 10.1177/0021998314557533.
- [45] P. P. Parlevliet, H. E. N. Bersee, and A. Beukers, "Residual stresses in thermoplastic composites- A study of the literature-Part I: Formation of residual stresses," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, no. 11, pp. 1847–1857, Nov. 2006. doi: 10.1016/j.compositesa.2005.12.025.
- [46] P. P. Parlevliet, *Residual Strains in Thick Thermoplastic Composites an Experimental Approach*. 2010.
- [47] Sebastiaan. Wijskamp and PrintPartners Ipskamp), *Shape distortions in composites forming*. s.n.], 2005.
- [48] A. S. Nielsen and R. Pyrz, "THE EFFECT OF COOLING RATE ON THERMAL RESIDUAL STRAINS IN CARBON/POLYPROPYLENE MICROCOMPOSITES."
- [49] G. Sendeckyj *et al.*, "The Effect of Cooling Rate on Residual Stress in a Thermoplastic Composite," *Journal of Composites Technology and Research*, vol. 11, no. 2, p. 47, 1989, doi: 10.1520/CTR10151J.
- [50] J. A. Nairn and S. Hu, "Matrix Microcracking."
- [51] R. A. Williams and M. S. Beck, *Process tomography: Principles, techniques and applications*. 2012. doi: 10.1016/C2009-0-24202-4.
- [52] F. G. Becker *et al.*, "X-Ray Tomography in Material Science," *Syria Studies*, vol. 7, no. 1, pp. 37–72, 2015, [Online]. Available: https://www.researchgate.net/publication/269107473_What_is_governance/link/548173090cf22525dcb61443/download%0Ahttp://www.econ.upf.edu/~reynal/Civilwars_12December2010.pdf%0Ahttps://think-asia.org/handle/11540/8282%0Ahttps://www.jstor.org/stable/41857625
- [53] S. C. Garcea, Y. Wang, and P. J. Withers, "X-ray computed tomography of polymer composites," *Compos Sci Technol*, vol. 156, pp. 305–319, 2018, doi: 10.1016/j.compscitech.2017.10.023.
- [54] J. Kastner, B. Plank, and D. Salaberger, "High resolution X-ray computed tomography of fibre- and particle-filled polymers High resolution X-ray computed tomography of fibre- and particle-filled polymers," no. November 2015, 2012.
- [55] B. de Parscau du Plessix *et al.*, "In situ real-time 3D observation of porosity growth during composite part curing by ultra-fast synchrotron X-ray microtomography," *J Compos Mater*, vol. 53, no. 28–30, pp. 4105–4116, 2019, doi: 10.1177/0021998319846260.
- [56] M. J. Emerson, K. M. Jespersen, A. B. Dahl, K. Conradsen, and L. P. Mikkelsen, "Individual fibre segmentation from 3D X-ray computed tomography for characterising the fibre orientation in unidirectional composite materials," *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 97, pp. 83–92, 2017, doi: 10.1016/j.compositesa.2016.12.028.
- [57] "Standard Test Method for Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method 1", doi: 10.1520/E0837-13A.

-
- [58] "ASTM E2860-12 : « Standard test method for residual stress measurement by X-ray diffraction for bearing steels »."
- [59] L. K. Jain, M. Hou, L. Ye, and Y.-W. Mai, "Spring-in study of the aileron rib manufactured from advanced thermoplastic composite."
- [60] Z. Padovec, M. Ružička, Z. Padovec, M. Ružička, and V. S. Stavrovský, "Springback analysis of thermoplastic composite plates," 2012. [Online]. Available: <https://www.researchgate.net/publication/285583607>
- [61] Carolyne Albert and Göran Fernlund, "Spring-in warpage of angled composite laminates," *Metals and Materials Engineering, The University of British Columbia, Vancouver, BC, V6T 1Z4, Canada*, 2002.
- [62] J. Goupy, "Les plans d'expériences," *Revue Modulad*, no. 34, pp. 74–116, 2006.
- [63] J. Goupy, "Modélisation par les plans d'expériences / Modélisation par les plans d'expériences," vol. 33, no. 0, 2016.
- [64] R. Fortunier, "Comportement mécanique des composites," pp. 1–10.
- [65] L. Gornet, "Généralités sur les matériaux composites," pp. 1–48, 2011.
- [66] A. E. H. Love, "The Small Free Vibrations and Deformation of a Thin Elastic Shell."
- [67] B. Nayroles, "Mécanique des structures et dualité." pp. 1–155, 2011. [Online]. Available: <http://www.unit.eu/ori-oai-search/notice/view/unit-ori-wf-1-5045>
- [68] W. R. Broughton, "Dissemination, standardisation and reviews : thick composites," *Npl*, vol. CMMT(A) 26, no. July, pp. 1–31, 2001.
- [69] C. Zweben, "Is there a size effect in composites ?" *Composites*, vol. 25, no. 6, pp. 451–454, 1994.
- [70] M. R. Wisnom, "Size effects in the testing of fibre-composite materials," *Compos Sci Technol*, vol. 59, no. 13, pp. 1937–1957, 1999, doi: 10.1016/S0266-3538(99)00053-6.
- [71] L. S. Sutherland, R. A. Sheno, and S. M. Lewis, "Size and scale effects in composites: I. Literature review," *Compos Sci Technol*, vol. 59, no. 2, pp. 209–220, 1999, doi: 10.1016/S0266-3538(98)00065-7.
- [72] B. Waloddi Weibull, "A Statistical Distribution Function of Wide Applicability," *J Appl Mech*, vol. 18, pp. 293–297, 1951.
- [73] K. E. Jackson, S. Kellas, and J. Morton, "Scale Effects in the Response and Failure of Fiber Reinforced Composite Laminates Loaded in Tension and in Flexure," *J Compos Mater*, vol. 26, no. 18, pp. 2674–2705, 1992, doi: 10.1177/002199839202601803.
- [74] S. Mespoulet, "Through-Thickness Test Methods for Laminated Composite Materials," no. January, p. 256, 1998.
- [75] L. A. Carlsson, D. F. Adams, and R. B. Pipes, "Basic experimental characterization of polymer matrix composite materials," *Polymer Reviews*, vol. 53, no. 2, pp. 277–302, 2013, doi: 10.1080/15583724.2013.776588.

-
- [76] W. R. Broughton and G. D. Sims, "An Overview of Through-Thickness Testing Methods for Polymer Matrix Composites." 1994.
- [77] A. Manalo, H. Mutsuyoshi, and T. Matsui, "Testing and characterization of thick hybrid fibre composites laminates," *Int J Mech Sci*, vol. 63, no. 1, pp. 99–109, 2012, doi: 10.1016/j.ijmecsci.2012.07.002.
- [78] M. Kern, "Problèmes inverses : aspects numériques To cite this version : HAL Id : cel-00168393 ASPECTS NUMÉRIQUES," 2011.
- [79] J. Hadamard and P. M. Morse, "Lectures on Cauchy's Problem in Linear Partial Differential Equations," *Phys Today*, vol. 6, no. 8, pp. 18–18, 1953, doi: 10.1063/1.3061337.
- [80] S. Avril *et al.*, "Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements," *Exp Mech*, vol. 48, no. 4, pp. 381–402, 2008, doi: 10.1007/s11340-008-9148-y.
- [81] K. T. Kavanaght and W. Clough, "FINITE ELEMENT APPLICATIONS IN THE CHARACTERIZATION OF ELASTIC SOLIDSt," Pergamon Press, 1971.
- [82] M. GREDIAC, "Principe des travaux virtuels et identification," *Comptes rendus de l'Académie des sciences. Série 2, Mécanique, Physique, Chimie, Sciences de l'univers, Sciences de la Terre*, vol. 309, no. 1, pp. 1–5, 1989.
- [83] S. Andrieux and A. Ben Abda, "THE RECIPROCITY GAP : A GENERAL CONCEPT FOR FLAWS IDENTIFICATION PROBLEMS," 1993.
- [84] D. Claire, F. Hild, and S. Roux, "A finite element formulation to identify damage fields: The equilibrium gap method," *Int J Numer Methods Eng*, vol. 61, no. 2, pp. 189–208, Sep. 2004, doi: 10.1002/nme.1057.
- [85] D. Lecompte, A. Smits, H. Sol, J. Vantomme, and D. Van Hemelrijck, "Mixed numerical-experimental technique for orthotropic parameter identification using biaxial tensile tests on cruciform specimens," *Int J Solids Struct*, vol. 44, no. 5, pp. 1643–1656, 2007, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2006.06.050.
- [86] J. Cugnoni, "Identification Par Recalage Modal Et Fréquentiel En Matériaux Composites," *Thesis*, vol. 3106, p. 251, 2004.
- [87] S. Avril, J. M. Huntley, F. Pierron, and D. D. Steele, "3D Heterogeneous stiffness reconstruction using MRI and the virtual fields method," *Exp Mech*, vol. 48, no. 4, pp. 479–494, 2008, doi: 10.1007/s11340-008-9128-2.
- [88] R. Moulart, S. Avril, and F. Pierron, "Identification of the through-thickness rigidities of a thick laminated composite tube," *Compos Part A Appl Sci Manuf*, vol. 37, no. 2, pp. 326–336, 2006, doi: 10.1016/j.compositesa.2005.05.050.
- [89] S. Avril, M. Grédiac, and F. Pierron, "Sensitivity of the virtual fields method to noisy data," *Comput Mech*, vol. 34, no. 6, pp. 439–452, 2004, doi: 10.1007/s00466-004-0589-6.
- [90] Voigt W, "Ueber die Beziehung zwischen den beiden Elasticitätsconstanten isotroper Körper.," 1889.

-
- [91] Reuss Von A, "Berechnung der Fliehgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle."
- [92] R. Younes, A. Hallal, F. Fardoun, and F. Hajj, "Comparative Review Study on Elastic Properties Modeling for Unidirectional Composite Materials," in *Composites and Their Properties*, InTech, 2012. doi: 10.5772/50362.
- [93] G. Sendeckyj, S. Wang, W. Steven Johnson, W. Stinchcomb, and C. Chamis, "Mechanics of Composite Materials: Past, Present, and Future," *Journal of Composites Technology and Research*, vol. 11, no. 1, p. 3, 1989, doi: 10.1520/CTR10143J.
- [94] M. Azeem *et al.*, "Application of Filament Winding Technology in Composite Pressure Vessels and Challenges: A Review," *Journal of Energy Storage*, vol. 49. Elsevier Ltd, May 01, 2022. doi: 10.1016/j.est.2021.103468.
- [95] V. Mecnika, M. Hoerr, I. Krievins, S. Jockenhoewel, and T. Gries, "Technical Embroidery for Smart Textiles: Review," *Materials Science. Textile and Clothing Technology*, vol. 9, p. 56, Mar. 2015, doi: 10.7250/mstct.2014.009.
- [96] "Impression 3D de matériaux composites à matrice polymère - Revue et prospective," *Éditions TECHNIQUES DE L'INGÉNIEUR*, Nov. 2020.
- [97] D. Yang, H. Zhang, J. Wu, and E. D. McCarthy, "Fibre flow and void formation in 3D printing of short-fibre reinforced thermoplastic composites: An experimental benchmark exercise," *Addit Manuf*, vol. 37, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2020.101686.
- [98] G. Struzziero, M. Barbezat, and A. Antonios, "Consolidation of continuous fibre reinforced composites in additive processes : A review Consolidation of continuous fibre reinforced composites in additive processes : A review," *Addit Manuf*, vol. 48, no. PB, p. 102458, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102458.
- [99] L. G. Blok, M. L. Longana, H. Yu, and B. K. S. Woods, "An investigation into 3D printing of fibre reinforced thermoplastic composites," *Addit Manuf*, vol. 22, no. May, pp. 176–186, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.04.039.
- [100] A. Brasington, C. Sacco, J. Halbritter, R. Wehbe, and R. Harik, "Automated fiber placement: A review of history, current technologies, and future paths forward," *Composites Part C: Open Access*, vol. 6. Elsevier B.V., Oct. 01, 2021. doi: 10.1016/j.jcomc.2021.100182.
- [101] K. Minchenkov, A. Vedernikov, A. Safonov, and I. Akhatov, "Thermoplastic Pultrusion: A Review," 2021, doi: 10.3390/polym.
- [102] H. Chen, S. Li, J. Wang, and A. Ding, "A focused review on the thermo-stamping process and simulation progresses of continuous fibre reinforced thermoplastic composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 224. Elsevier Ltd, Nov. 01, 2021. doi: 10.1016/j.compositesb.2021.109196.
- [103] A. Alberdi, A. Suárez, T. Artaza, G. A. Escobar-Palafox, and K. Ridgway, "Composite cutting with abrasive water jet," in *Procedia Engineering*, Elsevier Ltd, 2013, pp. 421–429. doi: 10.1016/j.proeng.2013.08.217.
- [104] Y. Ledru, R. Piquet, L. Michel, F. Schmidt, and G. Bernhart, "Quantification 2-D et 3-D de la porosité par analyse d'images dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques 2-D =

-
- and 3-D void quantification with image analyses in aeronautic composite laminates," *Jnc 16*, p. 11 p., 2009, [Online]. Available: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00386035>
- [105] V. Hanco, C. Poil, J. Chen, and J. C. Composite, "Composite lin / ' epoxy : optimisation par plan d' exp ' eriences To cite this version : " 2011.
- [106] J. E. Little, X. Yuan, and M. I. Jones, "Characterisation of voids in fibre reinforced composite materials," *NDT and E International*, vol. 46, no. 1, pp. 122–127, 2012, doi: 10.1016/j.ndteint.2011.11.011.
- [107] M. T. Cann, D. O. Adams, and C. L. Schneider, "Characterization of fiber volume fraction gradients in composite laminates," *J Compos Mater*, vol. 42, no. 5, pp. 447–466, 2008, doi: 10.1177/0021998307086206.
- [108] N. D. Sharp, J. E. Goodsell, and A. J. Favaloro, "Measuring fiber orientation of elliptical fibers from optical microscopy," *Journal of Composites Science*, vol. 3, no. 1, 2019, doi: 10.3390/jcs3010023.
- [109] K. Ishino, H. Shingai, Y. Hikita, I. Yoshikawa, H. Houjou, and K. Iwase, "Cold Crystallization and the Molecular Structure of Imidazolium-Based Ionic Liquid Crystals with a p-Nitroazobenzene Moiety," *ACS Omega*, vol. 6, no. 48, pp. 32869–32878, Dec. 2021, doi: 10.1021/acsomega.1c04866.
- [110] Z. Kirié, S. Piccarolo, V. Brucato, and F. J. Balta Â-Calleja, "Role of thermal history on quiescent cold crystallization of PET." [Online]. Available: www.elsevier.com/locate/polymer
- [111] S. Tence-Girault *et al.*, "Science Arts & Métiers (SAM)."
- [112] D. E. Raeside, "Physics in Medicine & Biology Monte Carlo Principles and Applications," 1976.
- [113] W.-L. Loh, "ON LATIN HYPERCUBE SAMPLING 1," 1996.
- [114] J. Mull *et al.*, "A new tailored solution to predict blow efficiency and energy consumption of hammer-forging machines To cite this version : HAL Id : hal-03047983 A new tailored solution to predict blow efficiency and energy consumption of hammer-forging machines," 2020.
- [115] S. Forrest, "Genetic Algorithms," 1996.
- [116] I. Kaymaz, "Application of kriging method to structural reliability problems," *Structural Safety*, vol. 27, no. 2, pp. 133–151, Apr. 2005, doi: 10.1016/j.strusafe.2004.09.001.
- [117] "DesignXplorer User's Guide," 2021. [Online]. Available: <http://www.ansys.com>
- [118] N. Bernet, V. Michaud, P. E. Bourban, and J. A. E. Manson, "Impregnation model for the consolidation of thermoplastic composites made from commingled yarns," *J Compos Mater*, vol. 33, no. 8, pp. 751–772, 1999, doi: 10.1177/002199839903300806.
- [119] V. Haguenaer, E. Becker, R. Bigot, and D. Félix, "Effect of processing parameters on properties of printed and consolidated thermoplastic composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2022, doi: 10.1177/07316844221140833.
- [120] P. Tadini, N. Grange, K. Chetehouna, N. Gascoin, S. Senave, and I. Reynaud, "Thermal degradation analysis of innovative PEKK-based carbon composites for high-temperature aeronautical components," *Aerosp Sci Technol*, vol. 65, pp. 106–116, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.ast.2017.02.011.

Annexes

Annexe 1 : Sensibilité aux variations des constantes élastiques pour le cas de flexion 4 points.

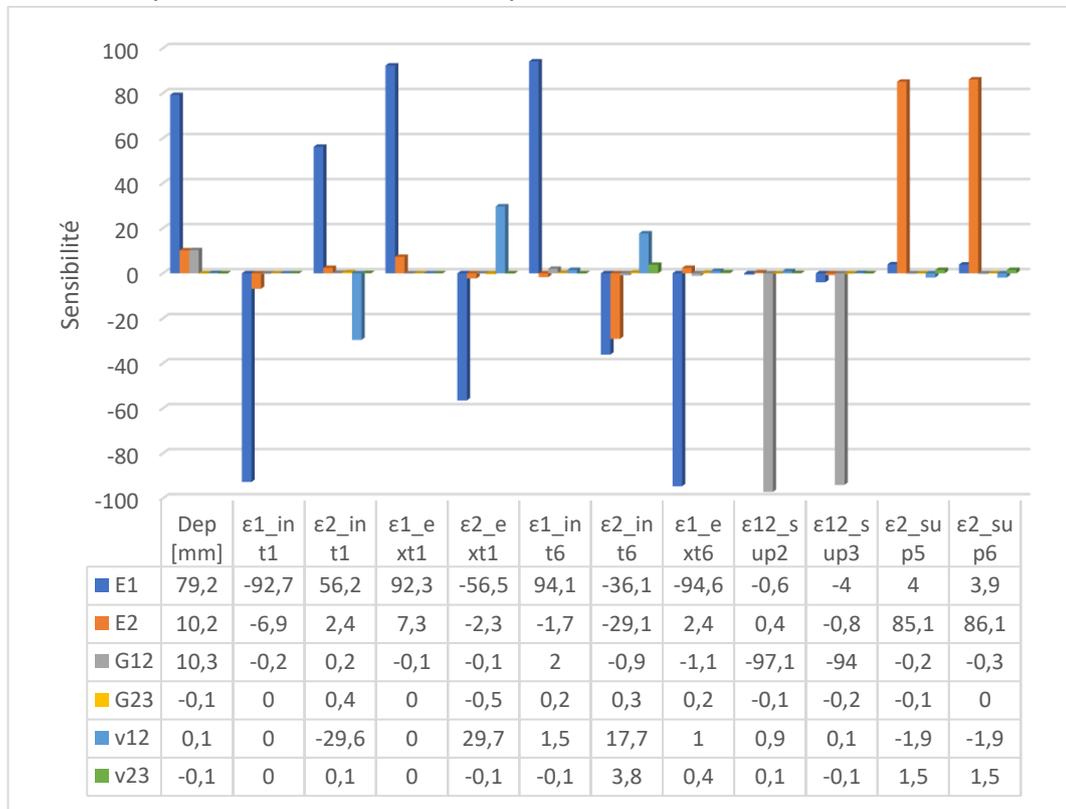


Figure annexe 1 : Sensibilité des paramètres de sortie aux variations des constantes élastiques. Cas de flexion 4 points spécifique.

Annexe 2 : Description logicielle de la méthode d'identification inverse.

Le modèle EF est réalisé avec la suite logicielle ANSYS et il fait appel à différents modules. La Figure annexe 2 montre un aperçu de l'interface du logiciel Workbench qui fait le lien entre les différents modules de la suite d'ANSYS. La géométrie de l'éprouvette, ainsi que l'emplacement des zones d'intérêts, sont créées dans SpaceClaim. Cette géométrie est partagée avec le module Ansys Composite Prepost (ACP) (Pre) qui permet de définir les paramètres relatifs au maillage et au matériau avec le type de celui-ci, son orientation, etc. Les corps rigides sont définis dans le module « Mechanical Model ». Ensuite, le modèle composite de l'éprouvette (ici pour celle de type bielle Alpha) et le modèle définissant les corps rigide(s) sont intégrés dans le module « Static Structural ». Ce dernier permet de réaliser le calcul EF statique, et de définir les conditions limites : plans de symétrie, chargements mécaniques, contacts, etc. Il est également possible de visualiser divers résultats, tels que les déformations ou les déplacements, et d'extraire des résultats vers le module « Parameter Set », qui permet de gérer l'ensemble du paramétrage du modèle. Tous les paramètres définis dans les modules peuvent y être gérés. Le module ACP (Post) permet le post-traitement des résultats de calcul(s) grâce à des fonctionnalités dédiées au composite. Il permet d'observer les résultats par strates du composite, des déformations spécifiques à l'orientation du matériau, ou encore de visualiser des critères à rupture, tels que ceux abordés dans la partie page 51. Les modules Microsoft Office Excel et « Parameter Set » permettent de gérer et de regrouper tous les paramètres du modèle (constantes élastiques, conditions limites, propriétés du maillage, résultats de calcul(s), ...). Le dernier module présent dans le modèle est celui appelé « Direct Optimization ». Il intègre des méthodes et des algorithmes d'optimisation utilisés dans le cas présent pour l'identification des constantes élastiques.

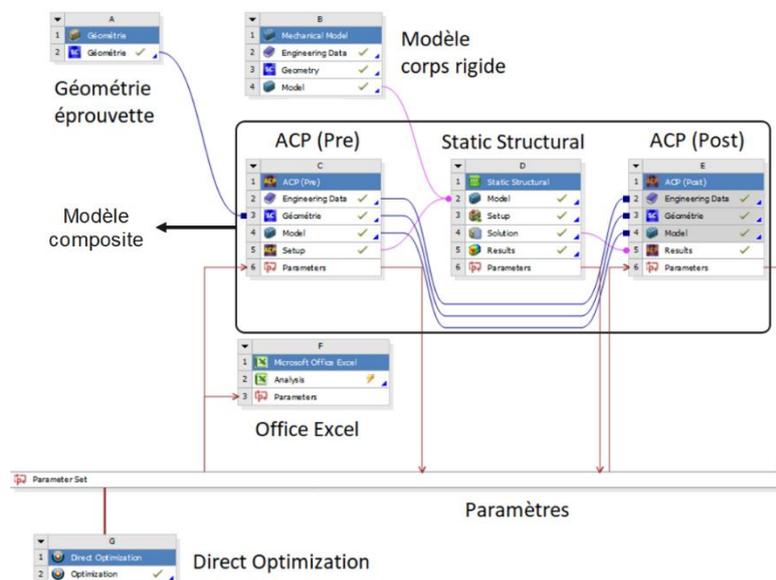


Figure annexe 2 : Aperçu du logiciel Workbench et des modules ANSYS utilisés pour l'identification inverse.

Annexe 3 : Étude de sensibilité numérique du modèle EF : maillage et étude de convergence.

La réalisation d'une étude de convergence du maillage est un point important pour la mise en place d'un modèle EF. Cette étape permet de déterminer le type et la taille de maille idéale pour la réalisation du calcul EF. Cette dernière permet au calcul EF de donner des résultats satisfaisants sans pour autant conduire à un temps de calcul trop important. L'étude de sensibilité teste des tailles de maille allant de 0.22 à 0.01mm avec un maillage tétraédrique. Le type de maillage est motivé par la géométrie de l'éprouvette et des zones d'intérêt. La Figure annexe 3 présente le temps de calcul en fonction de la taille de maille.

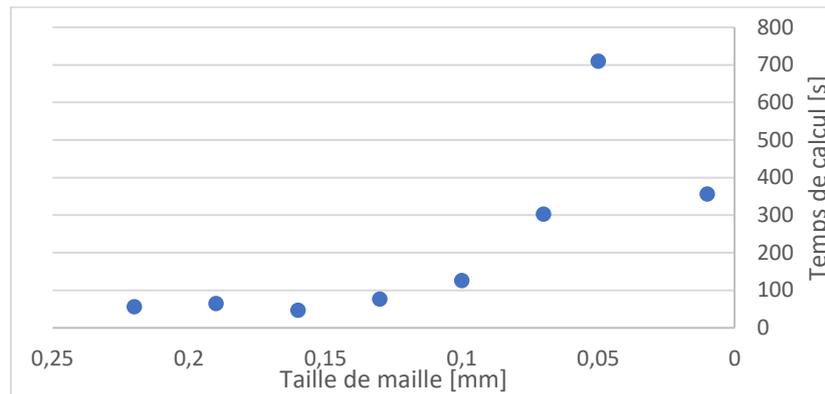


Figure annexe 3 : Temps de calcul en fonction de la taille de maille.

La Figure annexe 4 a) et b) donne un aperçu de la convergence de deux paramètres de sorties. Les graphiques représentés sont le déplacement du mors de flexion et la déformation transverse ϵ_{2_sup6} en fonction de la taille de maille. Ces graphiques mettent en évidence la convergence des paramètres de sortie, décrits ici avec une convergence établie pour une taille de maille comprise entre 0,07 et 0,05mm.

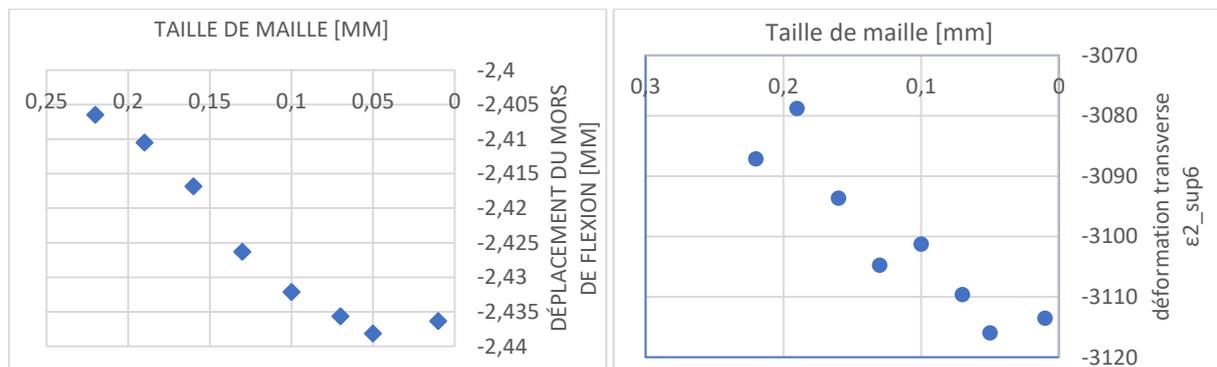


Figure annexe 4 : a) Déplacement du mors de flexion en fonction de la taille de maille et b) Déformation transverse ϵ_{2_sup6} en fonction de la taille de maille.

En vue de limiter au maximum le temps de calcul, il est préférable de rester sur une taille de maille plus importante. Dans cette logique, il est nécessaire de déterminer l'impact de la taille de maille sur la qualité des résultats de calcul. La taille de maille choisie est de $n=0,13$ mm pour obtenir un temps de calcul de l'ordre de 80 secondes. Le Tableau annexe 1 présente les données brutes obtenues pour l'étude de sensibilité, ainsi que l'écart entre le cas où $n=0,13$ mm et le cas où le calcul EF converge vers une valeur, soit $n=0,01$ mm. L'écart en pourcents de la valeur moyenne des paramètres est également

représenté. Il constitue l'incertitude relative au maillage du modèle EF dans le cas où la taille de maille est définie à $n=0,13\text{mm}$.

Tableau annexe 1 : Écarts entre le cas $n=0,01\text{mm}$ et le cas $n=0,13\text{mm}$.

Taille de maille [mm]	Déplacement mors Dep [mm]	ϵ_{1_int1}	ϵ_{2_int1}	ϵ_{1_ext1}	ϵ_{2_ext1}	ϵ_{1_int6}	ϵ_{2_int6}	ϵ_{1_ext6}	ϵ_{2_ext6}	ϵ_{12_sup2}	ϵ_{12_sup3}	ϵ_{2_sup5}	ϵ_{2_sup6}
0,13	-2,426	2592	-991	-2587	990	-3101	1467	2802	-875	1291	1383	-2721	-3236
0,01	-2,436	2638	-1002	-2584	982	-3127	1438	2826	-896	1319	1409	-2734	-3250
Ecart	-0,01	45	-10	3	-8	-25,87	-28	24	-21	28	26	-13	-14
Ecart [%]	0,41	1,73	1,05	-0,13	-0,74	0,83	-1,99	0,84	2,42	2,18	1,89	0,48	0,43

Les données du Tableau annexe 1 donnent une incertitude maximale de l'ordre de 0.01mm pour le déplacement mesuré et de $45\mu\text{m/m}$ pour une déformation. L'écart moyen est de l'ordre de $20\mu\text{m/m}$ pour les déformations. Ces écarts représentent au maximum des variations de l'ordre de 2% de la valeur des déformations/déplacements.

Annexe 4 : Étude de sensibilité du modèle EF : Contact et frottement.

Une étude de sensibilité portant sur l'impact du coefficient de frottement sur les résultats est réalisée. Même si les emplacements de mesure des déformations sont définis de sorte à être éloignés des points d'application de l'effort, il est nécessaire de vérifier l'impact de la définition du contact entre le mors et l'éprouvette sur ces résultats. Les conditions de contact testées sont les suivantes : contact sans frottement $\mu=0$ et contact frottant avec un coefficient de frottement μ compris entre 0,1 et 0,5 avec un incrément de 0,1. Cet intervalle va donc normalement couvrir le coefficient réel relatif à un contact composite/acier. En amont, le cas d'un contact collé est simulé. Ce dernier conduit à un temps de simulation réduit. Toutefois, les résultats varient énormément en comparaison au cas sans frottements. De plus, ce cas semble peu représentatif de la réalité de l'essai : il n'est donc pas pris en compte ici.

Tableau annexe 2 : Données brutes et écarts entre le cas $\mu=0$ et $\mu=0,5$.

Frottement	Temps de calcul	Déplacement mors Dep [mm]	ϵ_{1_int1}	ϵ_{2_int1}	ϵ_{1_ext1}	ϵ_{2_ext1}	ϵ_{1_int6}	ϵ_{2_int6}	ϵ_{1_ext6}	ϵ_{2_ext6}	ϵ_{12_sup2}	ϵ_{12_sup3}	ϵ_{2_sup5}	ϵ_{2_sup6}
0	77	-2,426	2592	-991	-2587	990	-3101	1467	2802	-875	1291	1383	-2721	-3236
0,1	116	-2,422	2585	-988	-2567	982	-3098	1465	2799	-874	1290	1383	-2717	-3233
0,2	114	-2,417	2577	-985	-2547	974	-3095	1464	2796	-873	1290	1383	-2714	-3229
0,3	381	-2,412	2569	-982	-2527	967	-3091	1462	2793	-872	1290	1382	-2710	-3226
0,4	322	-2,407	2561	-979	-2506	959	-3088	1461	2790	-871	1290	1382	-2707	-3222
0,5	347	-2,403	2553	-976	-2486	951	-3085	1459	2787	-870	1289	1382	-2703	-3218
Ecart 0/0,5 max	/	0,024	-39	15	102	-39	16	-8	-15	5	-1	-1	18	18
Ecart 0/0,5 max [%]	/	-0,98	-1,52	-1,53	-4,01	-4,00	-0,52	-0,52	-0,55	-0,55	-0,09	-0,09	-0,65	-0,55

Pour conclure sur la sensibilité des résultats au coefficient de frottement défini, il est à noter que les paramètres de sorties impactés par le coefficient de frottement sont principalement situés dans le lot 1, relativement proches de l'emplacement de contact avec les mors de flexion. De plus, le coefficient de frottement impacte les valeurs de déformations d'une valeur maximale de 102 $\mu\text{m}/\text{m}$ dans le cas extrême de la comparaison entre un coefficient $\mu=0$ et un autre $\mu=0,5$. Cela représente jusqu'à 4% de la valeur de déformation relevée, ce qui reste faible. Concernant le déplacement des mors, l'écart mesuré est de l'ordre de 0.024mm, soit environ 1% de la valeur mesurée. Pour un cas plus raisonnable et plus proche de l'ordre de grandeur du coefficient de frottement d'un contact composite et acier, la comparaison entre $\mu=0$ et $\mu=0,2$ donne des valeurs environ deux fois inférieures. Pour ce cas, le frottement est négligeable ; et le contact peut être considéré comme purement glissant dans la simulation. Le choix d'un contact glissant est également motivé par la réduction de/du temps de calcul associé.

Annexe 5 : Étude de sensibilité du modèle EF : géométrie nominale et réelle.

Les éprouvettes de type bielle alpha présentent généralement des différences de géométrie par rapport à celle nominale définie. L'objectif ici est de vérifier si la géométrie réelle est suffisamment proche de la géométrie nominale pour que l'impact des variations géométriques associées au procédé de fabrication est négligeable ou non. Si la géométrie réelle de l'échantillon a un impact conséquent sur les résultats du calcul, il est envisageable d'intégrer la géométrie réelle dans le modèle EF. Dans le cas contraire, la géométrie nominale va être utilisée. Cette étude de sensibilité se contente de tester l'impact de géométries réelles sur les résultats de calcul. Ces variations ne vont pas être reliées à d'autres de paramètres géométriques. Cette étude est donc valide pour le panel de pièces testé, qui est considéré comme représentatif des produits caractérisés avec la méthode. Afin de tester l'impact de la géométrie réelle des éprouvettes sur les résultats, différents modèles EF sont réalisés : un modèle intégrant une géométrie nominale et d'autres intégrant/incluant des géométries réelles d'un panel d'échantillons réalisés dans le cadre des études présentées ici. L'épaisseur des échantillons est définie comme constante à 6,4 mm et seul le profil change. Les géométries réelles testées correspondent à des pièces réelles issues d'études expérimentales menées dans le cadre de ces travaux. Les pièces 144 et 172 sont en PA12/CF réalisées dans le cadre des essais de répétabilité présentés dans le chapitre 4 ; et les pièces 243, 247 et 274 sont en PEKK/CF, réalisées/fabriquées dans le cadre du plan d'expériences présenté/exposé dans le chapitre 5. Les résultats bruts de simulation relatifs à l'étude de sensibilité sont décrits dans le Tableau annexe 3. Le tableau présente également l'écart entre les valeurs obtenues pour les géométries réelles et la géométrie nominale, ainsi que l'écart maximal relevé en absolu et en relatif.

Tableau annexe 3 : Etude de sensibilité des paramètres de sortie aux variations géométriques des échantillons.

Géométrie ou ID pièce	Déplacement mors Dep [mm]	$\epsilon 1_{int1}$	$\epsilon 2_{int1}$	$\epsilon 1_{ext1}$	$\epsilon 2_{ext1}$	$\epsilon 1_{int6}$	$\epsilon 2_{int6}$	$\epsilon 1_{ext6}$	$\epsilon 2_{ext6}$	$\epsilon 12_{sup2}$	$\epsilon 12_{sup3}$	$\epsilon 2_{sup5}$	$\epsilon 2_{sup6}$
Nominale	2,624	2592	-991	-2587	990	-3101	1467	2802	-875	1291	1383	-2721	-3236
144	2,472	2477	-928	-2492	934	-2987	1536	2686	-650	1317	1387	-2728	-3225
172	2,395	2466	-940	-2414	926	-2919	1383	2631	-824	1312	1380	-2666	-3148
243	2,617	2585	-986	-2581	987	-3094	1460	2797	-873	1347	1370	-2680	-3184
247	2,616	2576	-983	-2587	989	-3092	1460	2795	-873	1347	1354	-2678	-3182
274	2,616	2574	-984	-2586	988	-3093	1460	2796	-873	1347	1363	-2679	-3183
Écart 144	0,152	116	-63	-95	56	-114	-70	116	-225	-26	-4	7	-11
Écart 172	0,229	127	-51	-173	63	-182	84	171	-51	-21	3	-55	-88
Écart 243	0,007	8	-5	-6	3	-7	6	5	-1	-56	13	-41	-52
Écart 247	0,008	16	-8	0	0	-9	7	7	-2	-56	29	-42	-54
Écart 274	0,008	19	-7	-2	1	-8	7	6	-2	-57	20	-42	-53
Écart max	0,229	127	63	173	63	182	84	171	225	57	29	55	88
Écart max [%]	8,74	4,90	-6,35	-6,69	6,39	-5,88	5,70	6,12	-25,68	4,40	2,09	-2,02	-2,71

Les résultats numériques décrits dans le Tableau annexe 3 permettent de faire les conclusions suivantes à propos de l'impact de la géométrie réelle par rapport à la géométrie nominale sur les paramètres de sortie du modèle. Tout d'abord, il est à noter, qu'en fonction du lot de pièce(s) considéré, les résultats sont très variables. Les bielles 144 et 172 réalisées en PA12/CF ont une géométrie qui tend à l'obtention d'écarts conséquents avec les valeurs de la géométrie nominale. Ces

variations sont au maximum de 0,23mm pour le déplacement des mors de flexion, soit 8,74% de la valeur. Pour ce qui est des déformations, l'écart maximal est compris entre 29 et 225 μ m/m, soit jusqu'à 25,68%. L'impact de la géométrie sur les paramètres considérés est toutefois inégal ; et il est généralement de l'ordre de 5 à 7%. Concernant le second lot, les pièces 243, 247 et 274 réalisées en PEKK/CF ont des géométries qui impactent bien moins les résultats. Avec au maximum 0,08 pour le déplacement des mors est de soit 0,3%, et au maximum, de 56 μ m/m, soit 4,3% pour les déformations. À l'issue de cette étude de sensibilité, il est préférable de prendre en compte la géométrie réelle des éprouvettes dans le modèle EF. Ce choix pose peu de problème car, dans le cadre des études menées, les bielles réalisées sont scannées de manière quasi-systématique. De plus, un script permettant de reconstruire la géométrie réelle des bielles en CAO est développé.

Annexe 6 : Étude de sensibilité du modèle EF : position des mors de flexion.

Une étude de sensibilité portant sur la position des mors de flexion par rapport à l'éprouvette est réalisée. L'objectif est de déterminer l'impact d'un défaut de positionnement des mors par rapport à l'éprouvette sur les paramètres de sortie du modèle considéré. Pour la mise en place de cette étude de sensibilité, les mors sont positionnés avec différents décalages de position par rapport à la valeur nominale de 16,5mm par rapport au centre de la partie droite des bielles. Les valeurs considérées sont : -1, -0,5, 0, 0,5, et 1mm. Le Tableau annexe 4 présente les résultats pour ces différents cas. L'écart moyen par rapport à la position nominale des mors est donné pour les différents décalages.

Tableau annexe 4 : Résultats pour les différentes positions des mors de flexion et écarts moyens entre la position nominale et les décalages de 0,5 et 1mm.

Position [mm]	Déplacement mors Dep [mm]	ϵ_{1_int1}	ϵ_{2_int1}	ϵ_{1_ext1}	ϵ_{2_ext1}	ϵ_{1_int6}	ϵ_{2_int6}	ϵ_{1_ext6}	ϵ_{2_ext6}	ϵ_{12_sup2}	ϵ_{12_sup3}	ϵ_{2_sup5}	ϵ_{2_sup6}
-1	-2,475	2664	-1018	-2659	1017	-3116	1474	2817	-879	1292	1385	-2754	-3269
-0,5	-2,451	2628	-1005	-2623	1003	-3109	1471	2809	-877	1291	1384	-2738	-3253
0	-2,426	2592	-991	-2587	990	-3101	1467	2802	-875	1291	1384	-2729	-3245
0,5	-2,401	2558	-978	-2552	976	-3093	1463	2794	-872	1290	1383	-2721	-3236
1	-2,376	2523	-964	-2518	963	-3085	1459	2787	-870	1290	1382	-2712	-3227
Ecart +-0,5	0,025	35	13	35	13	8	4	7	2	1	1	8	8
Ecart +-1	0,049	70	27	70	27	16	8	15	5	1	1	21	21

Le Tableau annexe 4 met en évidence l'impact d'un décalage des mors de flexion sur les résultats. Un décalage de 0,5mm implique des variations de 0,025mm sur le déplacement des mors de flexion, et de 35 μ m/m au maximum pour les déformations. Ces valeurs sont doublées pour le cas d'un décalage des mors de 1mm. Pour la détermination d'une incertitude associée au positionnement de l'éprouvette, la valeur de +-0,5mm est considérée.

Annexe 7 : Essai préliminaire à rupture sur bielle composite



Figure annexe 5 : Bielle n°157 après un essai de flexion 4 points jusqu'à rupture.

Annexe 8 : Application de la loi des mélanges pour l'estimation des propriétés élastiques des composites.

a) Propriétés théoriques des composants

Le recours aux lois des mélanges implique la connaissance des propriétés des composants du composite homogénéisé. Le Tableau annexe 5 décrit les propriétés théoriques pour divers types de polymères qui ont un comportement isotrope. Les propriétés théoriques d'un type de fibres de carbones courant, et d'un composite PEKK/CF fibres courtes, sont décrites. Ce dernier est considéré comme ayant un comportement isotrope. Les données matières sont issues des documentations constructeur(s) (matière du filament décrit en Figure 34). Ces données vont servir à estimer les propriétés par homogénéisation. Les deux types de matériaux sont homogénéisés

Tableau annexe 5 : Propriétés théoriques de divers matériaux.

Matière	E_1	E_2	G_{12}	G_{23}	ν_{12}
PEKK	3800	3800	1418	1418	0,34
PPS A900	3200	3200	1151	1151	0,39
PA11	1200	1200	423	423	0,42
PA12	2000	2000	719	719	0,39
PEI Ultem	3580	3580	1377	1377	0,3
PEKK/CF court KIMYA	6000	6000	2113	2113	0,42
Carbone sts40	210000	15660	29060	5600	0,383

b) Composite PEKK/CF, fibres continues et courtes.

Le matériau décrit est réalisé avec l'impression de deux filaments différents :

- Un filament intégrant une matrice PEKK et des fibres de carbone continues à 60%v.
- Un autre intégrant la même matrice, mais des fibres de carbone courtes dans une proportion moindre (environ 5%v).

L'assemblage réalisé avec ces filaments est illustré en FIANX. Il s'agit d'un empilement de 45 couches de filament PEKK/CF fibres continues d'épaisseur 0,20mm, alternées avec 44 couches de filament KIMYA PEKK/CF fibres courtes ayant une épaisseur de 0,03mm. Deux strates de ce dernier filament d'une épaisseur de 0,23mm sont imprimées sur la partie inférieure et celle supérieure de l'échantillon. Le schéma ne montre pas l'ensemble des strates par souci de lisibilité. La hauteur finale théorique de l'empilement est de 10,78mm.

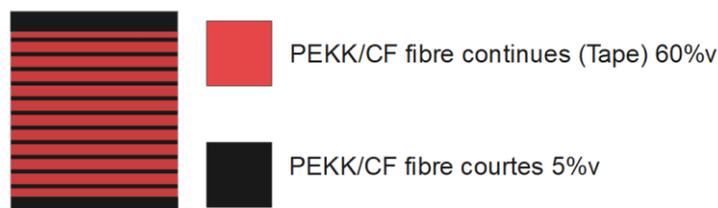


Figure annexe 6 : Schématisation de la stratification définie pour l'impression de certains échantillons PEKK/CF réalisés avec l'imprimante RedSeries®.

L'assemblage de ces deux types de filaments avec les épaisseurs définies précédemment conduit à l'obtention d'une préforme étant constituée d'environ 76,5% de filaments intégrant des fibres continues et de 23,5% de filament intégrant des fibres courtes. La stratification telle que décrite conduit à l'obtention d'un taux de fibres continues théorique de 52,2%_v et d'un taux de fibres courtes de 0,7% dans le produit final. L'homogénéisation est réalisée à partir des données matières théoriques décrites dans le Tableau annexe 5. Le Tableau annexe 6 détaille les valeurs obtenues pour le filament PEKK/CF continues 60%_v pur, et pour le matériau exposé en Figure annexe 6 combinant les deux types de filaments.

Tableau annexe 6 : Application des lois des mélanges pour l'estimation des propriétés élastiques de deux types de composites à matrice PEKK intégrant des fibres de carbonnes.

	E₁ [MPa]	E₂ [MPa]	G₁₂[MPa]	v₁₂	v₂₃	G₂₃ [MPa]
PEKK/CF continues 60%_v	127520	6965	5387	0,3616	0,42	3364
PEKK/CF continues 60%_v + PEKK/CF courtes 5%_v	107455	6806	4852	0,3583	0,42	2431

c) Composite PA12/CF, fibres continues (APOLLO).

La matière définie ici est un composite PA12/CF continues (APOLLO) ayant un taux volumique de fibres théoriques de 50%_v. Le Tableau annexe 7 décrit les valeurs homogénéisées avec la loi des mélanges des propriétés élastiques pour la matière décrite. Les données utilisées pour, et dans les calculs, sont décrites dans le Tableau annexe 5.

Tableau annexe 7 : Application des lois des mélanges pour l'estimation des propriétés élastiques d'un composite à matrice PA12 et intégrant des fibres de carbone continues.

	E₁ [MPa]	E₂ [MPa]	G₁₂[MPa]	v₁₂	v₂₃	G₂₃ [MPa]
PA12/CF continues (APOLLO) 50%_v	106000	3547	2318	0,3865	0,39	1875

d) Composite PA12/CF, fibres continues (KEPLER).

La matière définie ici est un composite PA12/CF continues (KEPLER) présentant un taux volumique de fibres de 56%_v. Le taux de fibres volumique utilisé dans cette application de la loi des mélanges est issu des mesures réalisées dans le chapitre 4. C. iii. Le Tableau annexe 8 décrit les valeurs homogénéisées avec la loi des mélanges des propriétés élastiques pour la matière décrite. Les données utilisées pour, et dans les calculs, sont décrites dans le Tableau annexe 5.

Tableau annexe 8 : Application des lois des mélanges pour l'estimation des propriétés élastiques d'un composite à matrice PA12 intégrant des fibres de carbone continues.

	E₁ [MPa]	E₂ [MPa]	G₁₂[MPa]	v₁₂	v₂₃	G₂₃ [MPa]
PA12/CF continues (KEPLER) 56%_v	118568	4242	2909	0,3861	0,39	2214

Annexe 9 : Paramètres procédés utilisés pour la réalisation des éprouvettes.

L'objectif de cette annexe est de détailler les principaux paramètres procédés ayant été utilisés pour la réalisation de diverses éprouvettes. L'utilisation de l'éprouvette et le cadre dans lequel elle a été réalisée sont également détaillés.

a) Epreuve PEKK/CF n°235

Cette éprouvette est réalisée afin de tester la méthode d'identification inverse développée dans le cadre de ces travaux. Le cas testé est celui mettant en œuvre des jauges de déformation.

Tableau annexe 9 : Paramètres procédés relatifs à la fabrication de l'échantillon 294.

Préformage	Impression 3D RedSeries®
Température d'impression	380°C
Température de la plaque chauffante	180°C
Température d'enceinte	90°C
Vitesse d'impression	15mm/s

Mise en forme	Outillage V2
Effort	15kN
Température	340°C
Vitesse de refroidissement	12°C/min
Temps de maintien en effort	100s
Vitesse de chauffe	15°C/min

b) Épreuve PEKK/CF n°268

Cette éprouvette est réalisée dans le cadre du plan d'expériences effectué afin de modéliser l'interaction produit-processus de fabrication. Les paramètres procédés relatifs à l'étape de mise en forme correspondent. Les propriétés élastiques de cette éprouvette sont déterminées avec la méthode d'identification inverse développée. Le cas testé est celui mettant en œuvre la corrélation d'images pour la mesure des déformations.

Tableau annexe 10 : Paramètres procédés relatifs à la fabrication de l'échantillon 268.

Préformage	Impression 3D RedSeries®
Température d'impression	380°C
Température de la plaque chauffante	180°C
Température d'enceinte	90°C
Vitesse d'impression	15mm/s

Mise en forme	Outillage V2
Effort	15,4kN
Température	353°C
Vitesse de refroidissement	24,8°C/min
Temps de maintien en effort	321s
Vitesse de chauffe	15°C/min

Annexe 10 : Étude de la taille des particules de peintures lors de la réalisation d'un mouchetis pour la corrélation d'images.

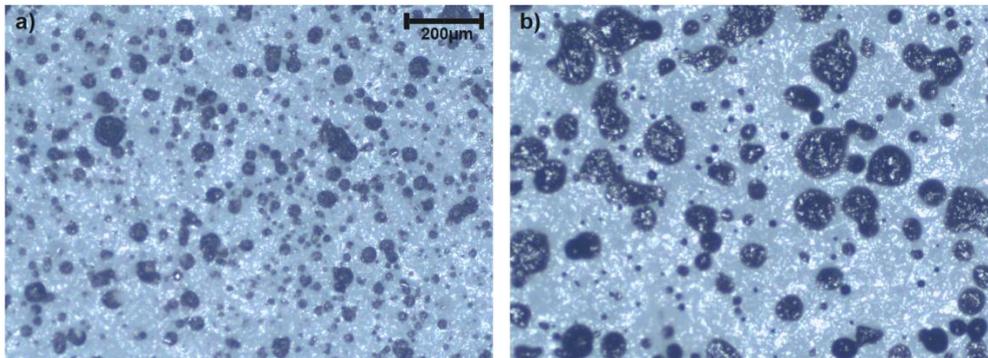


Figure annexe 7 : Micrographies de mouchetis réalisés à la bombe aérosol : a) cas 1 : projection éloignée et b) cas 2 : projection proche.

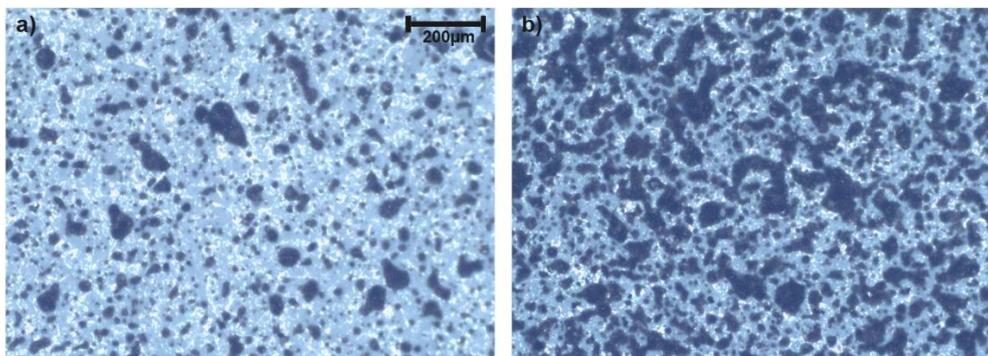


Figure annexe 8 : Micrographies de mouchetis réalisés à l'aérographe buse diamètre 0,5mm : a) cas 1 : projection éloignée et b) cas 2 : projection proche.

Annexe 11 : Micrographies de sections de filaments PA12/CF
KEPLER

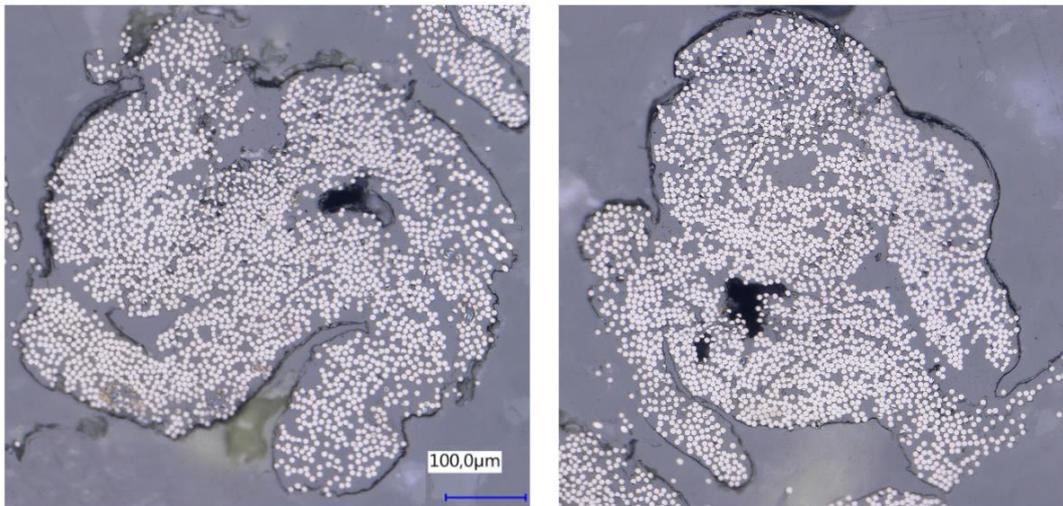


Figure annexe 9 : Micrographies de sections de filaments d'impression KEPLER en PA12/CF continues. Mise en évidence de la présence de porosités dans le filament.

Annexe 12 : Aperçu des micrographies réalisées dans le cadre des essais interrompus.

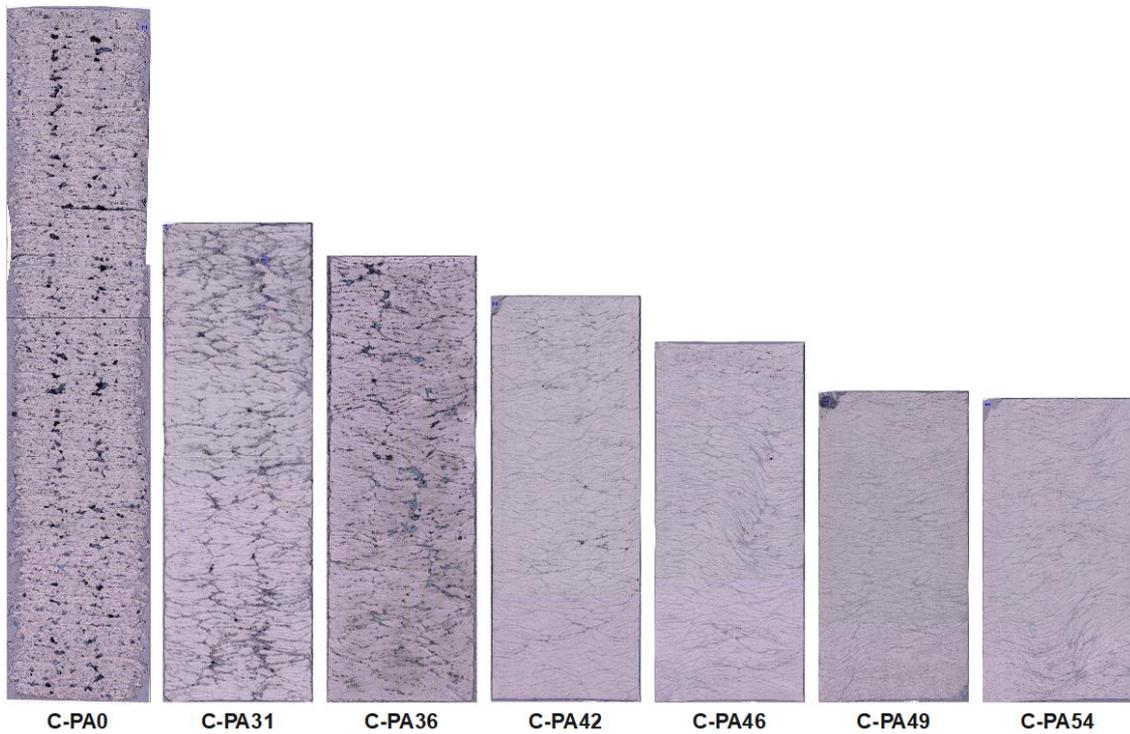


Figure annexe 10 : Aperçu des micrographies de section complète réalisées pour l'ensemble des 7 échantillons étudiés. Parties droites. La largeur des micrographies fait 4mm.

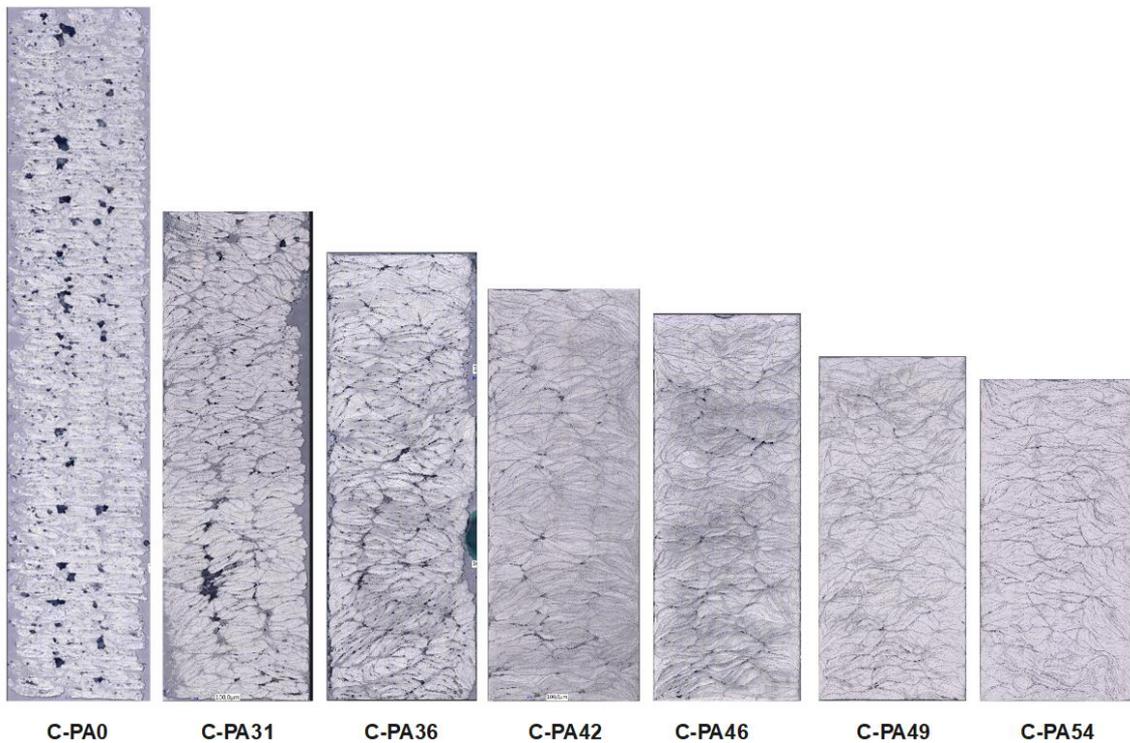


Figure annexe 11 : Aperçu des micrographies de section complète réalisées pour l'ensemble des 7 échantillons étudiés. Parties courbées. La largeur des micrographies fait 4mm.

Annexe 13 : Mesure de la masse des préformes composites PEKK/CF étudiées dans le plan d'expériences.

Tableau annexe 11 : Masse des préformes composites en PEKK/CF réalisées dans le cadre du plan d'expériences.

N° Essai	Masse préforme [g]
1	17,29
2	17,25
3	17,28
4	17,28
5	17,29
6	17,15
7	17,21
8	17,27
9	17,11
10	17,15
11	17,19
12	17,21
13	17,28
14	17,26
15	17,29
1 bis	17,16
2 bis	17,03
4 bis	17,2
4 ter	17,17
5 bis	17,18
8 bis	17,3
Moyenne	17,21
Écart-type	0,07

Annexe 14 : Exemples de courbes de mise en forme des échantillons réalisés dans le cadre du plan d'expériences.

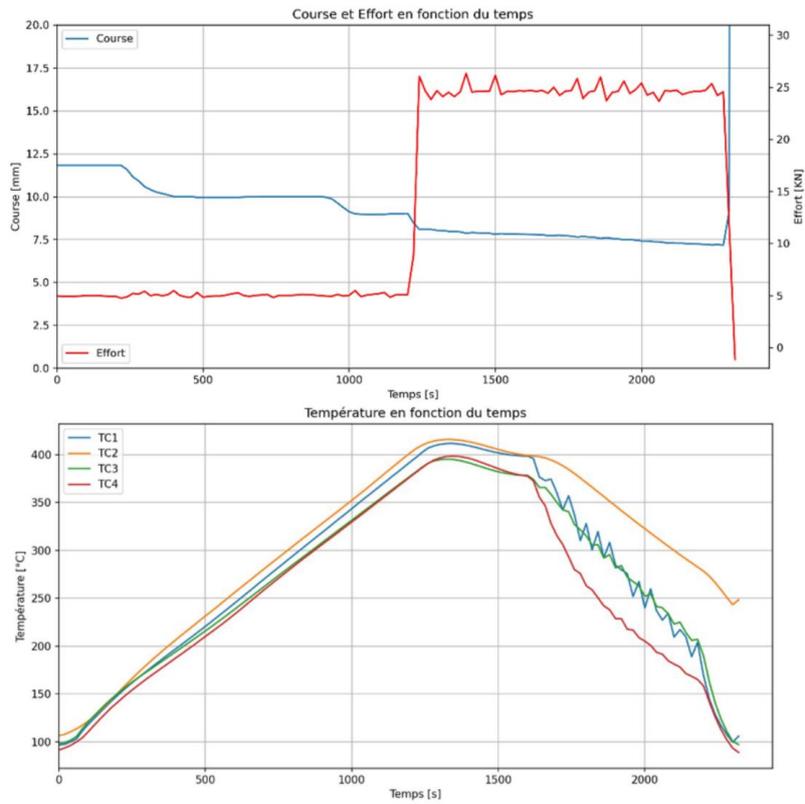


Figure annexe 12 : Courbes de mise en forme relatives à l'essai 2.

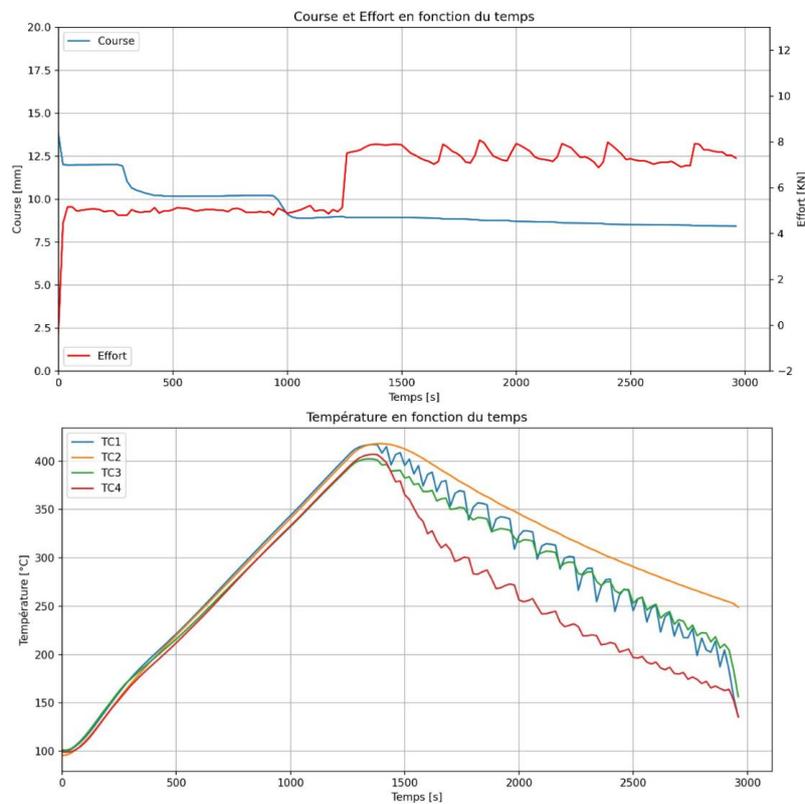


Figure annexe 13 : Courbes de mise en forme relatives à l'essai 4.

Annexe 15 : Mesures de dimensions réalisées à partir des scans 3D effectués sur les échantillons relatifs au plan d'expériences.

Tableau annexe 12 : Dimensions mesurées à partir des scans 3D réalisés sur les différentes pièces fabriquées dans le cadre du plan d'expériences mené. Les écarts-types entre les huit mesures réalisées respectivement pour l'épaisseur h et la largeur b sont détaillés.

N° Essai	Épaisseur moyenne h [mm]	Écart type h [mm]	Largeur moyenne b [mm]	Écart type b [mm]	l_2 [mm]	l_1 [mm]	l_3 [mm]	L [mm]
1	7,71	0,09	3,95	0,02	31,94	32,88	32,85	158,64
2	7,10	0,05	3,98	0,02	32,14	32,85	32,86	158,56
3	7,54	0,07	4,00	0,02	32,2	32,9	32,79	158,58
4	7,69	0,04	3,96	0,05	32,17	32,92	32,93	158,6
5	7,54	0,11	3,96	0,02	32,2	32,9	32,89	158,62
6	7,63	0,07	3,95	0,05	32,14	32,93	32,93	158,61
7	7,75	0,06	3,93	0,03	32,21	32,99	32,96	158,61
8	7,38	0,08	3,97	0,03	32,36	32,9	32,95	158,58
9	7,43	0,08	3,97	0,03	32,28	32,88	32,94	158,61
10	7,23	0,10	3,98	0,02	32,06	32,86	32,9	158,6
11	7,18	0,07	4,00	0,02	32,28	32,88	32,9	158,55
12	7,48	0,04	3,99	0,02	32,34	32,91	32,9	158,63
13	7,58	0,08	3,98	0,04	32,18	32,9	32,89	158,58
14	7,60	0,11	3,97	0,02	31,97	32,88	32,8	158,63
15	7,56	0,07	3,99	0,03	32,1	32,88	32,86	158,59
1 bis	7,62	0,10	3,95	0,01	32,05	32,86	32,93	158,68
2 bis	6,99	0,09	4,00	0,02	32,27	32,9	32,86	158,53
4 bis	7,67	0,10	3,96	0,01	32,1	32,92	32,9	158,62
4 ter	7,66	0,10	3,94	0,01	32	32,91	32,88	158,64
5 bis	7,46	0,06	3,97	0,03	32,18	32,87	32,89	158,66
8 bis	7,42	0,09	3,98	0,02	32,19	32,95	32,95	158,53

Annexe 16 : Modèles utilisés pour la description des interactions produit-processus de fabrication.

Les modèles décrits permettent de lier une réponse y à quatre facteurs x_1, x_2, x_3 et x_4 . Ce cas correspond à celui traité dans le cadre du plan d'expériences mis en œuvre dans les travaux du chapitre 5.

a) Régression linéaire. $D=1 ; I=0$

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_4$$

b) Régression linéaire avec interaction. $D=1 ; I=2$

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_4 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{14}x_1x_4 + a_{23}x_2x_3 + a_{24}x_2x_4 + a_{34}x_3x_4$$

c) Régression polynomiale d'ordre 2. $D=2 ; I=0$

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_4 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + a_{44}x_4^2$$

d) Régression polynomiale d'ordre 2 avec interaction. $D=2 ; I=2$

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_4 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + a_{44}x_4^2 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{14}x_1x_4 + a_{23}x_2x_3 + a_{24}x_2x_4 + a_{34}x_3x_4$$

e) Régression polynomiale d'ordre 3. $D=3 ; I=0$

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_4 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + a_{44}x_4^2 + a_{111}x_1^3 + a_{222}x_2^3 + a_{333}x_3^3 + a_{444}x_4^3$$

Résumé : Cette thèse porte sur l'étude du processus de fabrication innovant EPITHER. Ce dernier permet la fabrication de pièces structurelles massives en composite, intégrant une matrice thermoplastique et des fibres continues orientées. Ce processus novateur repose sur deux étapes clés : le préformage, réalisé ici par impression 3D suivi d'une thermocpression. L'association de ces deux procédés permet d'obtenir des propriétés telles que l'obtention d'un taux élevé de fibres, une faible porosité, et une maîtrise de l'orientation des fibres. La thèse identifie trois verrous scientifiques principaux. Premièrement, les interactions produit-processus sont explorées, mettant en évidence l'influence du taux de compression sur les propriétés des composites. Cette investigation repose sur des essais interrompus et une étude de répétabilité, démontrant la fiabilité des processus d'impression 3D et de thermocpression. Deuxièmement, la caractérisation des propriétés élastiques des composites massifs constitue une étape cruciale. Une méthode d'identification inverse est développée, adaptée aux matériaux isotropes-transverses, permettant la caractérisation de cinq constantes élastiques. Cette approche offre des perspectives riches pour la compréhension approfondie des comportements mécaniques des composites massifs. Troisièmement, la thèse se penche sur la modélisation des interactions entre les paramètres de processus et les propriétés des produits, en mettant l'accent sur la phase de thermocpression. Les résultats expérimentaux mettent en lumière des liens significatifs, contribuant à une meilleure compréhension du procédé et ouvrant la voie à des optimisations du processus de fabrication. Ces travaux offrent des perspectives prometteuses pour la mise en œuvre et la caractérisation des composites massifs. Les avancées réalisées, notamment dans la caractérisation mécanique, la compréhension et la modélisation des interactions produit-processus, renforcent les bases scientifiques et technologiques du procédé étudié. Ces avancées ouvrent des opportunités d'application étendues dans le domaine des matériaux composites, soulignant l'importance d'une maîtrise approfondie du processus de fabrication pour le développement de composites innovants.

Mots clés : Composite, Interactions produit-processus, caractérisation mécanique, Thermocpression, Impression 3D.

Abstract : This thesis focuses on the study of the innovative EPITHER manufacturing process, which enables the production of bulk structural composite parts incorporating a thermoplastic matrix and continuous oriented fibres. This novel process relies on two key steps: 3D printing preforming followed by compression moulding. The combination of these two processes allows for the achievement of properties such as a high fibre content, low porosity, and fibre orientation control. The thesis identifies three main scientific challenges. Firstly, product-process interactions are explored, highlighting the influence of compression ratios on composite properties. This investigation is based on interrupted tests and a repeatability study, demonstrating the reliability of 3D printing and compression moulding processes. Secondly, the characterization of elastic properties of massive composites is a crucial step. An inverse identification method is developed, adapted to isotropic-transverse materials, enabling the characterization of five elastic constants. This approach provides rich perspectives for an in-depth understanding of the mechanical behaviours of bulk composites. Thirdly, the thesis focuses on modelling interactions between process parameters and product properties, with an emphasis on the compression moulding phase. Experimental results reveal significant correlations, contributing to a better understanding of the process and paving the way for optimizations in the manufacturing process. These works offers promising perspectives for the implementation and characterization of massive composites. The advancements made, particularly in mechanical characterization, understanding, and modelling of product-process interactions, strengthen the scientific and technological foundations of the process. These developments open extended opportunities in the field of composite materials, underscoring the importance of a thorough mastery of the manufacturing process for the development of innovative composites.

Keywords : Composite, Product-process interactions, Mechanical characterization, Compression moulding, 3D Printing.