



HAL
open science

Élaboration de pièces composites complexes par consolidation autoclave à partir de préformes textiles thermoplastiques renforcées fibres de carbone

Julien Patou

► **To cite this version:**

Julien Patou. Élaboration de pièces composites complexes par consolidation autoclave à partir de préformes textiles thermoplastiques renforcées fibres de carbone. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2018. Français. NNT : 2018EMAC0014 . tel-02178902

HAL Id: tel-02178902

<https://theses.hal.science/tel-02178902>

Submitted on 10 Jul 2019

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.

Université Fédérale



Toulouse Midi-Pyrénées

THÈSE

en vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

délivré par

IMT – École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

présentée et soutenue par

Julien PATOU

le 16 octobre 2018

Élaboration de pièces composites complexes par
consolidation autoclave à partir de préformes
textiles thermoplastiques renforcées fibres de
carbone

École doctorale et discipline ou spécialité :

MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

Unité de recherche :

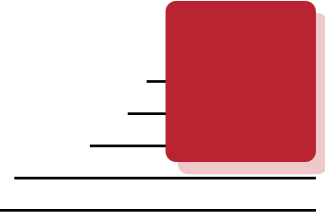
Institut Clément Ader, CNRS UMR 5312, IMT Mines Albi

Directeur(s) de Thèse :

Gérard BERNHART, Professeur, IMT Mines Albi
Emmanuel DE LUYCKER, Maître de conférences, ENIT Tarbes

Autres membres du jury :

Eric LACOSTE, Professeur, Université de Bordeaux, I2M (*Président*)
Damien SOULAT, Professeur, ENSAIT Roubaix (*Rapporteur*)
Benoît VIEILLE, Maître de Conférences, INSA Rouen (*Rapporteur*)
Rebecca BONNAIRE, Maître de Conférences, IMT Mines Albi (*Encadrante*)
Arnaud RENEAUME, Ingénieur, RECAERO COMPOSITES Mirepoix (*Invité*)



Remerciements

Je voudrais tout d'abord remercier mes directeurs de thèse Gérard BERNHART et Emmanuel DE LUYCKER pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer ces recherches au sein de l'Institut Clément Ader. Je leur suis reconnaissant de la confiance qu'ils m'ont témoignée et de l'autonomie qu'ils m'ont accordée pendant tout mon doctorat.

J'adresse tous mes remerciements à Rébecca BONNAIRE pour sa grande disponibilité, son soutien et ses conseils avisés dans la réalisation de ma thèse.

Je tiens à remercier Pr. Damien SOULAT ainsi que Dr. Benoît VIEILLE de l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de la thèse ainsi que des remarques constructives qu'ils ont apportées lors de l'examen de mes travaux de recherche. Je remercie Pr. Éric LACOSTE pour avoir bien voulu contribuer à la soutenance de thèse en tant que Président du jury. Un grand merci également à M. Arnaud RENEAUME pour sa participation au jury en tant qu'invité industriel.

Je remercie l'ensemble des partenaires du projet industriel ACAPULCO dans lequel ma thèse s'est inscrite. Je remercie en particulier Arnaud RENEAUME et Olivier RIGUIDEL de l'entreprise RECAERO COMPOSITES pour leurs aide inestimable dans la production des pièces composites. Un grand merci également à l'ensemble du personnel de l'entreprise pour leur accueil chaleureux.

Je remercie le CRITT en particulier Didier FALANDRY, Michèle CAVARERO et Xavier SICART pour leurs assistance technique dans la mise en oeuvre et la caractérisation des pièces composites.

Remerciements

Je remercie l'ensemble des techniciens de l'ICA-Albi pour leur appui et la bonne ambiance tout au long de ma thèse. Je remercie en particulier Fabrice pour le temps et l'énergie qu'il a consacré à ma thèse. Merci également à Nathalie, Laurent et Tristan de l'ECA pour leurs précieuses aides dans le cadre de mes essais à Toulouse. Plus globalement je tiens à dire un grand merci à l'ensemble du personnel de l'ICA pour leur accueil, leur soutien et la bonne humeur quotidienne.

Je remercie tous les stagiaires qui ont contribué à l'avancée de ma thèse. Un grand merci à Omar, Nader, Geoffrey et Jerry pour leur travail.

Il ne va pas sans dire que cette aventure n'aurait pas été aussi belle sans la complicité des Doc's (doctorants / docteurs) que j'ai eu le plaisir de rencontrer. Cela a été un réel plaisir de faire partie de cette formidable équipe solidaire et rayonnante de bonne humeur. Il m'est impossible de tous vous citer ou de vous remercier individuellement en quelques mots, mais sachez que j'ai passé de « super » moments avec vous ! Aux doctorants, je vous souhaite bon courage pour la suite. Continuez à faire preuve de curiosité et à vous « éclater » dans vos thèses !

Merci aussi à tous mes amis pour leur soutien sans faille pendant ces trois ans.

Enfin mes derniers remerciements iront à ma famille sans qui rien n'aurait été possible. Merci pour avoir été présent à chaque instant, particulièrement dans les moments un peu plus difficiles, et de m'avoir donné le courage et la force de continuer jusqu'au bout cette merveilleuse histoire qu'est la thèse.

Une page se tourne, bientôt une nouvelle histoire. Encore merci à vous tous !



Table des matières

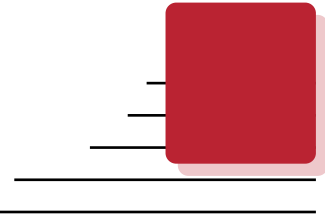
<i>Remerciements</i>	iii
<i>Table des matières</i>	v

Introduction générale	1
1 État de l'art	5
1.1 Généralités sur les matériaux composites de la famille des thermoplastiques	7
1.1.1 Le choix du renfort et de la matrice	8
1.1.1.1 Le renfort : fibres de carbone	8
1.1.1.2 Les matrices thermoplastiques	10
1.1.1.3 Le cas du polysulfure de phénylène	12
1.1.2 Les semi-produits composites à matrice thermoplastique	17
1.1.2.1 Les architectures fibreuses tissées	18
1.1.2.2 Typologie des semi-produits thermoplastiques renforcés carbone	18
1.2 Effet de la mise en forme du semi-produit sur les propriétés de la pièce composite	22
1.2.1 Les problématiques liées à la mise en forme des préformes textiles	22
1.2.2 Les modes de déformation des préformes textiles	22
1.2.3 Les méthodes de caractérisation de la déformation en cisaillement des renforts textiles	26
1.2.3.1 Le « Bias Extension Test »	26
1.2.3.2 « Le Picture Frame »	30
1.2.3.3 Comparaison Bias extension Test - Picture Frame	31
1.2.4 Modélisation de la déformation d'une préforme textile	31
1.2.4.1 Approche cinématique	31
1.2.4.2 Vers la prise en compte du comportement mécanique du renfort	32
1.3 Caractérisation des structures composites par mesure sans contact	34
1.3.1 Mesure de champs par corrélation/stéréo-corrélation d'images	34

1.3.1.1	Principe de la corrélation d'image	34
1.3.1.2	Application aux renforts textiles	39
1.3.2	Contrôle non destructif de la santé matière du composite	41
1.3.2.1	Contrôle qualité d'une plaque composite par ultrason	41
1.3.2.2	Vers une analyse plus approfondie de la structure interne du matériau par tomographie à rayons X	42
1.4	Les procédés « classiques » de mise en œuvre par moulage de pièces composites	44
1.4.1	Généralités	44
1.4.2	Procédé retenu : la consolidation en autoclave	48
1.4.2.1	Présentation du dispositif	48
1.4.2.2	Le principe de la mise en œuvre par autoclave	48
1.4.2.3	Le choix des produits d'environnement	50
1.4.2.4	Définition du moule pour la consolidation de pièces à géométries complexes	51
1.5	La mise en œuvre des composites à matrice thermoplastique	52
1.5.1	Effet du procédé de consolidation par autoclave sur le matériau	52
1.5.2	Relation microstructure/propriétés mécaniques d'une pièce composite	55
1.6	Bilan intermédiaire	58
2	Mise en forme de préformes textiles sur des géométries à double courbures	61
2.1	Caractérisation en cisaillement plan par l'essai « Bias Extension Test »	64
2.1.1	Mise en place de l'essai « Bias Extension Test »	64
2.1.2	Comportement en déformation non-linéaire de la préforme textile	65
2.2	Étude de la drapabilité du semi-produit sur une géométrie complexe	69
2.2.1	Pilote d'emboutissage de préformes textiles et instrumentation	69
2.2.1.1	Présentation du pilote	69
2.2.1.2	Présentation du banc multi-caméras	70
2.2.1.3	Présentation du serre-flan	71
2.2.1.4	Présentation des poinçons d'emboutissage	72
2.2.1.5	Mise en place du renfort sur le dispositif de drapage	73
2.2.2	Mesure des champs de déformation du renfort textile	75
2.2.2.1	Validation du mouchetis artificielle pour mesurer les champs de déformation par stéréocorrélation d'images	75
2.2.2.2	Application de la technique de stéréocorrélation afin d'obtenir le champs de déformation	77
2.2.2.3	Calcul de l'angle de cisaillement	78
2.2.2.4	Validation du calcul de l'angle de cisaillement à travers l'essai « bias extension test »	80
2.2.3	Influence de la géométrie dans la déformation des préformes textiles	81
2.2.3.1	L'hémisphère	81
2.2.3.2	Tétraèdre	85
2.2.3.3	Poinçon parallélépipédique avec congés d'arête	87
2.2.4	Évaluation de la mesure du champ de déformation	90
2.3	Simulation du drapage à partir de la méthode du filet	93
2.3.1	Méthode	93

2.3.2	Hémisphère	94
2.3.3	Parallélépipède à congés d'arête	95
2.3.4	Tétraèdre	97
2.4	Bilan intermédiaire	98
3	Relations microstructure / propriétés mécaniques des plaques composites C/PPS	99
3.1	Les matériaux de l'étude	102
3.2	Mise en œuvre de plaques composites par consolidation autoclave	105
3.2.1	Description de la méthode de mise en oeuvre des plaques composites	105
3.2.2	Définition des cycles de consolidation	107
3.2.3	Les problématiques liées à la bache à vide	109
3.2.3.1	Étanchéité de la bache à vide	109
3.2.3.2	Incapacité du tissu drainant à remplir son rôle d'évacuation de l'air dans la poche à vide	112
3.2.4	Bilan des essais de consolidation	113
3.3	Les méthodes de caractérisation appliquées à l'analyse des plaques composites	116
3.3.1	Caractérisation mécanique des plaques composites	116
3.3.1.1	Traction sens chaîne et trame	117
3.3.1.2	Compression	118
3.3.1.3	Flexion 3 points	119
3.3.1.4	Cisaillement interlaminaire - CIL	119
3.3.2	Analyse microstructurale des stratifiés composites	120
3.3.2.1	Dissolution chimique	120
3.3.2.2	Analyse morphologie des porosités par CT-scan	120
3.4	Microstructure et propriétés mécaniques	125
3.4.1	Analyse de la microstructure	125
3.4.1.1	Plaque poudrée PORCHER	125
3.4.1.2	Plaque comélé SCHAPPE	130
3.4.1.3	Écart dans l'estimation du taux de porosité par dissolution chimique et par CT-scan	135
3.4.1.4	Comparaison des deux typologies de plaques	136
3.4.2	Résultats des essais mécaniques	136
3.5	Influence du cycle de consolidation sur les porosités et les propriétés mécaniques	143
3.5.1	Influence du cycle de consolidation sur la santé matière du composite	143
3.5.1.1	Effet de la pression externe	144
3.5.1.2	Effet du niveau de vide	144
3.5.1.3	Effet du temps de consolidation	145
3.5.1.4	Stratégie dans la définition du cycle autoclave	146
3.5.2	Sensibilité des propriétés mécaniques au taux volumique de porosité dans le stratifié	147
3.5.3	Prise en compte de la morphologie des porosités dans l'évolution des performances mécaniques	150
3.6	Bilan intermédiaire	154
4	Faisabilité de mise en œuvre de pièces composites à géométries complexes	157

4.1 Impact du cisaillement sur les propriétés mécaniques du matériau composite	158
4.1.1 Consolidation des plaques C/PPS avec déformation initiale en cisaillement plan	158
4.1.2 Effet du niveau de cisaillement plan sur les propriétés du matériau composite	160
4.1.2.1 Analyse microstructurale des plaques composites	161
4.1.2.2 Propriétés mécaniques des plaques composites	164
4.1.3 Confrontation avec une approche "théorie classique des stratifiés"	168
4.1.3.1 Détermination des propriétés élastiques du renfort textile	169
4.1.3.2 Détermination des propriétés élastiques du pli UD par méthode inverse	171
4.1.3.3 Modélisation du comportement mécaniques des plaques cisailées	174
4.1.3.4 Prédiction de la rupture à partir du critère de Tsai-Hill	175
4.2 Application aux géométries complexes : consolidation de pièces à double-courbures	177
4.2.1 Présentation des géométries	177
4.2.2 Mise en œuvre des pièces composites par consolidation autoclave	178
4.2.3 Évaluation de la santé matière des pièces complexes consolidées	179
4.2.3.1 Pièce de faisabilité : parallélépipède à congés d'arête	179
4.2.3.2 Pièce d'étude de la déformation textile : le tétraèdre	181
4.3 Bilan intermédiaire	185
Conclusion générale et perspectives	187
<hr/>	
Annexes	191
A ANNEXE CHAPITRE 2	193
B ANNEXE CHAPITRE 3	199
B.1 Mise en oeuvre par consolidation: précisions concernant les produits d'environnement utilisés	199
B.2 Détermination du taux volumique de porosité par dissolution chimique	200
C ANNEXE CHAPITRE 4	203
C.1 Plan de découpe des éprouvettes	203
C.2 Plan des outillages	208
<hr/>	
<i>Table des figures</i>	<i>209</i>
<i>Liste des tableaux</i>	<i>217</i>
<i>Glossaire</i>	<i>219</i>
<i>Bibliographie par auteur</i>	<i>221</i>



Introduction générale

Les matériaux composites prennent une part grandissante dans l'industrie avec un fort développement sur les marchés aéronautique, automobile et éolien. Pour le secteur de l'aviation, cet engouement s'illustre par l'augmentation continue de la part massique des matériaux composites dans un avion au cours des 50 dernières années. L'**A350** de l'avionneur Airbus constitue un parfait exemple de cette démarche d'augmentation de la part des composites avec un pourcentage massique qui atteint 53 %. L'intégration de ces pièces composites permet de répondre aux objectifs de réduction en masse des structures aéronautiques. Les structures composites sont faiblement sensibles à la fatigue, ce qui ajoute un argument solide à leur utilisation en aéronautique en raison des grandes vitesses des avions et de la fréquence de vibration importante à laquelle elles sont soumises.

Une grande partie des pièces composites fabriquées actuellement sont élaborées à partir de polymères thermodurcissables. Cependant, les matrices thermoplastiques sont de plus en plus utilisées dans l'élaboration de pièces composites dans des secteurs clés comme l'aéronautique. Ces matériaux offrent de nombreux avantages tels que la non-périssabilité des préimprégnés et donc des conditions de stockage moins contraignantes, leur compatibilité avec des procédés de mise en oeuvre permettant des augmentations de cadence et leurs aptitudes au soudage propices à des diminutions des coûts de production. Par ailleurs, les enjeux environnementaux et sanitaires impactent fortement l'industrie des composites. La réglementation **REACH** (**R**egistration, **E**valuation, **A**uthorisation and **R**estriction of **C**hemicals), applicable depuis juin 2007, encadre la mise sur le marché européen des substances chimiques. Elle statue également sur les restrictions des substances jugées nocives pour la santé et l'environnement. Dans l'industrie de

la plasturgie, les additifs et charges, utilisés notamment pour modifier les propriétés physico-chimiques du polymère, sont particulièrement concernés par cette réglementation. Certains monomères tels que les bases phénoliques, utilisées dans la synthèse de certains polymères thermodurcissables, sont considérés comme des perturbateurs endocriniens et seront progressivement interdits. Par conséquent, les industriels cherchent à développer de nouveaux matériaux favorisant l'emploi des matrices thermoplastiques.

L'usage des composites à matrices thermoplastiques connaît ainsi une croissance continue. Les procédés tels que le thermo-estampage de plaques préconsolidées ou le placement de mèches pré-imprégnées sont généralement utilisés pour la mise en oeuvre de pièces composites thermoplastiques. Cependant, ils ne sont pas adaptés pour des pièces présentant une forme complexe. Afin de répondre à cette problématique, des méthodes d'élaboration de semi-produit textile intégrant le renfort et des fils thermoplastiques par voie comélagé/cotissage existent. Le tissu, très déformable, peut être mis en forme sur la géométrie tout en permettant de conserver un niveau d'imprégnation du renfort par le polymère élevé. La pièce finale s'obtient par la consolidation du renfort, étape durant laquelle le polymère, initialement présent dans le tissu (ou semi-produit), imprègne le réseau fibreux.

La mise en oeuvre de pièces complexes à partir de ces préformes textiles présente toutefois des difficultés liées à la température élevée de mise en oeuvre des thermoplastiques. La maîtrise du procédé passe, d'une part, par la compréhension des mécanismes d'imprégnation du renfort textile et, d'autre part, par le contrôle à chaque instant du cycle de consolidation. L'impact de la géométrie sur la mise en forme de tissu doit être également étudié afin de garantir la qualité finale de la pièce.

Les travaux de thèse, effectués à l'Institut Clément Ader d'Albi, s'inscrivent dans le cadre du projet collaboratif **ACAPULCO FUI-18** (**A**pli**C**omposites thermo**P**lastique pour pièces à do**U**ble **C**Ourbure) labellisé par le pôle de compétitivité Aerospace Valley. Porté par la société **Recaéro Composite**, ce projet regroupe quatre industriels (**Liebherr Aerospace**, **Safran Power Units**, **Safran Ventilation Systems**, **Porcher Industries**), la plateforme technologique **CANOE** et **l'ICA-Albi**. Ce projet s'intéresse au développement de pièces semi-structurelles à double rayon de courbure (boîtes d'échangeurs d'air, volutes, pièces de capotage...) en matériau composite thermoplastique renforcé fibres longues ou continues. Afin de répondre aux exigences pièces et à l'évolution du marché du composite tout en se conformant aux exigences environnementales (**REACH**), les acteurs du projet se sont tournés vers l'utilisation de préformes textiles thermoplastiques pour la fabrication de ces pièces par un procédé de consolidation en autoclave. Ce procédé est particulièrement adapté pour la consolidation de pièces complexes, impossible à obtenir par des procédés « classiques » d'emboutissage

sous presse, tout en permettant d'obtenir un très bon niveau de consolidation par la minimisation du taux de porosité.

Dans ce contexte, la thèse, intégrée au projet, intervient dans les thématiques suivantes :

- **L'étude de la drapabilité du renfort tissé non consolidé** avec la caractérisation en cisaillement plan du renfort et l'évaluation de sa déformabilité sur trois poinçons mâles à géométrie double courbure. L'objectif étant d'identifier les zones fortement sollicitées du renfort drapé et d'établir, par la suite, des stratégies de préparation du semi-produit à draper.
- **L'étude de la mise en oeuvre par consolidation en autoclave de plaques composites thermoplastiques** avec la caractérisation microstructurale et mécanique des matériaux composites afin de connaître l'impact du procédé de consolidation sur le matériau composite. L'objectif étant d'identifier des voies d'optimisation du procédé de consolidation.
- **La réalisation de pièces de faisabilité composites à géométrie double courbure** à partir d'un cycle optimisé de consolidation. L'influence du drapage sur la microstructure et les propriétés mécaniques du matériau consolidé est également étudiée.

Afin de traiter ces problématiques scientifiques et technologiques, un développement en quatre chapitres est proposé.

Après un rappel général sur les composites thermoplastiques, le premier chapitre bibliographique aborde de manière plus approfondie leur procédé de mise en oeuvre avec une attention particulière sur le procédé autoclave et les effets de consolidation sur les propriétés des composites. Le chapitre est complété par un état de l'art sur les méthodes de caractérisation de la déformabilité des renforts textiles et des approches modélisation associées. Le rappel des techniques expérimentales par mesure sans contact telles que la corrélation d'images et la microtomographie à rayons X vient terminer ce chapitre.

Le deuxième chapitre est consacré à la mise en forme du renfort textile tissé non consolidé. Son comportement en déformabilité est étudié à travers l'essai « Bias Extension Test » après avoir optimisé un mouchetis artificiel adapté aux mesures optiques. La drapabilité sur des formes géométriques complexes 3D non développables est analysée en mettant en place un pilote d'emboutissage équipé d'une instrumentation optique. Le champ de l'angle de cisaillement est comparé à une modélisation simple basée sur la méthode du filet.

Les relations entre le procédé de consolidation en autoclave, la microstructure et les propriétés mécaniques des matériaux composites sont abordées dans le troisième chapitre. Les plaques élaborées afin d'obtenir différents niveaux de porosité sont caractérisées de manière à obtenir une cartographie des tailles, des formes ainsi que la distribution

spatiale des porosités. Les propriétés mécaniques sont discutées au regard de ces éléments sur deux familles de matériaux : le comélé Schappe et le poudré Porcher.

Le dernier chapitre aborde la faisabilité de mise en oeuvre de pièces à géométries complexes. Dans une première partie, l'effet d'une déformation en cisaillement plan avant consolidation sur les propriétés mécaniques est étudié sur des plaques composites planes. Les résultats sont analysés et discutés en regard d'une approche modélisation basée sur la théorie classique des stratifiés. En fin de chapitre, des réalisations de pièces industrielles représentatives sont présentées.

État de l'art

1.1	Généralités sur les matériaux composites de la famille des thermoplastiques	7
1.1.1	Le choix du renfort et de la matrice	8
1.1.1.1	Le renfort : fibres de carbone	8
1.1.1.2	Les matrices thermoplastiques	10
1.1.1.3	Le cas du polysulfure de phénylène	12
1.1.2	Les semi-produits composites à matrice thermoplastique	17
1.1.2.1	Les architectures fibreuses tissées	18
1.1.2.2	Typologie des semi-produits thermoplastiques renforcés carbone	18
1.2	Effet de la mise en forme du semi-produit sur les propriétés de la pièce composite	22
1.2.1	Les problématiques liées à la mise en forme des préformes textiles	22
1.2.2	Les modes de déformation des préformes textiles	22
1.2.3	Les méthodes de caractérisation de la déformation en cisaillement des renforts textiles	26
1.2.3.1	Le « Bias Extension Test »	26
1.2.3.2	« Le Picture Frame »	30
1.2.3.3	Comparaison Bias extension Test - Picture Frame	31
1.2.4	Modélisation de la déformation d'une préforme textile	31
1.2.4.1	Approche cinématique	31
1.2.4.2	Vers la prise en compte du comportement mécanique du renfort	32
1.3	Caractérisation des structures composites par mesure sans contact	34
1.3.1	Mesure de champs par corrélation/stéréo-corrélation d'images	34
1.3.1.1	Principe de la corrélation d'image	34
1.3.1.2	Application aux renforts textiles	39
1.3.2	Contrôle non destructif de la santé matière du composite	41
1.3.2.1	Contrôle qualité d'une plaque composite par ultrason	41

1.3.2.2	Vers une analyse plus approfondie de la structure interne du matériau par tomographie à rayons X	42
1.4	Les procédés « classiques » de mise en œuvre par moulage de pièces composites	44
1.4.1	Généralités	44
1.4.2	Procédé retenu : la consolidation en autoclave	48
1.4.2.1	Présentation du dispositif	48
1.4.2.2	Le principe de la mise en œuvre par autoclave	48
1.4.2.3	Le choix des produits d'environnement	50
1.4.2.4	Définition du moule pour la consolidation de pièces à géométries complexes	51
1.5	La mise en œuvre des composites à matrice thermoplastique	52
1.5.1	Effet du procédé de consolidation par autoclave sur le matériau	52
1.5.2	Relation microstructure/propriétés mécaniques d'une pièce composite	55
1.6	Bilan intermédiaire	58

La fabrication de pièces composites à partir de préformes textiles (semi-produit intégrant le renfort et la matrice) repose sur deux étapes indispensables :

- ***La mise en forme (ou drapage)** du renfort textile sur un moule afin d'obtenir la géométrie de la pièce souhaitée.*
- ***La mise en œuvre** de la pièce composite qui consiste à imprégner le renfort du polymère pour permettre au matériau d'acquérir ses propriétés mécaniques.*

Une connaissance approfondie dans ces deux thématiques est nécessaire si l'on veut comprendre tous les mécanismes impactant la pièce composite finale en termes de « santé matière » et de propriétés mécaniques. L'objectif du chapitre est, dans un premier temps, de recenser l'ensemble des problématiques axées sur la drapabilité des semi-produits souples à matrice thermoplastique et des méthodes de caractérisation du comportement en déformation. Un aperçu des méthodes de mesure sans contact pour caractériser le renfort tissé et le stratifié composite est également proposé. Dans un second temps, ce chapitre abordera les procédés de mise en œuvre de ces préformes textiles en particulier la consolidation en autoclave. Une meilleure compréhension de ce procédé et de ses paramètres « clés » est primordiale pour appréhender les mécanismes d'imprégnation propres à ces semi-produits et leurs impacts sur la microstructure et les propriétés mécaniques du composite.

1.1 Généralités sur les matériaux composites de la famille des thermoplastiques

Un matériau composite, dans la définition la plus stricte du terme, est un assemblage de deux matériaux de nature différente [Gay2005] [Figure 1.1]. La phase **discontinue**, dont les propriétés mécaniques sont supérieures à la deuxième phase, est plus communément désignée dans le domaine des matériaux composites par **le renfort** ou encore **le matériau renforçant**. Il se présente souvent sous la forme de fibres. La deuxième phase, la phase **continue** également appelée **matrice**, assure la cohésion de la première et le transfert des charges mécaniques à la phase continue. Elle assure également un rôle de protection du renfort vis-à-vis de l'environnement extérieur. Les propriétés complémentaires des deux phases permettent d'aboutir à un matériau aux performances globalement supérieures à celles des composants pris séparément.

Les matériaux composites offrent de nombreux avantages en particulier dans le secteur aéronautique. Par comparaison avec la classe des matériaux métalliques aux performances mécaniques comparables, les matériaux composites permettent un gain de masse et sont peu sensibles à la corrosion et à la fatigue.

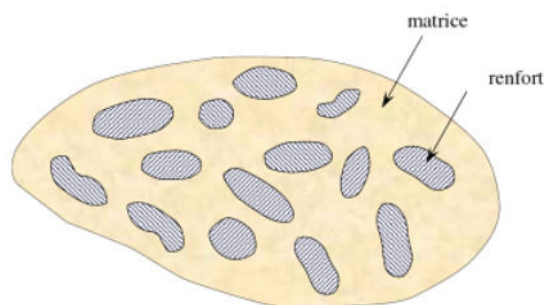


Figure 1.1 – Schématisation d'un matériau composite - [Berthelot2012]

1.1.1 Le choix du renfort et de la matrice

Le renfort confère au matériau composite ses caractéristiques mécaniques telles que sa rigidité, sa résistance en rupture ou encore sa ténacité. Pour certaines applications industrielles, il peut être choisi pour ses propriétés thermiques ou électriques. Il existe plusieurs familles de fibres utilisées comme renfort :

- Fibre de carbone
- Fibres de verre
- Fibres d'aramides (ex. Kevlar)
- Fibres céramiques (ex. Bore, SiC, SiC/Ti)

Dans le cadre de la thèse, seul le renfort à fibre de carbone est décrit.

1.1.1.1 Le renfort : fibres de carbone

Largement utilisées dans le secteur aérospatial en raison de ses hautes performances mécaniques, les fibres de carbone sont obtenues à partir de polycrylonitrile (**PAN**) ou de brais mésophases [Dupupet2008]. Cependant, il est industriellement plus intéressant d'élaborer la fibre de carbone à partir du précurseur PAN en raison d'une meilleure maîtrise du procédé de fabrication. Suivant les critères de performance choisis pour la fibre (ex. Haute résistance à la rupture (**HR**) - Haut module d'élasticité (**HM**)), la fibre de carbone peut être produite suivant deux méthodes [Figure 1.2].

Le précurseur PAN, disponible sous la forme d'un monofilament obtenu par filage et étirage, subit une **oxydation** sous ambiance air dans un four à une température comprise entre 200°C et 300°C . Le précurseur change physiquement et chimiquement pour atteindre un état infusible thermiquement stable. Une étape de **carbonisation** sous azote à une température comprise entre 1200°C et 1500°C permet d'obtenir un filament orienté axialement en raison du réarrangement de sa microstructure. De plus, le sous-produit perd environ 50% de sa masse. À l'issue de cette étape, les fibres classées (**HR**) ont une teneur en carbone comprise entre 90% et 97%. Dans le cas où

l'on souhaiterait produire des fibres à haut module d'élasticité (**HM**), une phase de **graphitisation** est nécessaire. Cela consiste en un second traitement thermique entre 2000°C et 3000°C afin d'éliminer les atomes d'azote et d'oxygène. La teneur en carbone obtenue dépasse les 99%. Finalement, les filaments subissent un traitement de surface pour améliorer leur adhérence à la matrice et une phase d'ensimage pour augmenter la résistance au frottement lors des étapes de mise en oeuvre textile (filage des mèches, tissage du renfort).

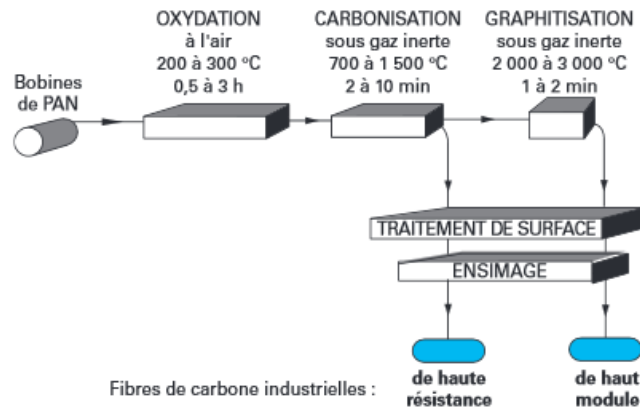


Figure 1.2 – Procédé de fabrication des fibres de carbone à partir du précurseur PAN - [Dupupet2008]

Les fibres de carbone sont classées suivant leurs propriétés mécaniques en traction : **HM** pour haut module d'élasticité, **IM** pour module d'élasticité intermédiaire et **HR** pour haute résistance à la rupture. Une comparaison des propriétés mécaniques en traction des trois classes de fibres de carbone est proposée en [Figure 1.3].

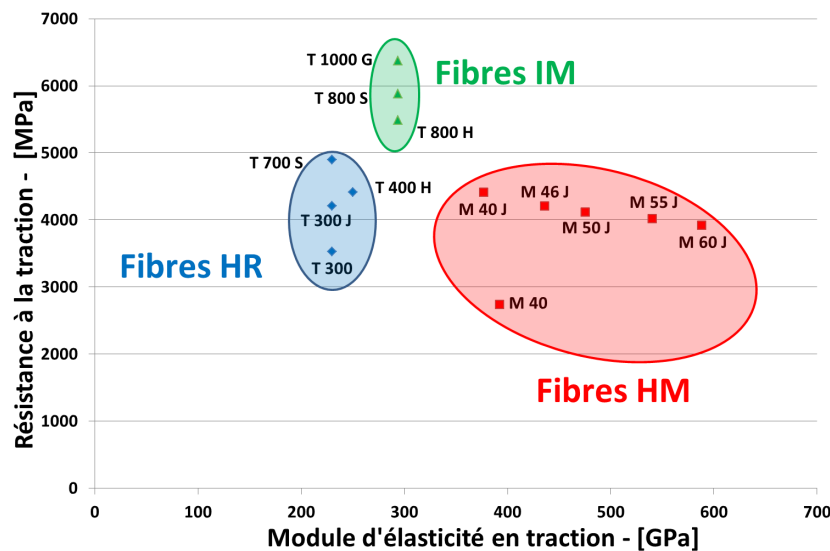


Figure 1.3 – Comparaison des propriétés mécaniques des fibres de carbone ex-PAN. Données techniques issues du fabricant Toray - [Toray]

Les fibres sont disponibles en plusieurs tailles : les fibres courtes (3,0 à 4,5 mm), les fibres longues (de longueur généralement supérieure à 6,0 mm) et les fibres continues (CLFT) dont la longueur est de l'ordre de grandeur de la dimension d'une pièce composite afin de préserver la continuité du renfort [Lucas+2007b]. Dans le cadre de la thèse, on s'intéressera uniquement aux fibres continues et longues ainsi qu'aux procédés associés.

Les filaments de renfort sont rassemblés pour former un fil ou une mèche. La structure de la mèche varie suivant les types de fibres utilisés, mais aussi du degré de mélange de ces fibres au sein d'une mèche. Cette dernière peut s'intégrer dans une structure constituant un « roving » [Figure 1.4].

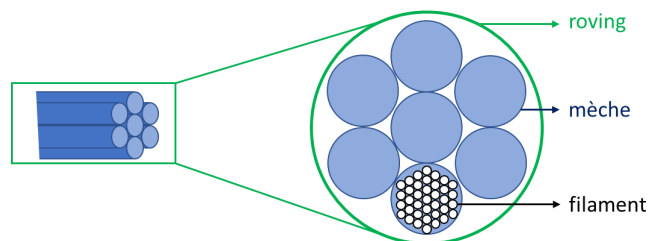


Figure 1.4 – Description de la structure d'un « roving » - D'après [Bourban+2004]

1.1.1.2 Les matrices thermoplastiques

Les matrices organiques employées dans la mise en œuvre des pièces composites (CMO) jouent le rôle de liant afin de conserver la disposition géométrique des fibres tout en transmettant les sollicitations auxquelles la pièce est soumise. Les résines doivent être suffisamment déformables, compatibles avec les fibres et avoir une densité relativement faible pour que le matériau conserve des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées. Généralement, on considère deux familles de polymères : les thermodurcissables (TD) et les thermoplastiques (TP).

Les matrices thermodurcissables sont majoritairement employées (à hauteur de 70%) dans la mise en œuvre de pièces composites même si ce niveau décroît graduellement au profit des matrices thermoplastiques. En cause notamment la réglementation « REACH » qui impose aux industriels un contrôle de plus en plus drastique dans l'utilisation des monomères additifs et autres molécules intervenant dans la synthèse des polymères. Les résines à base phénolique, qui rentrent dans certaines compositions de matrices thermodurcissables, vont être prochainement interdites d'utilisation en raison des risques avérés pour la santé. L'utilisation des polymères thermoplastiques en tant que matrice de substitution dans la fabrication de pièces composites constitue donc une alternative intéressante.

Un polymère thermoplastique est caractérisé par de longues chaînes linéaires de monomères faiblement ramifiées chimiquement séparées entre elles. Ces chaînes sont liées entre elles par des liaisons faibles de type Van der Waals, dipôle-dipôle ou hydrogène.

Ainsi, du fait de la nature de ces liaisons, la structure enchevêtrée du polymère ne résulte pas d'une réaction de polymérisation, mais d'un phénomène de repliement des chaînes lors du chauffage du thermoplastique. Lors du refroidissement, les chaînes se rigidifient et solidifient le matériau. Contrairement aux thermodurcissables, dont la polymérisation induit la formation d'un réseau réticulé par l'établissement de liaisons covalentes, les thermoplastiques peuvent subir plusieurs cycles de chauffage/refroidissement.

La synthèse du polymère thermoplastique peut être obtenue suivant plusieurs voies de polymérisation : réaction de polyaddition, copolymérisation ou polycondensation. Les mécanismes d'homopolymérisation (enchaînement d'un même monomère) et de copolymérisation (polymérisation de deux monomères) interviennent majoritairement dans l'établissement d'une chaîne de monomères [Paris2011].

Un thermoplastique peut se présenter suivant deux structures : amorphe et semi-cristalline [Waddon+1987]. Sa mise en œuvre s'effectue à l'état caoutchoutique ou visqueux et se décompose en trois étapes :

- **Le chauffage du polymère** pour augmenter la mobilité des macromolécules. La température doit être supérieure à la température de transition vitreuse (T_g) pour les thermoplastiques amorphes et supérieure à la température de fusion (T_m) pour les thermoplastiques semi-cristallins.
- **Le formage** du polymère à l'état fondu.
- **Le refroidissement** du polymère qui doit être maîtrisé dans le cas d'une structure semi-cristalline pour permettre une cristallisation optimale et l'obtention de ses propriétés mécaniques et physico-chimiques.

Il existe dans le commerce trois catégories de thermoplastiques : les polymères de grande diffusion (**PP**), les polymères techniques (**PC, PET, PBT...**) et les polymères à hautes performances utilisés principalement dans les secteurs de pointe tels que l'aéronautique. Dans cette dernière catégorie, on trouve notamment le **PEEK**, le **PEI** et le **PPS**. Ils présentent plusieurs avantages par rapport aux thermodurcissables [Bathias+2009; Berthelot2012; Bessard2012] :

- Une tenue à l'impact et aux chocs supérieure.
- Une meilleure résistance chimique.
- Une réutilisation possible sous certaines conditions. La synthèse de ces polymères n'engendre pas un changement d'état permanent (du fait des réactions de polyaddition). Ils peuvent donc être à nouveau fondus et recristallisés à travers des cycles chauffage/refroidissement successifs.
- Une durée de stockage illimitée.
- Utilisable pour la mise en œuvre de pièces composites à géométries complexes.
- Des cycles de mise en œuvre rapides

- Faible coût de production en règle générale à l'exception des thermoplastiques hautes performances tels que le PEEK (70 - 80 euros/kg).

Cependant, la température de mise en œuvre des polymères thermoplastiques est bien supérieure à celle requise pour les thermodurcissables.

La viscosité à la température de mise en œuvre d'un thermoplastique est aussi plus élevée (100 à 1000 Pa.s) que celle d'un thermodurcissable (0,1 à 10 Pa.s) [Figure 1.5]. Cela engendre des difficultés dans la mise en œuvre des pièces composites.

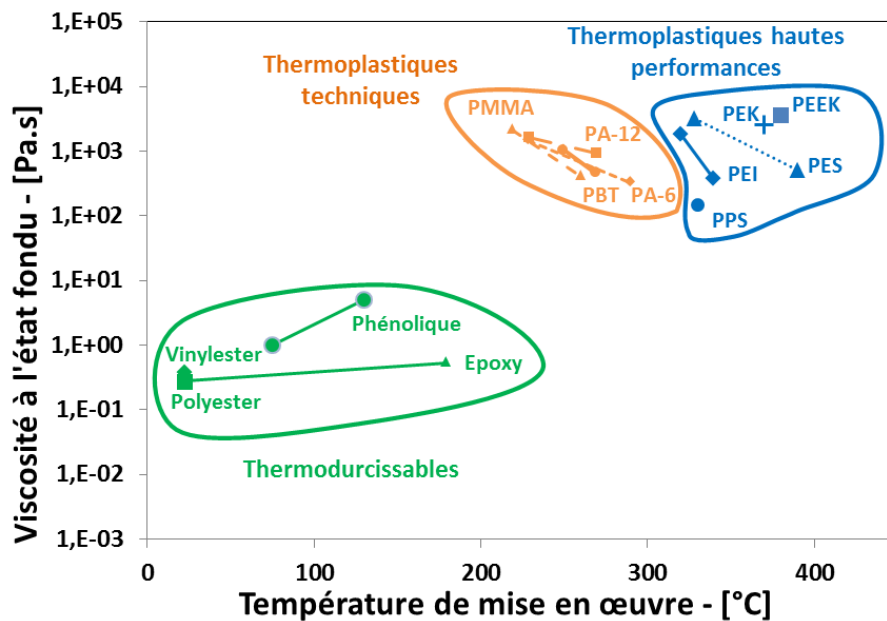


Figure 1.5 – Viscosité à l'état fondu en fonction de la température de mise en œuvre des principaux polymères - D'après [Rijswijk+2007]

Finalement, le choix de la matrice pour la fabrication de pièces composites doit impérativement tenir compte des propriétés physico-chimiques du polymère à savoir sa viscosité minimale, sa comptabilité avec le renfort, sa masse moléculaire et sa mouillabilité. La prise en compte des propriétés mécaniques du polymère est également indispensable dans l'établissement d'une structure composite. Dans le cadre de la thèse, nous nous sommes intéressés au polysulfure de phénylène (PPS).

1.1.1.3 Le cas du polysulfure de phénylène

Le polysulfure de phénylène (**PPS**) fait partie des polymères de hautes performances et thermostables utilisés notamment dans l'industrie aéronautique. Il fut pour la première fois synthétisé par Grenvesse en 1897. L'application industrielle de ce polymère avec la mise au point de plusieurs voies de synthèse détaillée par Lopez et Wilkes [Lamethe2004] est plus récente avec une première commercialisation dans les années 70. Il s'utilise principalement comme matériau non renforcé pour des applications dans les secteurs de

l'automobile et de l'électronique. Il s'adapte également très bien en tant que matrice pour des pièces composites. Le **PPS** est un polymère semi-cristallin dont le monomère présente un cycle aromatique et un atome de soufre (**S**) représenté en [Figure 1.6].

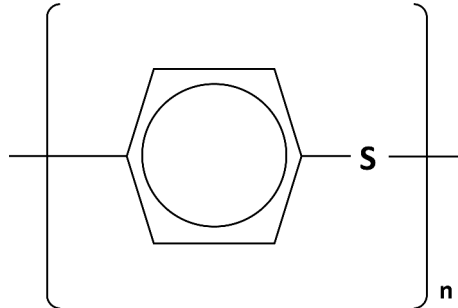


Figure 1.6 – Motif du polysulfure de phénylène (**PPS**)

Tout comme les matrices thermoplastiques, le PPS dispose d'une très bonne stabilité thermique. En raison d'une mobilité restreinte des chaînes du polymère imposée par le groupe phényle, la transition thermique du PPS se produit à haute température [Nohara+2006]. Ainsi le PPS conserve son intégrité structurelle (résistance thermique) jusqu'à une température de service de 200°C en continu. Cette valeur est plus faible que celle déterminée pour le PEEK avec 240°C [Villoutreix+1998].

Du fait de sa composition semi-cristalline, l'état du PPS se caractérise, à minima, par la température de transition vitreuse (T_g) et la température de fusion (T_m). La température de transition vitreuse, définissant la transition de l'état vitreux à l'état caoutchoutique de la phase cristalline, pour le PPS non renforcé est comprise entre 85°C et 93°C dans la littérature [Batista+2015 ; Biron2014 ; DíezPascual+2012]. Le point de fusion du PPS pur est estimé à 282°C pour [Lamethe2004] et 285°C selon [Batista+2015 ; Boey+1993 ; DíezPascual+2012 ; Nohara+2006]. Les différences constatées sont très certainement liées aux différents grades de PPS utilisés par les auteurs.

Le PPS est un polymère adapté pour la mise en oeuvre de structures composites. Pour permettre l'imprégnation du renfort, la matrice doit être le plus fluide possible. Cela signifie qu'il est nécessaire d'atteindre la viscosité minimale du PPS. À l'état fondu, cette viscosité est d'environ $200 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ce qui est faible par rapport aux autres thermoplastiques tels que le PEEK ($\sim 350 \text{ Pa}\cdot\text{s}$). Des analyses rhéologiques [Figure 1.7] montrent que la viscosité du PPS à 315°C varie peu pendant **30 min** facilitant l'imprégnation dans le renfort et la cristallisation du PPS [Batista+2015].

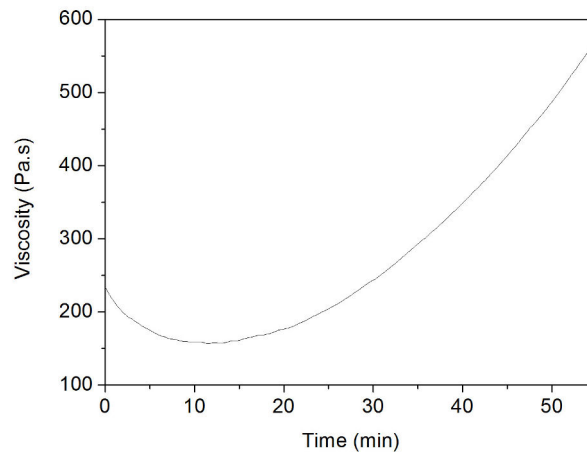


Figure 1.7 – Évolution de la viscosité du PPS en fonction du temps à 315°C
[Batista+2015]

L'établissement des propriétés mécaniques et thermiques du PPS est conditionné par la présence de la phase cristalline [Batista+2015]. Cette dernière améliore la rigidité et la résistance aux sollicitations mécaniques tandis que la phase amorphe participe à l'absorption d'énergie lors d'impacts. Un contrôle du ratio entre la phase cristalline et la phase amorphe lors de la mise en œuvre du matériau composite est primordial si l'on veut obtenir les performances mécaniques souhaitées. En partant de l'état fondu du PPS, la phase cristalline se forme lors de la phase de refroidissement du polymère. Ce changement thermique conduit à la formation de structures cristallines organisées et de formes sphériques appelé « sphérulites ». Chacune d'entre elles se développe radialement sous la forme de fines lamelles cristallines qui sont espacées par une phase amorphe. La morphologie et la répartition de ces sphérulites dépend fortement des propriétés physico-chimiques et des conditions opératoires telles que la température de cristallisation, le taux de refroidissement ou encore la présence d'agents favorisant la nucléation des grains cristallins. Tout comme pour le PEEK ou le PEK, la cristallisation du PPS est un processus relativement long par rapport à des polymères conventionnels n'ayant pas de groupes aromatiques comme le polyéthylène (PE) [Nohara+2006]. La cinétique de cristallisation est fortement liée à la température de cristallisation. Une température trop proche de la transition vitreuse du PPS bloque le développement de la phase cristalline en raison d'une mobilité insuffisante des chaînes. Pour une température proche de T_m la cristallisation du PPS est également entravée. L'énergie disponible favorise la mobilité des chaînes sans pour autant permettre un réarrangement moléculaire propice à la cristallisation. C'est dans cette gamme de température proche de la transition vers l'état fondu du polymère que se produit une cristallisation secondaire caractérisée par des sphérulites incomplètes et de petites tailles. Les conditions en température permettant

d'optimiser les cinétiques de nucléation et de croissance des grains cristallins sont donc comprises entre T_g et T_m [Spruiell2005].

Au cours de la mise en oeuvre, le PPS est particulièrement sensible à la vitesse de refroidissement appliquée. Cela se caractérise par une modification de la cinétique de cristallisation et le taux finale de la phase cristalline. Batista et al. [Batista+2015] montrent expérimentalement, pour un composite à matrice PPS renforcé par des fibres de verre, l'augmentation du taux de cristallisation lorsque le temps de refroidissement du polymère augmente [Tableau 1.1]. La même tendance se dégage dans la publication de [DíezPascual+2012] avec pour trois vitesses de refroidissement ($2,0^{\circ}Cmin^{-1}$ - $5,0^{\circ}Cmin^{-1}$ - $10,0^{\circ}Cmin^{-1}$) un taux de cristallinité respectif de 55,5%, 55,2% et 52,5% (cas du PPS FORTRON 0205B4 non renforcé).

Tableau 1.1 – Influence de la vitesse de refroidissement sur le taux de cristallinité du PPS renforcé carbone ($V_f = 60\%$) - Source : [Batista+2015]

Vitesse de refroidissement	X_c - [%]
$10^{\circ}C/min$	$51,1 \pm 1,0$
$1^{\circ}C/min$	$58,5 \pm 0,8$
$< 1^{\circ}C/min$	$61,9 \pm 1,9$

Les grades PPS disponibles sur le marché ont un taux de cristallinité pouvant atteindre les 60% (voir 65% selon [Boey+1993]) contre seulement 40% pour le PEEK [Vieille+2009].

Dans le cadre de structures composites, le renfort influence les propriétés de la matrice au cours de la mise en œuvre. Dans les travaux de thèse de [Lamethe2004], un écart de la valeur de la température de transition vitreuse (T_g) d'au moins $10^{\circ}C$ entre un PPS non renforcé et un PPS renforcé fibres de carbone avec un taux massique de 60% a été constaté. La présence de fibres affecte la cinétique de cristallisation et le taux de cristallinité final pour une température donnée. Kenny et al. [Kenny+1991] démontrent, pour un cas de composite UD FC/PPS que la présence de ces fibres de renfort donne un taux maximal de cristallinité plus faible par rapport à une configuration PPS non renforcé. Néanmoins, la cinétique de cristallisation est plus rapide lorsque le PPS est en présence de fibres de carbone. Cette modification de comportement du PPS est à associer à la phase cristalline en contact avec le renfort. Au contraire, Auer et al. [Auer+1994] montrent expérimentalement que l'intégration de fibres de carbone ou de verre conduit à des cinétiques de cristallisation plus lentes [Figure 1.8]. C'est le cas contraire lorsque le polymère est renforcé de fibres d'aramide. Ces différences de résultats, notamment souligné par [Spruiell2005], peuvent s'expliquer par les spécifications et le traitement par ensimage ou non des fibres utilisées par les auteurs [Desio+1992].

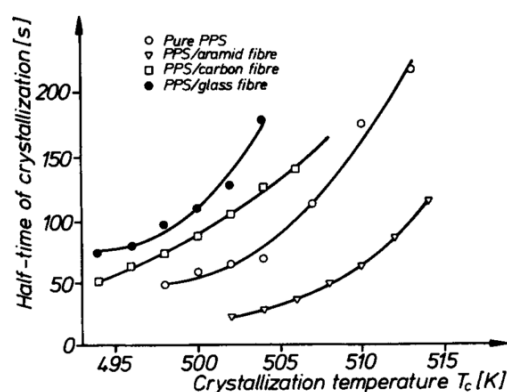


Figure 1.8 – Évolution du temps à demi-cristallisation en fonction de la température pour le PPS pur et renforcé de fibres (carbone, verre et aramide) - [Auer+1994]

Les fibres de renfort modifient le comportement de cristallisation de la matrice avec l'apparition d'une nouvelle phase cristalline appelée phase transcristalline [Figure 1.9]. Selon [López+1991], les fibres de carbone induisent une cristallisation particulière caractérisée par un nucléation plus efficace des germes cristallins à cette interface. L'écart des coefficients d'échange thermique entre le polymère et le renfort favorise la cristallisation du PPS en surface des fibres. L'auteur identifie également le poids moléculaire du polymère, le traitement des fibres ainsi que les paramètres de mise en oeuvre (vitesse de refroidissement) comme des facteurs supplémentaires pouvant favoriser la transcristallinité. Au final, l'intégration de fibres modifie la morphologie de la phase cristalline du PPS en particulier au niveau de l'interface fibre / matrice.

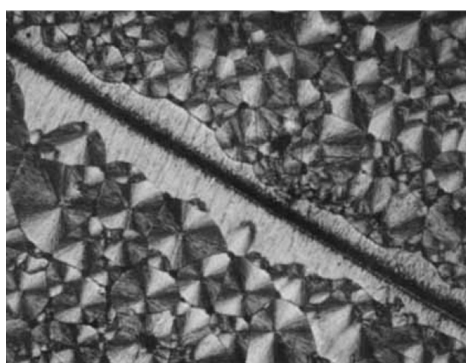


Figure 1.9 – Observation au microscope optique à lumière polarisée (x225) de la morphologie du PPS au contact d'une fibre de carbone Thornel - [Desio+1992]

Malgré un changement d'état réversible du PPS, plusieurs auteurs ont montré une dégradation rapide d'échantillons fondus à des températures supérieures à 300°C lorsqu'ils sont soumis à une ambiance sous air. Cette dégradation est caractérisée lors d'un suivi cinétique avec l'inversion des modules de conservation G' et de perte G'' du

matériau. Les premiers signes de dégradation surviennent dès 300°C avec des réactions de branchements [Peters+1993]. À 320°C , ce changement survient seulement au bout de 8 minutes [Lamethe2004]. Par ailleurs, la mise en fusion répétée du PPS entraîne, d'après Bulakh et al. [Bulakh+1993], une augmentation de sa réticulation rendant le matériau plus fragile.

Les propriétés mécaniques du PPS dépendent à la fois de ses propriétés physico-chimiques, du procédé de mise en oeuvre et de son interaction avec le renfort dans le cadre de fabrication de pièces composites. L'histoire thermique et le degré de cristallinité affecte significativement les propriétés mécaniques du PPS. Il existe plusieurs grades de PPS aux propriétés mécaniques variables. Le [Tableau 1.2] recense les propriétés mécaniques de plusieurs PPS commercialisés par les sociétés Celanese (FORTRON®) et Toray (Torelina®). Les différents grades disponibles de PPS diffèrent au niveau du poids moléculaire leur conférant ainsi des spécificités en terme d'utilisation et de choix de procédé de mise en oeuvre.

Tableau 1.2 – Propriétés mécaniques de plusieurs grades PPS (FORTRON® - TORAY®)

Grandeurs moyennes			Grades Fortron				Toray
			214	205	203	309	A900
Traction	σ [MPa]	90	66	33	90	85	
	E [GPa]	3,8	4	4,2	-	-	
Flexion	σ [MPa]	125	130	135	145	140	
	E [GPa]	3,75	3,9	3,9	4,2	3,9	
Compression	σ [MPa]	120	130	130	-	-	
Rockwell Hardness	M-Scale	95	95	100	90	-	

Le **PPS** possède également une excellente résistance chimique y compris à haute température. Néanmoins, certains solvants usuels, de type alcalin ou acide, dégradent les propriétés mécaniques de ce polymère à haute température.

L'association renfort/matrice constitue le semi-produit qui sera ensuite mis en oeuvre pour obtenir la pièce composite finale. Plusieurs configurations de semi-produits sont disponibles suivant le type de pièce visé. Dans le cadre de la thèse, seuls les semi-produits thermoplastiques avec un renfort continu seront traités.

1.1.2 Les semi-produits composites à matrice thermoplastique

Un semi-produit se définit par ses constituants à savoir le renfort, la matrice et la stratégie employée pour les associer. Suivant la structure du fil, l'architecture du renfort et l'intégration du polymère, le semi-produit n'aura pas les mêmes propriétés. Cela

conditionne par conséquent le choix du procédé de mise en œuvre. Cette section présente les principaux semi-produits existants.

1.1.2.1 Les architectures fibreuses tissées

Le renfort tissé est défini par l'entrelacement de mèches dans le sens chaîne (direction parallèle au sens d'avancement du renfort textile lors de sa fabrication) et le sens trame [Bourban+2004 ; Dridi2010]. Ce mode d'entrecroisement des mèches sens chaîne et trame, appelé armure, se décline en quatre configurations principales [Figure 1.10] :

- **Structure unidirectionnelle (UD) (d)** : Les mèches sont alignées selon une seule direction. Elles sont maintenues en position par un fil de liage à 90°.
- **Toile ou taffetas (a)** : Chaque mèche dans la direction chaîne passe successivement au-dessus et en dessous d'une mèche orientée dans la direction trame.
- **Sergé (b)** : L'ordre d'enchevêtrement des mèches sens chaîne par rapport aux mèches sens trame induit un effet oblique obtenu par décochement d'un fil sens chaîne à chaque trame. Dans le cas d'un renfort sergé 1/3, la mèche trame passe sous une mèche puis au-dessus de trois mèches sens chaîne avec un décalage à chaque passage.
- **Satin (c)** : Cette armure est caractérisée par une dominance des mèches sens chaîne ou trame donnant un aspect lustré ou mat suivant que l'on observe le renfort textile à l'endroit ou à l'envers. (À l'endroit du tissu, on retrouve plus de flottés des trames que des chaînes. À l'envers, c'est l'inverse). Pour le satin 5, la mèche chaîne passe en dessous d'une mèche trame puis au-dessus de quatre mèches trames. Le chiffre cinq correspond au nombre de laissées trame entre deux pris (deux mèches chaîne) retranché de un. Cette armure donne des tissus relativement souples par rapport aux autres configurations, particulièrement adaptés pour de la mise en forme de pièces à géométries complexes.

1.1.2.2 Typologie des semi-produits thermoplastiques renforcés carbone

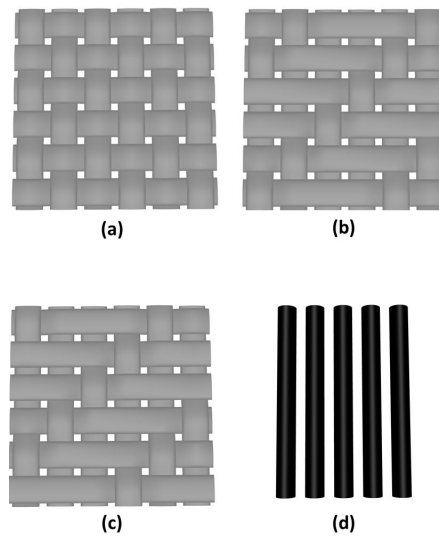


Figure 1.10 – Principales armures de renfort (a) Toile - (b) Sergé 3 - (c) Satin de 4 - (d) Unidirectionnel - Images issues du logiciel [TexGen]

Un semi-produit est un produit intermédiaire utilisé dans l'élaboration des pièces composites. Constitué de fibres de renfort et de matrice, les semi-produits ont un niveau d'imprégnation partiel offrant des possibilités intéressantes d'élaboration de structures composites par consolidation. On dénombre trois familles de semi-produits :

Les produits souples :

Ils se présentent sous la forme de bobines et sont utilisés pour établir des profilés ou des formes creuses. Les mèches associent renfort et matrice. Ils sont disponibles sous différentes formes [Figure 1.11]. Ces mèches peuvent être aussi tissées afin d'obtenir des tissus déformables souples comme les préformes textiles.

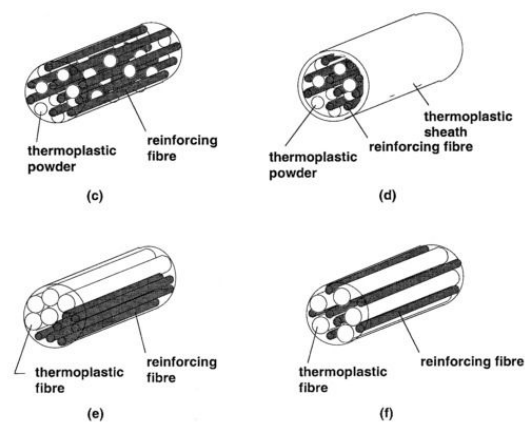


Figure 1.11 – Schématisation des rovings existants : (c) poudré, (d) gainé, (e) cotissé et (f) comélé - [Bourban+2001]

Ces structures utilisent principalement des fibres de renfort continues (**CFRTP**). De récents développements se sont intéressés à l'utilisation de fibres de renfort craquées (stretched broken carbon fibers : **SBCF**) pour produire des renforts textiles offrant une plus grande déformabilité que les semi-produits conventionnels [Bernet+2001]. Les mèches sont constituées de filaments discontinus de renfort et de matrice de longueurs variables (entre 40 mm et 200 mm). Elles sont enroulées d'un fil du même polymère pour maintenir leur structure. Le cas d'une mèche carbone/PPS, issue d'un renfort comélé, est donné en [Figure 1.12].

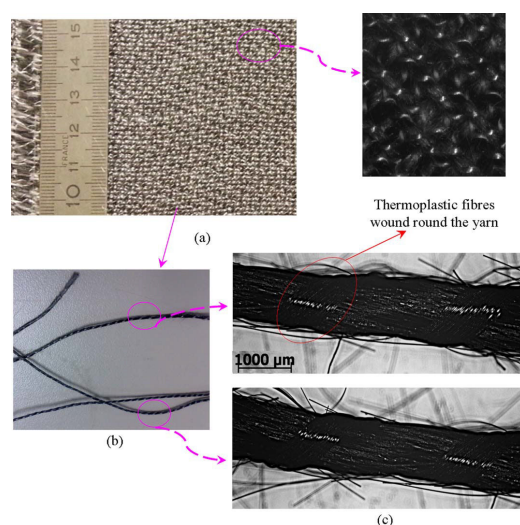


Figure 1.12 – Semi-produit à mèches comélés constituées de fibres craquées carbone/PPS - [Peng+2014]

Les tissus déformables souples :

Ils regroupent les semi-produits secs (ou préformes textiles) et les préimprégnés. Les semi-produits secs sont des produits post-imprégnables (« Post-shaping impregnation »). Ils présentent une capacité de drapabilité intéressante pour la fabrication de structures non développables. Il existe plusieurs méthodes d'intégration du polymère dans le renfort :

- Par « film stacking » : Le polymère est intégré sous forme de films placés entre les plis. Cette méthode favorise l'imprégnation entre les plis de renfort.
- Par voie de poudre : Cette méthode s'adresse à des polymères à forte viscosité dont une pression externe est nécessaire pour imprégner le renfort. Le polymère est fondu en surface des mèches ou du pli sous forme de particules.
- Par voie de comélage : Le mélange fibre/matrice se fait directement au niveau de la mèche améliorant ainsi l'imprégnation intra-mèche.

Suivant la structure des mèches et la méthode d'imprégnation de la matrice au niveau du renfort, plusieurs configurations de préformes textiles sont disponibles [Figure 1.13].

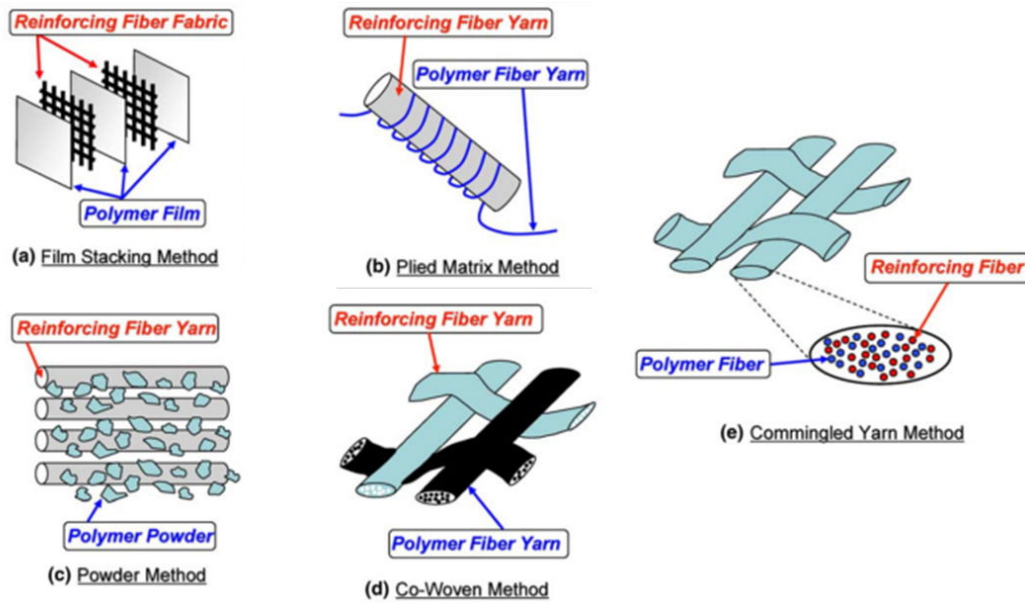


Figure 1.13 – Schémas des principaux semi-produits souples - (a) « Film stacking » ; (b) Guipage d'une fibre de renfort par un filament de polymère; (c) Tissu poudré; (d) Tissu co tissé; (e) Tissu comélé [Fujihara+2004; Wakeman+1998]

Les préimprégnés présentent un niveau d'imprégnation initial et peuvent être plus rapidement mis en œuvre. Cependant, ils sont moins drapables que les préformes textiles du fait de leurs rigidités. L'AS4/APC-2, constitué de fibres de carbone continues et de matrice PEEK, est un cas de préimprégné unidirectionnel majoritairement utilisé dans l'industrie aéronautique [Bessard2012]

Les tissus consolidés rigides :

Ce sont des tissus totalement consolidés qui sont utilisés pour des procédés de mise en forme de la pièce finale. Le «rollforming», la thermocompression ou le thermoestampage déforment plastiquement à chaud un semi-produit totalement consolidé à l'état initial.

1.2 Effet de la mise en forme du semi-produit sur les propriétés de la pièce composite

1.2.1 Les problématiques liées à la mise en forme des préformes textiles

La mise en œuvre d'une pièce composite à partir de préformes textiles suivant le semi-produit choisi et la géométrie finale souhaitée soulève deux problématiques [Boisse2004; Lomov+2008]. La première concerne la complexité de la géométrie de la pièce visée. L'étude de la drapabilité du renfort textile est nécessaire pour minimiser l'apparition de défauts lors de la mise en œuvre de la pièce composite. Ces défauts peuvent être :

- La rupture des fibres
- Le glissement des plis de renfort.
- Les plissements du renfort textile
- La modification de l'orientation des fibres
- La création de zones riches en matrice ou en porosités selon la qualité de la consolidation

La deuxième problématique est liée au procédé de mise en œuvre. Suivant la géométrie de la pièce souhaitée, des difficultés peuvent apparaître et conditionner le choix du cycle de consolidation, le choix du moule (moule mâle ou femelle), la méthode de drapage des plis successifs sur le moule ou encore la méthode pour solidariser les plis entre eux et sur l'outillage afin de limiter le glissements des plis.

La mise en forme est donc une étape importante pour la maîtrise du procédé de fabrication. En récupérant l'état déformé de la préforme (position et orientation du renfort), il est possible d'accéder au comportement mécanique de la pièce composite.

1.2.2 Les modes de déformation des préformes textiles

Plusieurs modes de déformation du renfort textile sont à distinguer :

Cisaillement plan :

La déformation en cisaillement plan est liée à la rotation relative des mèches autour d'un point de superposition du réseau chaîne-trame et dont la direction est la droite normale au plan du renfort [Figure 1.14]. Elle constitue la déformation principale intervenant dans la mise en forme de renfort sec ou de préformes textiles sur des géométries à double courbure [Peng+2014].

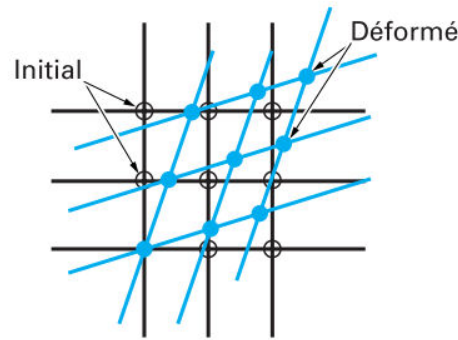


Figure 1.14 – Déformation en cisaillement plan d’un renfort - [Boisse2004]

La rigidité en cisaillement d’un renfort textile est faible comparée à celle en tension. Cependant, l’évolution non linéaire de l’effort en fonction de la déformation en cisaillement témoigne d’une rigidification progressive du tissu. La courbe effort/déformation en cisaillement type d’un renfort textile, présentée en [Figure 1.15] permet de dégager trois phases :

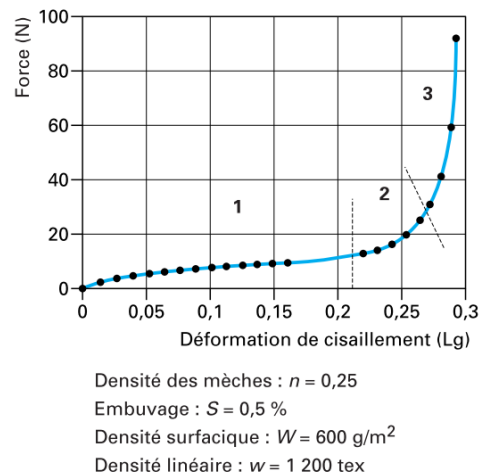


Figure 1.15 – Courbe effort / déformation en cisaillement caractéristique d’un renfort textile - [Boisse2004]

Phase 1 Pour un faible niveau de déformation, on constate une rotation des mèches au niveau des croisements des réseaux chaîne et trame sous des efforts relativement faibles. La faible rigidité vient du frottement des mèches entre elles.

Phase 2 Les espaces/interstices entre les mèches diminuent et favorisent le contact entre des mèches proches voisines. Cela amorce un début de contact latéral des mèches et un début de compression latérale. On qualifie souvent dans la littérature cette transition comme étant un phénomène de blocage en cisaillement qui se caractérise par la mesure de l’angle de cisaillement entre les réseaux chaîne et trame.

Phase 3 La compaction latérale des mèches gagne en intensité et s'ajoute aux frottements des fibres provoquant la rigidification du tissu. Selon la nature du renfort fibreux, cette phase s'accompagne généralement de plissements du renfort.

L'étude menée par Lomov et al. [Lomov+2008] caractérise ce phénomène à l'échelle mésoscopique [Figure 1.16] par analyse d'images d'un interlock de carbone en insistant notamment sur les champs de déplacement d'un élément de mèche. Les trois phases expliquées précédemment sont retrouvées.

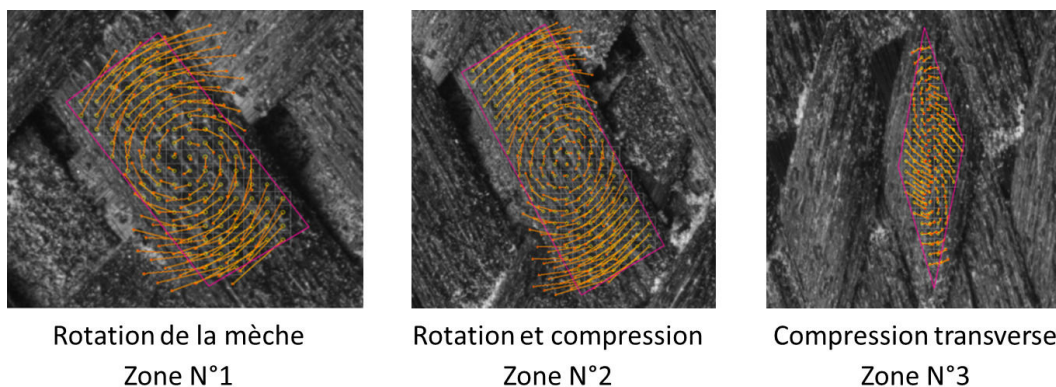


Figure 1.16 – Évolution du niveau de cisaillement d'un interlock carbone à l'échelle mésoscopique - D'après [Lomov+2008]

Les propriétés en drapabilité des tissus sont dépendantes de la nature de leurs renforts ainsi que du choix de l'armature [Figure 1.17]. Un préimprégné unidirectionnel (UD) possède une capacité au drapage faible et une rigidité en cisaillement importante le rendant inapte pour l'élaboration de pièces composites à géométrie complexe. Au contraire, un tissu sec 2D autorise un cisaillement important du renfort avant d'atteindre l'état « bloqué » synonyme de rigidité importante.

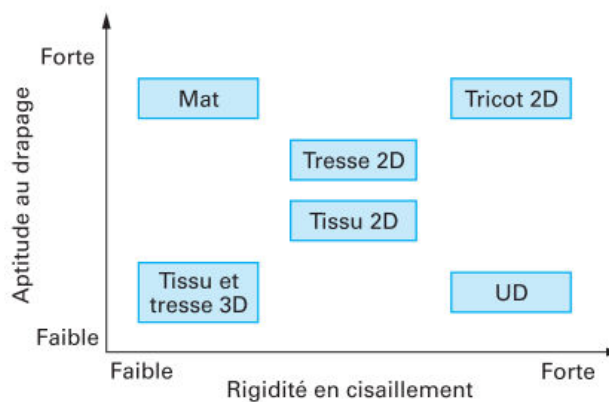


Figure 1.17 – Performance des différents types de renfort en matière de drapabilité - [Binétruy2004]

Tension biaxiale :

Le comportement en tension d'un renfort fibreux est un mode à prendre en compte dans la compréhension des phénomènes liés à la mise en forme de renforts tissés. La rigidité en tension est responsable des changements de forme du tissu et de l'apparition des défauts tels que les plis ou le bouclage des mèches.

Flexion du renfort :

Ce mode est généralement considéré comme négligeable en raison de la faible rigidité de flexion d'un tissé. Les fibres ont un diamètre relativement faible et peuvent glisser entre elles. Néanmoins, ce mécanisme peut intervenir pour certains cas de renforts textiles tels que les tissus interlocks.

Compaction transverse :

Ce mode est caractérisé par l'apparition progressive d'une rigidité lors de la compaction du renfort perpendiculairement à son plan. Cette augmentation de rigidité s'explique par la diminution des interstices entre les fibres.

Tension des fibres (ou l'allongement longitudinal des mèches) :

La déformation est liée à l'aplanissement des mèches dans le sens de sollicitation. L'amplitude de cette déformation reste tout de même faible en raison de la rigidité en traction importante des fibres.

Le glissement des mèches sens chaînes par rapport aux mèches sens trame :

Des essais de formage ont montré que les réseaux chaîne et trame d'un renfort ne glissent pas l'un par rapport à l'autre. L'hypothèse de non-glissement est donc acceptable et permet d'utiliser des modèles basés sur la mécanique des milieux continus pour les simulations de drapabilité de tissus [Figure 1.18].

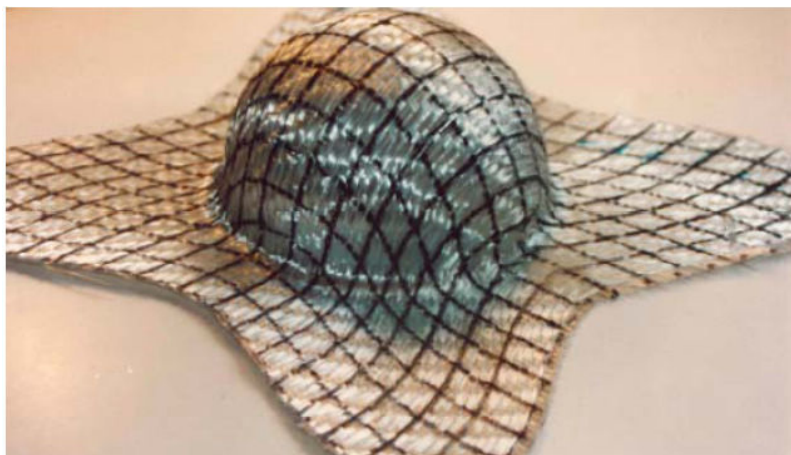


Figure 1.18 – Essai de drapabilité sur une géométrie hémisphérique - Pas de glissements entre les réseaux - [De Luycker2009]

Flexion des fibres :

La faible rigidité en flexion et les glissements possibles des fibres contenues dans une mèche impliquent une rigidité en flexion négligeable devant la rigidité en traction et en cisaillement. Cette simplification permet de modéliser la géométrie des tissus par des éléments de type « membrane » en éléments finis. Cependant, ce mécanisme est responsable de l'apparition de défauts tels que les plis.

À travers ces mécanismes de déformation, on remarque que les caractéristiques mécaniques des préformes observables à l'échelle macroscopique sont intimement liées aux phénomènes propres à l'échelle d'étude mésoscopique. L'étude du tissu à l'échelle mésoscopique ainsi que son couplage avec l'observation macroscopique est primordiale si l'on souhaite définir correctement le comportement en déformation d'un tissu.

Dans le cadre de la thèse, nous nous sommes principalement intéressés au comportement en cisaillement plan du renfort textile.

1.2.3 Les méthodes de caractérisation de la déformation en cisaillement des renforts textiles

Le cisaillement a une influence prépondérante lors de la mise en forme d'un renfort textile. Il existe deux méthodes de caractérisation permettant d'évaluer ce comportement : le « Bias extension test » et le « Picture frame » [Cao+2008 ; De Luycker2009 ; Dridi2010 ; Lebrun+2003 ; Lee+2008 ; Lomov+2008].

1.2.3.1 Le « Bias Extension Test »

Le « **Bias Extension Test** » est une méthode expérimentale permettant de caractériser le comportement en cisaillement plan d'un renfort ou d'une préforme textile [Figure 1.19]. Sa simplicité de mise en œuvre ainsi que sa facilité d'exploitation fait de cet essai une méthode efficace pour évaluer la capacité de drapage du matériau.

Une éprouvette rectangulaire est sollicitée mécaniquement avec un dispositif de traction. La direction de sollicitation est à $\pm 45^\circ$ par rapport à la direction initiale des réseaux chaîne et trame. Si l'éprouvette respecte le critère géométrique (λ), défini par la relation (1.2.1), et que la rigidité des mèches est bien supérieure à la rigidité liée au cisaillement du renfort, alors l'essai permet de générer du cisaillement dans sa partie centrale.

$$\lambda = \frac{L}{l} > 2 \quad (1.2.1)$$

Dans cette relation, L correspond à la longueur de l'éprouvette et l est sa largeur. Lorsque que ces conditions sont respectées, l'essai « bias extension test » permet de mettre en évidence trois zones distinctes au niveau de l'éprouvette [Figure 1.19] :

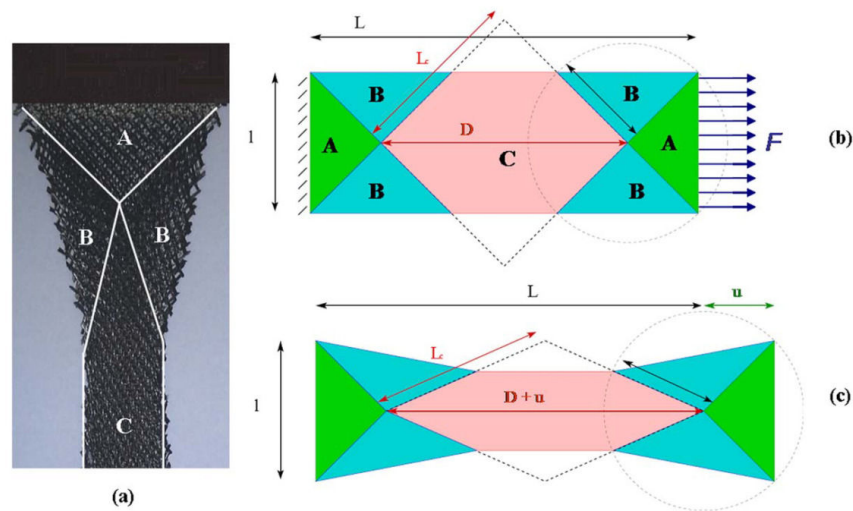


Figure 1.19 – Principe du « Bias extension test » : **(a)** Renfort sollicité en cisaillement plan avec localisation des zones de déformation - **(b)** Schématisation de l'éprouvette avant essai - **(c)** Schématisation de l'éprouvette après essai
 [De Luycker2009 ; Peng+2014]

- **Zone A** : Zone sans déformation en cisaillement du renfort en contact avec les mors. Dans ces zones, les réseaux chaîne et trame sont encastrés sur un seul côté.
- **Zone B** : Zone de demi-cisaillement. Un des réseaux est libre de chaque côté alors que l'autre est en encastrement sur un seul côté.
- **Zone C** : Elle constitue la zone active de l'essai. Les mèches sens chaîne et trame sont libres à leurs deux extrémités. En prenant en compte le non-glissement des mèches aux croisements et la sollicitation globale de l'échantillon, cette zone subit une déformation en cisaillement pur. L'amplitude de la déformation caractérisée par l'angle de cisaillement γ est deux fois plus grande que pour la zone B.

L'essai permet de qualifier un renfort sec ou préimprégné textile en fonction de sa drapabilité via son comportement en cisaillement plan. De ce dernier se déduit la mesure de l'angle de cisaillement. Il existe plusieurs méthodes permettant de le mesurer.

Approche locale :

Des images de l'éprouvette textile sont prises à plusieurs instants de l'essai. Une phase d'analyse des images permet de mesurer en plusieurs points de la zone de cisaillement pur (**Zone C**) l'angle (α) entre les réseaux chaîne et trame. C'est une méthode « locale » qui nécessite la prise de plusieurs points de mesure afin de minimiser l'erreur. L'angle de cisaillement (γ) se déduit ensuite de (α) par la relation (1.2.2).

$$\gamma = \pi - \frac{\alpha}{2} \quad (1.2.2)$$

Approche globale par mesure de champs :

Tout comme l'approche « locale », cette méthode utilise une série d'images prise du renfort textile au cours de l'essai « bias extension test ». Cette série d'images est ensuite post-traitée en utilisant un logiciel de corrélation d'image. Le logiciel développé à l'INSA Lyon, « ICASOFT » [Morestin+2008], permet d'obtenir directement par corrélation d'images (DIC) les champs d'angle de cisaillement sur toute la surface de l'éprouvette [Figure 1.33]. Le principe de cette technique de mesure est détaillé dans la section 1.3.1.2.

Approximation de l'angle de cisaillement par une approche géométrique :

En partant de l'hypothèse que l'éprouvette puisse être divisée en trois zones uniformément cisillées, il est possible d'obtenir l'angle de cisaillement dit « global » [Lebrun+2003] à travers les données géométriques de l'éprouvette [Figure 1.20] et du déplacement du mors supérieur (δ) grâce à l'équation (1.2.3).

$$\cos \theta = \frac{(H + \delta) - W}{2(H - W) \cos \theta_0} = \cos \theta_0 + \frac{\delta}{2(H - W) \cos \theta_0} \quad (1.2.3)$$

Où (θ) correspond à l'angle « global » entre une mèche sens chaîne et une sens trame, (θ_0) ce même angle à l'état initial, (W) la largeur et (H) la longueur initiale de l'éprouvette. Cette relation se base sur une hypothèse forte de non-glissement des mèches au niveau des intersections des réseaux chaîne et trame.

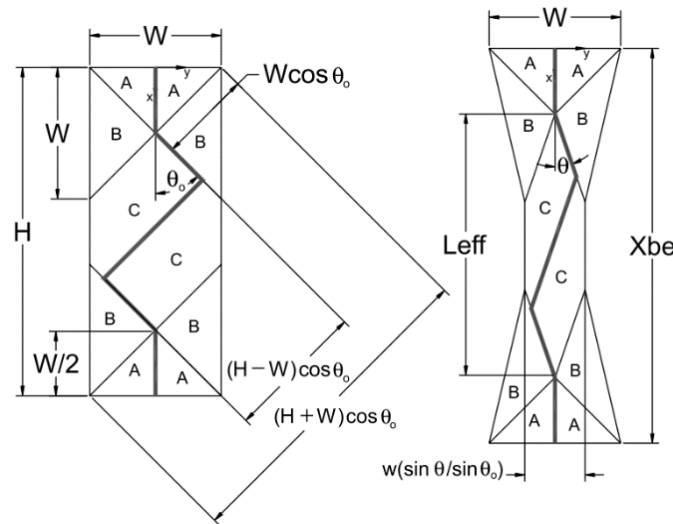


Figure 1.20 – Géométrie de l'éprouvette avant et après essai - [Lebrun+2003]

On obtient une valeur théorique de l'angle de cisaillement dans la zone centrale de l'éprouvette. Une validation de cette loi par des mesures locales de l'angle de cisaillement permet d'établir sa plage de validité. De Luycker [De Luycker2009] a pu observer cette limite de validité pour un taffetas de verre par observation d'une divergence entre la

courbe théorique et la courbe expérimentale de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement du mors lors d'un essai Bias Test [Figure 1.21]. Pour ce renfort, cette limite est évaluée à environ 40°. Le domaine de validité de cette loi varie en fonction du renfort étudié (type de fibre, architecture).

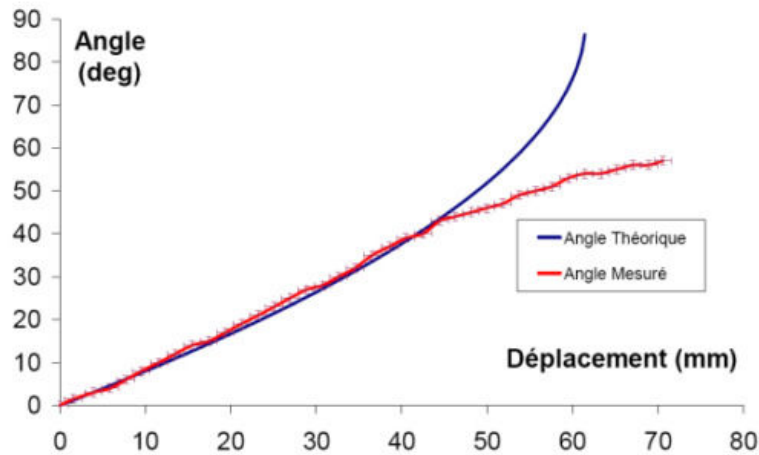


Figure 1.21 – Confrontation entre l'angle de cisaillement théorique et celui mesuré localement sur une éprouvette de taffetas de verre - [De Luycker2009]

Par souci de normalisation de l'essai, des propositions ont été apportées par Johnson [Johnson1995] avec le calcul de la contrainte et de la déformation moyenne de cisaillement dans la zone centrale de l'éprouvette. Une approche énergétique a été suggérée par De Luycker [De Luycker2009] en proposant d'utiliser la notion de couple surfacique en cisaillement (équation 1.2.4) comme moyen d'adimensionner l'essai Bias Test.

$$C_S(\gamma) = \frac{1}{S_1} L_c F_b \sin \frac{\alpha}{2} - \frac{1}{2} S_2 C_S \frac{\gamma}{2} \quad (1.2.4)$$

Avec S_1 l'aire de la zone cisailée (Zone C), S_2 l'aire de la zone demi-cisailée, F_b l'effort mesuré et L_c la longueur d'un des côtés du cadre fictif représenté (de couleur rouge) en [Figure 1.19].

Bien que l'essai soit simple à mettre en place et à dépouiller, il est possible d'avoir une dispersion importante au niveau des résultats principalement liée à une mauvaise préparation de l'échantillon. Cela génère des déformations supplémentaires liées à des effets de tension qui viennent parasiter le cisaillement pur dans la zone utile de l'éprouvette. Une vigilance accrue au cours de la découpe de l'éprouvette et lors de sa mise en place dans le dispositif expérimental est indispensable afin d'assurer une bonne répétabilité de l'essai.

1.2.3.2 « Le Picture Frame »

L'essai « Picture Frame » est la seconde méthode de caractérisation des renforts textiles en cisaillement plan. Une éprouvette carrée dont les mèches chaînes et trames sont orientées respectivement à 0° et 90° est maintenue sur chacun de ses côtés par l'intermédiaire de mors (bras rigides) afin d'éviter le glissement du tissu [Figure 1.22].

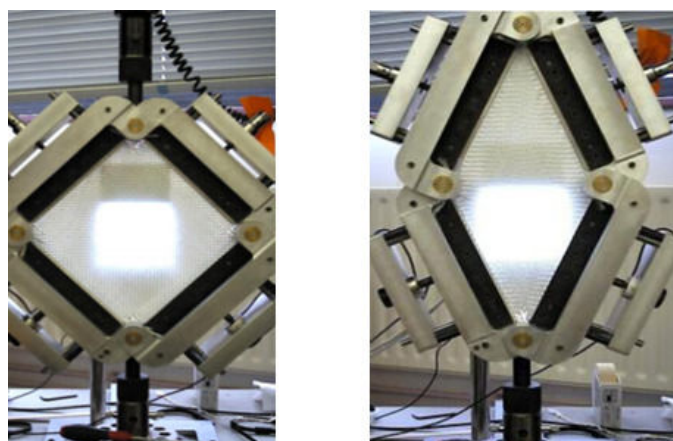


Figure 1.22 – Dispositif de l'essai « Picture Frame » - D'après [Launay+2008]

L'ensemble constitue un cadre métallique mobile articulé en quatre points et monté sur une machine de traction. La sollicitation en traction de ce cadre génère, via les articulations, une variation de l'angle entre les mèches sens chaîne et trame [Figure 1.23]. La déformation du renfort imposée par le cadre correspond, en théorie, à du cisaillement pur.

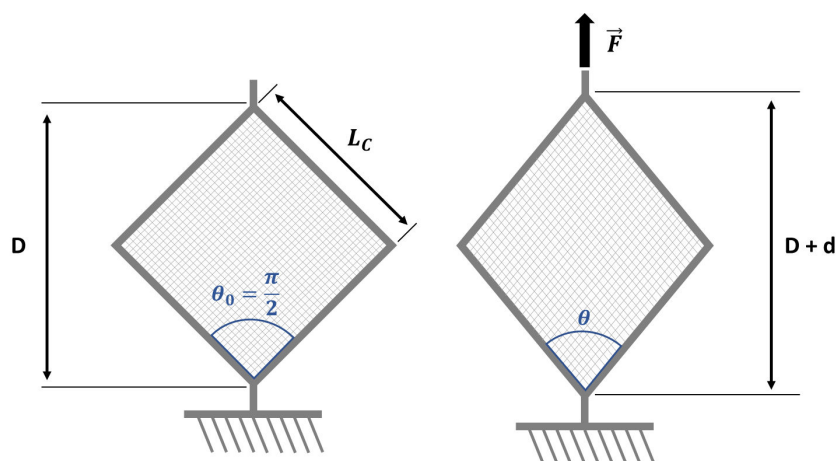


Figure 1.23 – Principe de l'essai « Picture Frame » - D'après [Dridi2010]

Tout comme l'essai « bias extension test », des observations à l'échelle macroscopique et mésoscopique ont permis d'analyser le comportement du tissu. Les mèches initialement perpendiculaires entre elles se mettent en rotation autour des croisements. Les interstices

diminuent au cours de l'essai et les mèches de même direction rentrent progressivement en contact latéral, augmentant la rigidité du tissu en cisaillement.

McGuinness et Óbrádaigh [McGuinness+1997] établissent l'angle de cisaillement théorique (1.2.5) à partir de la longueur d'un côté du cadre de cisaillement et du déplacement (d) imposé au cours de l'essai.

$$\gamma(d) = \frac{\pi}{2} - 2 \cdot \cos^{-1} \left(\frac{\sqrt{2}}{2} + \frac{d}{2L_c} \right) \quad (1.2.5)$$

1.2.3.3 Comparaison Bias extension Test - Picture Frame

L'essai « bias extension test » est bien adapté si l'on cherche à déterminer l'angle de cisaillement de blocage : la grandeur définissant la performance en drapabilité du tissu. La géométrie de l'éprouvette et le système de fixation évitent de solliciter le tissu en tension. Par ailleurs, dans le cadre d'essais à température sur thermoplastiques, l'essai est peu sensible à des hétérogénéités de température à proximité des mors puisque la zone analysée est localisée au centre de l'éprouvette. Cependant, le « bias extension test » nécessite donc un certain temps d'analyse en raison de la complexité du champ de déformation. L'atout majeur de l'essai « Picture frame » vient du fait que l'échantillon entier est sollicité en cisaillement contrairement au « Bias extension test » où l'éprouvette doit être segmentée pour tenir compte des trois zones observables : cisaillement pur, demi-cisaillement, non cisailé [Harrison+2004]. Néanmoins, l'outillage utilisé pour caractériser le comportement d'un renfort en « Picture frame » est complexe, le système de fixation peut modifier les conditions limites en sollicitant le renfort en tension.

1.2.4 Modélisation de la déformation d'une préforme textile

1.2.4.1 Approche cinématique

De par leurs déformabilités, les tissus secs ou préimprégnés permettent d'obtenir des pièces composites à géométrie complexe du type double courbure. La simulation du drapage d'un renfort permet de prédire l'orientation des mèches pendant l'étape de préformage. Concrètement, ces simulations sont des outils d'aide à la mise au point de stratégie de drapage et de découpe à plat de la préforme. Il existe plusieurs approches permettant de simuler la déformation textile d'un semi-produit. Une des méthodes les plus simples est une approche cinématique dite « du filet » basée sur les hypothèses fortes suivantes :

- Le non-glissement des entrecroisements entre les réseaux chaîne et trame
- Les mèches sont inextensibles
- L'absence de frottement à l'interface tissu/outillage

- La rotation libre entre les réseaux chaîne et trame.

La [Figure 1.24] présente le principe de la méthode du filet utilisée pour déterminer les coordonnées d'un noeud de croisement des réseaux chaîne et trame en connaissant celles des points A et B. Pour amorcer l'algorithme, il est nécessaire de définir un noeud de drapage ainsi que deux directions principales qui définissent les directions chaîne et trame du renfort textile. La surface de l'outil sur lequel on cherche à draper le tissu est définie à travers une surface maillée.

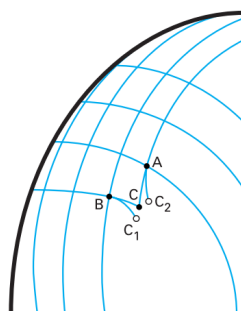


Figure 1.24 – Principe de la méthode du filet - [Boisse2004]

Cette méthode permet d'estimer notamment les dimensions nécessaires de tissus pour draper une pièce complexe. L'un des inconvénients majeurs de cette méthodologie est la non-prise en compte du comportement mécanique du tissu (comportement en tension, flexion, cisaillement du renfort).

1.2.4.2 Vers la prise en compte du comportement mécanique du renfort

Une approche « classique » pour modéliser le comportement mécanique d'un renfort est de le considérer comme un matériau anisotrope continu. Pour le cas des renforts tissés, cela revient à considérer le comportement de ce tissu continu et anisotrope plan suivant les directions chaîne et trame [King+2005]. Baesu et Steigmann ont proposé des modèles continus concernant des réseaux composés de fibres parfaitement flexibles. Les propriétés globales du tissu sont directement issues de celles des fibres constituant la méso structure [Baesu2003]. D'autres travaux se sont orientés dans l'établissement d'un modèle continu avec un tissu anisotrope et un comportement global élasto-plastique [Reese2003] pour des applications de renforts tissés [Xue+2003] et des structures « tricots » [Ruan+1996]. Cependant, ces modèles ne tiennent pas compte des interactions entre les familles de mèches telles que les phénomènes de blocage liés à la résistance en déformation au niveau des interfaces inter mèches, la résistance à la rotation relative des mèches ou encore les phénomènes d'étirement et d'ondulation subis par les mèches lors de la compression du renfort.

D'autres modèles établissent le comportement mécanique à l'échelle mésoscopique d'un tissu et de ses mèches pour des modes spécifiques de déformation (comportement en tension bi axial, cisaillement plan...). Le modèle développé par Pierce [DSc+1937] établit les propriétés d'un tissu en considérant les mèches de renfort circulaires. Ce modèle, permettant de lier le comportement macroscopique du tissu avec celui des mèches, a été une source d'inspiration pour d'autres travaux en proposant des versions modifiées. Warren [Warren1992] utilise une géométrie non-circulaire des mèches pour simuler le comportement en tension uniaxial et biaxial d'un renfort tissé à partir de la théorie des poutres couplée aux effets de courbure et d'allongement des fibres. Comme d'autres modèles similaires, l'un des inconvénients majeurs vient de leurs spécificités à considérer un seul mode de chargement. Le modèle de Warren ne prend pas en compte l'orientation des réseaux de renfort chaîne et trame négligeant ainsi les déformations en cisaillement du tissu. Le couplage de plusieurs modes de comportement constitue une problématique à approfondir en raison de la complexité et de la diversité des renforts possibles.

Au lieu de s'intéresser à une structure au comportement anisotrope continu et obtenir une réponse mécanique à partir des propriétés « globales/moyennées » une approche propose au contraire d'utiliser un modèle numérique pour prendre en compte directement la structure du tissu à l'échelle mésoscopique. Ainsi, Boisse [Boisse+2001 ; Boisse+2000] s'est intéressé aux non-linéarités géométriques de la structure à l'échelle mésoscopique avec les différentes interactions se produisant entre les mèches pour établir leurs modèles.

Finally, beaucoup d'aspects doivent être considérés dans l'élaboration d'un modèle analytique ou numérique permettant d'appréhender le comportement mécanique d'une préforme textile. La mise en forme de ces semi-produits implique, plus particulièrement pour des pièces à géométrie complexe, des transformations en déformation de grandes amplitudes. De plus, le système étudié peut être difficilement considéré comme un matériau continu étant donné qu'il est constitué d'un ou plusieurs réseaux de fibres aux orientations différentes et de matrice dans le cas de préimprégnés textiles. Finalement, pour répondre à la problématique, il est nécessaire de s'interroger sur le type de modélisation à employer, les lois de comportement à utiliser selon les finalités recherchées. Dans le cadre de cette thèse, seule l'approche cinématique pour simuler l'emboutissage de la préforme textile sera considérée.

1.3 Caractérisation des structures composites par mesure sans contact

Afin de caractériser expérimentalement le renfort et la pièce composite consolidée, il existe des techniques de mesure sans contact permettant d'effectuer des mesures de champs ou d'analyser la microstructure du matériau. Cette section décrit les méthodes de mesure sans contact (*CND*) utilisées dans le cadre de la thèse.

1.3.1 Mesure de champs par corrélation/stéréo-corrélation d'images

1.3.1.1 Principe de la corrélation d'image

La méthode de corrélation d'images (« Digital Image Correlation » - **DIC**) est une méthode d'analyse sans contact permettant de mesurer les champs de déplacement et de déformation de la surface d'un objet à partir de l'analyse d'images acquises à différents instants [Sutton+2009]. L'origine de cette méthode remonte aux travaux de Peters et al. [W H Peters1982] avec la mesure d'un champ obtenu par sollicitation ultrasonore d'un objet avec et sans chargement mécanique. L'idée est de comparer des éléments d'images (appelé « subset ») obtenues avant et après déformation pour ensuite suivre le déplacement de chacun de ces éléments. Sutton [Sutton+1983] partit de ce principe pour développer un algorithme utilisant cette méthode pour mesurer le champ de déplacement d'un objet à partir d'images. De nombreux développements ont été apportés avec notamment les travaux de Doumalin [Doumalin2000] et de Garcia [Garcia2001].

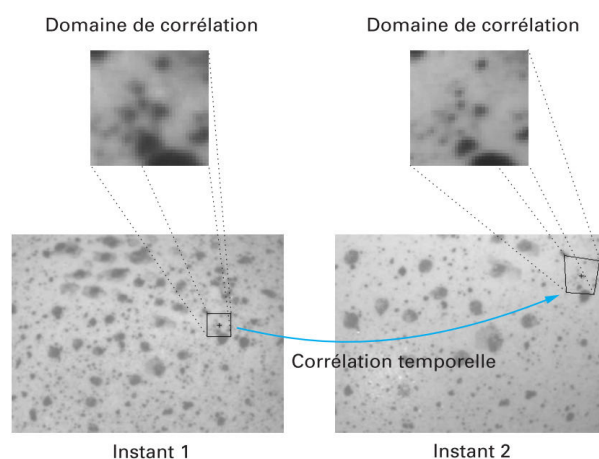


Figure 1.25 – Corrélation d'images à deux instants avec un exemple d'appariement temporel d'un sous-domaine - [Orteu2002]

En principe, la technique de corrélation d'images numériques, illustrée en [Figure 1.25], revient à comparer deux images de la surface plane d'un objet prises à deux états de déformation distincts : l'état de « référence » et l'état « déformé » [Brémand+2011]. On parle d'appariement temporel.

Les images sont discrétisées en sous-domaines (**fenêtres de corrélation**) afin de constituer une grille de points de mesure (**points homologues**). Chaque sous-domaine est défini par sa position dans le plan de l'image : $\underline{X}(X, Y)$ pour l'image à l'état de référence et $\underline{x}(x, y)$ pour l'image à l'état déformé. L'objectif est de déterminer la position du sous-domaine de l'état référence dans l'état déformé en évaluant les niveaux de gris de chaque sous-domaine. On obtient ainsi le déplacement du centre de chaque sous-domaine noté $\underline{U}(u, v)$. Le mouvement de chaque domaine peut donc s'établir par la transformation matérielle ϕ dont l'expression est décrite dans la relation (1.3.1). La [Figure 1.26] récapitule la méthode.

$$\underline{x} = \phi(\underline{X}) = \underline{X} + \underline{U}(\underline{X}) \quad (1.3.1)$$

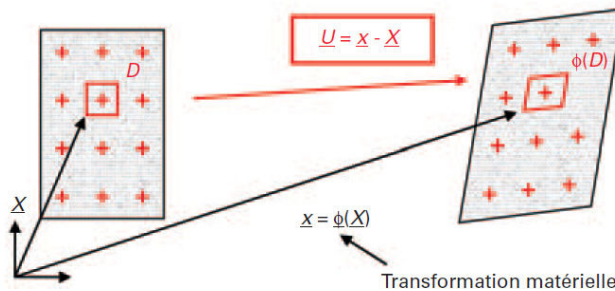


Figure 1.26 – Principe de l'appariement temporel - [Brémand+2011]

Pour déterminer le déplacement $\underline{U}(u, v)$ de chaque sous-domaine, les niveaux de gris sont comparés entre l'état de référence et l'état déformé. On applique le principe de conservation du flot optique stipulant que la déformation de la surface d'un objet est identique à celle de l'image prise de cet objet. Ainsi, l'intensité des niveaux de gris est conservée entre les deux états. Une minimisation de l'écart d'intensité des deux états permet donc de déterminer le déplacement du domaine. Plusieurs éléments sont à prendre en compte dans cette étape [Decultot2009 ; Sutton+1983] :

- L'expression de la transformation matérielle (ϕ) : l'approximation s'effectue par développement limité.
- La définition du coefficient de corrélation pour minimiser l'écart des intensités des niveaux de gris.
- Le choix de la méthode d'optimisation pour améliorer l'appariement temporel.

À travers ces étapes, on obtient pour chaque sous-domaine une valeur du déplacement entre les deux états. Le champ de déformation se déduit du champ de déplacement par dérivation discrète. Pour mener à bien cette phase, les sous-domaines doivent contenir suffisamment d'informations pour pouvoir être identifiés dans l'état « déformé ». Une texture à la surface du matériau suffisamment aléatoire permet d'obtenir pour chaque sous-domaine un motif identifiable. Suivant la nature du matériau, la texture naturelle des surfaces peut suffire. Sinon, il est nécessaire d'appliquer une texture artificielle appelée **mouchetis**. Dong et al. [Dong+2017] ont recensé les différents mouchetis, leurs procédés d'élaboration suivant la nature du matériau, le niveau d'échelle possible (nano/micro ou macro) ainsi que les différentes méthodes d'évaluations qualitatives existantes dans la littérature. Dans le cas des préformes textiles, peu d'informations permettant de sélectionner un mouchetis adapté sont disponibles. Cependant, compte tenu du niveau de résolution souhaité (échelle mésoscopique), le recours à un revêtement appliqué sur le renfort semble pertinent. Bien évidemment, le choix de ce revêtement dépend de la nature des fibres et de la voie d'intégration de la matrice. De Luycker [De Luycker2009] propose des solutions de mouchetis aléatoires et suffisamment contrastés pour appliquer la technique de corrélation d'images sur des renforts textiles. Ainsi, pour un renfort carbone, l'application d'un matifiant pour réduire la brillance des fibres de carbone associée à une projection de particules de peinture blanche est suffisante pour obtenir un mouchetis de « bonne » qualité [Figure 1.27].

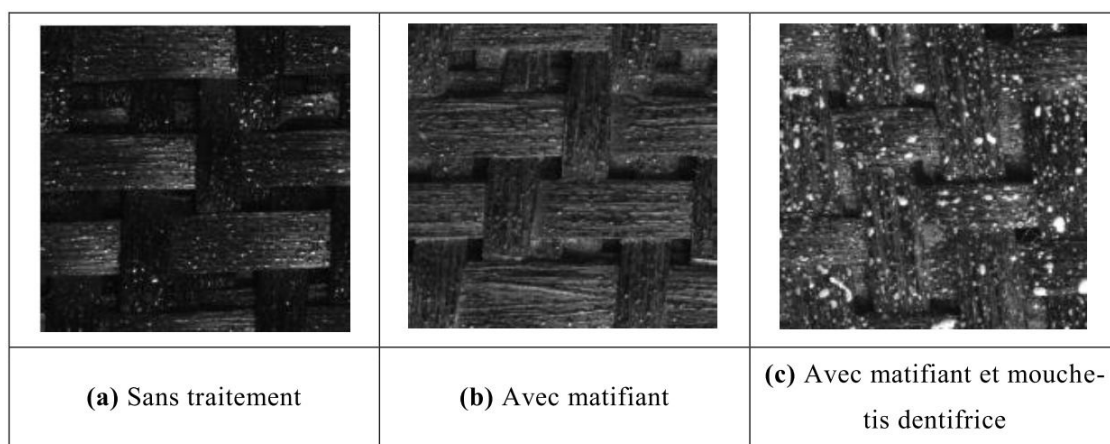


Figure 1.27 – Application d'un mouchetis dentifrice sur renfort textile à fibres de carbone traité en surface avec du matifiant - [De Luycker2009]

Pour effectuer le traitement des images, il existe des logiciels de corrélation d'images capables de calculer les champs de déplacement et de déformation. Parmi les plus utilisés, on trouve ICASOFT® [Morestin+2008] développé au laboratoire LaMCos, VIC-2D® [VIC2D] de la société Correlated Solutions ou encore Aramis® [GOM2017].

La technique de corrélation d'images est couramment appliquée dans le domaine de l'extensométrie bidirectionnelle [Orteu2002]. Elle permet d'obtenir uniquement les déformations planes (information bidimensionnelle) de la surface d'un objet. Afin d'appliquer cette méthode, il est nécessaire que le plan image du banc de mesure (caméra) soit parfaitement parallèle à celui de la déformation pendant toute la mesure.

Pour obtenir une information tridimensionnelle, la technique de stéréovision, c'est-à-dire l'utilisation de deux caméras (capteur de stéréovision), est tout indiquée. Elle permet, à partir d'une paire d'images obtenues avec deux caméras liées rigidement, de récupérer la forme spatiale d'un objet. Le principe de la stéréo-corrélation d'images consiste à apparier (mise en stéréocorrespondance) une paire d'images stéréoscopiques prises à un même instant et provenant de deux caméras. Tout comme la corrélation d'images, un sous-domaine de la première image est associé avec celui de la deuxième image par ressemblance des niveaux de gris. On définit ainsi les points (p_1) et (p_2) correspondant aux centres respectifs des sous-éléments appartenant à la première et seconde image. Pour établir la surface 3D de l'objet, une phase de calibration du banc de stéréovision est indispensable afin de définir les propriétés intrinsèques (paramètres optiques et géométriques) ainsi que la position et orientation relative des caméras définies par la matrice de transformation rigide. Cette opération s'effectue à partir d'images prises par les deux caméras d'une mire à plusieurs orientations [Figure 1.28].

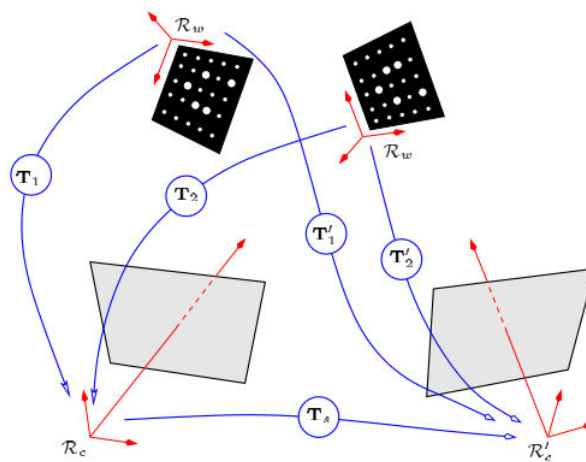


Figure 1.28 – Calibration d'un banc de stéréovision avec deux positions de mire - [Garcia2001]

Une fois que l'appariement d'un point de mesure (\mathbf{P}) a été obtenu entre les deux images (projection de \mathbf{P} dans les deux images (p_1) et (p_2)) et grâce aux informations obtenues lors de la calibration du banc de stéréovision, nous pouvons définir par triangulation, la position dans l'espace de ce point [Figure 1.29].

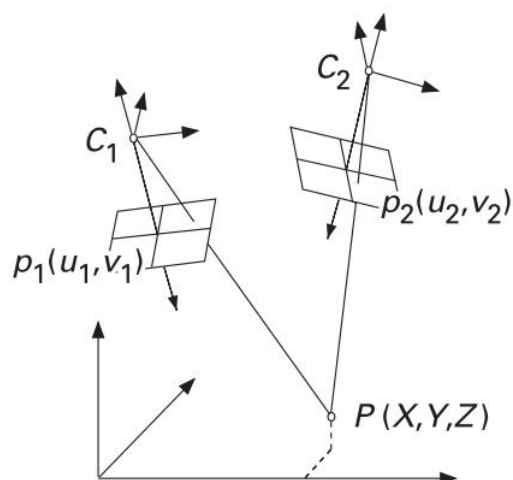


Figure 1.29 – Détermination des coordonnées d'un point de mesure P par triangulation - [Orteu2002]

Le suivi de l'évolution de la surface 3D au cours du temps (appariement temporel) est similaire à la corrélation d'images 2D. Un récapitulatif de l'ensemble de la méthode est présenté en [Figure 1.30].

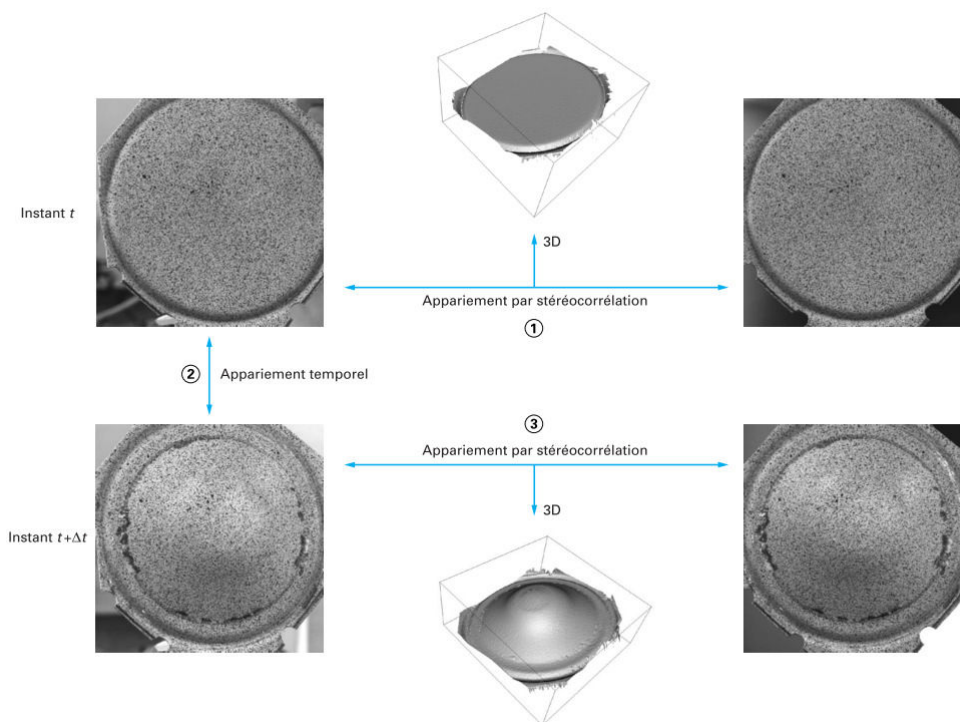


Figure 1.30 – Détermination du champ de déplacement d'une géométrie 3D - [Orteu2002]

Decultot [Decultot2009] utilise cette méthode pour évaluer le champ de déformation d'une tôle en alliage d'aluminium au cours d'un formage incrémental. Par ailleurs, il s'est intéressé à des géométries complexes (non-symétriques, creuses...) nécessitant l'emploi de quatre caméras (deux bancs de stéréovision) pour obtenir la surface complète de l'objet. Les deux bancs permettent d'obtenir une partie de la surface de l'objet. La surface complète est obtenue par le recalage des deux surfaces issues des deux bancs de stéréovision en utilisant l'algorithme « Iterative Closest Point » [Figure 1.31].

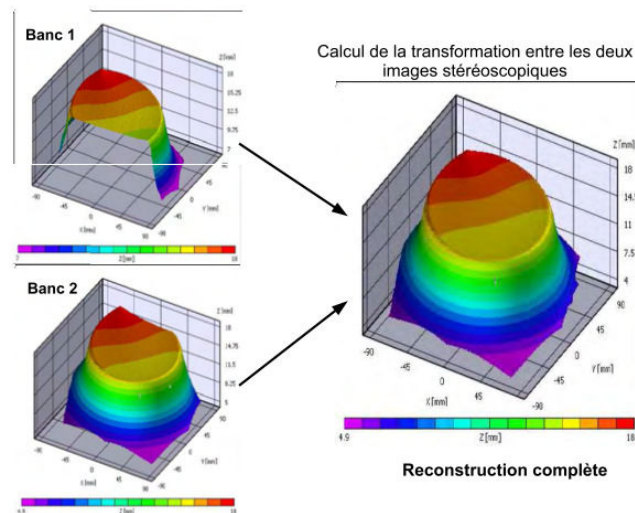


Figure 1.31 – Principe de la reconstruction de la surface par deux bancs de stéréovision - [Decultot2009]

Des logiciels comme VIC-3D® permettent d'effectuer l'ensemble de ces étapes (calibration des caméras, mise en stéréo correspondance, appariement temporel, calcul des champs de déplacement...) et obtenir les champs de déformation.

Les techniques décrites dans ce paragraphe sont d'un grand intérêt dans l'étude de l'évolution du comportement des renforts textiles. La section suivante présente quelques cas d'application pour ces matériaux.

1.3.1.2 Application aux renforts textiles

La technique de corrélation d'images est utilisée pour étudier, à l'échelle mésoscopique, le comportement en déformation des préformes textiles. Dans le cadre d'essai « Bias extension test », cette méthode est utilisée pour évaluer l'angle de cisaillement en tout point de mesure de l'éprouvette. De Luycker [De Luycker2009] établit une relation reliant les déformations principales à l'angle de cisaillement. Il suppose la rigidité en tension très grande par rapport à celle en cisaillement. En partant de cette hypothèse, il considère une maille de renfort assimilable à un cadre de cisaillement avec la longueur des mèches fixée [Figure 1.32].

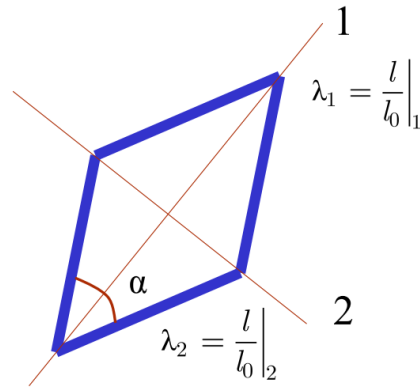


Figure 1.32 – Système d'étude pour la détermination de l'angle de cisaillement à partir des déformations principales - Hypothèse de cisaillement pur - [De Luycker2009]

Les directions des déformations principales (λ_1 et λ_2), orientées suivant les diagonales du cadre, sont déterminées à partir des longueurs des diagonales du cadre (l_1 et l_2). L'angle de cisaillement est donné par la relation (1.3.2).

$$\gamma = \frac{\pi}{2} - 2 \arctan \left(\frac{l_1}{l_2} \right) = \frac{\pi}{2} - 2 \arctan \left(\frac{\lambda_1}{\lambda_2} \right) \quad (1.3.2)$$

Cette équation, implémentée dans le logiciel ICASOFT® permet d'établir des cartographies du champ de l'angle de cisaillement de l'éprouvette textile à différents instants de l'essai [Figure 1.33].

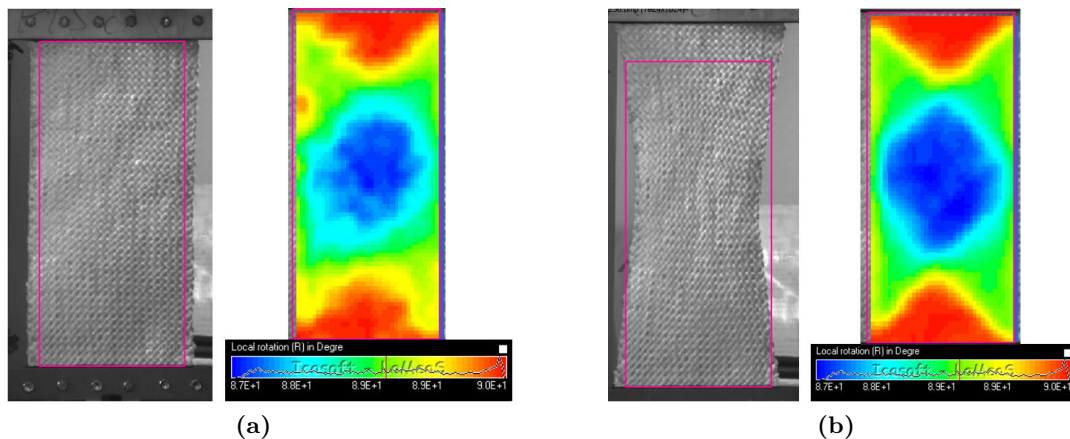


Figure 1.33 – Application de la corrélation d'images dans la mesure de l'angle de cisaillement en tout point de mesure d'un renfort textile lors d'un essai Bias Test [Lee+2008] : (a) Début de sollicitation - (b) Fin d'essai

Pour le drapage du renfort sur une géométrie, certains auteurs se sont intéressés à des techniques de stéréocorrélation d'images. Vanclooster et al. [Vanclooster+2009]

ont appliqué la méthode de la grille (« grid method ») pour établir le champ d'angle de cisaillement. Un grillage, appliqué sur le renfort, est utilisé pour déterminer les angles chaîne trame à chaque intersection de la grille et en déduire ensuite l'angle de cisaillement.

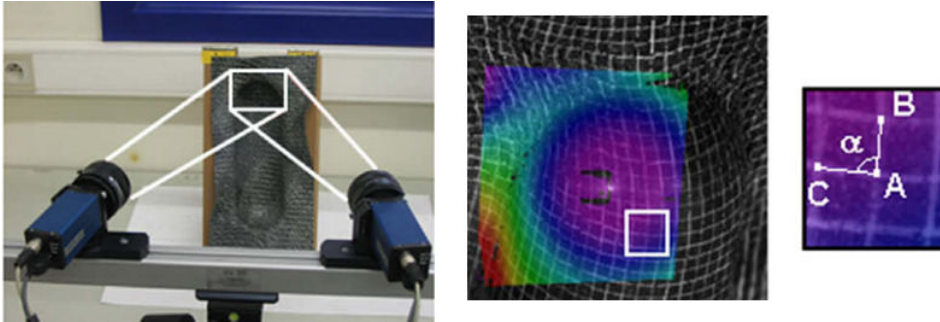


Figure 1.34 – Étude du drapage d'un renfort FV/PP (Twintex®) par stéréocorrélation d'images [Lomov+2008 ; Vanclooster+2009]

Une alternative, proposée par Vanleeuw et al. [Vanleeuw+2015], à l'utilisation d'une grille sur le renfort pouvant générer des erreurs de mesure, est d'utiliser un mouchetis pour effectuer la stéréocorrélation. Cependant, peu d'études proposent le suivi en temps réel du champ de déformation du renfort au cours de son emboutissage. Ce point constitue un des objectifs qui sera détaillé dans le chapitre suivant.

1.3.2 Contrôle non destructif de la santé matière du composite

Pour analyser la santé matière d'un stratifié composite, plusieurs méthodes dites « non-destructives » (CND) sont disponibles. Elles permettent d'évaluer la structure interne du composite en termes de défauts (orientation des mèches, désalignement de fibres, présence de porosité et épaisseur du stratifié). Dans le cadre de la thèse, les échantillons composites ont été à la fois contrôlés en cuve ultrason et par tomographie à rayons X. Cette section présente brièvement ces deux méthodes de contrôle.

1.3.2.1 Contrôle qualité d'une plaque composite par ultrason

L'inspection ultrasonore permet de contrôler la qualité d'une pièce en termes de défauts (ex. porosité). Des ondes ultrasonores, émises depuis un émetteur à fréquence et amplitude définies, traversent le matériau. En raison de la nature du matériau traversé (renfort, matrice, porosité), le signal est impacté par des phénomènes de réflexion et de diffusion. Le signal ultrasonore en sortie est mesuré afin de déterminer l'atténuation du signal. L'atténuation dite simple est le rapport entre le signal de sortie et le signal d'entrée [Duong+2014]. En balayant la surface complète de l'objet, on obtient une cartographie de l'atténuation en tout point de la surface de l'objet. Connaissant l'atténuation du

signal pour un matériau de référence présentant une bonne santé matière (absence de porosité), il est possible d'évaluer l'épaisseur du stratifié, de détecter la présence ou non de porosité et d'avoir une première estimation du taux volumique de porosité.

Le contrôle ultrasonore reste tout de même une analyse plutôt qualitative en raison notamment des erreurs de mesure dans le taux volumique de porosité. Elle ne permet pas de détecter les porosités ayant une aire de section inférieure à $60,0 \mu m^2$ caractéristiques des micro-porosités présentes dans les mèches de renfort [Ledru2009]. Elle permet tout de même d'évaluer la distribution des défauts dans le volume de la pièce et de vérifier l'homogénéité de cette répartition.

1.3.2.2 Vers une analyse plus approfondie de la structure interne du matériau par tomographie à rayons X

L'analyse tomographique par rayons X (**CT-Scan**) est une méthode non-destructive d'analyse volumique d'un objet basée sur les propriétés d'atténuation des rayons X par le matériau traversé.

D'un point de vue physique, on s'intéresse à la capacité du faisceau à traverser un matériau dense qui est régi par deux mécanismes : la diffusion et l'absorption. Dans le cadre de l'analyse par tomographie, le phénomène prédominant à prendre en compte est l'absorption. Les phénomènes de diffusion sont négligeables. L'absorption caractérise la diminution de l'intensité du faisceau de rayons X lorsqu'il traverse le matériau. Cette variation d'intensité entre le faisceau émis (I_0) et celui ayant traversé l'objet (I_x) est modélisée par la loi de Beer-Lambert (relation (1.3.3)). Cette loi définit une décroissance exponentielle de l'intensité du faisceau à travers l'épaisseur (x) de l'objet et dépend d'un facteur $\mu(m^{-1})$ appelé le coefficient d'absorption linéique du matériau.

$$I_x = I_0 e^{-\mu x} \quad (1.3.3)$$

Ce coefficient dépend du matériau traversé. Plus ce dernier est dense plus l'atténuation du signal entre l'émetteur et le récepteur est importante. Pour les matériaux anisotropes tels que les composites, l'intensité transmise sera fonction de ce coefficient en tout point de l'échantillon. Cela est à l'origine des contrastes du niveau de gris observé sur les radiographies. Un seuillage en niveau de gris permet de séparer facilement les différentes phases présentes dans l'échantillon. Finalement, cette méthode d'analyse permet d'obtenir une cartographie volumique de la répartition du coefficient d'absorption. Pour parvenir à ce résultat, l'objet, disposé entre la source émettrice de rayons X et le détecteur, est mis en rotation sur lui-même pour obtenir une série de radiographies pour plusieurs positions angulaires de l'objet [Figure 1.35].

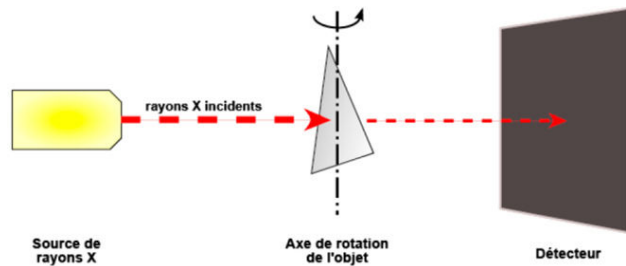


Figure 1.35 – Principe de fonctionnement du tomographe à rayons X - [Badel2008]

Un algorithme dit « de rétroprojection » permet, dans un second temps, de reconstruire l'objet dont chaque élément de volume appelé « voxel » est associé à une valeur du coefficient d'absorption [Figure 1.36].

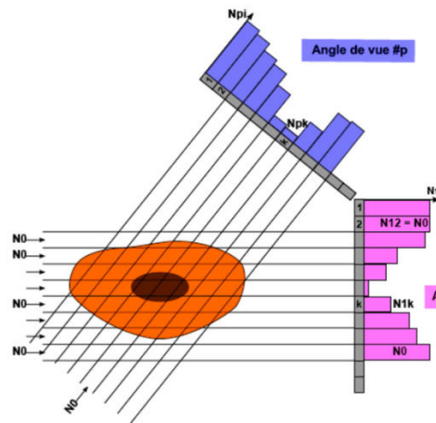


Figure 1.36 – Principe d'acquisition des données pour la reconstruction volumique de l'objet - [Badel2008]

Le CT-Scan est une technique coûteuse par rapport au C-Scan. Par ailleurs, elle se limite à des objets de petite taille en raison du faible encombrement disponible entre l'émetteur et le détecteur. La limitation de taille peut donc impacter la représentativité de l'échantillon par rapport à la pièce complète [Ledru2009]. Néanmoins, elle apporte des informations précieuses sur la structure interne du matériau. En ce qui concerne les matériaux composites, le CT-Scan permet de segmenter et d'analyser le renfort, la matrice et les porosités de manière qualitative et quantitative. De nombreux auteurs ont étudié les porosités présentes pour des stratifiés composites à matrice époxy [Gaugauz+2016 ; Kastner+2010 ; Little+2012 ; Nikishkov+2013 ; Schell+2006] ou à matrice thermoplastique comme Zhang et al. [Zhang+2015] afin d'obtenir des estimations du taux volumique de porosité ainsi que des informations d'ordres morphologiques (volumes de chaque porosité, orientation, forme géométrique et localisation dans le stratifié). Le tomographe peut être également utilisé pour étudier le comportement mécanique du renfort tissé [Badel2008].

1.4 Les procédés « classiques » de mise en œuvre par moulage de pièces composites

Cette section se limite à l'étude des procédés de mise en œuvre de composites obtenus avec des tissus déformables souples (préformes textiles) en raison de leurs fortes déformabilités. Cette section propose une description des principaux procédés de mise en œuvre par moulage compatibles avec ces semi-produits.

1.4.1 Généralités

La mise en œuvre de pièces composites à matrice thermoplastique se déroule suivant trois phases. Les objectifs sont l'imprégnation complète du renfort par la matrice et l'élimination des vides pour obtenir une pièce composite avec une microstructure conforme aux exigences. L'ensemble de ces étapes est représenté au travers d'un cycle en température associé à un aperçu de l'évolution du niveau de consolidation au cours de la mise en œuvre en [Figure 1.37].

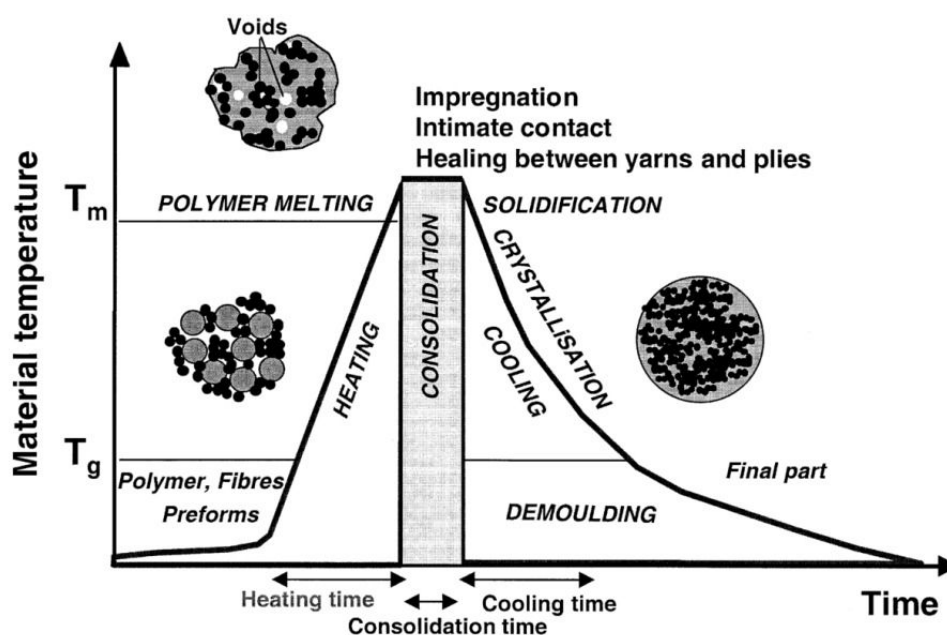


Figure 1.37 – Cycle en température typique de consolidation pour un composite thermoplastique - [Bourban+2001]

La première étape consiste à **chauffer** le semi-produit au-delà de la température de fusion de la matrice afin d'abaisser la viscosité de la matrice et lui permettre de s'écouler dans le renfort. Au cours de cette étape les phases cristallines, initialement présentes dans le polymère, disparaissent.

La deuxième étape est la **consolidation** du stratifié caractérisée par l'imprégnation du renfort, l'adhésion entre les mèches et les plis et par l'élimination des porosités. Le polymère à l'état fondu vient tout d'abord imprégner le renfort et assurer le contact intime fibre/matrice. Dans le cas d'un semi-produit hétérogène de type renfort textile tissé ou tricoté, il existe deux niveaux d'imprégnation : l'imprégnation inter mèche (macroscopique) et intra mèche (microscopique). La première est plus rapide que la seconde en raison d'une perméabilité plus faible dans la mèche conduisant à une augmentation du temps d'imprégnation. Par ailleurs, c'est au cours de cette étape que l'adhésion au niveau de l'interface fibre/matrice se produit. Elle assure le transfert de charge entre la matrice et le renfort et son efficacité dépend des caractéristiques physico-chimiques de ces deux matériaux. Le traitement des fibres de renfort par ensimage permet d'améliorer cette interface. On distingue deux mécanismes lors de cette phase. Le premier mécanisme est l'adhésion des interfaces générée par des réactions physico-chimiques entre deux matériaux différents. Le deuxième est un phénomène dit « d'auto-adhésion » lié à la diffusion des chaînes du polymère thermoplastique au niveau de l'interface. Une pression externe est appliquée sur les plis afin de réduire les vides intra et inter mèche et pour compacter l'ensemble. Le déroulement de cette phase diffère suivant la nature du renfort, de la matrice et des conditions opératoires.

Le cycle s'achève par **une phase de solidification** pendant laquelle la matrice thermoplastique est refroidie. Dans le cas d'une structure semi-cristalline, le polymère va acquérir ses propriétés mécaniques. La rampe de refroidissement conditionne le taux de cristallinité de la matrice. La pression externe est toujours appliquée lors de cette phase pour éviter notamment une déconsolidation du stratifié (décollements, augmentation du nombre de porosités...). La maîtrise du niveau de pression appliqué sur le stratifié pendant la consolidation et la solidification garantit une bonne santé matière du composite.

Les procédés de mise en œuvre de ces semi-produits pour fabriquer des pièces composites à géométrie simple ou complexe se décomposent en deux catégories :

- Les procédés de moulage sous vide.
- Les procédés d'emboutissage et de thermocompression.

Parmi ces deux familles, on retrouve les procédés couramment utilisés dans l'industrie :

Le moulage poinçon-matrice [Figure 1.38] :

Un système moule contre-moule vient appliquer une pression de l'ordre de 1 à 2 bars à l'ensemble renfort textile/matrice. Le tout est ensuite chauffé (dans une étuve ou à l'aide de résistances chauffantes) à haute température pour permettre l'imprégnation du renfort par la matrice. C'est un procédé de moyenne cadence [Gay2005].

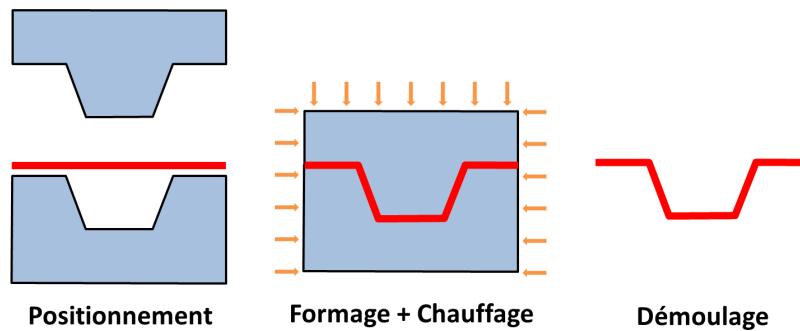


Figure 1.38 – Principe du moulage poinçon/matrice d'une préforme

Le moulage par thermo estampage [Figure 1.39] :

Le procédé consiste, comme pour les procédés d'estampage à chaud sur les métaux, à matricer une plaque composite renforcée de fibres continues liées par un polymère thermoplastique entre un moule et un contre-moule. La presse déforme une plaque préchauffée ($T > T_m$) jusqu'à son refroidissement pour assurer sa consolidation complète. Ce procédé est tout indiqué pour de la production en grande série, mais permet seulement de fabriquer des pièces composites à géométrie simple.

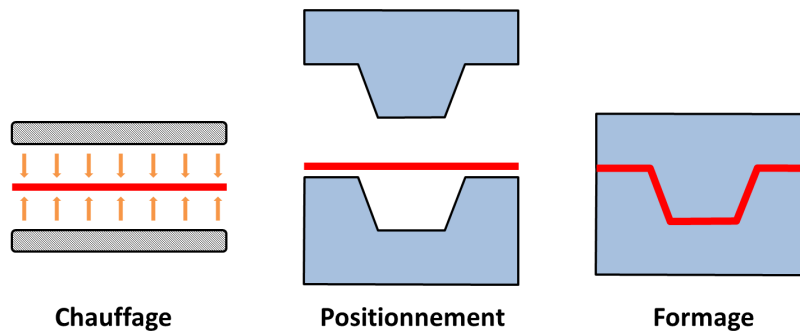


Figure 1.39 – Principe du moulage par thermo estampage d'une préforme

Le moulage sous vide [Figure 1.40] :

Ce procédé consiste à draper une ou plusieurs couches de semi-produit sur un moule rigide accompagné d'un feutre drainant, d'un ou de plusieurs films séparateurs et d'un film pour permettre d'appliquer le vide dans le stratifié. Le vide permet d'évacuer l'air et tous les produits volatils présents dans la poche à vide. La montée en température au-delà de la température de fusion du polymère permet d'imprégner le renfort. La consolidation de la pièce s'effectue au cours du refroidissement. Ce procédé est dimensionné pour la mise en œuvre de structures de grandes dimensions et pour des séries de production faibles à moyennes [Berbain+1997].

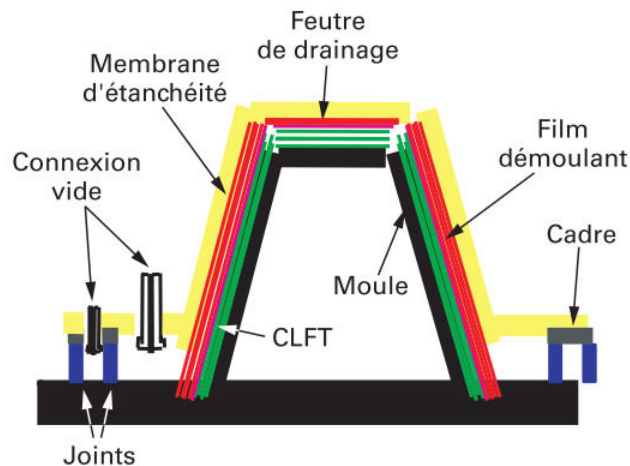


Figure 1.40 – Schéma de principe du moulage sous vide - [Lucas+2007a]

Le moulage au diaphragme [Figure 1.41] :

Le renfort préimprégné est placé entre deux films (ex : polyimide) et mis sous vide. L'ensemble, fixé sur un cadre et positionné au-dessus d'un moule, est placé en autoclave. Une pression externe et une phase de chauffage sont utilisées afin de mettre en forme et de consolider le stratifié sur l'outillage. Cette technique de moyenne cadence est adaptée à la mise en œuvre de pièces à géométrie complexe et permet d'obtenir un très bon état de surface de la pièce [Bourban+2004]. Une version alternative appelée **hydroformage** utilise un fluide hydraulique pour exercer une pression sur un diaphragme élastomère et former la pièce composite.

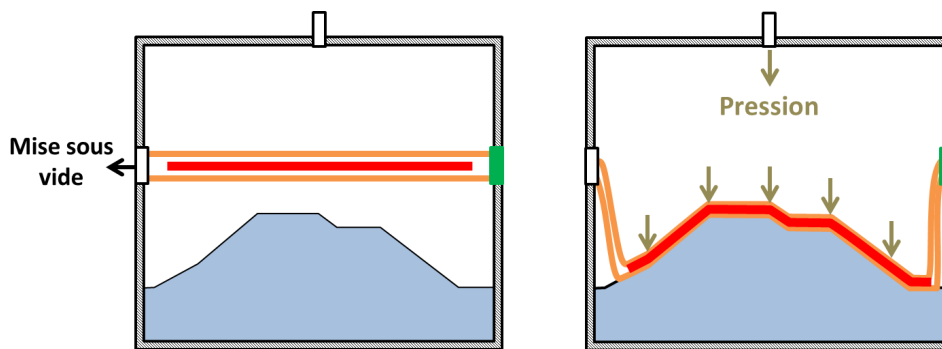


Figure 1.41 – Principe du moulage au diaphragme

Les mécanismes d'imprégnation et de consolidation sont communs à toutes les familles de procédés. Cependant, les spécificités de chaque procédé introduisent de nouvelles problématiques impactant la consolidation du composite thermoplastique. Une étude approfondie de ces mécanismes est primordiale afin de garantir une structure interne et des propriétés mécaniques de la pièce conforme aux exigences. Dans le cadre de la thèse, nous nous sommes intéressés au procédé de moulage sous vide en autoclave.

1.4.2 Procédé retenu : la consolidation en autoclave

En raison du cahier des charges, fixé en début de thèse, à savoir la géométrie non-développable de la pièce souhaitée, le choix de la matrice thermoplastique imposant une température de mise en œuvre élevée ainsi que la voie d'intégration de la matrice dans le renfort (par voie poudrage, comélage) sont autant de raisons justifiant l'utilisation de l'autoclave comme moyen de mise en œuvre. Cette section présente le dispositif autoclave, son principe de fonctionnement ainsi que les différentes configurations possibles en termes de choix d'outillage et de bâche à vide.

1.4.2.1 Présentation du dispositif

L'autoclave est un four convectif pressurisé de géométrie cylindrique [Figure 1.42]. Avec un diamètre moyen compris entre 1,0 m et 20,0 m, l'enceinte de l'autoclave est soumise à de hautes pressions [1 bar – 20 bar] et une température maximale d'utilisation de 450°C. Les vitesses de chauffage et de refroidissement peuvent atteindre les $\pm 10^\circ C/min$.

Un autoclave comprend :

- Une chambre cylindrique accueillant la pièce à consolider et dimensionnée pour résister à de fortes contraintes thermomécaniques.
- Un système de chauffage/refroidissement par convection par l'intermédiaire d'un fluide inerte. Le chauffage se fait par la circulation d'un gaz inerte caloporteur dans la zone utilisée pour consolider les pièces composites. Le refroidissement se fait par l'intermédiaire d'échangeurs thermiques dans lesquels de l'eau circule.
- Un système de mise sous pression qui génère une haute pression réglable et uniforme dans la chambre interne.
- Un système de mise sous vide pour la partie opérante.
- Un système de contrôle pour piloter le cycle de consolidation par le biais des consignes de température, pression de consolidation et vide.

1.4.2.2 Le principe de la mise en œuvre par autoclave

La mise en œuvre de pièces composites par moulage en autoclave consiste à compacter le renfort et la résine sur un moule rigide par l'intermédiaire d'une membrane flexible. L'ensemble membrane/outillage forme un sac étanche où un vide partiel est appliqué. L'application du vide au niveau du laminé permet la compaction de chaque couche de préimprégné et contribue à l'élimination de l'air et des produits volatils présents dans le sac étanche responsables de la formation de micro bulles et de micro défauts de structure [Berbain+1997; Bessard2012; Gay2005]. Cela permet également à la résine excédentaire de fluer hors du stratifié.



Figure 1.42 – Autoclave de l'Espace Clément ADER - Toulouse

Le dispositif de la « poche sous vide » est placé dans une enceinte fermée générant, par l'intermédiaire d'un gaz (air, azote), une pression réglable comprise entre 1 et 20 bars. La poche étanche est soumise à une pression hydrostatique assurant la compaction des différents plis. La répartition de la pression externe, en début de cycle, est uniforme entre le réseau fibreux et la matrice. Avec le passage à l'état liquide de la matrice, la pression appliquée sur le renfort augmente au détriment de celle s'exerçant sur la résine, augmentant ainsi le taux de fibre de la pièce. L'application de cette pression au niveau de la membrane déformable contribue à la disparition des porosités résiduelles piégées dans la pièce composite [Park+2010].

L'ensemble est chauffé à une température supérieure à la température de fusion du thermoplastique. La matrice tend vers sa viscosité minimale (état fluide) et imprègne les fibres du semi-produit dans un environnement sous vide.

La consolidation de la pièce composite se déroule au cours de la phase de refroidissement du cycle, étape pendant laquelle le thermoplastique va cristalliser. Une baisse graduelle de la température du stratifié diminue les risques de tension d'ordre thermique, limite son endommagement, et assure un contrôle de la cinétique de cristallisation de la matrice.

Ce procédé sous autoclave est adapté à la consolidation de préimprégnés textiles («film stacking», tissus poudrés, comelés, cotissés. . .) et permet d'obtenir des pièces composites structurales pour des applications aéronautiques et aérospatiales. Il permet d'obtenir des pièces complexes de grandes dimensions avec une épaisseur relativement faible [2,0 mm – 10,0 mm] et un taux volumique en fibre supérieur à 50%. Finalement, la maîtrise de l'orientation du renfort et du rapport fibre/matrice par consolidation autoclave garantit un haut niveau de qualité du matériau composite [Almer2012]. Ce procédé dont le temps du cycle de consolidation varie entre 20 min et plusieurs heures est majoritairement employé pour des petites séries.

La température de consolidation, la pression externe appliquée, le temps de maintien de cette pression, le niveau de vide, les rampes de chauffage et de refroidissement constituent les paramètres clés du cycle de ce procédé [Figure 1.43]. Cependant, quelques limites

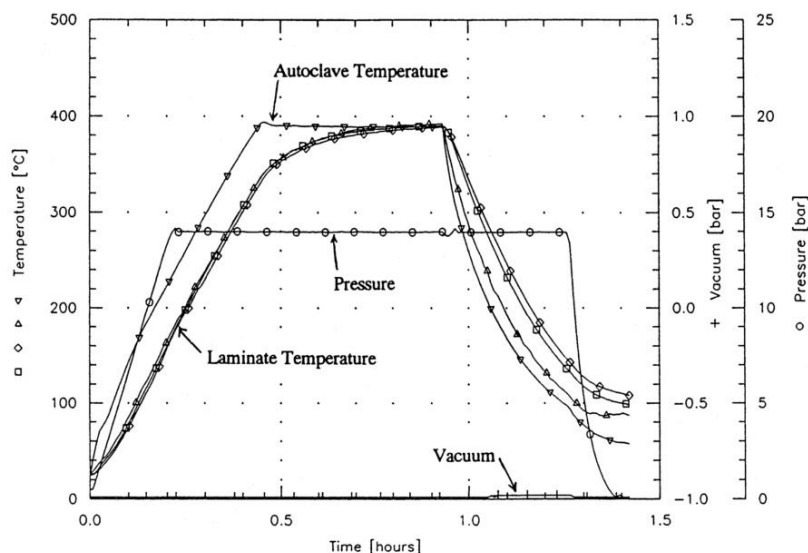


Figure 1.43 – Exemple de cycle de consolidation autoclave avec une pression externe de 1,4 MPa et une pression de vide de 1,0 bar - [Lystrup+1998]

sont à considérer :

- Ce procédé de mise en œuvre requiert l'utilisation de nombreux produits d'environnement : Film/agent démoulant, film séparateur, feutre de drainage, membrane d'étanchéité (ex : Film poly imide), mastic d'étanchéité haute température.
- Le besoin d'une main d'œuvre spécialisée.
- Le coût d'utilisation du dispositif élevé pour des temps de cycles considérés comme « longs ».

1.4.2.3 Le choix des produits d'environnement

L'élaboration du système « bache à vide » prévu pour maintenir un niveau vide dans le stratifié composite au cours du procédé nécessite l'emploi de nombreux produits d'environnement. Une configuration classique de bache à vide est présentée en [Figure 1.44]. La stratégie de choix des produits dépend de la nature des matériaux et du cycle de consolidation [Lystrup+1998 ; Michele+2012].

- **L'agent démoulant** : Assure le démoulage facile du stratifié avec les films séparateurs.
- **Le feutre de drainage** : Il homogénéise le vide dans le volume de la pièce et permet d'évacuer l'air et les produits volatils présents dans les plis.

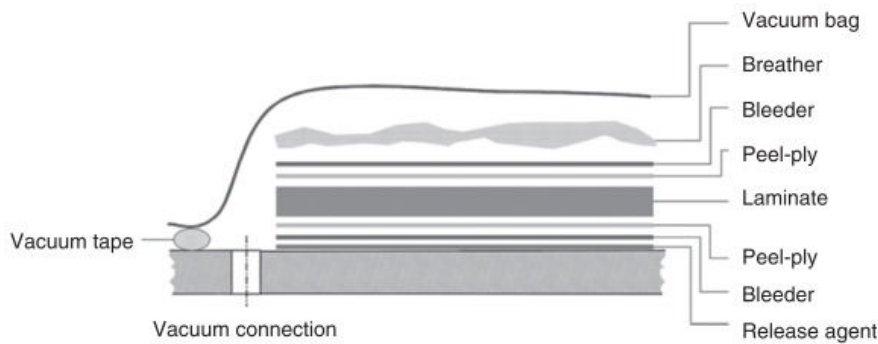


Figure 1.44 – Description d’une poche à vide utilisée pour la consolidation d’un stratifié en autoclave - [Raju2012]

- **Le mastic :** Il assure l’étanchéité entre le moule et le film. Le mastic doit conserver son pouvoir adhésif à chaque instant du cycle de consolidation en particulier pendant les phases à pression et température élevées. Pour des consolidations de semi-produits à matrice thermoplastique, Lystrup [Lystrup+1998] utilise un mastic de la société Airtech (A 800 3G) dont la température maximale d’utilisation est d’environ 400°C.
- **Le film utilisé pour la « poche à vide » :** Suivant les niveaux de température balayés au cours d’un cycle, on retrouve généralement les films de nylon avec une température maximale de service de 250°C. Au-dessus, on retrouve le film polyimide qui tient à des températures plus élevées. Il convient aux polymères dont la température de fusion est supérieure à 250°C comme le PPS ou le PEEK.
- **Le film séparateur :** Non perforé, ce film protège le moule rigide de l’écoulement de matrice et facilite le démoulage de la pièce consolidée.
- **Un cadre de coffrage** peut être utilisé pour prévenir le mouvement latéral des fibres ou pour maintenir le mastic sur le moule et empêcher toutes pertes d’étanchéité.
- **Le film séparateur perforé et micro perforé :** Ils permettent le passage et l’évacuation des porosités et des produits volatils.

Ledru [Ledru2009] a mené une étude approfondie dans les choix et stratégies possibles concernant l’influence de l’empilement des différents matériaux d’environnement sur la qualité du stratifié à l’état consolidé.

1.4.2.4 Définition du moule pour la consolidation de pièces à géométries complexes

Pour dimensionner le moule qui servira à la mise en œuvre de pièces composites non développables, Michele et al. [Michele+2012] détaillent plusieurs recommandations :

- Le moule doit posséder une faible inertie thermique afin d'affecter au minimum les vitesses de chauffe et de refroidissement du stratifié au cours d'un cycle de consolidation.
- Un coefficient de dilatation thermique proche de celui du stratifié. Une différence de déformation d'ordre thermique entre la pièce en cours de consolidation et l'outillage peut engendrer des contraintes résiduelles lors de la phase de refroidissement.
- L'absence de porosité de surface sur le moule garantit une meilleure étanchéité de la « poche à vide » et un vide constant au niveau du laminé. Un usinage fin du moule est requis pour avoir la rugosité la plus faible possible ($Ra \sim 0,8$).
- Le choix du matériau doit également se faire suivant la géométrie de la pièce souhaitée, la durée de vie, la surface de finition ou encore la résistance mécanique de l'outil.

On trouve parmi les matériaux pertinents pour la réalisation des moules les alliages d'aluminium et les aciers pour leurs facilités de mise en œuvre. Les plus intéressants sont certainement les moules en alliage nickel-fer tels que l'Invar ou son dérivé le Kovar qui présentent tous deux un très faible coefficient de dilatation thermique et peuvent être utilisés pour des moules de grandes dimensions.

La fabrication de pièces composites sous autoclave passe également par l'identification et la détermination des paramètres de consolidation.

1.5 La mise en œuvre des composites à matrice thermoplastique

La consolidation en autoclave est un procédé largement utilisé pour la fabrication de pièces à matrice thermodurcissable. Ce procédé reste cependant peu utilisé pour des matériaux à matrice thermoplastique. Suivant les exigences recherchées pour les pièces, notamment pour le taux de porosité, il est nécessaire d'étudier l'influence du cycle de consolidation au travers du suivi de la température, de la pression externe et interne sur la santé matière du composite thermoplastique et les propriétés mécaniques.

1.5.1 Effet du procédé de consolidation par autoclave sur le matériau

Le choix des paramètres utilisés pour définir le cycle de consolidation autoclave influence les propriétés mécaniques et la santé matière du matériau composite. D'après Binétruy [Binétruy2006], la pression externe, la température, le temps du palier de consolidation ainsi que les rampes de chauffage et de refroidissement sont autant de paramètres qui interviennent dans l'imprégnation du renfort, sa déformation lors de la compaction des

fibres ou encore dans la phase de cristallisation du thermoplastique (dans le cas d'un polymère semi-cristallin).

Un moyen d'évaluer l'impact de la consolidation sur la qualité du stratifié passe par l'analyse microstructurale du matériau. L'évaluation du désalignement des mèches, de l'épaisseur du stratifié ou encore de l'homogénéité de l'ensemble fibre/matrice dans le volume sont autant d'éléments qui nous renseignent sur la qualité de la mise en œuvre. De nombreux auteurs associent également l'impact du procédé par la quantité de porosités présentes dans la pièce composite finale. Dans la définition générale, la porosité est un vide interstitiel interconnecté ou non et considéré comme une propriété d'un matériau. On distingue deux catégories de porosités :

- **Les porosités ouvertes** constituées de pores interconnectés entre eux et à la surface du matériau.
- **Les porosités fermées** complètement isolées de l'environnement extérieur.

Tous ces mécanismes vont influencer la qualité de la microstructure avec un niveau de porosité fonction du cycle de consolidation et de la nature de la préforme textile. Lystrup [Lystrup+1998] a évalué l'impact de certains paramètres du procédé autoclave sur la santé matière de plusieurs semi-produits (UD, tissé satin 8, préimprégné APC-2) de base carbone/PEEK. Il a établi une corrélation entre la pression externe exercée sur la poche à vide et le taux de porosité du composite. L'augmentation de cette pression contribue à la réduction du niveau de porosité comme le montre la [Figure 1.45]. Cette évolution dépend bien évidemment de la nature du semi-produit utilisé. D'autres facteurs comme l'augmentation du taux volumique en matrice et la mise en pression progressive dès le début du chauffage du stratifié permettent d'obtenir des taux de porosité inférieurs à 2,0% et pour des pressions de consolidation plus faibles. L'auteur souligne également une phase de chauffage accélérée grâce à cette méthode.

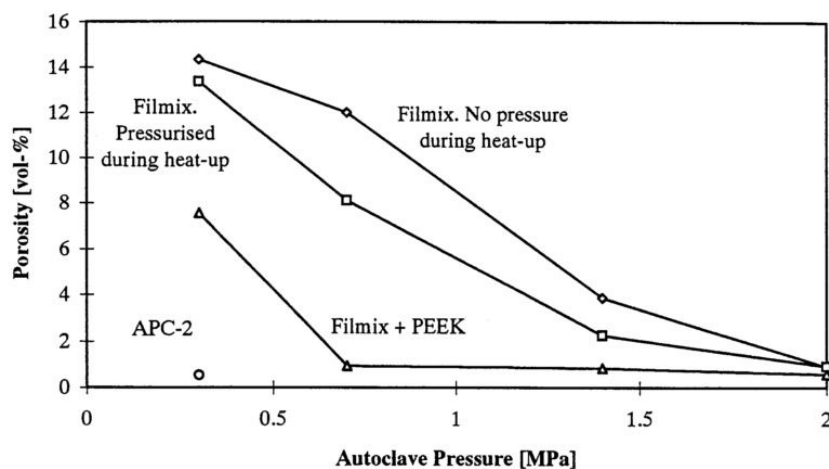


Figure 1.45 – Évolution du taux de porosité en fonction de la pression externe appliqué sur le stratifié - [Lystrup+1998]

Au niveau de l'imprégnation inter plis, les observations des microstructures effectuées par Long [Long+2001] à plusieurs instants de la consolidation d'un composite comélé FV/PP souligne la mise en contact progressive des plis et l'évacuation des bulles d'air. Les bulles d'air restantes en fin de compression des plis vont subir une diminution de volume et être dissoutes partiellement dans la matrice lors de la phase de refroidissement du cycle et le maintien de la pression externe de consolidation. Il semble que, lors de la mise en pression, la vitesse de compaction impacte le taux de porosité final. Une vitesse trop élevée contribue à l'augmentation du niveau de porosité [Figure 1.46] puisque cela limite les phénomènes de dissolution des porosités dans la matrice.

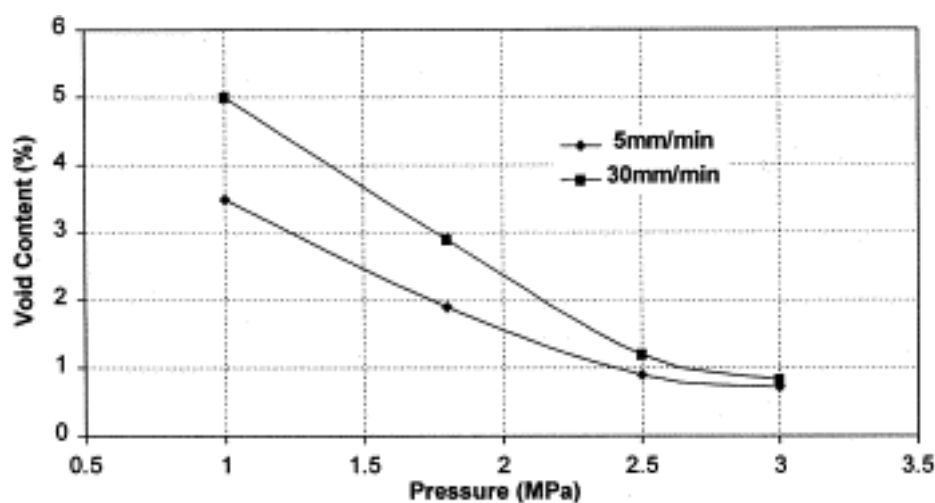


Figure 1.46 – Taux de porosité en fonction de la pression de consolidation à 5,0 mm/min et 30,0 mm/min de taux de compaction suivi d'un refroidissement avec maintien en pression - [Long+2001]

Le vide généré dans la bêche, utilisé pour assurer un premier compactage du renfort et pour évacuer les bulles d'air emprisonnées dans les plis, conditionne aussi le taux de porosité. Chambers [Chambers+2006] montre expérimentalement sur un composite « SPRINT » (constitué d'un pli de renfort UD de carbone et d'un film de résine pré catalysée) que la diminution du niveau de vide augmente le taux moyen de porosité dans le laminé [Figure 1.47]. Les porosités dont l'aire surfacique est supérieure à $0,03 \text{ mm}^2$ sont les plus sensibles à la baisse du niveau de vide. L'effet est bien plus faible pour celles de taille inférieure.

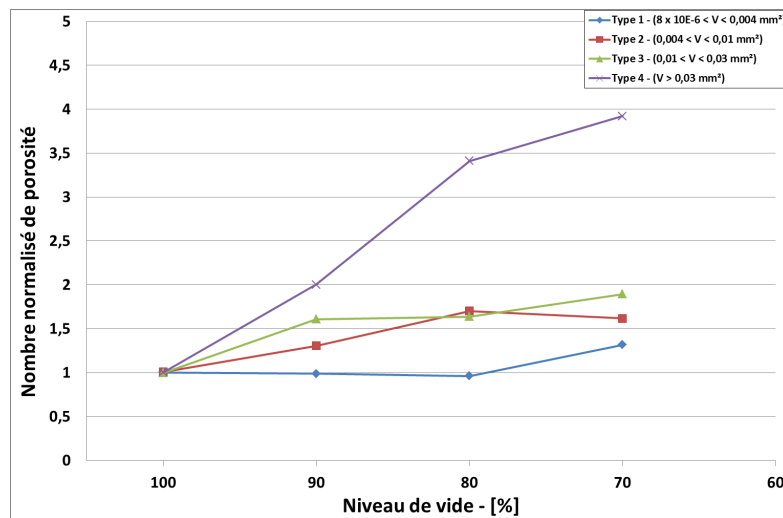


Figure 1.47 – Effet du niveau de vide sur le taux de porosité
D’après [Chambers+2006]

1.5.2 Relation microstructure/propriétés mécaniques d’une pièce composite

La présence de porosité dans le matériau composite dégrade son comportement mécanique. Cependant, l’amplitude de la sensibilité du comportement mécanique au niveau de porosité dépend du mode de sollicitation. Une augmentation du taux de porosité affecte particulièrement les propriétés mécaniques lors de sollicitations en cisaillement interlaminaire comme le montre les études menées [Gagauz+2016 ; Jeong1997 ; Liu+2006 ; Olivier+1995 ; Tang+1987 ; Zhu+2009] sur des composites à matrice époxy renforcés de fibres de carbone. Ledru [Ledru2009] estime une baisse d’environ 6,0% de la contrainte maximale en cisaillement interlaminaire par unité du taux volumique de porosité. Des disparités importantes sont à noter en raison du choix des auteurs concernant les semi-produits ou les séquences d’empilement retenus pour leurs études respectives. On peut tout de même affirmer que l’augmentation du nombre de porosités affecte particulièrement la zone inter plis.

Les sollicitations en flexion sont également sensibles aux porosités, mais dans une moindre mesure. Un taux de porosité croissant fait diminuer la contrainte à la rupture de flexion (en statique et dynamique) ainsi que le module de rigidité en flexion [Chambers+2006 ; Liu+2006 ; Olivier+1995]. Les porosités agissent comme des sites d’initiation et de propagation de fissures fragilisant le matériau.

La contrainte maximale en traction diminue plus légèrement avec l’augmentation du taux de porosité par comparaison aux autres modes de sollicitation [Liu+2006 ; Olivier+1995]. Le module d’élasticité en traction est, à priori, peu sensible à l’évolution du niveau de porosité.

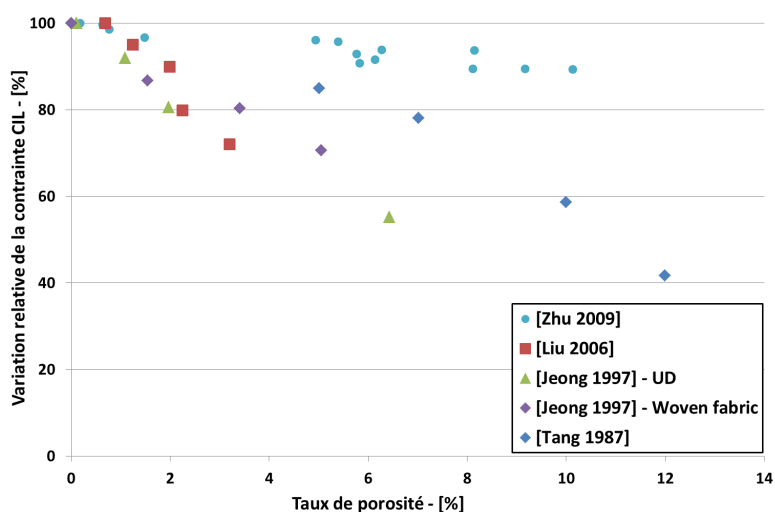


Figure 1.48 – Variation relative de la contrainte CIL en fonction du taux de porosité pour des composites à plis carbone/époxy
D'après [Jeong1997 ; Liu+2006 ; Tang+1987 ; Zhu+2009]

La littérature souligne également une dépendance entre la contrainte maximale en compression et le taux de porosité [Tang+1987].

Ces constatations, toutes établies à partir de composites à matrice thermodurcissable, ont montrés des tendances qui sont généralement transposables aux composites à matrice thermoplastique. Ces résultats ont été établis notamment pour des composites à fibres de verre/polypropylène (**PP**) issues de semi-produits poudrés [Ye+1992] [Figure 1.49 et 1.50] ou de « roving » comélé [Klinkmüller+1995 ; Santulli+2002]. Ils montrent notamment, une sensibilité des sollicitations en cisaillement et en flexion (contrainte maximale et module de rigidité) face au niveau de porosité. Il existe assez peu d'études qui s'intéressent aux variations des propriétés mécaniques suivant le taux de porosité pour les matériaux à matrice thermoplastique haute performance. On peut citer Olson et al. [Olson+1995] pour l'étude des propriétés en cisaillement et en compression de cylindres composites FV/PEEK et PEKK ou encore Klinkmüller et al. [Klinkmüller+1995] avec l'étude des pertes de propriétés en flexion (contrainte et rigidité) sur des laminés FV/PP et FC/PPS à fils comélé.

Certains auteurs [Chambers+2006 ; Jeong1997 ; Tang+1987] introduisent la notion de niveau de porosité critique, dont la valeur dépendrait notamment de la nature du matériau. Ce niveau critique définirait une valeur limite (évaluée entre 1,0% et 4,0%) en dessous de laquelle les propriétés en contrainte et en module ne seraient plus sensibles aux porosités.

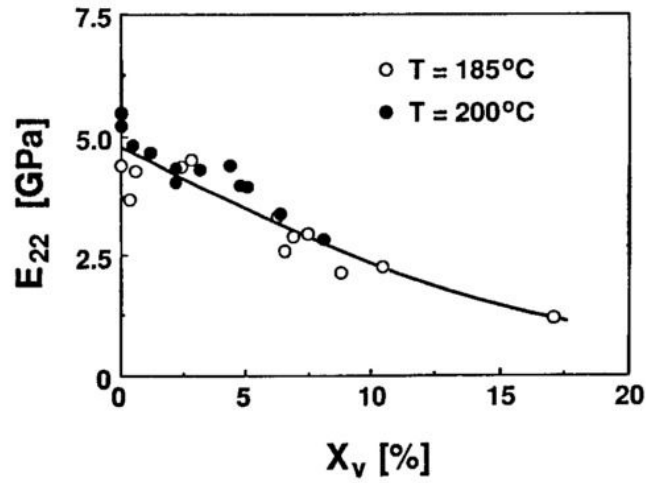


Figure 1.49 – Variation du module d'élasticité en flexion 3 points en fonction du taux de porosité pour des composites à plis carbone/époxy - [Ye+1992]

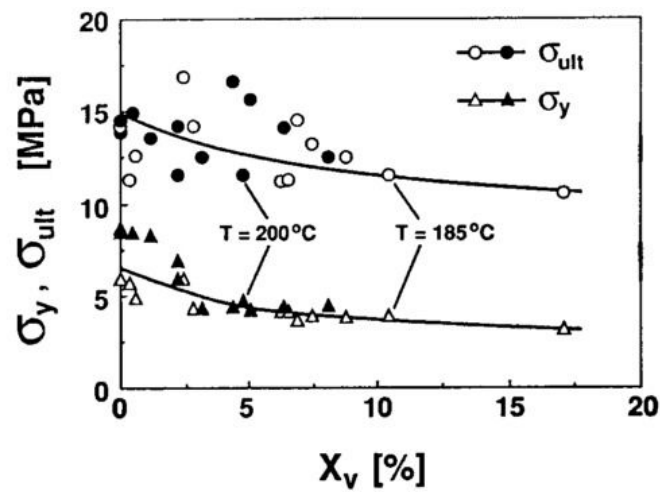


Figure 1.50 – Variation de la contrainte en flexion 3 points en fonction du taux de porosité pour des composites à plis carbone/époxy - [Ye+1992]

Une grande majorité des travaux de recherche se concentre sur l'établissement d'un lien entre les propriétés mécaniques et le taux volumique de porosité. Cependant, cette relation fait l'objet de contestation quant à sa légitimité à faire de façon pertinente le lien entre la microstructure du laminé et ses performances mécaniques. L'approche est jugée trop simpliste et doit s'appuyer sur une analyse morphologique [Chambers+2006 ; Lambert+2012 ; Wisnom+1996] afin de recueillir des informations telles que le volume, la forme géométrique, la localisation et l'orientation de chaque porosité présente dans le stratifié.

Le comportement du polymère, défini par les conditions de mise en oeuvre, joue également un rôle dans l'établissement des propriétés mécaniques du composite. Entre autres, l'augmentation du taux de cristallinité entraîne l'augmentation du module de rigidité en flexion et en traction transverse du matériaux composite comme il a été constaté par Deporter et al. [Deporter+1993] sur des composites UD FC/PPS. La tendance est semblable pour les contraintes à rupture pour ces sollicitations. L'adhésion renfort/matrice un point également crucial à prendre pour évaluer la qualité du composite. Blond et al. [Blond+2014] avait notamment souligné l'importance de l'adhésion fibre/matrice sur les propriétés mécaniques d'un composite obtenu à partir d'un préimprégné FC/PPS. L'établissement d'une forte cohésion inter-plis et fibres/matrice favorise le développement d'une phase transcristalline au contact des fibres et contribue à l'augmentation de la contrainte maximale du matériau composite pour plusieurs sollicitations (traction, compression, cisaillement plan et cisaillement interlaminaire).

1.6 Bilan intermédiaire

Ce chapitre aborde les notions nécessaires pour appréhender l'ensemble des thèmes abordés dans cette thèse. Les étapes de mise en forme et de mise en oeuvre sont sujettes à de nombreuses problématiques liées en partie au choix des fibres et de la matrice thermoplastique constituant le composite. L'étude de ces deux phases complémentaires est indispensable afin de maîtriser dans son ensemble la fabrication de pièces composites thermoplastiques à géométrie complexe.

La mise en forme du renfort sur l'outillage affecte sa structure au niveau de l'orientation des mèches, la taille des interstices entre mèches, l'apparition de plissements... Tous ces éléments affectent incontestablement les propriétés mécaniques de la pièce composite finale. Des méthodes de caractérisation permettent d'évaluer le comportement en déformation des préformes textiles (cisaillement plan, tension bi axiale, flexion...). Lors du drapage du renfort, il s'avère que la déformation en cisaillement est le principal mode de déformation. Son évolution non linéaire au cours de sollicitation indique une rigidification progressive du renfort responsable de l'apparition de défauts. Cette phase de transition vers un état dit « bloqué » est dépendante de la nature des matériaux

(fibre et matrice) et de son architecture. Une phase de caractérisation des semi-produits sélectionnés pour la thèse s'avère nécessaire. L'étape de drapage renseigne sur les niveaux de déformation subis par le renfort textile et permet d'identifier les zones fortement sollicitées. Elle permet de revenir sur le comportement du renfort et, à fortiori, sur le comportement mécanique du composite une fois consolidé. La technique de corrélation d'images pour évaluer les champs de déformation d'un renfort au cours du drapage est une voie encore peu explorée pour remonter au mécanisme de déformation de la préforme textile. Une attention toute particulière doit être portée lors de la mise en place d'une telle méthode avec la définition du banc de stéréo vision, le choix de la texturation du matériau, et le paramétrage utilisé pour l'analyse d'images. Une phase de validation de la méthode appliquée à un renfort textile sera donc nécessaire.

La mise en œuvre de la pièce composite à partir de préformes textiles thermoplastiques est essentiellement dépendante de la viscosité du polymère. Du fait de la forte viscosité des matrices thermoplastiques par rapport aux thermodurcissables, des difficultés d'imprégnation du renfort apparaissent. En ce qui concerne les semi-produits souples post-imprégnables, deux mécanismes d'imprégnation sont à prendre en considération : l'imprégnation à l'échelle macroscopique (inter plis) et l'imprégnation à l'échelle microscopique (intra mèche). La deuxième, plus difficile à maîtriser suivant le type de semi-produit utilisé, est pilotée via le cycle de consolidation en température, pression et niveau de vide. Ces trois paramètres influencent la santé matière du composite. Cette caractéristique est principalement évaluée par le taux de porosité présent dans le stratifié. Une corrélation existe entre ce niveau de porosité et les propriétés mécaniques (en contrainte et module de rigidité) du matériau composite. Les contraintes à la rupture, en particulier celles en flexion et cisaillement interlaminaire, sont très sensibles à l'évolution du nombre de porosités. Cependant, cette relation n'est pas clairement établie. Il s'avère que la morphologie de la porosité (taille, forme, localisation) affecte différemment le comportement mécanique du composite et doit être prise en compte.

Mise en forme de préformes textiles sur des géométries à double courbures

2.1	Caractérisation en cisaillement plan par l'essai « Bias Extension Test » .	64
2.1.1	Mise en place de l'essai « Bias Extension Test »	64
2.1.2	Comportement en déformation non-linéaire de la préforme textile	65
2.2	Étude de la drapabilité du semi-produit sur une géométrie complexe . .	69
2.2.1	Pilote d'emboutissage de préformes textiles et instrumentation . .	69
2.2.1.1	Présentation du pilote	69
2.2.1.2	Présentation du banc multi-caméras	70
2.2.1.3	Présentation du serre-flan	71
2.2.1.4	Présentation des poinçons d'emboutissage	72
2.2.1.5	Mise en place du renfort sur le dispositif de drapage	73
2.2.2	Mesure des champs de déformation du renfort textile	75
2.2.2.1	Validation du mouchetis artificielle pour mesurer les champs de déformation par stéréocorrélation d'images	75
2.2.2.2	Application de la technique de stéréocorrélation afin d'obtenir le champs de déformation	77
2.2.2.3	Calcul de l'angle de cisaillement	78
2.2.2.4	Validation du calcul de l'angle de cisaillement à travers l'essai « bias extension test »	80
2.2.3	Influence de la géométrie dans la déformation des préformes textiles	81
2.2.3.1	L'hémisphère	81
2.2.3.2	Tétraèdre	85

2.2.3.3	Poinçon parallélépipédique avec congés d'arête	87
2.2.4	Évaluation de la mesure du champ de déformation	90
2.3	Simulation du drapage à partir de la méthode du filet	93
2.3.1	Méthode	93
2.3.2	Hémisphère	94
2.3.3	Parallélépipède à congés d'arête	95
2.3.4	Tétraèdre	97
2.4	Bilan intermédiaire	98

Dans le cadre de la thèse, les préformes textiles ont été retenues pour mettre en oeuvre le matériau composite. Ces renforts, hautement déformables par comparaison aux préimprégnés, peuvent être drapés directement sur la géométrie pour être ensuite consolidé en autoclave. Cette méthode est particulièrement adaptée pour établir des pièces à géométrie double courbure. Néanmoins, des défauts peuvent apparaître tels que le glissement inter-plis, l'apparition de plissements, la modification de l'orientation des mèches ou encore des ruptures de fibres au sein des mèches lors de cette étape de mise en forme du renfort. Ces défauts impactent la microstructure et les performances mécaniques de la pièce composite consolidée. L'étude de la déformabilité des renforts tissés est, par conséquent, primordiale afin d'estimer les propriétés mécaniques finales de la pièce composite.

Le premier objectif de ce chapitre est d'évaluer le comportement en cisaillement plan du semi-produit textile comélé. Ce mode de déformation intervient majoritairement lors du formage de la préforme textile sur des géométries non développables. Une campagne de caractérisation du matériau est donc nécessaire pour évaluer sa déformabilité.

*Le deuxième objectif est l'étude de la déformation hors plan du semi-produit à travers des essais de mise en forme sur un moule mâle à géométrie double courbure. Une méthode de mesure par corrélation d'images a été utilisée pour obtenir à tout instant du drapage les champs de déplacement à la surface du renfort. Ces résultats ont permis d'identifier les zones fortement sollicitées en déformation. Les essais de caractérisation (**2D**) ont été corrélés avec les essais de drapage (**3D**) et une première piste de validation du comportement du renfort a été étudiée. Finalement, les champs de déformation obtenus en fonction du moule utilisé seront exploités pour étudier, dans le **chapitre 4**, l'influence de la mise en forme du renfort fibreux sur les performances mécaniques du matériau composite après consolidation.*

*Nous nous intéresserons dans ce chapitre au semi-produit comélé carbone/PPS de la société SCHAPPE. Ce renfort textile, dont les fibres de renfort sont craquées, est adapté pour la mise en oeuvre de pièces non développables par consolidation en autoclave. Il sera présenté plus en détail dans le **chapitre 3**.*

2.1 Caractérisation en cisaillement plan par l'essai « Bias Extension Test »

Le cisaillement constitue le mode principal de déformation d'un renfort textile. Parmi les méthodes de caractérisation en cisaillement plan existantes, le « bias extension test » a été retenu pour les besoins de la thèse.

2.1.1 Mise en place de l'essai « Bias Extension Test »

L'essai « bias extension test », décrit dans le **chapitre 1**, permet de caractériser le comportement en cisaillement plan de renforts textiles. Des éprouvettes rectangulaires de $300 \times 100 \text{ mm}^2$ sont découpées dans le renfort textile afin de respecter le minimum requis du ratio longueur / largeur de 2. Les réseaux chaînes et trames sont orientés à $\pm 45^\circ$ par rapport à la direction de sollicitation [**Figure 2.1**].

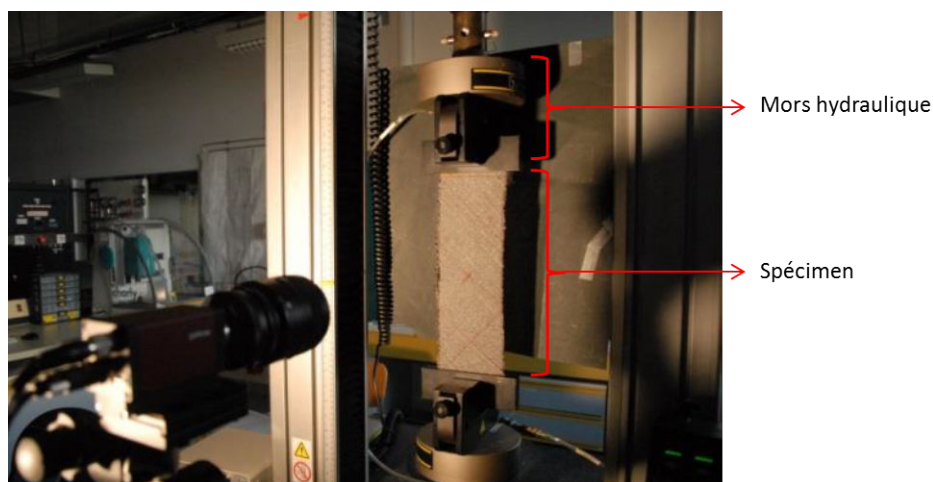


Figure 2.1 – Dispositif utilisé pour l'essai bias extension test

Les essais de cisaillement plan ont été effectués avec le dispositif de traction INSTRON 5800 équipé d'une cellule de force de 30kN. Les éprouvettes sont maintenues grâce à des mors hydrauliques (**Réf** : Instron s14635) avec des plateaux de $150 \times 50 \text{ mm}^2$ afin d'assurer un serrage suffisant pour empêcher tout glissement du renfort au cours de l'essai. Le paramétrage des essais est reporté dans le tableau [**Tableau 2.1**]. Deux méthodes de mesure de l'angle de cisaillement ont été utilisées dans cette campagne expérimentale :

Tableau 2.1 – Paramètres d'essai du bias extension test

Vitesse de déplacement de la traverse	Seuil limite en déplacement	Force de serrage maximale
40 mm/min	70,0 mm	5,0 kN

- Mesure locale de l'angle de cisaillement dans la zone de cisaillement pur :
Des images sont prises à plusieurs instants de l'essai et analysées à l'aide du logiciel d'analyse d'images **ImageJ** [Rasband2014]. Pour chacune de ces images, des mesures d'angle des réseaux chaînes/trames α (4 points de mesure au minimum) sont effectuées dans la zone de cisaillement pur (correspondant à la zone centrale de l'éprouvette - cf. Chapitre 1). Connaissant l'orientation de ces réseaux avant sollicitation en cisaillement, l'angle de cisaillement en chacun de ces points et à différents instants de l'essai « bias extension test » est déterminé.
- Mesure de champs par corrélation d'images :
Une caméra (AVT Marlin F-145B2) est placée face à l'éprouvette afin de suivre la déformation du renfort textile au cours de l'essai. Les images obtenues sont ensuite dépouillées avec le logiciel ICASOFT® [Morestin+2008] afin de récupérer les champs de déformation et les angles de cisaillement sur toute la surface de la zone de mesure.

2.1.2 Comportement en déformation non-linéaire de la préforme textile

Plusieurs spécimens de renfort C/PPS Schappe ont été sollicités en « bias extension test ». Comme mentionné dans le **chapitre 1**, l'essai permet de générer trois zones distinctes de cisaillement [Figure 2.2] : zone non cisailée - **Zone A**, zone demi-cisailée - **Zone B** et zone de cisaillement pur - **Zone C**.

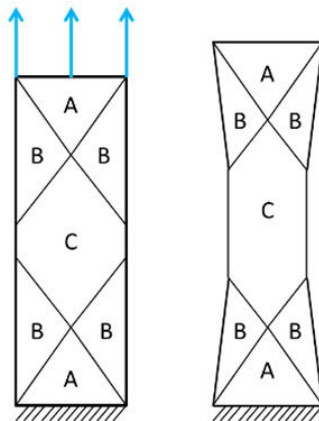


Figure 2.2 – Identification des zones de sollicitation d'une éprouvette bias extension test

Le comportement en cisaillement observé pour cette préforme textile présente deux modes de déformation. Une représentation graphique de l'effort enregistré par la cellule de force en fonction du déplacement du mors supérieur atteste du comportement non linéaire du semi-produit [Fig.2.3]. La courbe effort/déplacement "type" du semi-produit comélé

C/PPS nous permet d'identifier les trois phases caractéristiques de son comportement au cours de la sollicitation en cisaillement plan :

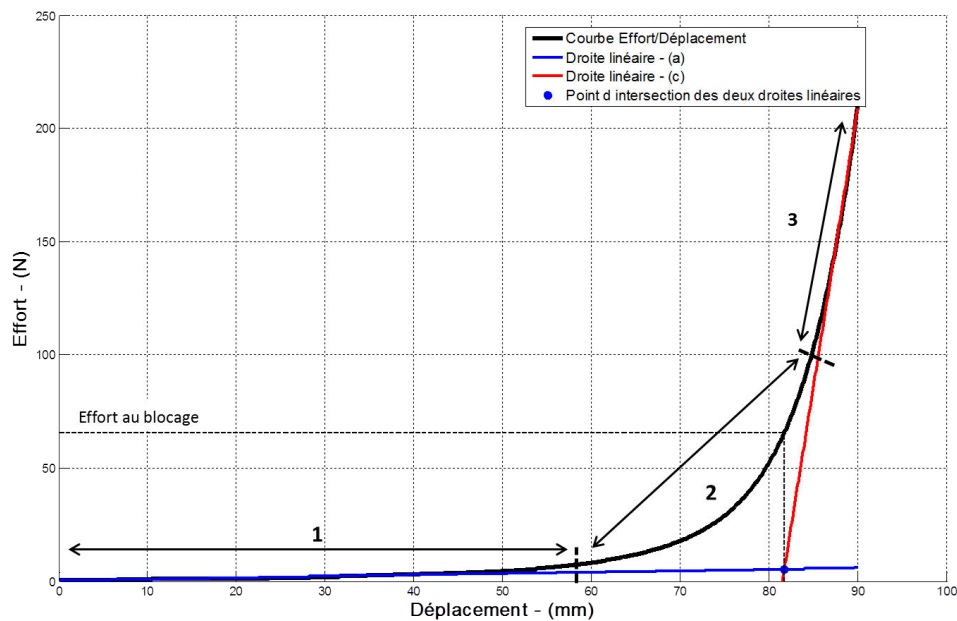


Figure 2.3 – Courbe "type" effort/déplacement d'un système comélé C/PPS

- Courbe 1** Évolution quasi linéaire de l'effort avec le déplacement du mors supérieur. Le renfort se déforme pour des efforts relativement faibles (≤ 15 N). À l'échelle mésoscopique, on observe une rotation des nœuds de croisement des réseaux chaînes et trames. En l'absence d'un contact latéral entre les mèches de même direction, cette rotation est libre.
- Courbe 2** Début du changement de comportement du renfort textile avec une augmentation de la rigidité (augmentation de la pente effort/déplacement). A l'échelle d'une maille, les mèches rentrent progressivement en contact latéral avec leurs plus proches voisines. Elles subissent un début de compression latérale, responsable de l'augmentation de la rigidité. Cette transition du comportement de la préforme peut être caractériser à travers l'angle de blocage en cisaillement. Une première approximation de cet angle de blocage consiste à déterminer l'intersection des deux parties linéaires de la courbe effort/déplacement.
- Courbe 3** Augmentation de l'effort nécessaire pour déformer le renfort textile avec une pente de rigidité quasi-linéaire. Le tissu a atteint son niveau de blocage avec l'apparition possible de plis.

Afin d'adimensionnaliser les résultats de l'essai « bias extension test », l'approche énergétique, définie dans le chapitre précédent, a été retenue. Le couple surfacique en cisaillement est déterminé pour chaque essai d'après la relation (2.1.1) détaillée au **chapitre 1**. Les courbes couple surfacique/angle de cisaillement pour six éprouvettes

de renforts comelés sont présentées en [Figure 2.4a]. On retrouve le comportement non linéaire du renfort textile avec une transition entre deux phases linéaires marquant le début de la rigidification du semi-produit. Un des échantillons (courbe en rouge) présente une évolution saccadée dans la première partie de la courbe. Cette évolution atypique peut s'expliquer par des phénomènes de glissement, présent en début d'essai, liés à une mauvaise précharge initiale du renfort.

$$C_S(\gamma) = \frac{1}{S_1} L_c F_b \sin \frac{\alpha}{2} - \frac{1}{2} S_2 C_S \frac{\gamma}{2} \quad (2.1.1)$$

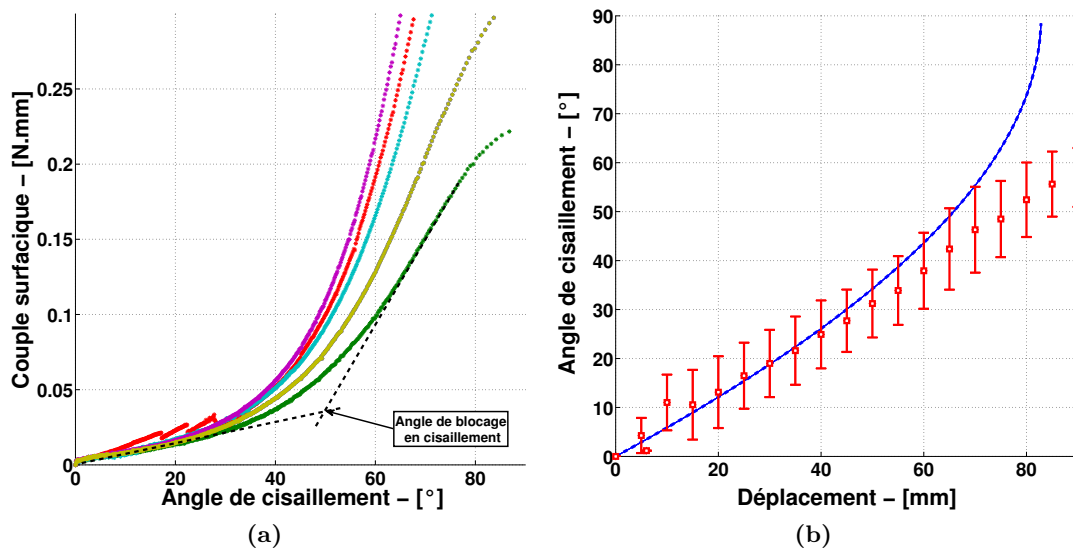


Figure 2.4 – Résultat des essais "bias extension test" : (a) Couple surfacique en fonction de l'angle de cisaillement - (b) Confrontation de l'angle de cisaillement plan théorique et expérimental

L'angle de cisaillement expérimental est mesuré localement par méthode optique dans la zone **C** des éprouvettes afin de vérifier les hypothèses faites dans le calcul de l'angle de cisaillement théorique défini par la relation (1.2.3) (cf. Chapitre 1). Les réponses expérimentales et théoriques de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement sont reportées en [Figure 2.4b]. La loi théorique est représentative de l'évolution de l'angle de cisaillement mesuré jusqu'à une valeur de 42°. Au-delà de cette valeur, l'écart relatif est supérieur à 10,0 % et atteste de la divergence entre les deux réponses. Ainsi dans cet intervalle, les mèches du renfort textile subissent moins de glissements entre les réseaux chaîne et trame et d'élongation. Passé cette limite, les considérations faites ne sont plus valides. La détermination précise de cette phase de transition entre les deux modes de déformation est cependant délicate et imprécise. Une méthode de caractérisation de cette transition consiste à déterminer l'angle de blocage en cisaillement (cf. Chapitre 1). Ce dernier est déterminé par l'intersection des deux pentes linéaires de la courbe

couple surfacique/angle de cisaillement. Les principaux résultats de caractérisation en déformation de ce renfort sont reportés dans le [Tab.2.2]. L'angle de blocage en cisaillement moyen pour le comélé C/PPS est évalué à $52^\circ \pm 2,2^\circ$. La moyenne et l'écart type ont été calculés à partir de six éprouvettes.

Tableau 2.2 – Résultats des essais bias extension test sur les éprouvettes C/PPS

Dimension [mm X mm]	Effort [N]	Angle de blocage en cisaillement [°]	Couple surfaccique [N/mm]
300 × 100	12 ± 3,2	52 ± 2,2	0,10 ± 0,03

La [Figure 2.5] montre pour un déplacement du mors supérieur de 35,0 mm une cartographie de l'angle entre les réseaux chaîne et trame d'une éprouvette obtenue avec ICASOFT®. Les trois zones de déformation, typiques de l'essai, sont clairement identifiées. On retrouve le rapport de deux entre l'angle de cisaillement moyen dans la **zone C** (25°) et celui de la **zone B** ($13,5^\circ$). Le cisaillement est négligeable dans la **zone A** ($\sim 0,5^\circ$).

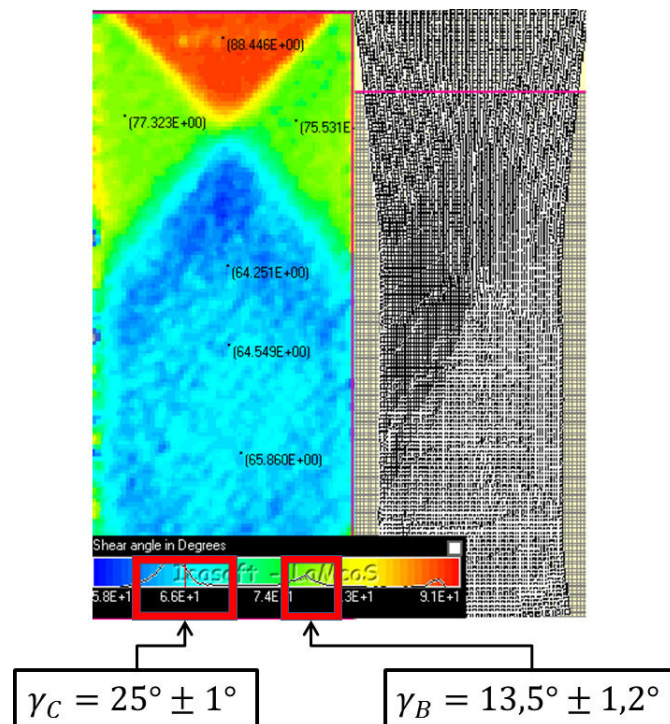


Figure 2.5 – Cartographie de l'angle α obtenue par corrélation d'images avec le logiciel ICASOFT® pour un déplacement du mors supérieur de 35,0 mm

2.2 Étude de la drapabilité du semi-produit sur une géométrie complexe

Cette section présente l'étude du drapage de la préforme textile à travers un pilote d'emboutissage. Un banc de mesure optique a été mis en place pour mesurer les champs de déformation du renfort au cours de son emboutissage.

2.2.1 Pilote d'emboutissage de préformes textiles et instrumentation

2.2.1.1 Présentation du pilote

L'analyse du comportement plan du renfort textile présentée dans la section précédente ne permet pas de comprendre totalement la déformation du semi-produit lors de son drapage sur une géométrie de type double courbure. Des modes de déformation en tension et en flexion s'ajoutent au cisaillement plan et viennent complexifier l'analyse. En fonction de la nature du semi-produit et de la géométrie de l'outil servant à l'emboutissage, on peut observer une déformation hétérogène du renfort avec l'apparition de défauts localisés tels que des plissements du renfort ou de zones fortement sollicitées en tension (pouvant générer le bouclage des mèches...). Un essai de drapage dit robuste (caractérisé par une très bonne répétabilité des résultats expérimentaux) nécessite l'utilisation d'un dispositif capable d'emboutir une préforme textile. Par ailleurs, il doit nous permettre d'étudier, dans de bonnes conditions, la déformation du renfort textile au cours de son emboutissage sur un outil représentatif d'une pièce industrielle.

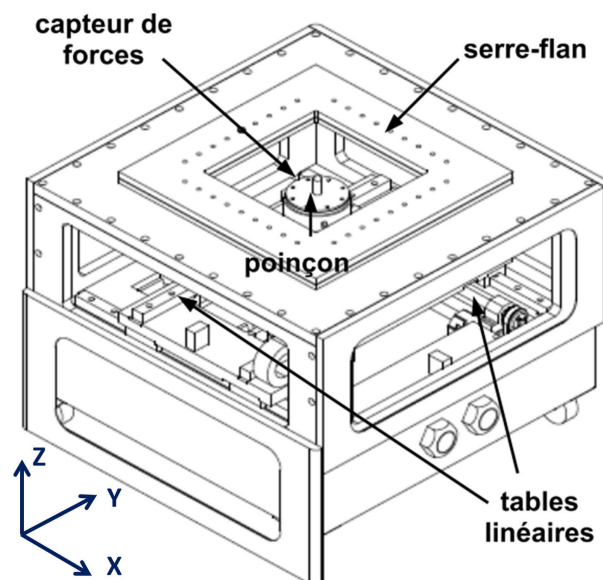


Figure 2.6 – CAO du pilote d'emboutissage SPIF - [Decultot2009]

Le pilote SPIF "Single Point Incremental Forming" [Figure 2.6] a été développé initialement pour étudier le formage incrémental de plaques en alliages d'aluminium [Decultot2009]. Le dispositif a été adapté pour des applications de déformation textile. Un poinçon, fixé sur un chariot mobile, permet de draper le renfort par le dessous permettant ainsi d'effectuer les mesures de champs de déplacement sur la partie supérieure du semi-produit. Le guidage du poinçon, dans le cadre des essais de drapage, se fait uniquement suivant la direction Z . La course maximale de déplacement suivant Z avec ce dispositif est de 100 mm . La vitesse de déplacement du poinçon dans la direction Z est comprise entre 2 mm/s et 5 mm/s . Le chariot mobile est équipé d'un capteur de force tri-axes (FGP sensors - Réf FN7301-7) permettant d'enregistrer les efforts au cours de l'emboutissage. L'étendue de mesure de l'effort axial F_Z est comprise dans l'intervalle $[0 - 2\text{ kN}]$.

2.2.1.2 Présentation du banc multi-caméras

Afin d'obtenir la surface complète de la géométrie 3D, deux bancs de stéréovision sont placés au-dessus du pilote d'emboutissage [Fig.2.7]. Chaque banc est constitué de deux caméras AVT Marlin (F-145B2) de résolution 1392×1040 pixels équipées de capteurs CCD de 2/3 pouce. Elles sont solidarisées à un bâti, fixé au sol, au dessus de la zone d'étude. Chaque banc est calibré indépendamment de l'autre. Les images obtenues sont codées en 8 bits. Des objectifs de $12,0\text{ mm}$ avec une distance focale de 35 mm équipent chaque caméra.

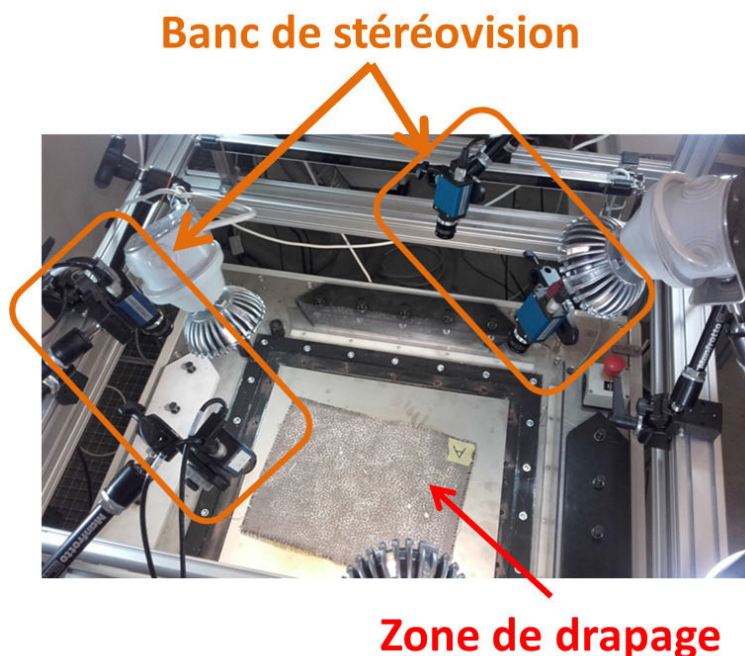


Figure 2.7 – Bancs de stéréovision pour la mesure des champs de déplacement installés au dessus du pilote SPIF

Les deux bancs de mesure sont positionnés de manière à visualiser chacun une partie du poinçon [Figure 2.8]. Pour avoir la continuité des champs de déplacement, les 4 caméras doivent avoir une zone conjointe appelée également zone de recouvrement.

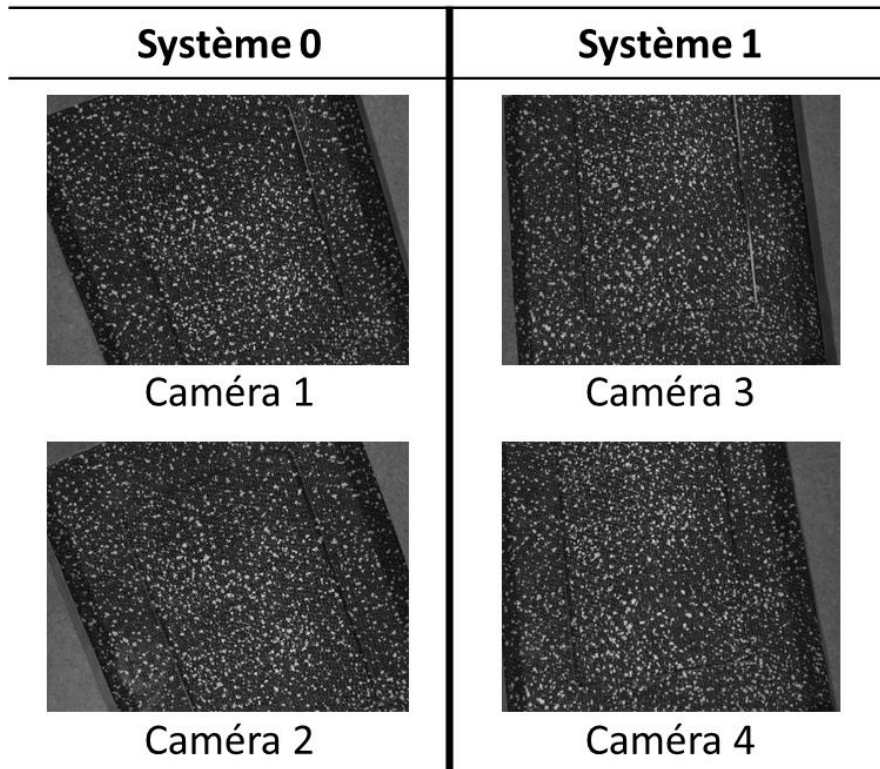


Figure 2.8 – Recouvrement de l'objet par un système 4 caméras

2.2.1.3 Présentation du serre-flan

Afin de draper au mieux le renfort textile, un dispositif serre-flan a été installé au-dessus du poinçon d'emboutissage [Fig.2.9]. Le textile est intercalé et maintenu en position entre la plaque support (3) et le serre flan transparent (1). Ce dernier a été usiné dans une plaque en plexi-glass. Un cadre de serrage (2) est fixé au serre-flan par un système de vis/ressort (4) afin d'exercer une pression réglable et homogène sur le renfort textile. Ce dernier, maintenu à plat en début d'essai, se déforme progressivement avec le déplacement vertical du poinçon. Le glissement autorisé des mèches permet de draper au mieux le tissu sur la géométrie. Pour assurer un drapage optimal, le serre-flan est extrudé de manière à ce que la forme du contour interne coïncide avec la base du poinçon. Un entre-fer de 1,5 mm a été pris en compte pour faciliter le glissement du tissu sur l'outil.

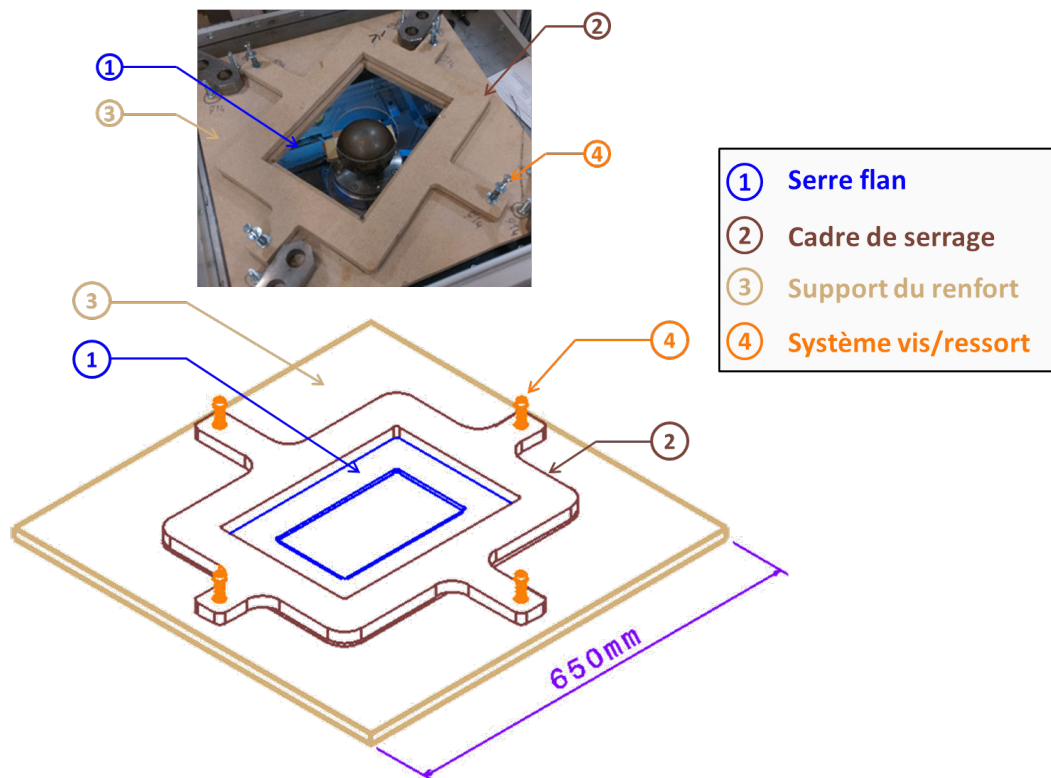


Figure 2.9 – Description du serre flan - Cas du poinçon parallélépipédique

Le serre-flan a été usiné à partir d'une plaque transparente en plexiglas de $5,0 \text{ mm}$ d'épaisseur. L'objectif est de s'affranchir des limitations d'observation propres aux structures opaques et d'évaluer la déformation textile sous le serre-flan. Grâce à ce dispositif, il est possible d'obtenir le champ de déformation de la géométrie complète avec les conditions limites fixées aux limites de la zone transparente du serre-flan.

2.2.1.4 Présentation des poinçons d'emboutissage

Trois formes de poinçon de type double courbure ont été utilisées pour les essais de drapabilité [Figure 2.10] :

- **Hémisphère** - $R = 61,5 \text{ mm}$: C'est une géométrie largement étudiée pour des opérations de mise en forme de préformes textiles. Elle a servi notamment à établir les premiers modèles permettant de simuler le drapage de renfort fibreux [Boisse2004]. L'outil est en acier.
- **Tétraèdre** - $H = 65 \text{ mm}$, $L = 188 \text{ mm}$, $l = 168 \text{ mm}$: C'est également une des pièces « classiques » utilisées pour l'étude de la drapabilité de renforts fibreux. Les trois faces planes peuvent être exploitées pour mesurer l'angle de cisaillement et caractériser mécaniquement les pièces mises en forme. D'après [Capelle+2014], cette géométrie favorise l'apparition de zones très fortement sollicitées en tension

apparaissant sous la forme de bandes peu larges traversant verticalement chaque face et qui se terminent au sommet du tétraèdre. Cette pièce a été usinée à partir d'un bloc de bois medium. Une couche de résine est appliquée en surface afin d'obtenir une surface lisse.

- **Poinçon parallélépipédique avec congés d'arête** - $L = 220 \text{ mm}$, $l = 125 \text{ mm}$, $h = 65 \text{ mm}$ et un rayon d'arrête $R = 5 \text{ mm}$: D'une forme parallélépipédique avec un congé d'arête suivant deux plans, cette pièce s'inspire d'une géométrie non structurelle aéronautique. Tout comme le tétraèdre, cette pièce est en bois medium et un revêtement a été appliqué en surface.



Hémisphère



Tétraèdre



**Poinçon parallélépipédique
avec congés d'arête**

Figure 2.10 – Les poinçons d'emboutissage utilisés pour les essais de drapage

2.2.1.5 Mise en place du renfort sur le dispositif de drapage

Pour des essais de drapage, la disposition du renfort à draper par rapport au poinçon conditionne les champs de déformation mesurés. La [Figure 2.11] présente, pour chacun des poinçons, la disposition initiale du renfort textile.

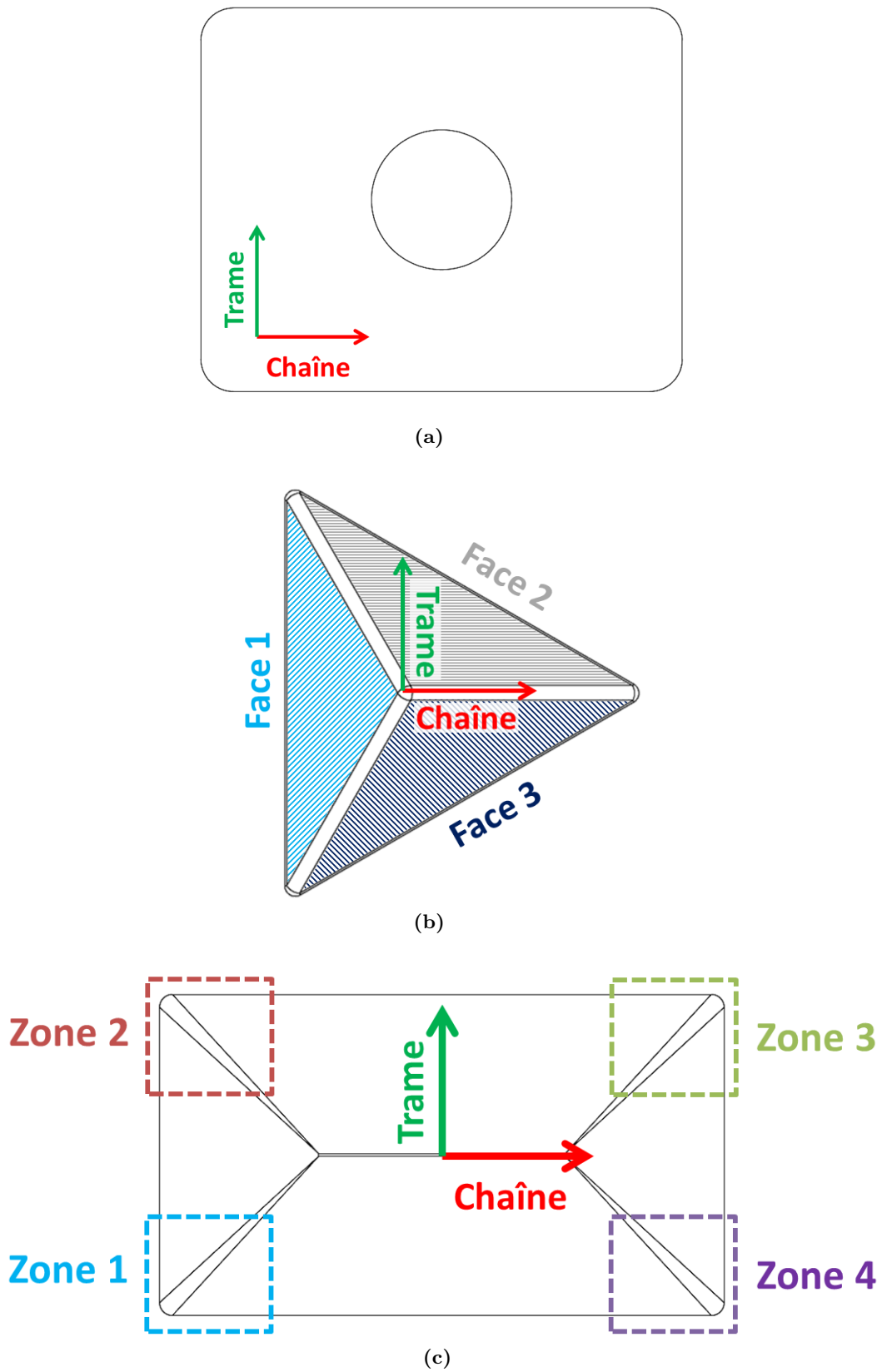


Figure 2.11 – Positionnement du renfort avant drapage : (a) Hémisphère avec serre-flan - (b) Tétraèdre - (c) Poinçon parallélépipédique avec congés d'arrête

2.2.2 Mesure des champs de déformation du renfort textile

2.2.2.1 Validation du mouchetis artificielle pour mesurer les champs de déformation par stéréocorrélation d'images

L'emploi de la corrélation d'images pour suivre les déformations d'une éprouvette de renfort sollicitée en cisaillement plan ne nécessite pas l'utilisation d'un mouchetis artificiel. Cela dépend de la résolution spatiale choisie qui découle directement de la distance de mesure et de la distance focale de l'objectif équipant la caméra. Pour les essais « bias extension test », la résolution spatiale des images acquises est de $2,1 \text{ mm}$ (Taille de l'imagette : $7 \times 7 \text{ px}^2$ et Résolution image : $0,3 \text{ mm/px}$) ce qui est suffisamment fin pour suivre le déplacement de chaque imagette en utilisant la texturation naturelle du renfort avec une taille de grain de l'ordre de $0,6 \text{ mm}$.

Pour mesurer les déformations hors plan du renfort lors d'essais de drapabilité, la technique de stéréo-corrélation d'images (3D-DIC) est tout indiquée. Avec la configuration utilisée, la résolution spatiale est de $5,7 \text{ mm}$ (Taille imagette : $29 \times 29 \text{ px}^2$ et Résolution image : $0,2 \text{ mm/px}$). La taille du grain est légèrement supérieure à la taille du pixel. Il y a néanmoins un fort risque que certains grains soient confondus dans le niveau de gris de l'imagette (fenêtre de corrélation) et entravent l'appariement spatial et temporel. Des grains de plus grande taille sont donc nécessaires. Par ailleurs, pour cette résolution spatiale, la texture de chaque imagette (fenêtre de corrélation) est répétitive et anisotrope ce qui est préjudiciable à la qualité du mouchetis. Par conséquent, l'application d'un mouchetis avec une répartition isotrope, une distribution non répétitive et des grains de plus grande taille est indispensable.

Un mouchetis artificiel à base de pâte blanche de type dentifrice est appliqué sur la préforme textile afin d'améliorer le contraste de l'image à l'échelle de la mesure [Figure 2.12]. La pâte de dentifrice, légèrement humidifiée, est déposée sur un film perforé de manière aléatoire. L'ensemble est déposé sur le renfort et une pression est appliquée par le dessus pour imprégner le motif. Les tâches ainsi formées font en moyenne $2,0 \text{ mm}$ de diamètre.

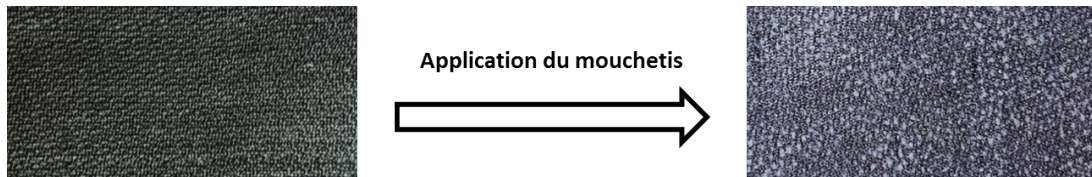


Figure 2.12 – Application d'une peinture blanche à base de dentifrice sur la préforme textile comélé C/PPS

Des essais « bias extension test » sur le renfort avec la mouchetis artificiel ont été effectués. L'objectif étant d'évaluer l'impact du revêtement appliqué en surface de la préforme sur son comportement en cisaillement plan. La [Figure 2.13a] présente l'évolution du couple surfacique en fonction de l'angle de cisaillement théorique pour les renforts avec mouchetis. Une comparaison est faite avec la réponse moyennée sur trois essais pour le renfort sans mouchetis. On remarque une bonne correspondance des courbes entre les préformes avec et sans mouchetis pour un angle de cisaillement pouvant atteindre 30° . Au-delà, on remarque un écart important du couple surfacique avec une valeur trois à quatre fois supérieure à celle mesurée sur une éprouvette textile sans mouchetis. En [Figure 2.13b], illustrant la comparaison entre l'angle de cisaillement théorique et expérimental, on constate que la déformation du renfort textile en cisaillement plan est conforme à ce que prédit la théorie avec un écart relatif inférieur à 10 % jusqu'à un angle de cisaillement de 42° mesuré via ICASOFT®. L'angle de cisaillement par mesure locale diverge rapidement du modèle avec un dépassement de 10 % de l'écart relatif pour un angle de cisaillement de 22° . Des erreurs de mesures sont très certainement à l'origine d'un tel écart.

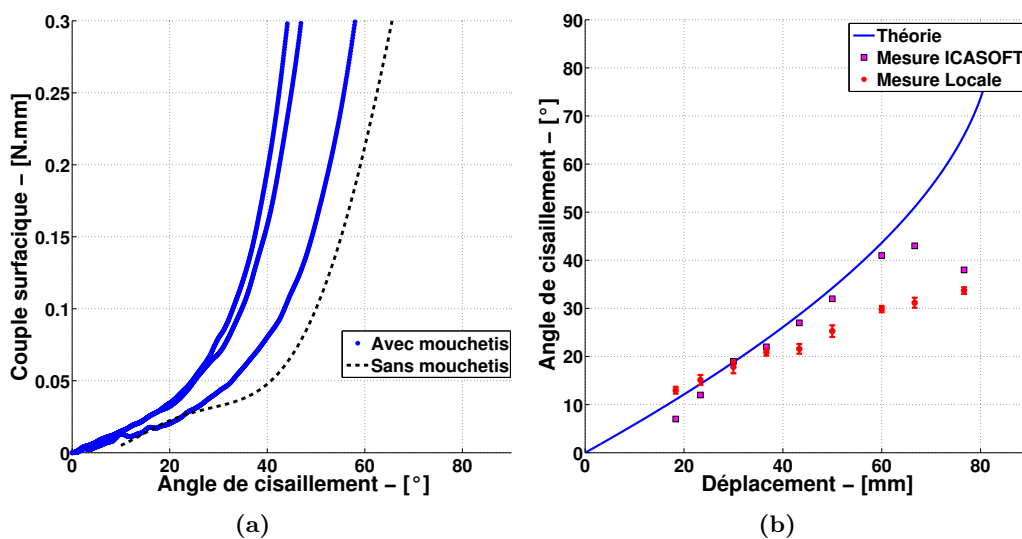


Figure 2.13 – Résultat des essais "bias extension test" pour les renforts avec mouchetis : (a) Couple surfacique en fonction de l'angle de cisaillement - (b) Confrontation de l'angle de cisaillement plan théorique et expérimental

Le décalage observé entre le comportement en déformation des semi-produits avec et sans mouchetis artificiel s'opère lors de la phase de début de rigidification. Pour le renfort avec mouchetis, cette transition intervient pour un angle de blocage en cisaillement plus faible ($50, 7^\circ$) que pour le renfort sans mouchetis ($52, 0^\circ$). Le mouchetis artificiel semble être la cause de la "rigidification" plus précoce du renfort. Les résultats du [Tableau 2.3], qui présente les valeurs de l'angle de cisaillement théorique, de l'effort ainsi que du couple surfacique à l'état de blocage du renfort, semblent le confirmer. Bien que cet

angle soit proche de celui défini pour le renfort sans mouchetis, l'effort enregistré à cet instant est de $54,0\text{ N}$ contre $12,0\text{ N}$ pour le cas sans mouchetis. Le constat est similaire pour le couple surfacique. Le traitement de surface contribue à la rigidification du renfort tissé et explique un niveau d'effort plus important nécessaire pour le déformer par comparaison avec le renfort sans mouchetis. Cette conclusion devra être prise en considération dans l'analyse des essais d'emboutissage des préformes textiles sur des pièces volumiques.

Tableau 2.3 – Résultats des essais bias extension test sur les éprouvettes C/PPS - Avec mouchetis

Effort bloquant [N]	Couple surfacique [mm.N]	Angle de cisaillement [°]
$54,0 \pm 11,2$	$0,70 \pm 0,27$	$50,7 \pm 0,5$

Finalement, l'essai est instrumenté d'un banc de deux caméras pour évaluer la qualité du mouchetis lors d'une mesure de champ par stéréo-corrélation d'images. L'appariement des images et le calcul des déformations hors plan se font avec le logiciel VIC-3D [Figure 2.14] [CorrelatedSolution]. Pour une taille d'imagette de $34 \times 34\text{ px}^2$ et un pas de 7 pixels, la corrélation d'images à travers VIC-3D est possible.

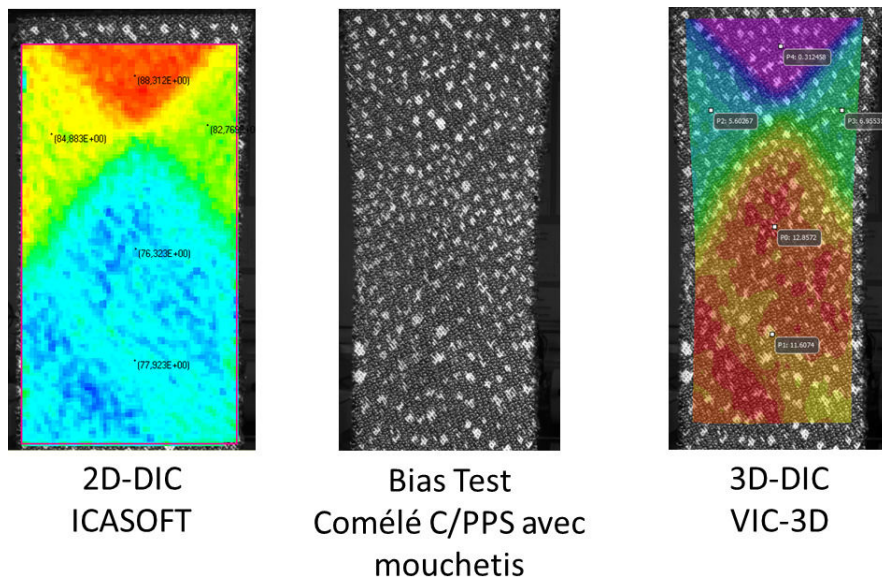


Figure 2.14 – Application du mouchetis artificielle pour de la mesure de champs par corrélation d'images : **2D-DIC** et **3D-DIC**

2.2.2.2 Application de la technique de stéréocorrélation afin d'obtenir le champs de déformation

À partir des images acquises par l'ensemble des caméras et des données intrinsèques de chaque système (positions et orientations relatives des caméras entre elles) obtenues lors

de la phase de calibration des deux bancs de stéréovision, le logiciel Vic-3D® [CorrelatedSolution] permet d'établir le tenseur gradient de transformation défini par la relation (2.2.1).

$$\underline{\nabla} \vec{U} = \underline{\nabla} \vec{\varphi} - \underline{I} = \underline{F} - \underline{I} \quad (2.2.1)$$

Cela nous permet de calculer le tenseur des déformations de Green-Lagrange de chaque système (2.2.2).

$$\varepsilon_{G.L} = \frac{1}{2} (\underline{F}^T \underline{F} - \underline{I}) \quad (2.2.2)$$

Finalement, la surface complète s'obtient par recalage des surfaces acquises respectivement par les systèmes 1 et 2 grâce à l'algorithme "Iterative Closest Point". Le principe est résumé en [Figure 2.15].

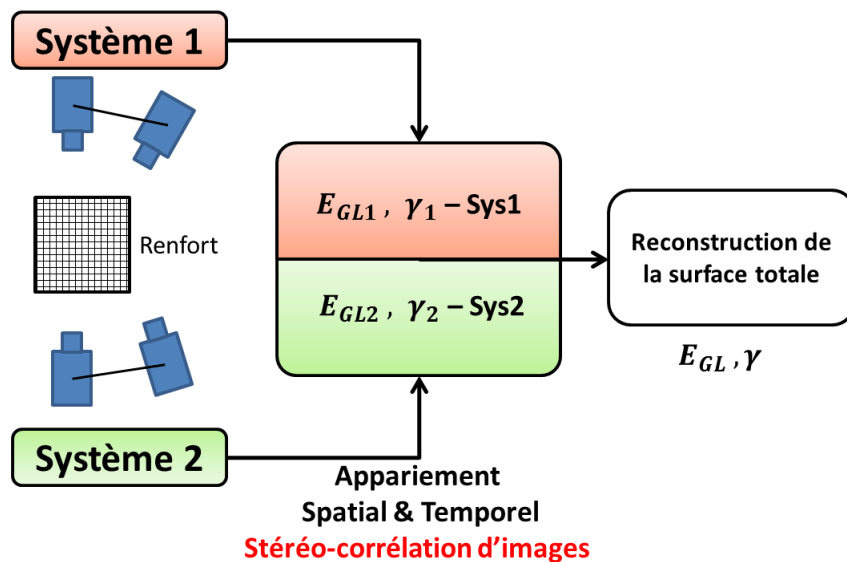


Figure 2.15 – Méthodologie employée pour le calcul des champs de déformation de la préforme textile au cours de son drapage par la technique de stéréo-corrélation d'images

Pour l'ensemble des essais de drapabilité, la taille de la fenêtre de corrélation a été fixée à **29**. Le pas qui contrôle l'espacement entre les points qui sont analysés pendant la corrélation est fixé à **7**. Une corrélation d'images incrémentale a été retenue. Ces paramètres permettent une convergence de l'algorithme de corrélation tout au long de l'essai.

2.2.2.3 Calcul de l'angle de cisaillement

Pour faire le lien avec les essais de caractérisation en déformation des préformes textiles, il est nécessaire d'établir le lien entre les déformations du renfort obtenues par stéréo-corrélation d'images et l'angle de cisaillement.

Considérons un cadre soumis à une sollicitation en cisaillement pur [Figure 2.16]. Ce cadre représente une maille élémentaire d'un renfort textile avec les segments représentant les mèches dans les directions chaîne et trame. Soit $[AB]$ et $[AC]$ deux segments de l'état initial. Par hypothèse, les réseaux chaînes et trames sont perpendiculaires entre eux à l'état initial. Les segments $[AB]$ et $[AC]$ sont donc perpendiculaires. Ces deux éléments deviennent les segments $[A'B']$ et $[A'C']$ à l'état déformé. Le déplacement de ces éléments induit une rotation γ_1 et γ_2 correspondant respectivement à la rotation des éléments dx et dy . On considère les hypothèses suivantes :

- À l'état initial, le tissu n'a pas été sollicité en cisaillement. Par conséquent, l'orientation des réseaux chaîne et trame est de 90° .
- Les mèches de renfort sont supposées inextensibles. On a donc :

$$[AB] = [A_1B_1] \quad (2.2.3)$$

- En supposant que le cisaillement plan est homogène, on a :

$$\gamma_1 = \gamma_2 = \frac{\gamma}{2} \quad (2.2.4)$$

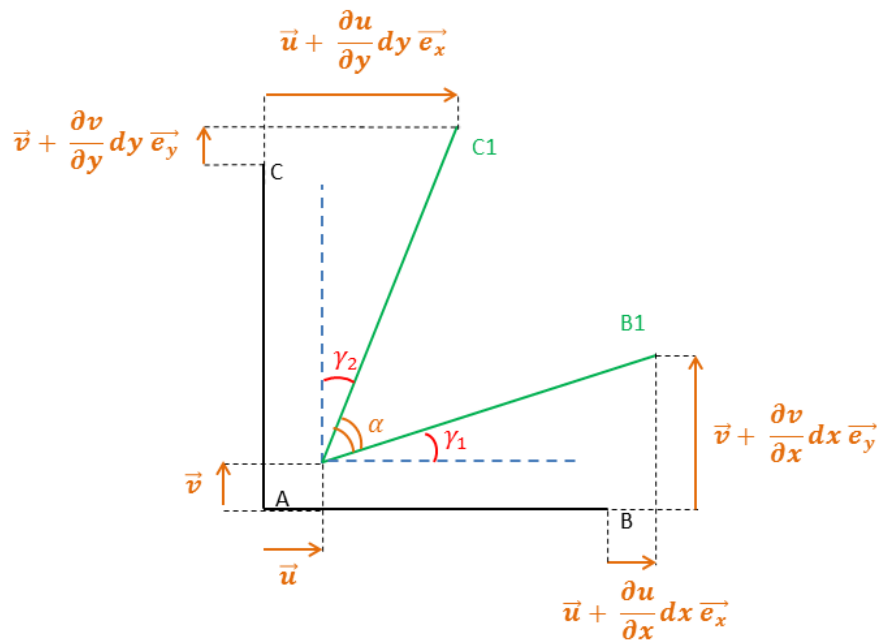


Figure 2.16 – Schématisation d'un élément de renfort textile sollicité en cisaillement pur

L'angle de cisaillement correspond à la déviation angulaire entre le cadre à l'état initial et le cadre cisailé. Le champ de déplacement pris, comme dans le cas de l'exemple, en un point appartenant au segment $[OB_1]$ dans le repère global $Rg(A, \vec{e}_x, \vec{e}_y)$ comprend

deux composantes :

$$\vec{U} = \begin{pmatrix} \vec{u} = y \tan \gamma & \vec{e}_x \\ \vec{v} = x \tan \gamma & \vec{e}_y \end{pmatrix} \quad (2.2.5)$$

Le tenseur des transformations est donc de la forme :

$$\bar{\bar{F}} = \bar{\bar{\nabla U}} + \bar{\bar{I}} = \begin{pmatrix} 1 & \tan \gamma_1 & 0 \\ \tan \gamma_1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (2.2.6)$$

On s'intéresse ici au tenseur de Green-Lagrange qui est adapté aux grandes déformation.

On obtient le tenseur suivant :

$$\bar{\bar{E}} = \frac{1}{2} (\bar{\bar{C}} - \bar{\bar{I}}) = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & 0 \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \tan^2 \gamma/2 & \tan \gamma & 0 \\ \tan \gamma & \tan^2 \gamma/2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (2.2.7)$$

Finalement, il est possible de revenir sur les angles de cisaillement en tout point de la géométrie 3D à partir du champ de déformation en cisaillement. Par identification du tenseur des déformations, on obtient la relation (2.2.8).

$$\varepsilon_{xy} = \tan \gamma_1 \quad (2.2.8)$$

Par ailleurs, l'angle de cisaillement global γ d'un réseau chaîne/trame s'obtient à partir de la relation (2.2.9).

$$\gamma = 2\gamma_1 = \pi/2 - \alpha = 2 \arctan (\varepsilon_{xy}) \quad (2.2.9)$$

2.2.2.4 Validation du calcul de l'angle de cisaillement à travers l'essai « bias extension test »

Afin de valider le modèle permettant d'établir l'angle de cisaillement à partir de la déformation principale exprimée dans le repère matériau, un essai « bias extension test » instrumenté d'un banc de stéréovision a été effectué. A partir de cet essai, nous avons établi les champs d'angle de cisaillement dont l'un est obtenu par corrélation d'images avec le logiciel ICASOFT et la relation (1.3.2) et l'autre sous VIC-3D et la relation (2.2.9). Une des caméras est volontairement placée parallèlement à l'éprouvette pour pouvoir effectuer une mesure par corrélation d'images **2D-DIC**. La [Figure 2.17] reporte l'évolution de l'angle de cisaillement au cours du drapage obtenu par les deux méthodes. On peut remarquer une très bonne convergence des deux méthodes avec un écart relatif inférieur à 5,0 % jusqu'à une valeur d'angle d'environ 35°. Dans la suite de ce chapitre, seule la méthode développée pour la stéréo-corrélation d'images sera considérée.

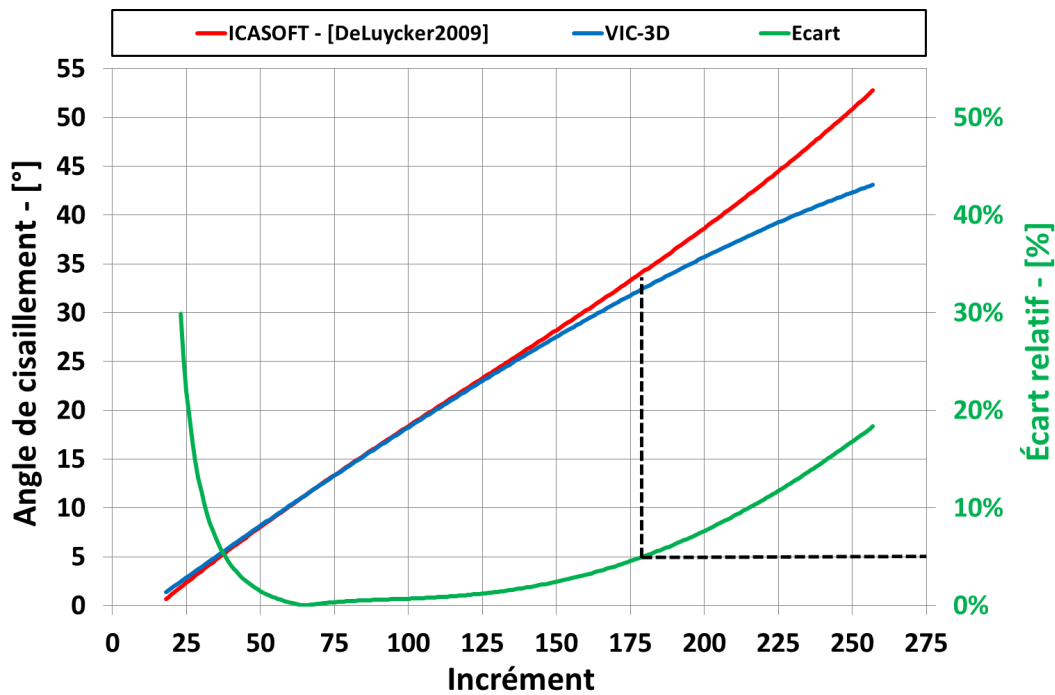


Figure 2.17 – Validation du calcul de l'angle de cisaillement par stéréocorrélation d'images au cours d'un essai bias extension test pour une éprouvette comélé C/PPS et mouchetis artificiel

2.2.3 Influence de la géométrie dans la déformation des préformes textiles

Pour chaque géométrie, cinq essais de drapage du semi-produit FC/PPS comélé ont été effectués.

2.2.3.1 L'hémisphère

Pour la géométrie hémisphérique, la zone d'intérêt (**ROI**), définie par le poinçon et la plaque serre-flan transparente visible partiellement depuis chaque banc de stéréovision, permet d'obtenir une grande partie de la surface du renfort à chaque instant du drapage. La [Figure 2.18] représente les cartographies du champ de déplacement suivant Z du renfort textile en fin de drapage pour les deux bancs de mesure.

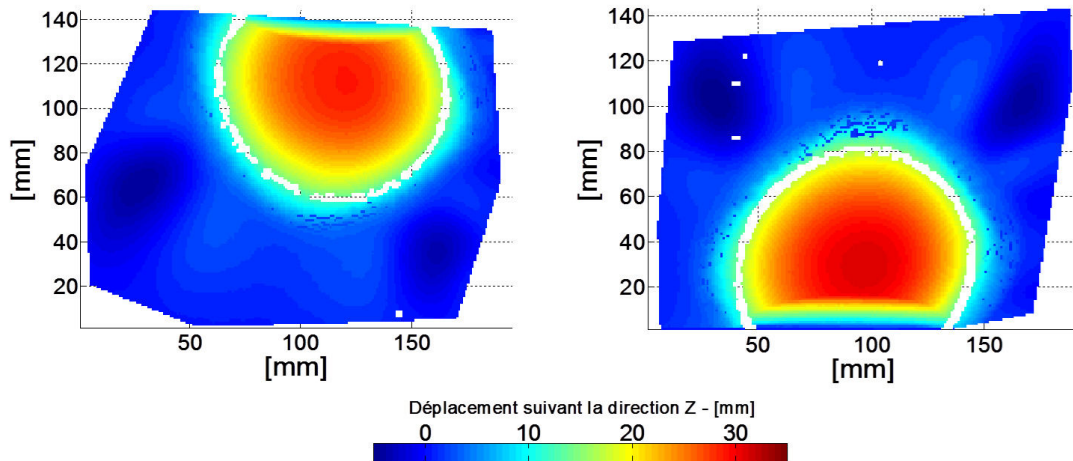


Figure 2.18 – Champ de déplacement en Z du renfort embouti sur le poinçon hémisphérique obtenu à partir des deux systèmes de stéréovision

Une discontinuité du champ est visible en périphérie du poinçon hémisphérique et ceux pour les deux systèmes de stéréovision. Présente dès les premiers incréments de l'essai, elle s'explique par un congé d'arrête entre le plateau support du renfort et du poinçon trop faible. Cependant, cette discontinuité, dont la largeur n'excède pas les 2 pixels, n'entrave pas l'analyse du champ pour l'ensemble de la géométrie. On en déduit le déplacement maximal du renfort suivant la direction Z pour les deux systèmes. Les résultats établissent une course totale moyenne de $29,8 \text{ mm}$. Il existe un écart de l'ordre de $2,0 \text{ mm}$ entre le champ de déplacement en Z pour le système **1** et celui issu du système **2**. Rapporté aux dimensions du poinçon, le renfort tissé est drapé sur les $\frac{2}{5}$ de sa partie supérieure.

Le champ de l'angle de cisaillement en fin de drapage, représenté pour les deux systèmes en [Figure 2.19], montre une répartition suivant deux plans de symétrie. Ces deux plans contiennent l'axe Z et sont centrés à l'origine du poinçon. Les valeurs extrêmes obtenues sont localisées en 4 zones remarquables situées à la périphérie de l'hémisphère. Il existe une continuité de la déformation entre la base du poinçon et la partie du renfort textile présent sous le serre-flan. Ces zones déformées sous la plaque sont caractérisées par des plissements du renfort.

La [Figure 2.20] présente l'évolution du champ d'angle de cisaillement des systèmes **1** et **2** pour trois instants de l'essai de drapage : $Z_1 = 10,17 \text{ mm}$, $Z_2 = 14,61 \text{ mm}$ et $Z_3 = 28,89 \text{ mm}$. Tout au long de l'essai, la continuité de la déformation du renfort entre la partie sous serre-flan et la partie opérative est conservée. Les quatre zones critiques de cisaillement apparaissent dès le début de l'essai d'emboutissage du renfort. On remarque aussi l'augmentation progressive de l'angle de cisaillement dans ces zones à la fois sur le poinçon hémisphérique mais aussi dans la partie sous le serre-flan.

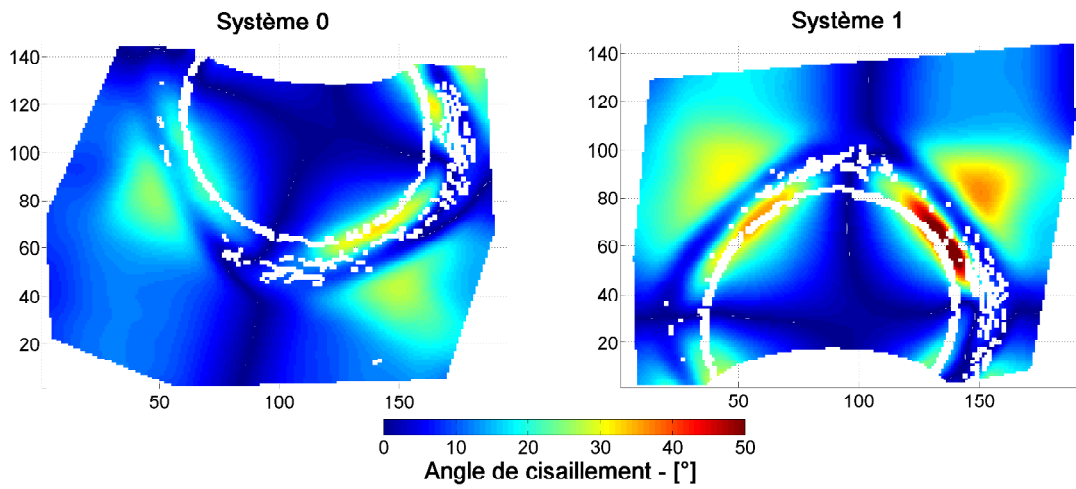


Figure 2.19 – Cartographie de l’angle de cisailment mesuré sur le renfort embouti sur le poinçon hémisphérique obtenue à partir des deux systèmes de stéréovision

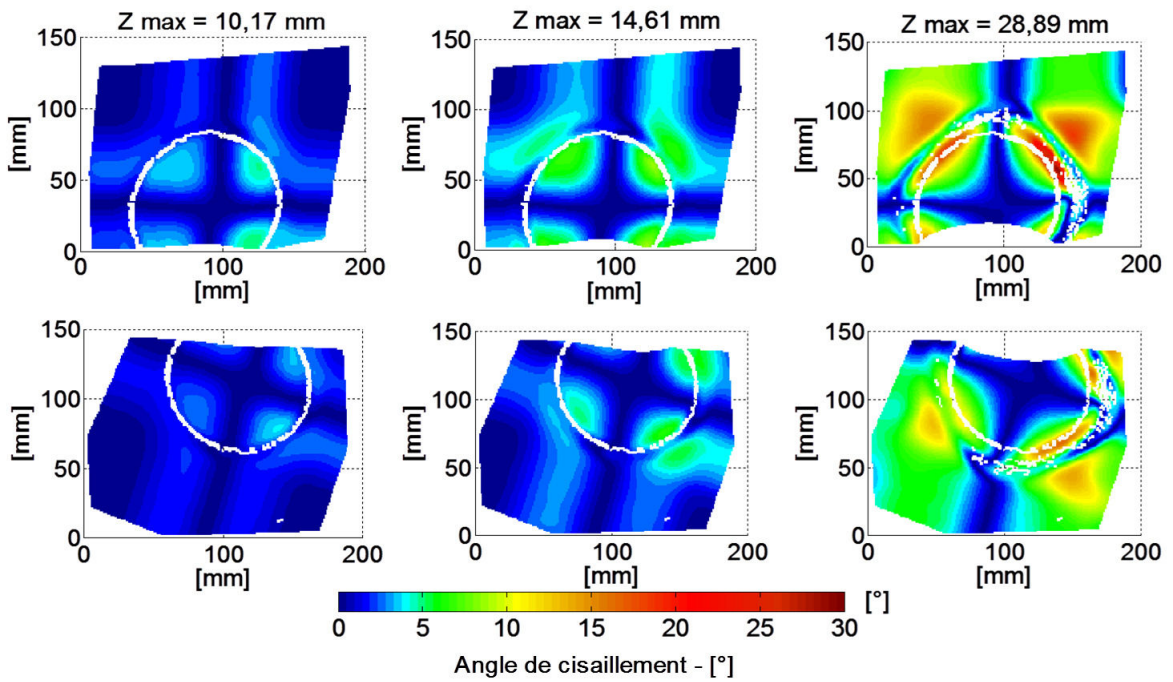


Figure 2.20 – Cartographie de l’angle de cisailment pour trois instants du drapage du renfort sur le poinçon hémisphérique

Le suivi de plusieurs points de mesure en cours de l'emboutissage de la préforme textile a permis d'évaluer localement l'évolution de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement suivant **Z**. Les résultats, reportés en [Figure 2.21], montre une stabilisation de l'angle de cisaillement pour un déplacement du poinçon de 10,0 mm environ. À l'exception des points de mesure localisés sous le serre-flan, la déformation en cisaillement du renfort textile sur la géométrie s'effectue dans les premiers instants du drapage. D'après les essais bias extension test, l'angle de cisaillement maximal mesuré sur l'hémisphère est inférieur à l'angle de blocage en cisaillement de renfort avec mouchetis évalué à 50,7°. La phase de blocage en cisaillement du renfort n'est donc pas atteinte. La rotation des réseaux chaîne et trame reste libre.

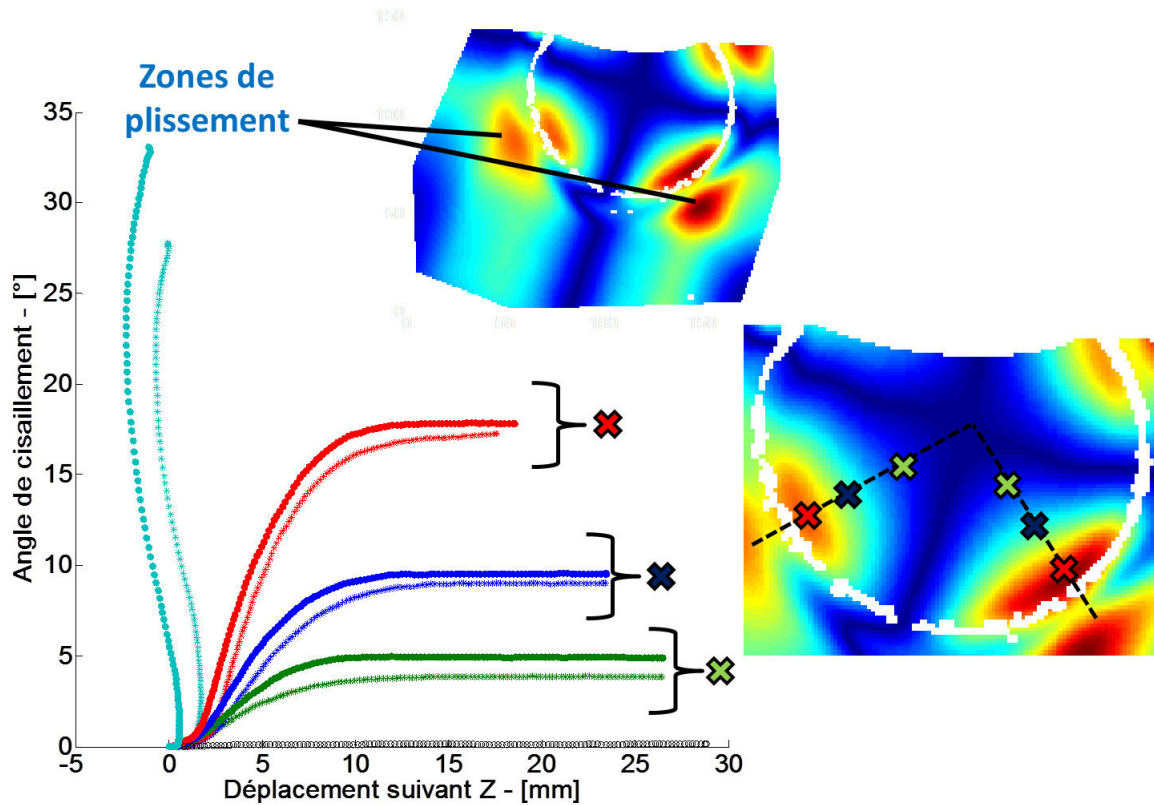


Figure 2.21 – Évolution de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement suivant z de l'outil en plusieurs points de la géométrie hémisphérique

2.2.3.2 Tétraèdre

Tout comme l'hémisphère, la zone d'analyse comprend le poinçon et la partie sous le serre-flan transparent afin d'obtenir une surface de réponse contenant le maximum de la surface du poinçon. La hauteur maximale d'emboutissage, déduit du champ de déplacement suivant Z et présenté en [Figure 2.22], est de $40,3 \text{ mm} \pm 0,7 \text{ mm}$. Ramené aux données géométriques de l'outil, le taux de recouvrement par le renfort est d'environ 60%. Comme précédemment, une discontinuité du champ apparaît à l'interface serre-flan et poinçon. Elle s'explique, tout comme pour l'hémisphère, par un congé d'arrêt trop faible entre le poinçon et le plateau support.

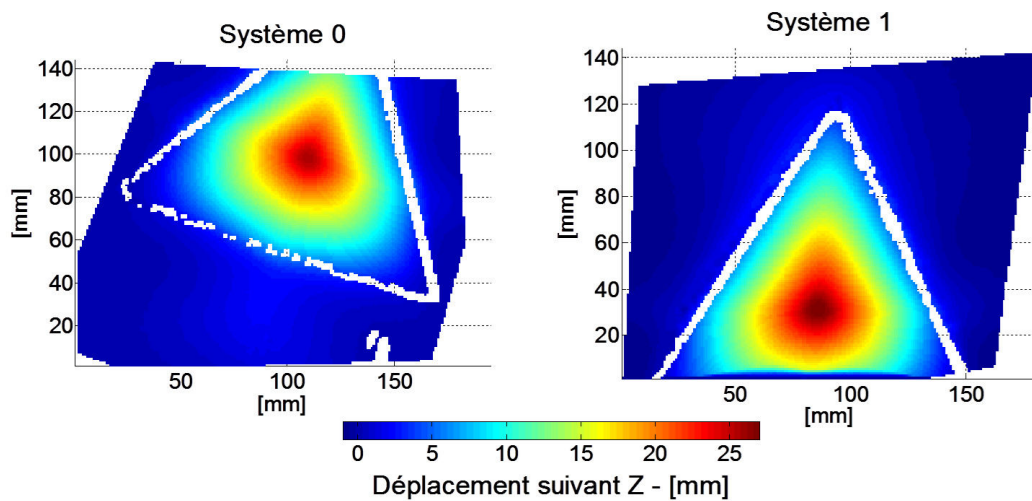


Figure 2.22 – Champ de déplacement en Z du renfort embouti sur la géométrie tétraédrique obtenu à partir des deux systèmes de stéréovision

Le champ d'angle de cisaillement des deux systèmes, présenté en [Figure 2.23] permet d'identifier les niveaux de déformation de chaque face du tétraèdre. Pour les faces **2** et **3**, l'angle de cisaillement est globalement homogène. Pour la face **1**, une discontinuité du champ de l'angle de cisaillement la traverse de sa base à son sommet avec un angle de cisaillement évalué à $2,9^\circ \pm 1,0^\circ$. Cette discontinuité correspond à une zone de tension du renfort marquée par le passage de mèches, orientées sens chaîne, au sommet du tétraèdre. Elle divise la face **1** en deux zones homogènes dont le niveau de cisaillement est comparable. Finalement, cette discontinuité est directement liée à l'orientation de la préforme textile définie avant son emboutissage sur la géométrie tétraédrique. On remarque que cette zone discontinue est parallèle à la direction chaîne du renfort.

Pour les faces **2** et **3**, des discontinuités de l'angle de cisaillement sont visibles et suivent les mèches sens trame du renfort tissé. Ces discontinuités se rejoignent au sommet de tétraèdre. C'est l'orientation initiale du renfort qui définit le champ de l'angle de cisaillement et l'apparition de ces discontinuités.

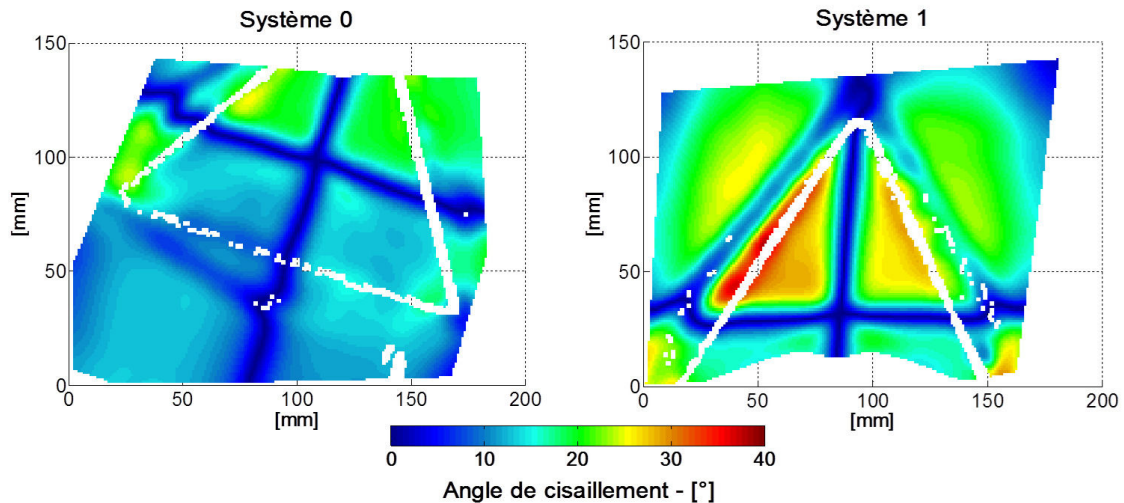


Figure 2.23 – Cartographie de l'angle de cisaillement du drapage du renfort sur le poinçon tétraédrique

Les angles de cisaillement moyens de chaque face, calculés à partir des cinq essais de drapage, sont reportés en [Figure 2.24]. À l'exception des zones de discontinuité, l'angle de cisaillement est minimal sur la face **1** du tétraèdre avec une valeur de $13,9^\circ \pm 0,8^\circ$. Sur les faces **2** et **3**, cette valeur est deux fois plus grande : $26,6^\circ \pm 1,3^\circ$.

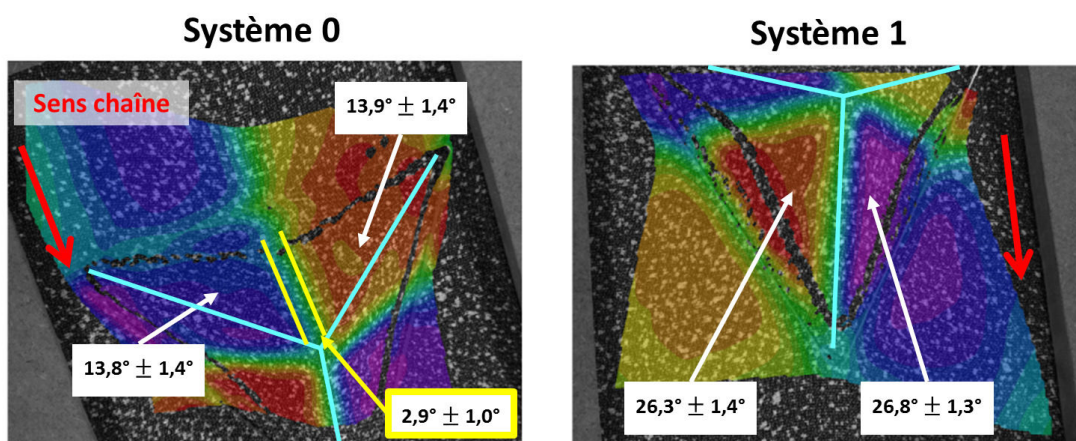


Figure 2.24 – Valeurs moyennes de l'angle de cisaillement sur chaque face du tétraèdre

La [Figure 2.25] montre le champ de l'angle de cisaillement pour trois valeurs maximales du déplacement du poinçon : $Z_1 = 8,0 \text{ mm}$, $Z_2 = 30,0 \text{ mm}$ et $Z_3 = 40,0 \text{ mm}$. Les discontinuités présentes dès le début de l'emboutissage de la préforme évoluent très faiblement au cours de l'essai ($\gamma < 2,0^\circ$).

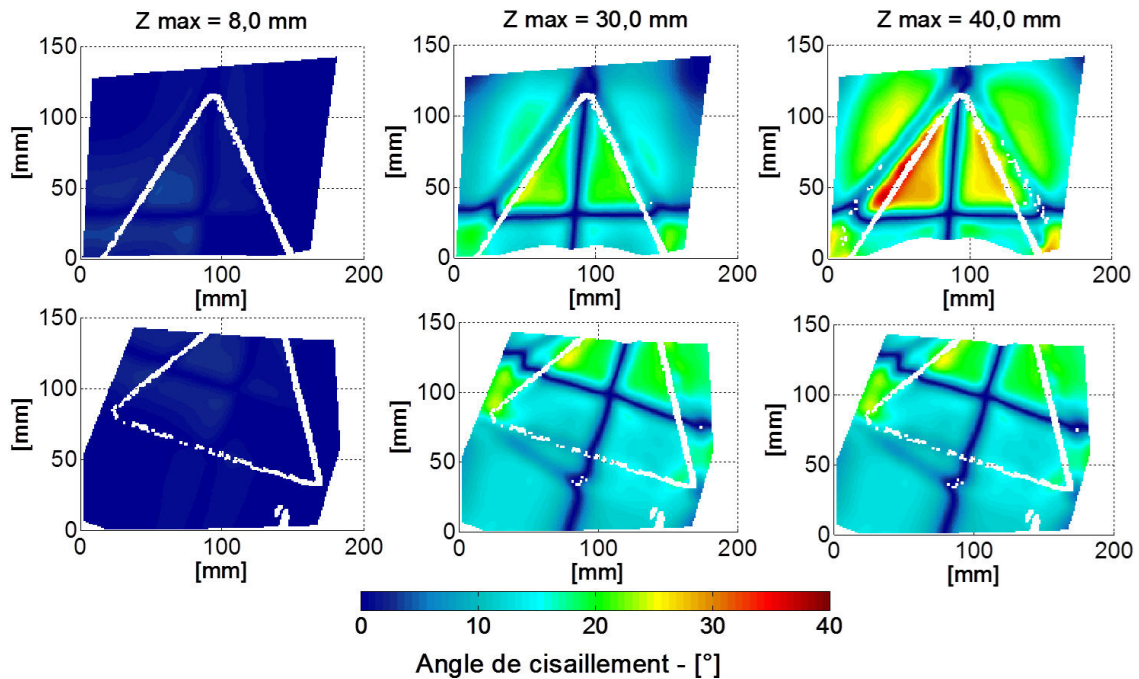


Figure 2.25 – Cartographie de l'angle de cisaillement pour trois instants du drapage du renfort sur le poinçon tétraédrique

2.2.3.3 Poinçon parallélépipédique avec congés d'arête

Pour ce poinçon de type « double courbure », le champ de déplacement suivant Z recouvre l'ensemble de la géométrie [Figure 2.26]. Seule une discontinuité aux extrémités de la boîte est présente. Le déplacement maximum atteint est de $25,0 \text{ mm}$. En fin d'emboutissage, la surface de réponse établie par mesure de champs correspond à environ 40 % de la surface supérieure totale de la géométrie.

Les cartographies de l'angle de cisaillement établies en fin d'emboutissage pour les deux systèmes de stéréovision sont reportées en [Figure 2.27]. Les extremums sont localisés au niveau des congés d'arête de la boîte avec un maximum proche des $30,0^\circ$. Le reste de la géométrie est finalement peu sollicité en cisaillement.

La répartition symétrique du champ de l'angle de cisaillement est à corrélérer avec l'orientation des réseaux chaîne/trame du renfort comélé [Figure 2.11c]. Effectivement, le réseau chaîne est orienté suivant la longueur du poinçon. Cela explique les faibles niveaux de cisaillement mesurés sur la majeure partie du poinçon. Le cisaillement est localisé sur les congés d'arête.

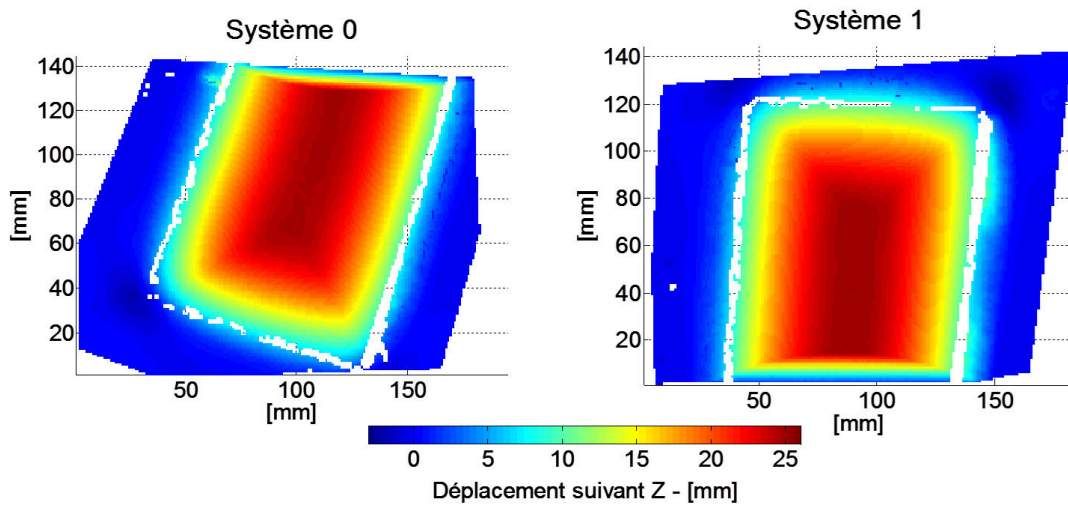


Figure 2.26 – Champ de déplacement en Z du renfort embouti sur la géométrie parallélépipédique obtenu à partir des deux systèmes de stéréovision

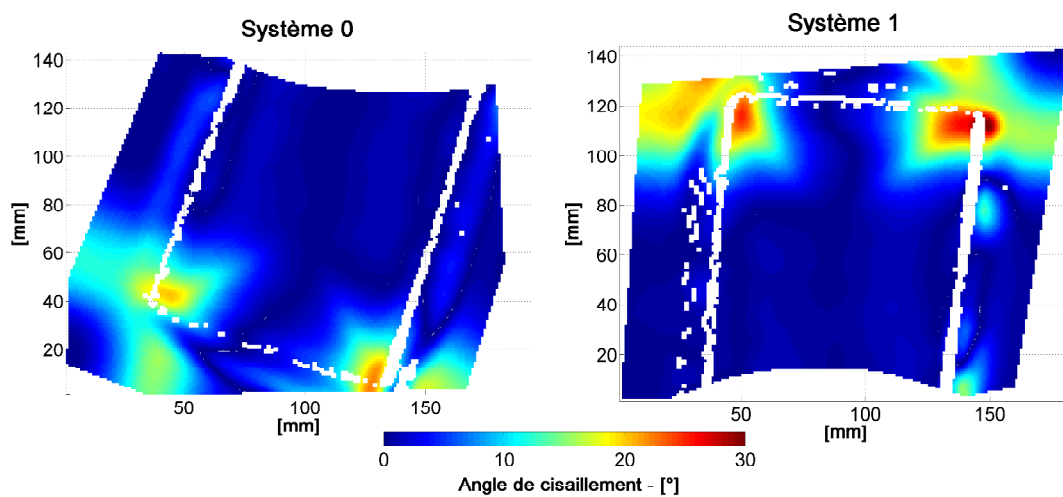


Figure 2.27 – Cartographie de l'angle de cisaillement du drapage du renfort sur le poinçon parallélépipédique

L'évolution du champ d'angle de cisaillement suivant le déplacement du poinçon montre une déformation en cisaillement du renfort localisé sur chaque coin de la géométrie avec une continuité sous le serre-flan comme le montre la [Figure 2.28].

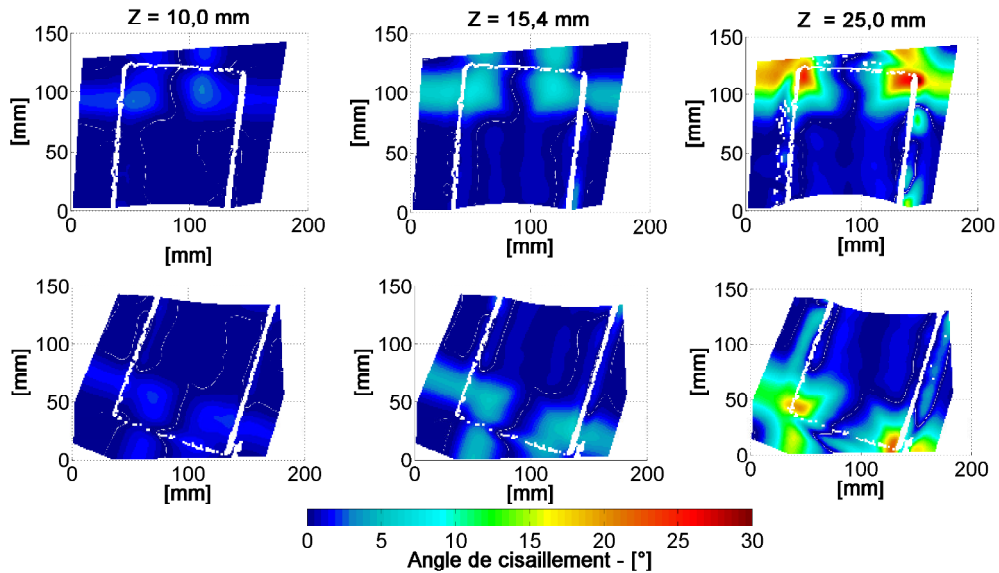


Figure 2.28 – Cartographie de l'angle de cisaillement du renfort textile à trois instants du drapage sur le poinçon "Boite"

La [Figure 2.29] représente l'évolution de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement suivant Z dans la zone de mesure « **Zone 1** » défini en [Figure 2.11c]. On remarque une déformation maximale proche de l'interface avec le serre-flan.

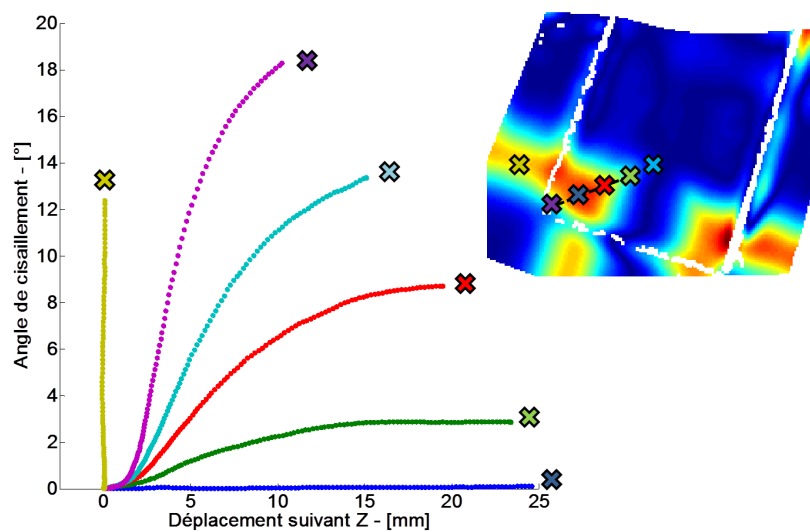


Figure 2.29 – Evolution de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement suivant z de l'outil en plusieurs points de la géométrie parallélépipédique

Dans l'ensemble, le renfort tissé est peu sollicité en cisaillement. L'angle de cisaillement mesuré sur chaque poinçon d'emboutissage reste inférieur à l'angle de blocage en cisaillement.

2.2.4 Évaluation de la mesure du champ de déformation

La distribution de l'angle de cisaillement sur les trois géométries semble conforme à nos attentes et aux éléments issus de la littérature [Allaoui+2011 ; Boisse+2011 ; Capelle+2014]. Néanmoins, afin d'évaluer la mesure issue de la technique de stéréocorrélation d'images, des essais de répétabilité de la mesure ont été menés sur un panel de 5 renforts textiles avec une orientation chaîne illustrée en [Figure 2.11]. L'objectif étant de comparer la distribution de l'angle de cisaillement pour plusieurs essais de drapage effectués sur un même poinçon. Les valeurs de l'angle de cisaillement sont normalisées par rapport à l'angle de cisaillement maximal mesuré dans chaque zone remarquable de la géométrie.

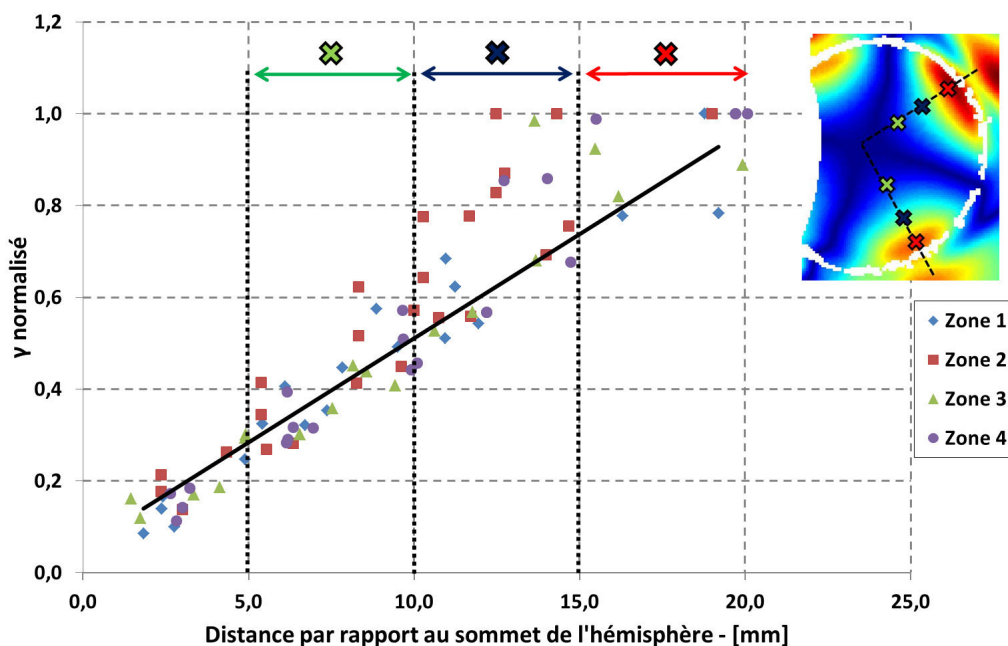


Figure 2.30 – Évolution de l'angle de cisaillement normalisé en fonction de la distance suivant Z par rapport au plan supérieur de la géométrie hémisphérique

Pour l'hémisphère, la [Figure 2.30] présente l'évolution de $\gamma_{normalisé}$ en fonction de la distance par rapport au sommet de la géométrie. Une tendance d'évolution linéaire avec une faible dispersion est observée. Cela confirme à la fois la répartition symétrique du champ de déformation en cisaillement mais aussi une très bonne répétabilité de l'essai.

La dispersion est évaluée à partir du coefficient de détermination en régression linéaire (2.2.10) établi avec les mesures de chaque zone remarquable de la surface de réponse.

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \quad (2.2.10)$$

Avec :

- y_i la valeur de la $i^{\text{ième}}$ mesure
- \hat{y}_i la valeur prédite correspondante
- \bar{y} la moyenne

Reporté dans le [Tableau 2.4], la valeur moyenne de ce coefficient pour l'hémisphère est de 0,88.

Tableau 2.4 – Coefficient de détermination linéaire pour les essais de drapabilité de chaque géométrie

	Coefficient de détermination	R^2
Hémisphère	Zone 1	0,87
	Zone 2	0,83
	Zone 3	0,91
	Zone 4	0,92
Boite	Coin 1	0,81
	Coin 2	0,95
	Coin 3	0,94
	Coin 4	0,93

La situation est comparable pour le poinçon parallélépipédique. L'évolution de l'angle de cisaillement normalisé en fonction de la distance au sommet du poinçon est comparable pour chaque coin [Figure 2.31]. Le modèle basé sur une régression linéaire est en adéquation avec les valeurs expérimentales de l'angle de cisaillement prises en différents points de chaque zone remarquable avec un coefficient de détermination (R^2) supérieur à 0,81.

En ce qui concerne la géométrie tétraédrique, la surface est divisée en trois zones : **face 1**, **face 2** et **face 3**. En raison de la présence de la discontinuité présente en face 1, cette dernière est coupée en deux avec une **section A** et une **section B**. Les valeurs expérimentales de chacune de ces zones sont reportées en fonction de leur position suivant la direction Z par rapport au sommet de la géométrie en [Figure 2.32]. Pour chaque face, on observe un niveau homogène de l'angle de cisaillement avec une valeur moyenne de 26,5° pour les faces **2** et **3** et de 13,9° pour la face **1** section **A** et **B**. L'écart type est inférieur à 2°.

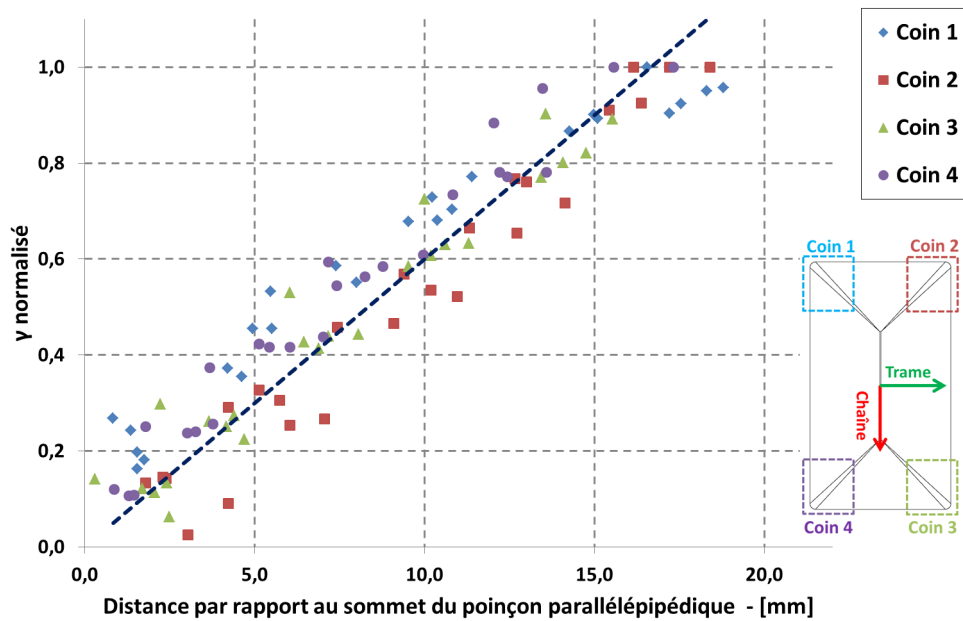


Figure 2.31 – Évolution de l'angle de cisaillement normalisé en fonction de la distance suivant Z par rapport au plan supérieur de la géométrie « parallélépipédique »

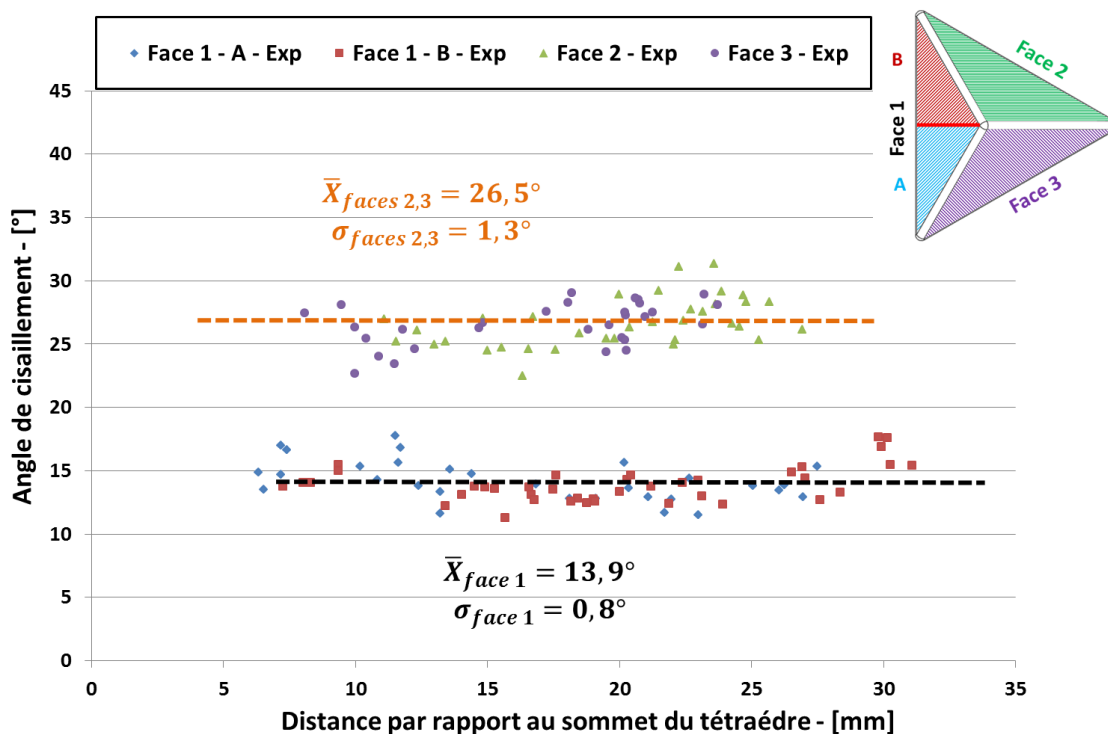


Figure 2.32 – Évolution de l'angle de cisaillement en fonction de la distance suivant Z par rapport au plan supérieur de la géométrie tétraédrique

La mesure des déformations d'un semi-produit tissé par stéréo-corrélation d'images est finalement une technique prometteuse. L'évaluation de la mesure montre une bonne répétabilité des essais pour les trois géométries étudiées. Cependant, cela ne représente pas un argument suffisant pour valider la méthode employée pour évaluer le cisaillement du renfort lors d'un essai de drapage. La mesure de l'angle de cisaillement (dans les zones critiques de chaque poinçon) par une méthode alternative s'avère donc nécessaire pour valider l'utilisation de la mesure de champ par stéréo-corrélation d'images. La mesure ponctuelle en plusieurs points de croisement des réseaux chaîne et trame devraient permettre d'établir une comparaison avec les valeurs expérimentales obtenues dans le cadre des travaux de thèse. Néanmoins, cette méthode est insuffisante pour valider complètement la mesure par stéréo-corrélation en raison de l'erreur de mesure importante. Il serait envisageable d'utiliser une méthode de grille déjà validée dans ce type de mesures [Lomov+2008 ; Vanclooster+2009]. L'application d'un marquage en surface ou l'utilisation de fils traceurs intégrés dans le renfort constituent deux solutions pouvant convenir à une méthode de grille.

2.3 Simulation du drapage à partir de la méthode du filet

*Cette section aborde la simulation du drapage de la préforme textile pour les trois géométries étudiées. L'objectif étant de vérifier s'il y a bien une convergence de la distribution du champ d'angle de cisaillement issu de l'expérience avec un modèle basé sur « la méthode du filet » présentée dans le **Chapitre 1**. Ceci reste tout de même une première approche du drapage puisque le comportement mécanique du semi-produit n'est pas pris en compte. Cette méthode permet néanmoins d'établir une première base de comparaison de la distribution de l'angle de cisaillement entre le drapage expérimental et simulé.*

2.3.1 Méthode

Les simulations ont été effectuées grâce au module **QuickForm** du logiciel **PAM-RTM ESI Group**. Chaque géométrie de poinçon a été maillée sur la surface puis importée dans **PAM-RTM**. Pour chaque géométrie, le noeud de drapage est positionné au sommet respectif de chaque poinçon. Les directions principales correspondant aux directions chaîne et trame du renfort tissé sont également paramétrées dans le modèle et respectent celles définies en [Figure 2.11]. Le renfort est modélisé par un quadrillage avec une distance entre deux noeuds de réseau chaîne/trame voisins de 2,5mm.

2.3.2 Hémisphère

Le champ de l'angle de cisaillement, visible en [Figure 2.33], est organisé autour de deux plans de symétrie. Les zones fortement cisailées sont localisées sur quatre zones de l'hémisphère. Cette distribution spatiale de l'angle de cisaillement est conforme à celle obtenue lors des essais expérimentaux.

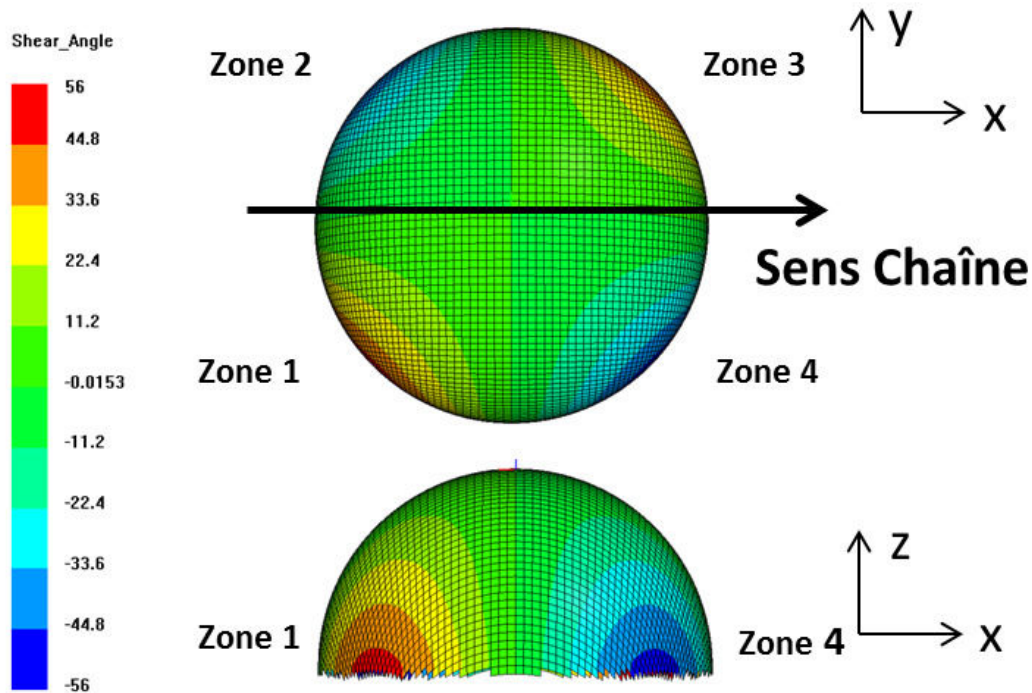


Figure 2.33 – Cartographie de l'angle de cisaillement obtenue par simulation de l'emboutissage du renfort sur la géométrie hémisphérique

Des valeurs de l'angle de cisaillement, prises dans chaque zone remarquable de la surface de réponse numérique, sont comparées avec la réponse expérimentale. Les écarts relatifs entre les réponses expérimentale et numérique, reportés dans le [Tableau 2.5], montre une forte divergence des valeurs d'angle de cisaillement.

Tableau 2.5 – Écart relatif des angles de cisaillement issus des essais expérimentaux et de la simulation pour la géométrie hémisphérique

H [mm]	Ecart relatif - [%]			
	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4
5	36,4 %	33,4 %	93,1 %	59,9 %
10	25,9 %	48,8 %	77,7 %	65,4 %
15	15,4 %	50,0 %	62,3 %	70,8 %

2.3.3 Parallélépipède à congés d'arête

La [Figure 2.34] présente la distribution de l'angle de cisaillement pour la géométrie parallélépipédique. La répartition de l'angle de cisaillement obtenu par simulation du drapage est représentative de la réponse expérimentale avec l'apparition des extremums sur les congés d'arêtes. On retrouve notamment une organisation du champ suivant deux plans de symétrie passant par le centre de la géométrie dont les directions sont respectivement parallèles aux directions chaîne et trame du renfort tissé. Par ailleurs, dans la simulation, le renfort est embouti sur la totalité de la surface de l'outil expliquant les valeurs élevées de l'angle de cisaillement aux extrémités de la surface de réponse ($88,6^\circ$). La comparaison se fait uniquement sur la partie haute du poinçon délimitée par l'intervalle $[45 \text{ mm} - 65 \text{ mm}]$ soit une distance par rapport au sommet comprise entre 0 mm et 20 mm .

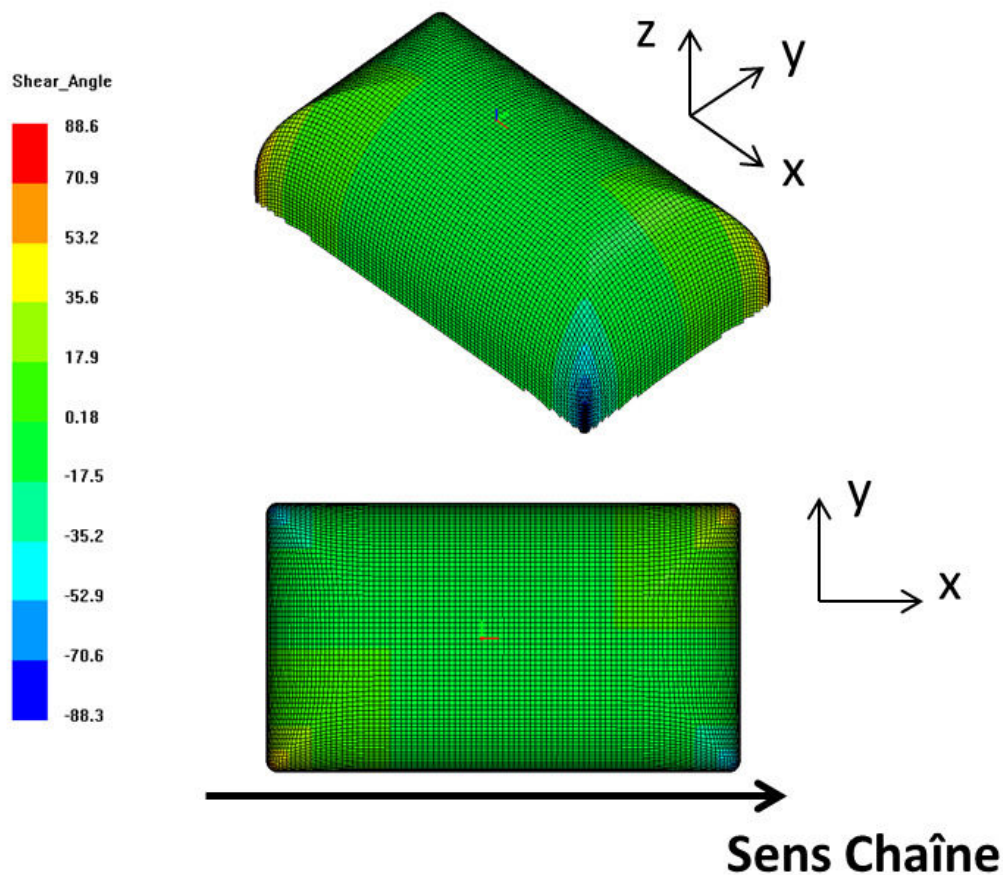


Figure 2.34 – Cartographie de l'angle de cisaillement obtenue par simulation de l'emboutissage du renfort sur la géométrie parallélépipédique

Les valeurs de l'angle de cisaillement issues de la simulation sont extraites en plusieurs points appartenant au congé d'arêtes du poinçon pour être comparées à celles obtenues

expérimentalement. La [Figure 2.35] présente l'évolution de l'angle de cisaillement obtenu à partir du modèle et de la mesure expérimentale. Ces points de mesure sont issus d'une zone matérialisée par une ligne rouge sur le schéma représentatif du poinçon.

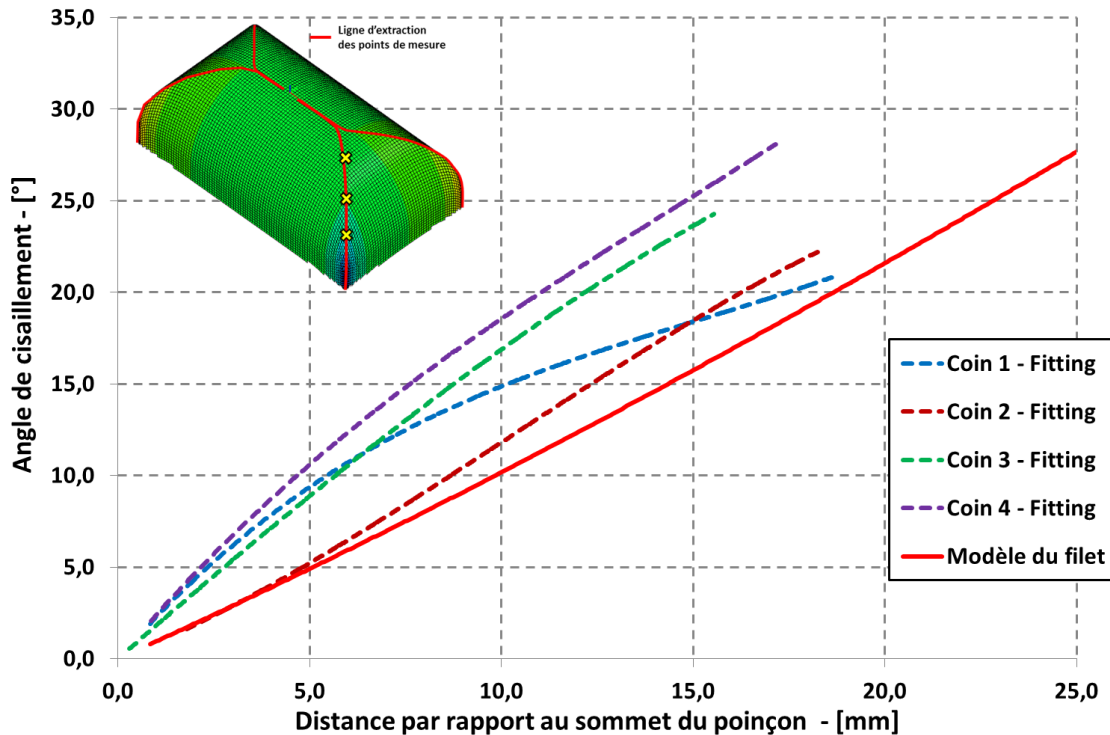


Figure 2.35 – Angle de cisaillement en fonction de la distance au sommet pris dans les zones remarquables de la géométrie parallélépipédique - Comparaison avec les valeurs obtenues par simulation de l'emboutissage de la préforme textile sous PAM-RTM QuickForm

Bien que la tendance d'évolution des courbes soit semblable, on constate un écart important entre les valeurs numériques et expérimentales. Les écarts relatifs calculés pour trois hauteurs (**H**) et reportés dans le [Tableau 2.6] sont bien supérieurs à 10 % à l'exception du **coin 2** avec seulement 6,4 % lorsque H vaut 5,0 mm.

Tableau 2.6 – Écart relatif des angles de cisaillement issus des essais expérimentaux et de la simulation pour la géométrie parallélépipédique

H [mm]	Ecart relatif - [%]			
	Coin 1	Coin 2	Coin 3	Coin 4
5	91,0 %	6,4 %	80,8 %	115,7 %
10	46,5 %	16,5 %	66,4 %	82,1 %
15	17,6 %	18,0 %	51,0 %	59,8 %

2.3.4 Tétraèdre

La distribution de l'angle de cisaillement, issue de la simulation et représentée en [Figure 2.36], correspond à celle obtenue par stéréo-corrélation d'images. On retrouve les discontinuités visibles parcourant chaque face de leur base au sommet de la géométrie. Dans ces zones particulières, la géométrie des mailles est peu modifiée en raison du noeud de drapage positionné au sommet de la géométrie et de l'orientation du renfort. L'effet du cisaillement y est limité.

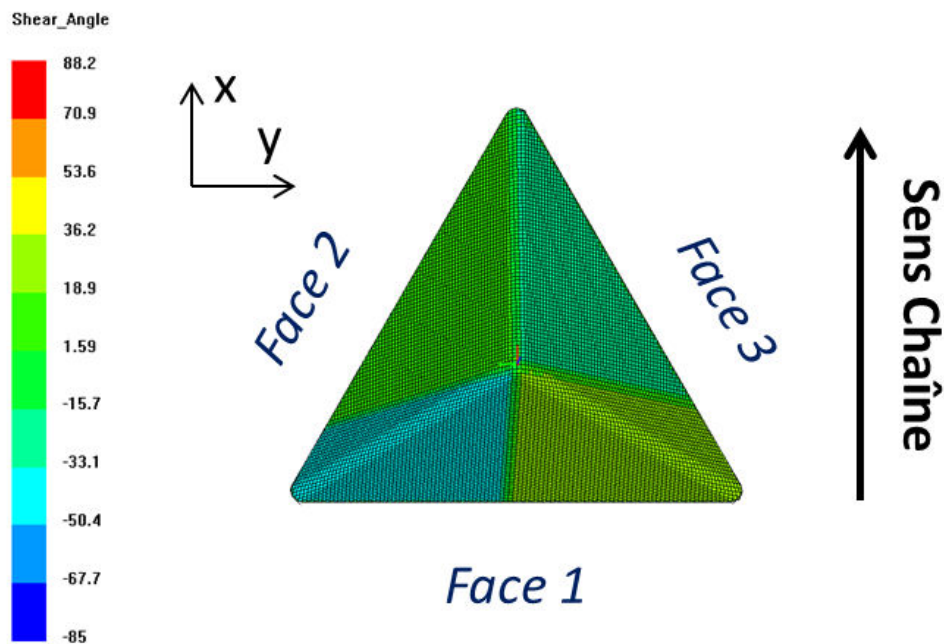


Figure 2.36 – Cartographie de l'angle de cisaillement obtenue par simulation de l'emboutissage du renfort sur la géométrie tétraédrique

Les valeurs d'angle de cisaillement issues des essais expérimentaux et de la simulation sont reportées dans le [Tableau 2.7]. L'écart essai/modèle est supérieur à 50 % sur chacune des faces. L'angle de cisaillement maximal se trouve sur la face 1 et non plus sur les faces 2 et 3 comme il a été constaté sur les essais expérimentaux. Il est clair que l'approche géométrique est insuffisante pour approximer le niveau de cisaillement en tout point de la géométrie. Par ailleurs, au niveau des discontinuités les effets de tension ne sont pas pris en compte.

La simulation de l'emboutissage du renfort textile à partir de « la méthode du filet » permet d'évaluer géométriquement la déformation de la préforme textile lors son emboutissage sur le poinçon. La distribution de l'angle de cisaillement obtenu grâce au modèle pour chaque géométrie de poinçon est représentative de celui déterminé par stéréo-corrélation d'images . Cependant, du fait de la non-prise en compte du comportement

Tableau 2.7 – Écart relatif des angles de cisaillement issus des essais expérimentaux et de la simulation pour la géométrie tétraédrique

	Face 1 - A	Face 1 - B	Face 2	Face 3
γ_{Exp}	13,8°	13,9°	26,8°	26,3°
γ_{num}	29,2°	31,7°	16,7°	13,5°
Écart relatif	52,6 %	56,2 %	60,6 %	95,1 %

mécanique du matériau, des écarts importants sont constatés. Le comportement non-linéaire du renfort en cisaillement doit être pris en compte si l'on souhaite s'approcher davantage de la réponse expérimentale.

2.4 Bilan intermédiaire

La caractérisation de la préforme textile comélé C/PPS par l'essai « bias extension test » a permis d'établir son comportement en cisaillement et d'évaluer sa capacité en déformabilité. Avec un angle de cisaillement au blocage mesuré à 52°, ce semi-produit est particulièrement adapté pour des opérations d'emboutissage à froid sur des moules à géométrie complexe.

Des essais de drapage forcé, avec utilisation d'un serre-flan, sur des poinçons à géométrie « double courbure » ont validé la faisabilité de mise en forme du renfort textile. L'essai est couplé à une instrumentation par stéréo-corrélation d'images afin d'évaluer, à chaque instant du drapage, les champs de déformation du renfort sur toute la surface de la géométrie. L'angle de cisaillement est déduit du tenseur des déformations de Green-Lagrange et est comparé à celui déterminé par l'essai « bias extension test ». La convergence des résultats avec une méthode de corrélation d'images, appliquée notamment par Morestin [Morestin+2008], a permis de valider la méthode.

Les essais de drapabilité sur les trois géométries ont permis d'établir les cartographies de l'angle de cisaillement et d'identifier les zones fortement sollicitées. La simulation du drapage à partir d'un modèle géométrique (méthode du filet) vérifie la distribution de l'angle de cisaillement pour chaque géométrie étudiée. Néanmoins, des écarts importants ont été constatés pour la géométrie tétraédrique.

Pour poursuivre ses travaux, une analyse plus fine des champs de déformation établis lors des essais de drapage par stéréo-corrélation d'images est nécessaire afin de prendre en compte les autres modes de comportement en déformation du renfort textile (flexion, tension...). Cela passe également par la caractérisation complète du comélé C/PPS à fibres craquées. Ces éléments permettront de simuler le drapage du renfort sur le poinçon et dans la partie plane avec un modèle tenant compte des propriétés du matériau.

Relations microstructure / propriétés mécaniques des plaques composites C/PPS

3.1	Les matériaux de l'étude	102
3.2	Mise en œuvre de plaques composites par consolidation autoclave	105
3.2.1	Description de la méthode de mise en oeuvre des plaques composites	105
3.2.2	Définition des cycles de consolidation	107
3.2.3	Les problématiques liées à la bâche à vide	109
3.2.3.1	Étanchéité de la bâche à vide	109
3.2.3.2	Incapacité du tissu drainant à remplir son rôle d'évacuation de l'air dans la poche à vide	112
3.2.4	Bilan des essais de consolidation	113
3.3	Les méthodes de caractérisation appliquées à l'analyse des plaques composites	116
3.3.1	Caractérisation mécanique des plaques composites	116
3.3.1.1	Traction sens chaîne et trame	117
3.3.1.2	Compression	118
3.3.1.3	Flexion 3 points	119
3.3.1.4	Cisaillement interlaminaire - CIL	119
3.3.2	Analyse microstructurale des stratifiés composites	120
3.3.2.1	Dissolution chimique	120
3.3.2.2	Analyse morphologie des porosités par CT-scan	120
3.4	Microstructure et propriétés mécaniques	125
3.4.1	Analyse de la microstructure	125

3.4.1.1	Plaque poudrée PORCHER	125
3.4.1.2	Plaque comélé SCHAPPE	130
3.4.1.3	Écart dans l'estimation du taux de porosité par dissolution chimique et par CT-scan	135
3.4.1.4	Comparaison des deux typologies de plaques	136
3.4.2	Résultats des essais mécaniques	136
3.5	Influence du cycle de consolidation sur les porosités et les propriétés mécaniques	143
3.5.1	Influence du cycle de consolidation sur la santé matière du composite	143
3.5.1.1	Effet de la pression externe	144
3.5.1.2	Effet du niveau de vide	144
3.5.1.3	Effet du temps de consolidation	145
3.5.1.4	Stratégie dans la définition du cycle autoclave	146
3.5.2	Sensibilité des propriétés mécaniques au taux volumique de porosité dans le stratifié	147
3.5.3	Prise en compte de la morphologie des porosités dans l'évolution des performances mécaniques	150
3.6	Bilan intermédiaire	154

Après la phase de drapage du renfort textile vient l'étape de mise en oeuvre du matériau par consolidation afin d'obtenir la pièce finale. Utilisé majoritairement pour la fabrication de pièces composites à matrice thermodurcissable, l'autoclave est également utilisé pour consolider les pièces structurales aéronautiques après dépose manuelle ou automatique de préimprégnés unidirectionnels. Une plage de viscosité des thermoplastiques à la température de mise en oeuvre comprise entre 100,0 Pa.s et 1000,0 Pa.s alors que celle des polymères thermodurcissables n'excède pas les 10,0 Pa.s [Klinkmüller+1994] et des températures de mise en oeuvre supérieures à celles des matrices thermodurcissables conduisent à des difficultés supplémentaires lors de la consolidation des composites thermoplastiques. Le procédé de consolidation par autoclave est toutefois peu utilisé pour la mise en oeuvre de semi-produits peu imprégnés tels que ceux envisagés dans cette étude pour la réalisation de pièces composites complexes à matrice thermoplastique. En effet, une imprégnation plus difficile du renfort textile peut engendrer des porosités dans le matériau composite.

L'objectif de ce chapitre est, dans un premier temps, d'évaluer l'influence du cycle de consolidation en autoclave sur la microstructure de plaques composites consolidées et d'identifier les paramètres clés permettant d'optimiser le procédé de mise en oeuvre.

Dans un deuxième temps, ce chapitre étudie la relation matériau / propriétés mécaniques des stratifiés composites. Effectivement, pour des pièces complexes non structurales, les exigences en termes de performances mécaniques sont moins élevées que celles des pièces structurales. Le taux volumique critique de porosité acceptable n'est donc pas assujéti à celui fixé dans les normes aéronautiques à 2,0 % et peut atteindre les 7,0 % suivant les performances mécaniques recherchées.

3.1 Les matériaux de l'étude

Dans une démarche d'étude de faisabilité de mise en oeuvre par autoclave de composites thermoplastiques renforcés fibres de carbone, deux semi-produits ont été retenus : le poudré Pipreg C/PPS de la société Porcher Industries [Figure 3.1] et le comélé C/PPS de la société Schappe Techniques [Figure 3.3]. Les principales caractéristiques de ces deux semi-produits sont détaillées dans le [Tableau 3.1].

Tableau 3.1 – Propriétés générales des deux semi-produits

		Tissu poudré <i>Porcher Industries</i>	Tissu comélé <i>Schappe Techniques</i>
Référence produit		3106-1250P2353	90163P
Armure		5 H Satin	5 H Satin
Type de renfort		3 K HS	3 K HS
Masse surfacique du renfort	$[g/m^2]$	285	281
Masse surfacique du polymère	$[g/m^2]$	216	188
Masse volumique des fibres	$[g/cm^3]$	1,77	1,75
Masse volumique de la matrice	$[g/cm^3]$	1,35	1,41
Épaisseur théorique d'un pli	$[mm]$	0,317	0,297
Fraction volumique en fibre	$[%]$	51	55

Ces deux semi-produits, de par leurs structures, sont deux candidats intéressants pour mettre en oeuvre des plaques composites par consolidation en raison de la faible distance nécessaire à la matrice pour imprégner totalement le renfort.

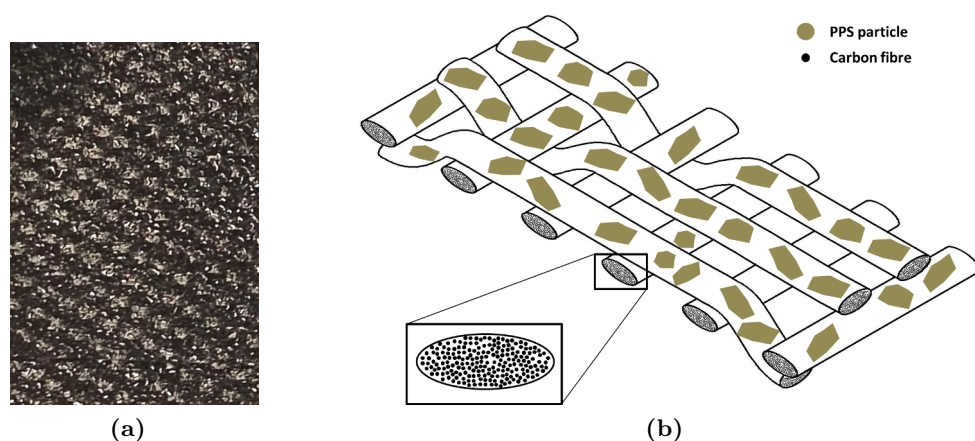


Figure 3.1 – Poudré C/PPS Pipreg Porcher Industries :
(a) Échantillon de ce semi-produit - (b) Schématisation de la structure poudrée

Dans le cas du renfort poudré Porcher, le polymère est appliqué en surface du renfort sous forme de "petites" gouttes. Cette méthode d'intégration du polymère favorise l'imprégnation interpli. Les micrographies pour le cas d'un renfort poudré à matrice PPS

[Figure 3.2] montrent que ces particules s'étalent en surface du renfort. On peut également souligner l'absence d'imprégnation du renfort par la matrice lors de l'élaboration du semi-produit. Cela signifie que lors de la mise en oeuvre du composite, une partie de la matrice va venir imprégner le renfort et les mèches de fibres de carbone. Une problématique de ce semi-produit est l'imprégnation à coeur des mèches en raison de la distance que la matrice doit parcourir pour imprégner ces zones.

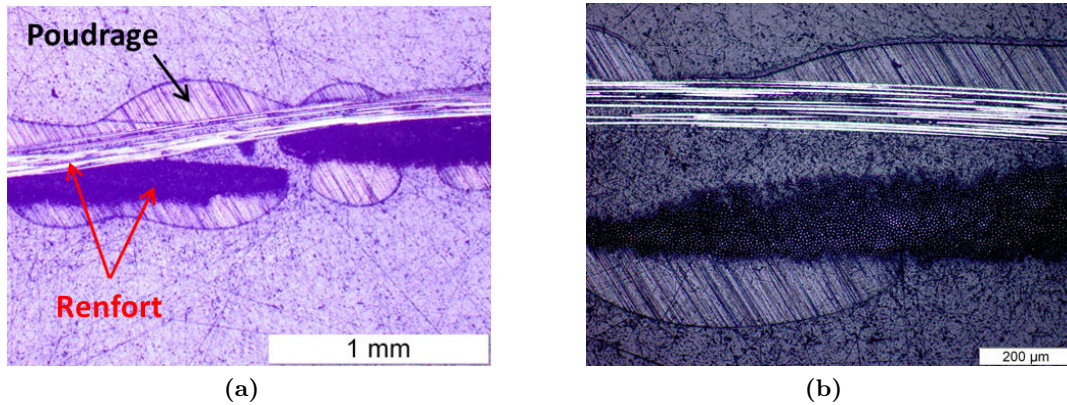


Figure 3.2 – Micrographie d'un pli de semi-produit poudré PORCHER à matrice PPS : (a) Observation x25 (b) Observation x100

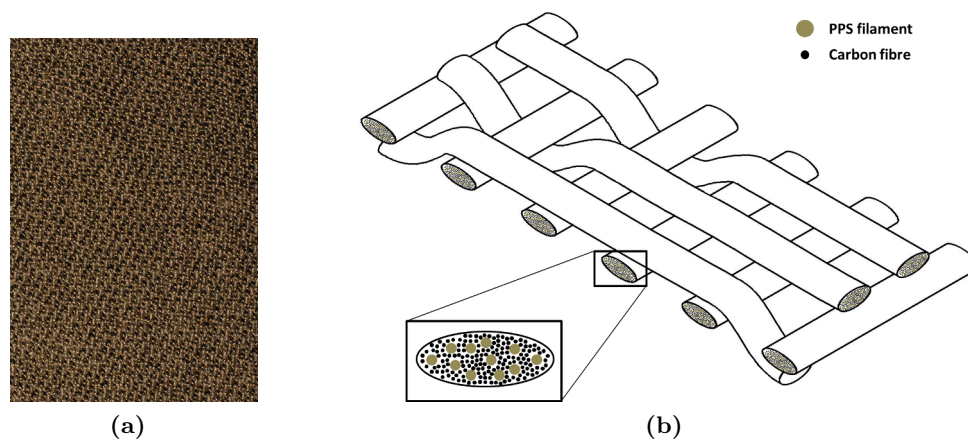


Figure 3.3 – Comélé C/PPS Schappe Techniques :
(a) Echantillon de ce semi-produit - (b) Schématisation de la structure comélé

Dans le cas du semi-produit comélé, la matrice est intégrée sous la forme de filaments directement au niveau des mèches du renfort. Des fibres de carbone craquées constituent le renfort. La [Figure 3.4] détaille, à travers des images de microscopies optiques, la vue de coupe d'un pli du semi-produit comélé (a) avec des agrandissements des mèches sens longitudinal et transverse. La micrographie x100 en (b) détaille la structure du fil de guipage constitué de filaments de polymère. Ce fil de guipage assure le maintien de la mèche [Bernet+2001]. Un grossissement x200 permet de distinguer les fibres de carbone

($\varnothing_{moyen} = 7,0 \mu m$) et les filaments de PPS ($\varnothing_{moyen} = 20,0 \mu m$) contenus dans une mèche. Le ratio entre le nombre de fibres de carbone et de filament de PPS est de $\frac{1}{6}$. Ces micrographies permettent également d'apprécier le niveau de comélage assez inégal au sein de la mèche de l'ensemble renfort carbone/polymère. L'observation en (c) montre une répartition non homogène des deux ensembles avec des zones d'agglomération des fibres de carbone. Néanmoins l'imprégnation à cœur, grâce à cette stratégie, est grandement favorisée au détriment de l'imprégnation interpli. Par ailleurs, comme il a été constaté dans le chapitre précédent, ce matériau est adapté pour fabriquer des pièces à géométries complexes du fait de sa haute drapabilité.

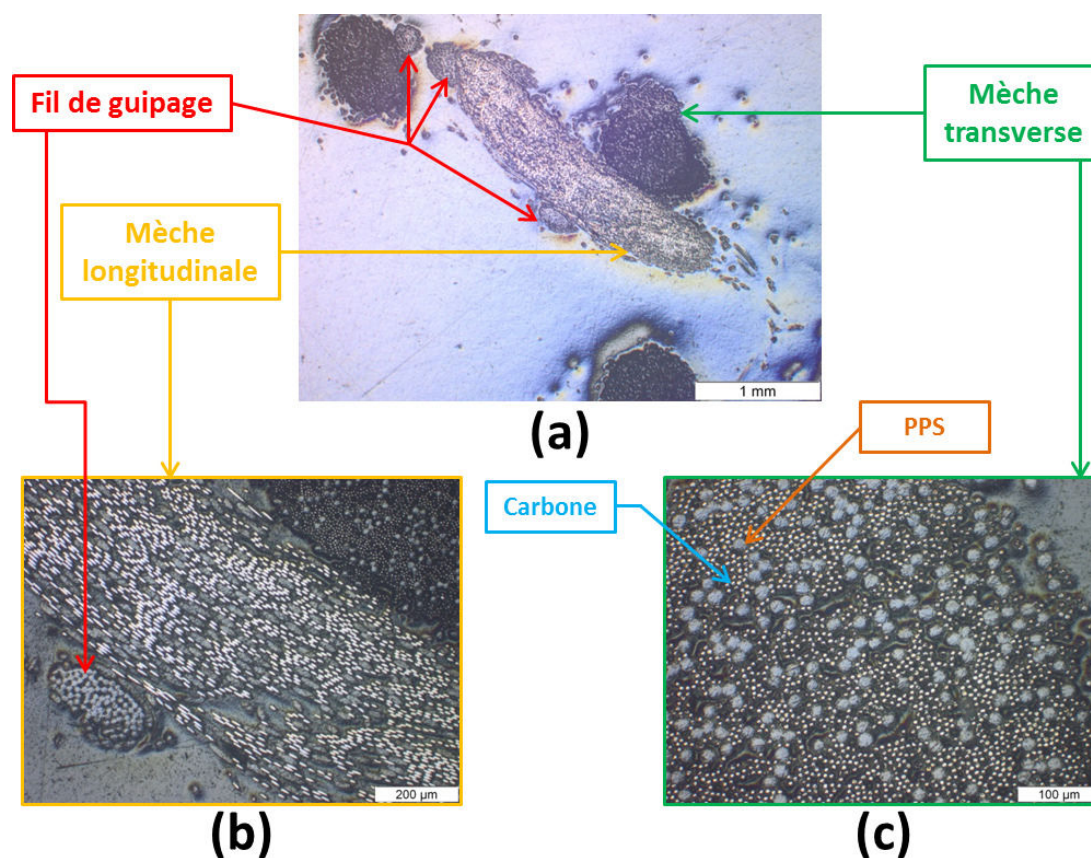


Figure 3.4 – Micrographies d'un échantillon du semi-produit comélé C/PPS : (a) Vue de coupe du renfort - Grossissement x25 (b) Mèche sens longitudinal avec fil de guipage - Grossissement x100 (c) Vue de coupe d'une mèche - Grossissement x200

Ces deux semi-produits, bien qu'ils soient comparables en termes d'armature et de type de renfort, n'auront pas la même santé matière pour un même cycle de consolidation en raison de l'intégration du polymère par poudrage dans l'un et par voie comélage dans l'autre. Ces différences au niveau de la microstructure vont induire des écarts dans leurs propriétés mécaniques respectives.

3.2 Mise en œuvre de plaques composites par consolidation autoclave

Dans cette section est détaillée la méthode de fabrication des plaques composites à partir des semi-produits poudrés et comelés par consolidation en autoclave.

3.2.1 Description de la méthode de mise en oeuvre des plaques composites

Les plaques composites sont constituées de 6 plis de semi-produits de $400 \times 300 \text{mm}^2$ avec une séquence d'empilement de $[0^\circ]_6$. L'orientation $[0^\circ]$ correspond à la direction du renfort sens chaîne autrement dit, la direction de déroulement du rouleau de renfort textile. L'épaisseur totale du stratifié visée est de $1,9 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ avec le semi-produit poudré et de $1,8 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ avec le comélé. Les plis de semi-produit sont disposés dans un empilement, présenté en coupe [Figure 3.5], qui détaille les différents sous-ensembles utilisés pour la consolidation. Les 6 plis de semi-produits (1) sont placés entre deux plaques en Kovar (2) (cf. Annexe B) afin de limiter les déformations résiduelles après élaboration liées à la non-symétrie miroir de l'empilement. Un film polyimide (3) est utilisé comme séparateur de l'ensemble tissu/plaque Kovar pour favoriser le démoulage de la plaque composite en fin de procédé.

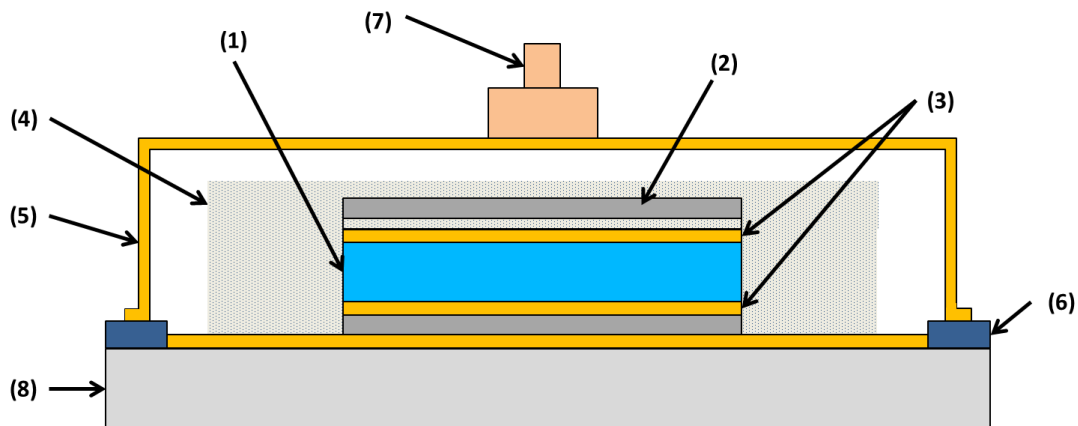


Figure 3.5 – Schéma en coupe de l'empilement utilisée pour la mise en œuvre en autoclave des plaques composites

Plusieurs couches de feutre drainant (AIRWEAVE® UHT 800) (4) sont disposées en périphérie et au-dessus des empilements de renfort textile [Figure 3.6]. L'objectif est de permettre un premier compactage des plis et de réduire le nombre de bulles d'air retenues dans le stratifié durant la phase d'imprégnation. Un « cadre périphérique » constitué de deux épaisseurs de grilles en acier, entourées d'un feutre drainant en verre tissé, vient compléter l'ensemble afin de maintenir le vide sous la bâche.

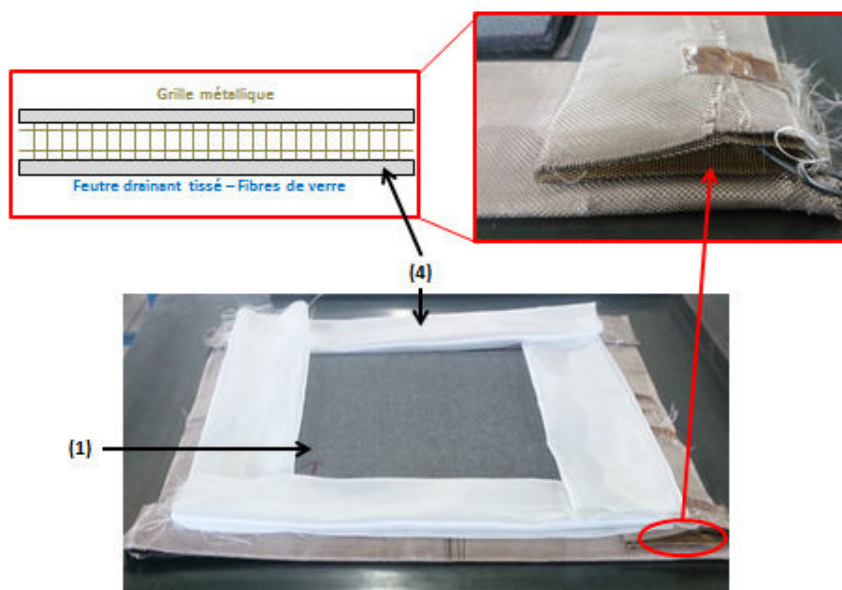


Figure 3.6 – Configuration du tissu drainant utilisé pour l'évacuation de l'air présent dans le renfort textile

L'ensemble est isolé de l'environnement extérieur par un film en PTFE (5) de désignation VB-3 (Cytec). Une des bâches utilisées dans le cadre de cette campagne est visible en [Figure 3.7].

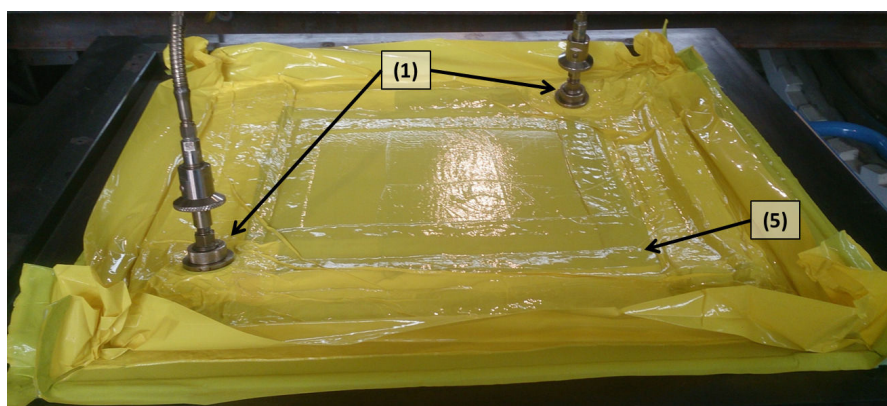


Figure 3.7 – Vue de surface de la bâche à vide en film PTFE (VB-3) en cours de mise sous vide

Sa température maximale de service est de 315 °C et son taux d'élongation à rupture est suffisamment grand pour prévenir d'éventuelles ruptures (500%). L'ensemble est posé sur un outillage plat en acier (8). L'étanchéité est faite avec un mastic haute température (A-800-3G) (6) développé par la société Airtech. L'évacuation de l'air contenu dans la poche à vide se fait via une valve (VAC VALVE 409SS HTR - [Airtech]) installée directement sur le film en PTFE (7). Une deuxième valve est installée pour

pouvoir mesurer la pression interne et suivre l'évolution du niveau de vide dans la bache au cours de la consolidation. Un agent de démoulage (Frekote 700N) est également appliqué sur toutes les surfaces métalliques et sur les films en polyimide directement en contact avec le renfort textile.

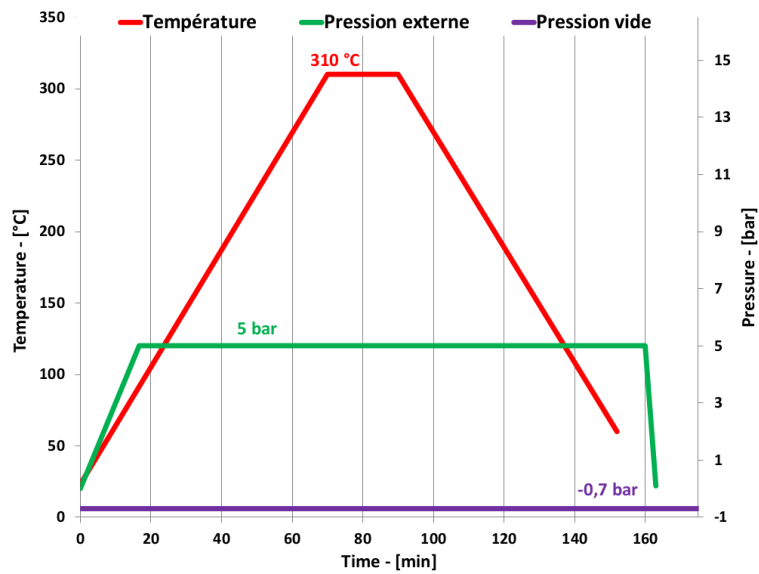
Les plaques ont été fabriquées soit en autoclave soit en étuve Nabertherm® pour les essais ne nécessitant pas l'utilisation d'une pression externe pour consolider les plaques composites. Les données techniques des moyens de mise en oeuvre sont détaillées dans le [Tableau 3.2].

Tableau 3.2 – Données techniques des moyens utilisés pour la mise en oeuvre des plaques composites

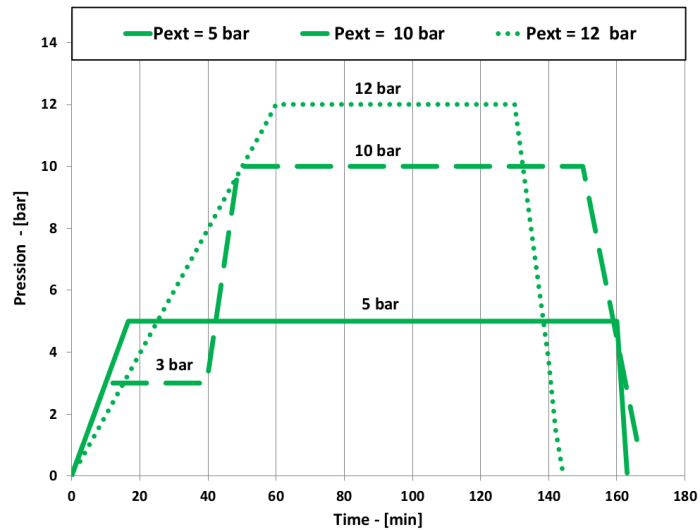
	Autoclave Récaéro	Autoclave ECA	Étuve
Dimension	$\phi = 2,0$ m	$\phi = 1,0$ m	L = 2,0 m
	L = 3,0 m	L = 1,5 m	l = 1,2 m
			H = 2,0 m
Température maximale	450 °C	450 °C	450 °C
Pression externe maximale	2,5 MPa	2,0 MPa	N/A

3.2.2 Définition des cycles de consolidation

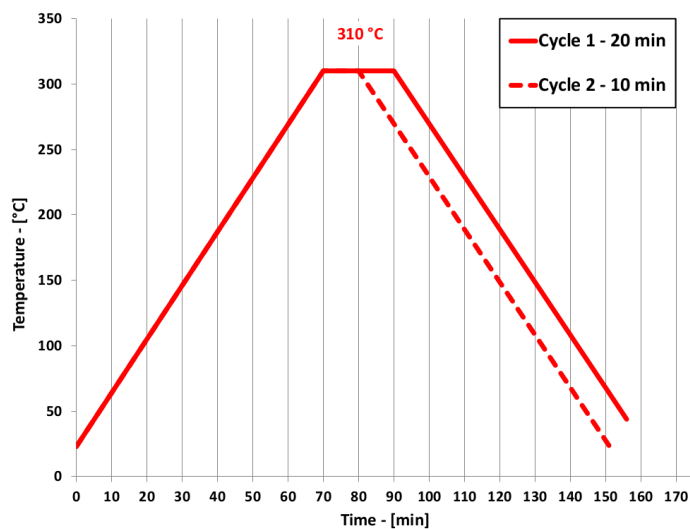
Un cycle autoclave est défini par plusieurs paramètres qui ont été rappelés dans le **Chapitre 1**. Afin d'obtenir des plaques composites à différents niveaux de porosité, une campagne d'essai de consolidation a été définie. La durée du palier de consolidation, la pression autoclave et le niveau de vide dans la bache ont été considérés comme les paramètres ajustables et mesurables du cycle de mise en oeuvre. La température de consolidation (315°C) ainsi que les vitesses de chauffage ($\sim +6^{\circ}\text{C}/\text{s}$) et de refroidissement ($\sim -5^{\circ}\text{C}/\text{s}$) sont restées constantes pour l'ensemble des plaques élaborées. Le profil du cycle réel de température est proche de celui de la consigne : une série de thermocouples placés sur et dans la bache ont permis de le vérifier. La [Figure 3.8a] représente un cycle autoclave type utilisé pour la fabrication des plaques composites. Dans ce cas de figure, la durée du palier de consolidation à 310°C est de 20 min, le niveau de vide consigne est de $-0,07$ MPa et la pression externe est de $0,5$ MPa avec une application dès le début du cycle. Les figures [Figure 3.8b] et [Figure 3.8c] présentent les différentes configurations étudiées en pression externe (P_{Ext}) et en durée de palier de consolidation (t_{palier}). Plusieurs niveaux de pression externe ont été testés afin de générer plusieurs taux de compaction et taux volumiques en fibres : $0,5$ MPa, $1,0$ MPa, $1,2$ MPa et $1,7$ MPa. Plusieurs durées de consolidation comprises dans l'intervalle [10 min – 25 min] ont été étudiées. La pression sous la bache ($P_{interne}$) est mesurée en temps réel afin d'évaluer l'évolution du niveau de vide pendant les différentes phases du cycle autoclave.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.8 – Cycle de consolidation en autoclave :
 (a) Cas général d'un cycle autoclave
 (b) Valeur de la pression externe et de sa condition d'application
 (c) Variation du temps de consolidation

Le [Tableau 3.3] récapitule les paramètres cycles utilisés pour chaque plaque consolidée. Les valeurs de pressions internes maximales atteintes y sont également reportées.

Tableau 3.3 – Les cycles de mise en oeuvre des plaques composites : - **A** pour les plaques constituées de plis poudrés - **B** pour les plaques constituées de plis comelés

Réf	P_{vide} consigne [MPa]	Pression interne maximale [MPa]	t_{palier} [min]	P_{Ext} [MPa]	Conditions d'application de P_{Ext}
A1	-0,07	+0,06	10	0,5	Pendant
A2	-0,07	+0,06	10	1,2	tout le cycle
A3	-0,07	-0,01	10	0,5	A $T \sim 290^\circ C$
A4	-0,04	Étanchéité rompue*	20	1,7	$P_1 = 0,3 MPa$ puis $P_2 = P_{Ext}$ à $T \sim 260^\circ C$
A5	-0,06	-0,04	10	0	$N \setminus A$
A6	-0,06	-0,04	20	0	$N \setminus A$
B1	-0,07	+0,06	10	0,5	Pendant
B2	-0,07	+0,06	10	1,2	tout
B3	-0,07	+0,06	20	0,5	le cycle
B4	-0,04	Étanchéité rompue*	20	1,7	$P_1 = 0,3 MPa$ puis
B5	-0,08	+0,01	25	1,0	$P_2 = P_{Ext}$ à $T \sim 260^\circ C$

* indique que le niveau de vide dans la bache a été perdu suite à un défaut d'étanchéité

Pour les plaques **A4**, **B4** et **B5**, des paliers intermédiaires en pression de $P_1 = 0,3 MPa$ ont été appliqués pour assurer une première compaction du renfort. Le deuxième palier de pression ($P_2 = P_{ext}$) est atteint pour une température d'environ $260^\circ C$ dans la bache.

3.2.3 Les problématiques liées à la bache à vide

3.2.3.1 Étanchéité de la bache à vide

Un des problèmes récurrents dans la mise en oeuvre des plaques composites à matrice thermoplastique vient de la difficulté à maintenir un niveau de vide satisfaisant au sein de la bache tout au long du cycle autoclave. Le [Tableau 3.3] indique que la valeur consigne de $-0,07 MPa$ n'est respectée pour aucun des essais. Le vide est même totalement perdu pour les plaques **A4** et **B4**. Seules les plaques **A3**, **A5** et **A6** ont été obtenues avec une pression interne inférieure à la pression atmosphérique tout au long du procédé. Pour les plaques restantes, une pression interne positive ($\geq P_{atm}$) pouvant atteindre les $0,06 MPa$ est mesurée. Lors de consolidations en étuve, c'est-à-dire en l'absence d'application de pression externe, il a été observé une diminution du niveau de vide au cours du chauffage pour ensuite se stabiliser à une valeur intermédiaire lors de la phase de consolidation. Le constat est le même pour les cycles de consolidation en autoclave avec, pour les plaques **A3** et **B5**, une variation du niveau de vide au cours du temps [Figure 3.9] et [Figure 3.10]. L'augmentation combinée de la température et de la pression externe

sur la bûche entraîne une augmentation de la pression interne (cf. ①) . Tout comme pour les essais en étuve, ce niveau se stabilise durant le palier de consolidation (cf. ②). Finalement, le niveau de vide augmente à nouveau lors de l'amorçage du refroidissement de l'autoclave. Il redevient, en fin de mise en oeuvre, quasiment identique à sa valeur initiale en début de cycle, c'est-à-dire lorsque $T = T_{ambiant}$ et $P_{ext} = 0$ MPa.

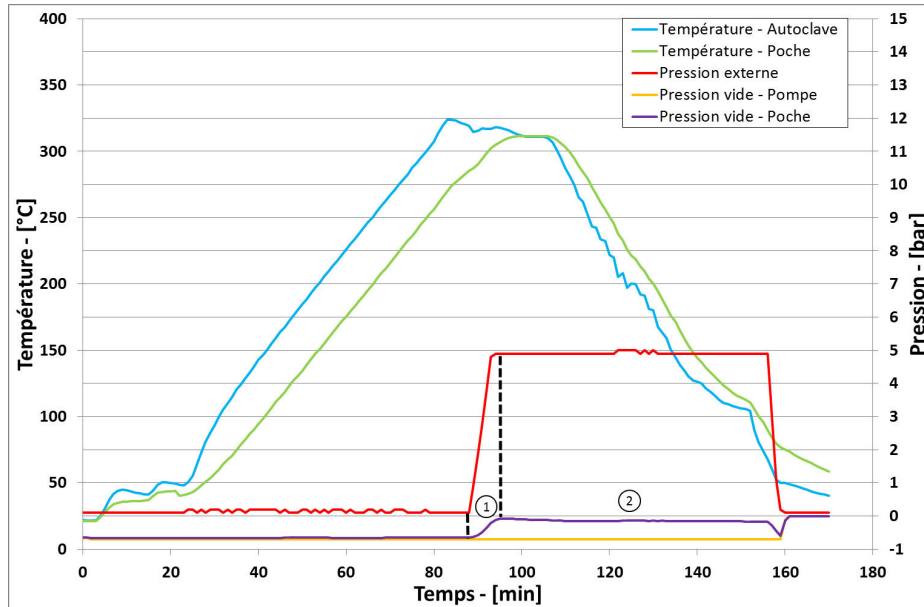


Figure 3.9 – Cycle réel de mise en oeuvre de la plaque poudrée A3

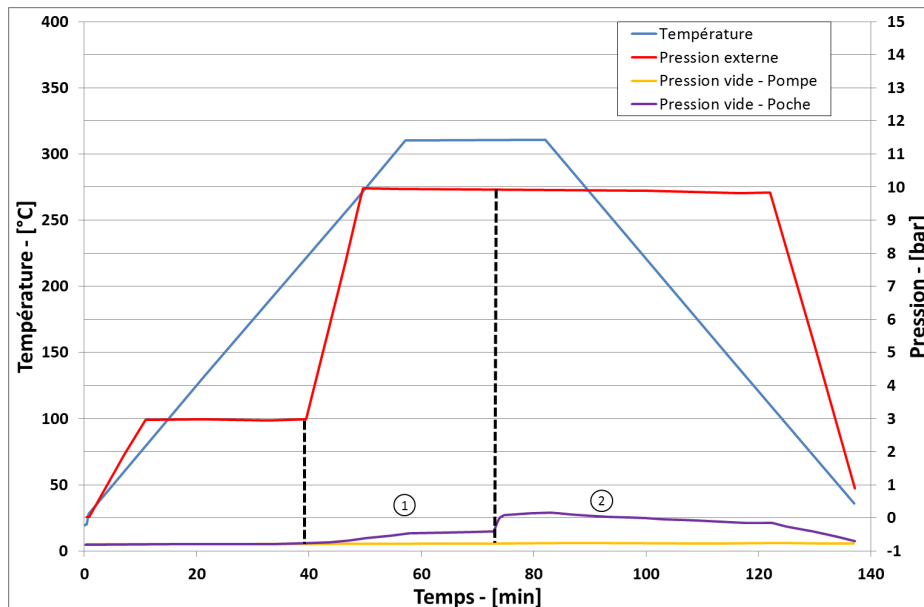


Figure 3.10 – Cycle réel de mise en oeuvre de la plaque comélée B5

Pour les plaques **A4** et **B4**, dont le cycle autoclave est représenté en [Figure 3.11], cette perte de vide arrive au cours de l'application progressive de la pression externe

finale (1,7 MPa). Elle s'explique par un défaut d'étanchéité au niveau de la bâche à vide au cours du cycle caractérisé par la montée très rapide (+0,025 MPa/min) de la pression à l'intérieur de la bâche. L'origine de ce défaut vient du choix des produits d'environnement utilisés pour fabriquer la poche à vide.

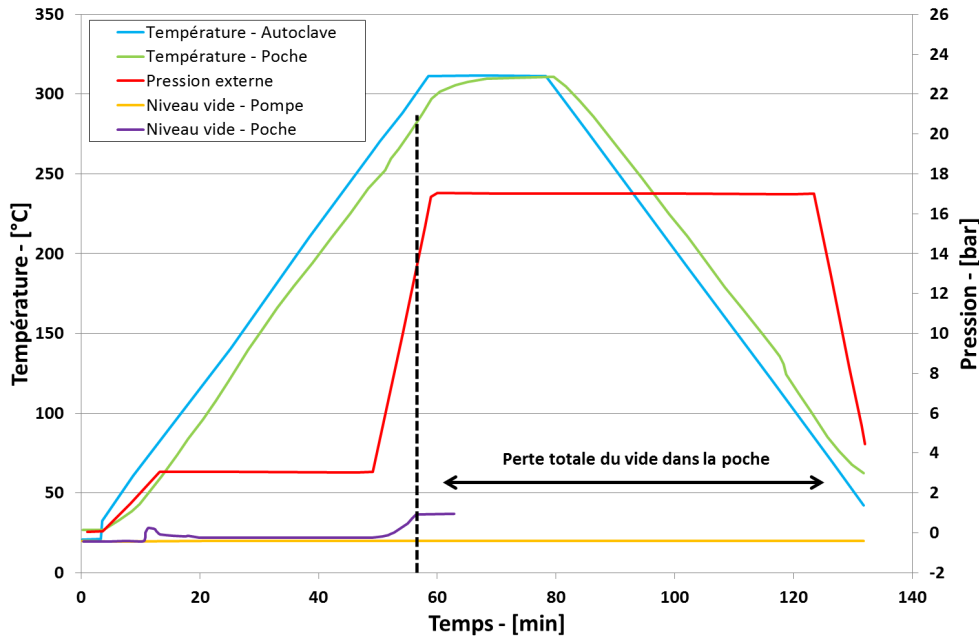


Figure 3.11 – Cycle autoclave pour les plaques A4 et B4

Plusieurs facteurs peuvent expliquer cette perte d'étanchéité [Figure 3.12] :

- **Décollement de la bâche au cours de l'essai - (a)** : Le mastic utilisé (**A-800-3G**) a une température maximale de service de 427°C. Il possède une bonne adhérence à haute température. Cependant, ses performances en termes d'adhésion sont plus faibles à plus basse température. Pendant la phase de chauffage et jusqu'au palier de consolidation, l'adhésion mastic/bâche et mastic/outillage n'est donc pas optimale. Il est recommandé d'appliquer un deuxième circuit de vide avec un deuxième mastic qui assure l'étanchéité à basse température. Par ailleurs, des bulles sont présentes à l'interface mastic/bâche du fait des aspérités de surface du mastic [Figure 3.12-(a)]. Ces aspérités constituent des poches étanches du reste du système qui, après application d'un cycle autoclave, augmentent en volume et réduisent la surface de contact entre le mastic et la bâche favorisant ainsi son décollement. Un dégazage de la bâche et/ou du mastic pourrait être à l'origine de l'augmentation de la pression et donc du volume des bulles emprisonnées entre le mastic et la bâche.
- **Rupture localisée de la bâche (b)** : La configuration de la poche à vide avec l'intégration des valves pour l'évacuation de l'air directement sur le film PTFE engendre des fragilités. Un mauvais placement de la valve sur la bâche peut

occasionner, lors de l'application de la pression externe, une rupture de celle-ci. D'autres facteurs peuvent impacter la résistance à rupture du film tels que l'impact de projectiles, une mauvaise manipulation du film lors de la phase de préparation ou de l'installation finale dans l'autoclave.

- **Zones fragiles liées à la mise en place de la bâche (c)** : Afin de limiter l'apparition de plissements de la bâche dans la zone contenant les empilements de renfort et les valves d'évacuation de l'air lors de la mise sous vide, des plis sont volontairement créés en périphérie. Cependant, ces plis forcés, aussi appelés « oreilles », peuvent générer des pertes d'étanchéité localisées. Une attention toute particulière doit être prise par l'opérateur lors de l'étape de pose du film **PTFE**.

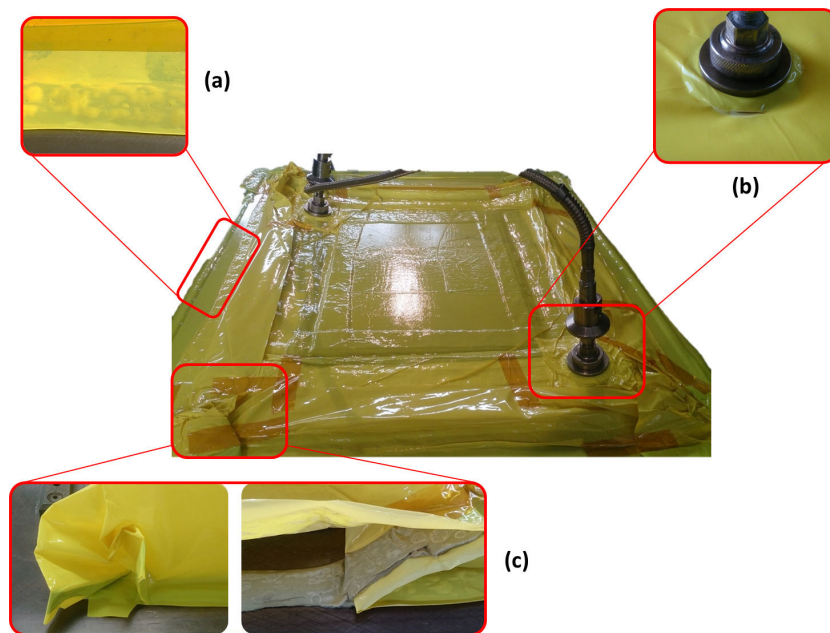


Figure 3.12 – Récapitulatif des principales problématiques rencontrées lors des essais de consolidation des plaques composites

3.2.3.2 Incapacité du tissu drainant à remplir son rôle d'évacuation de l'air dans la poche à vide

L'efficacité du tissu drainant diminue avec l'augmentation de la pression externe de consolidation. On pourrait caractériser l'efficacité du feutre drainant, pour un cycle donné, en fonction de la pression interne maximale atteinte lors du palier de consolidation. L'objectif est, bien évidemment, de rester le plus proche possible de la valeur consigne ou, à minima, de rester en négatif ($< P_{atm}$). Finalement, on constate une difficulté accrue dans la mise en oeuvre de plaques composites (poudré ou comélé) lorsque la pression externe utilisée dépasse $1,0 \text{ MPa}$.

3.2.4 Bilan des essais de consolidation

Plusieurs plaques drapées à partir de renforts textiles comelés ou poudrés ont été mises en œuvre avec les différents cycles de consolidation. Malgré le fait que les cycles objectifs visés n'aient pas été tenus, principalement du fait des pertes d'étanchéité lors de la mise en œuvre, les plaques élaborées ont permis de couvrir une plage suffisante de niveau de porosité pour permettre d'étudier l'influence du niveau de porosité sur les propriétés mécaniques des composites.

Les épaisseurs de chaque plaque ont été mesurées puis comparées avec l'épaisseur d'un stratifié parfaitement consolidé, avec une absence de porosité (mise en œuvre par thermo compression sous presse). Cette valeur de référence figure dans les données techniques du fabricant. L'ensemble de ces valeurs, reportées dans le [Tableau 3.4] permet d'avoir une première estimation du niveau de consolidation global des plaques composites.

Tableau 3.4 – Épaisseurs des plaques mises en œuvre par consolidation

Id.	Épaisseur du pli [mm]	Épaisseur théorique du pli [mm]
A1	0,33 ± 0,07	0,317
A2	0,32 ± 0,06	
A3	0,32 ± 0,09	
A4	0,30 ± 0,15	
A5	0,33 ± 0,05	
A6	0,32 ± 0,04	
B1	0,31 ± 0,02	0,297
B2	0,30 ± 0,02	
B3	0,37 ± 0,02	
B4	0,34 ± 0,02	
B5	0,32 ± 0,03	

Les plaques composites consolidées à partir du renfort C/PPS poudré ont une épaisseur par pli moyenne de 0,320 mm soit juste au-dessus de la valeur indiquée par la société PORCHER. Seule la plaque **A4** avec une épaisseur par pli de 0,30 mm a une valeur inférieure à celle de référence. Cependant, la dispersion de 0,15 mm indique une forte hétérogénéité en termes d'épaisseur de cette plaque, caractéristique d'un niveau de consolidation inégal.

En ce qui concerne les plaques obtenues à partir de renforts tissés à mèches comelées, l'épaisseur du pli moyen est de 0,328 mm soit bien au-dessus de celle de référence (0,297 mm). Cet écart indique une consolidation insuffisante et laisse supposer un niveau de porosité non négligeable dans l'ensemble de ces plaques. Cependant, la dispersion des mesures d'épaisseur se limite à (0,03 mm) maximum laissant supposer

une compaction homogène et, par conséquent, une répartition uniforme des défauts tels que les porosités.

Une première analyse non destructive des plaques a été effectuée dans une cuve à ultrasons. L'objectif est de contrôler l'homogénéité en termes de défauts des plaques composites. La configuration de l'inspection avec une sonde ultrasonore multi éléments est reportée en [Tableau 3.5].

Tableau 3.5 – Configuration de l'inspection par ultrason avec une sonde multi éléments

Sonde multi éléments		5L32-NW1M
Nombre d'éléments		32
Fréquence	[MHz]	5,0
Vitesse de propagation	[m/s]	3000
Hauteur au centre du premier élément	[mm]	50

Les plaques poudrées ont pu être analysées en raison d'un état de surface suffisamment bon pour permettre au signal ultrasonore de traverser le matériau. Cependant, les plaques comélées, à l'exception des plaques **B1** et **B5**, présentent des aspérités de surface faisant réfléchir le signal ultrasonore et rendant l'analyse microstructurale impossible. Pour les plaques analysées, l'atténuation a été évaluée en calculant en chaque point de mesure le rapport entre l'amplitude du signal correspondant à l'écho de fond (A_1) et celle correspondant à l'écho de surface (A_2) [Éq. 3.2.1] [Duong+2014]. L'homogénéité de la structure de la plaque est évaluée en calculant la dispersion des valeurs d'atténuation prises en tout point de la surface de la plaque.

$$R'(\%) = \frac{A_2}{A_1} * 100 \quad (3.2.1)$$

Pour les plaques à **semi-produit poudré**, les cartographies représentant l'atténuation du signal ultrasonore lorsqu'il traverse le matériau sont reportées en [Figure 3.13]. Une plaque C/PPS produite par la société TENCATE par thermocompression et avec un très bon niveau de consolidation ($V_p \sim 1,0$ %) a été utilisée comme plaque de référence. L'atténuation moyenne de cette plaque est évaluée à 22,9 % et la dispersion de 4,2 % caractéristique d'une structure homogène. Les plaques **A5** et **A6** présentent une structure plutôt homogène avec un rapport d'atténuation d'environ 31 – 32 % et une dispersion autour de 10 %. Les plaques **A1** et **A2** sont plus hétérogènes d'un point de vue structurel avec une dispersion comprise entre 15 % et 18 % . Un écart important de l'atténuation est constaté entre le centre et les bords de ces plaques. La plaque **A3** présente de fortes disparités. Elle présente des zones, illustrées en bleu, avec une valeur de l'atténuation du signal très faible (< 20 %). Les zones où le signal est fortement atténué (> 80 %) sont illustrées en rouge. Ces différences témoignent d'une

différence dans la composition fibre/matrice de la plaque. Il semblerait que les zones rouges aient un taux volumique en matrice plus important par rapport aux zones bleues. Cela peut indiquer un écoulement de la matrice du centre vers la périphérie de la plaque et expliquer ce gradient de concentration de fibre et matrice. Un défaut de compaction ou de drainage peut expliquer la distribution hétérogène de l'atténuation du signal ultrasonore.

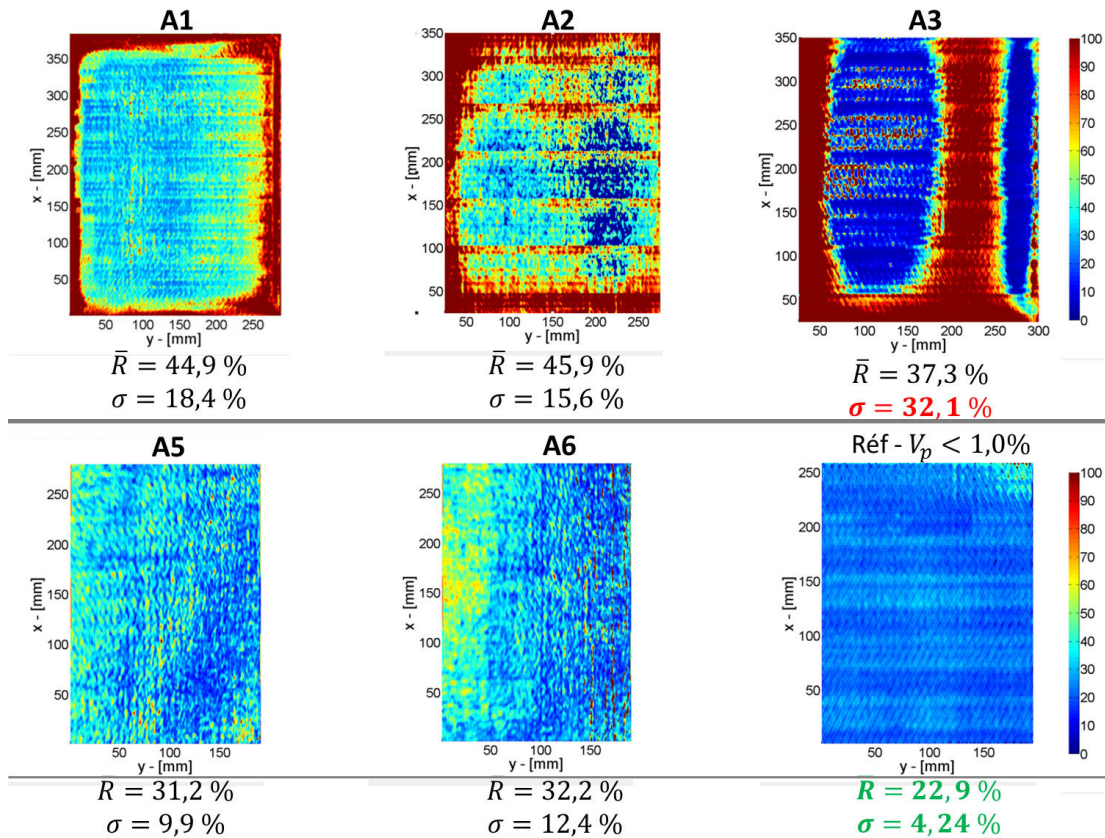


Figure 3.13 – Cartographie de l'atténuation du signal ultrasonore pour les plaques à semi-produit poudré et une plaque de référence C/PPS **TENCATE** mise en oeuvre par thermocompression

Pour les plaques à **semi-produit comélé**, seules les plaques **B1** et **B5** ont un état de surface suffisamment correct pour pouvoir être analysées en C-Scan [Figure 3.14]. La plaque **B1** présente des défauts localisés (points rouges) caractéristiques d'une très faible atténuation du signal. Par comparaison avec la plaque de référence, ces défauts localisés peuvent être identifiés comme étant des porosités relativement grandes. Au contraire, la plaque **B5** semble être moins affectée par ces défauts avec un niveau homogène de l'atténuation. Les deux traits verticaux bleus correspondent à des marques en surface de la plaque composite produites lors de sa mise en oeuvre.

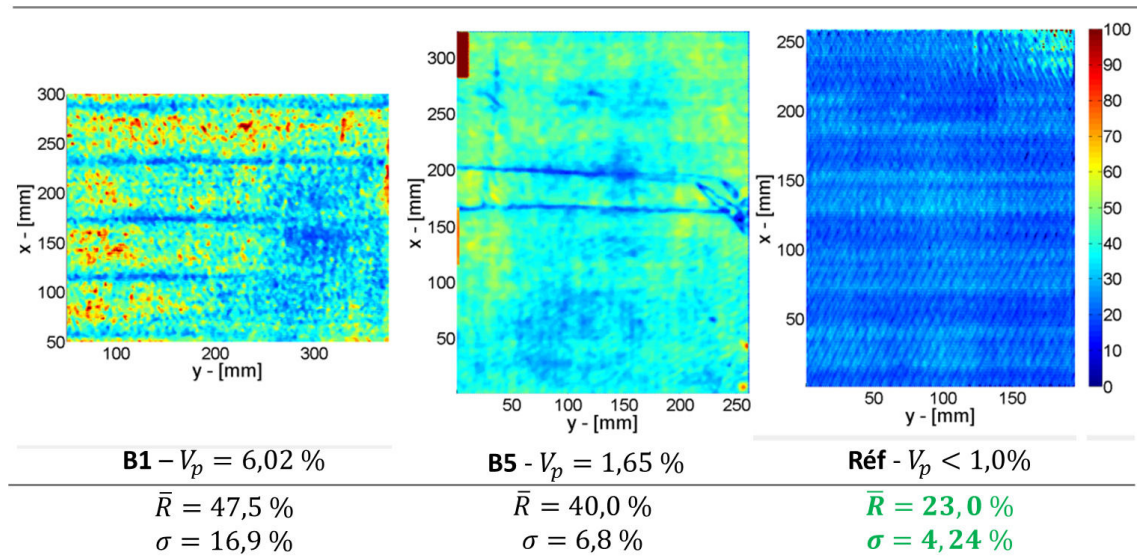


Figure 3.14 – Cartographie de l’atténuation du signal ultrasonore pour les plaques **B1**, **B5** et une plaque de référence **TENCATE** mise en oeuvre par thermocompression

Plusieurs facteurs viennent néanmoins impacter la qualité de la mesure et de l’analyse par C-Scan de la santé matière des plaques. Ces dernières n’étant pas parfaitement planes, la sonde n’est donc pas parallèle avec la plaque en tout point de sa surface. Cela engendre une erreur supplémentaire dans la mesure de l’amplitude du signal correspondant à l’écho de fond. Par ailleurs, pour certaines analyses (ex. **A2**), une dérive de la mesure des capteurs de la sonde multi éléments se produit et se manifeste par l’apparition de barres verticales espacées de manière régulière entre-elles. Ces différences ne sont en aucun cas liées au matériau traversé, mais à une dérive de la mesure pour certains éléments de la sonde. Une calibration préalable permet, généralement, d’échelonner les éléments de la sonde.

3.3 Les méthodes de caractérisation appliquées à l’analyse des plaques composites

Cette section détaille les méthodes utilisées pour la caractérisation mécanique et microstructurale des plaques composites obtenues par consolidation en autoclave.

3.3.1 Caractérisation mécanique des plaques composites

Les plaques ont été caractérisées en traction dans le sens chaîne $[0^\circ]$ et trame $[90^\circ]$ du renfort, en compression $[0^\circ]$, en flexion 3 points $[0^\circ]$ et en cisaillement interlaminaire (**CIL**). Les éprouvettes de caractérisation ont été extraites par découpe jet d’eau (MACHINE FLOW MACH4-C) suivant le plan présenté en [Figure 3.15].

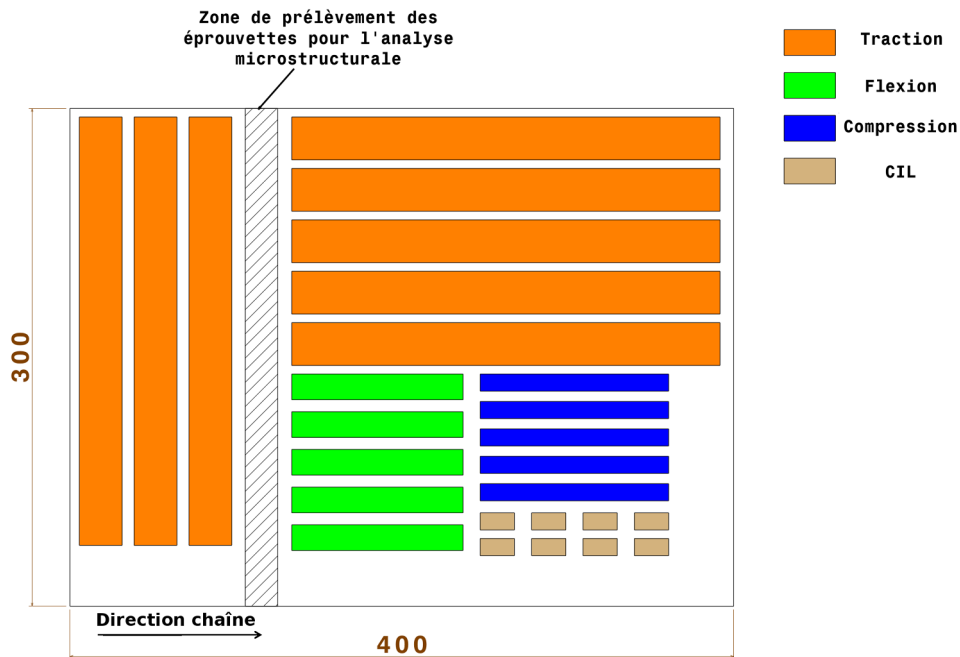


Figure 3.15 – Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation mécanique

3.3.1.1 Traction sens chaîne et trame

Au total, 8 éprouvettes de $250 \times 25 \times 2 \text{ mm}^3$ ont été sollicitées en traction : 5 dans le sens chaîne $[0^\circ]$ et 3 dans le sens trame $[90^\circ]$. La [Figure 3.16] présente le dispositif utilisé dans le cadre de cette campagne d'essais. La caractérisation en traction est faite selon la Norme **NF EN ISO 527**. Les éprouvettes ont été instrumentées de jauges d'extensométrie bidirectionnelles de type Vishay afin de mesurer les déformations sens longitudinal et transversal. Le [Tableau 3.6] détaille les conditions expérimentales.

Tableau 3.6 – Conditions des essais de traction

Machine	INSTRON 8561
Cellule	100 <i>kN</i>
Vitesse	2 <i>mm/min</i>
Réf. Jauge	C2A-06-125LT-350 (Vishay)
Résistance	350 Ω

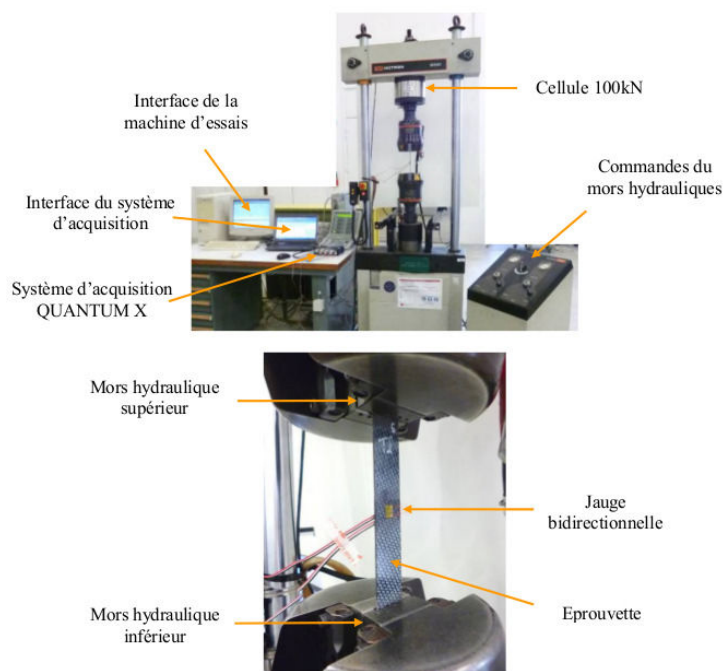


Figure 3.16 – Dispositif de l'essai de traction

3.3.1.2 Compression

Pour chaque plaque, 5 éprouvettes de compression ($110 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$) équipées de jauges de déformation bidirectionnelles [Figure 3.17] orientées dans le sens chaîne du renfort $[0^\circ]$ ont été testées selon la norme **NF EN ISO 14126**. La configuration de l'essai est détaillée au [Tableau 3.7].

Tableau 3.7 – Conditions des essais de compression

Machine	INSTRON 8561
Cellule	100 <i>kN</i>
Vitesse	1,0 <i>mm/min</i>
Course utile	$\pm 50 \text{ mm}$
Réf. Jauge	C2A-06-125LT-350 (Vishay)
Résistance	350 Ω

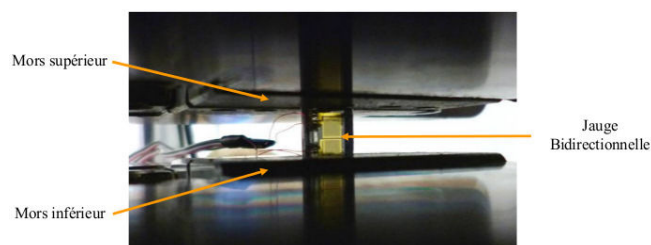


Figure 3.17 – Essai de compression avec mesure des déformations longitudinale et transversale

3.3.1.3 Flexion 3 points

Les essais de flexion 3 points [Figure 3.18] se réfèrent à la norme **NF EN ISO 14125**. L'ensemble des conditions opératoires est détaillé au [Tableau 3.8].

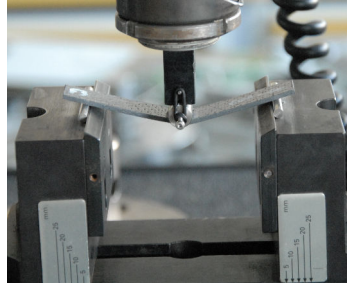


Figure 3.18 – Essai de flexion 3 points

Tableau 3.8 – Conditions opératoires des essais de flexion 3 points

Machine	INSTRON 8561
Cellule	10 <i>kN</i>
Vitesse	2 <i>mm/min</i>
Rayon des appuis	$R_{appuis} = 2,0 \text{ mm}$
Rayon du poinçon	$R_{poinçon} = 5,0 \text{ mm}$
Distance des appuis	$D = 80,0 \text{ mm}$

3.3.1.4 Cisaillement interlaminaire - CIL

Les essais CIL [Figure 3.19] ont été effectués en se référant à la norme **EN NF ISO 14130**. Les résultats sont obtenus à partir de 5 éprouvettes de $20 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$. Les conditions d'essais sont données dans le [Tableau 3.9].

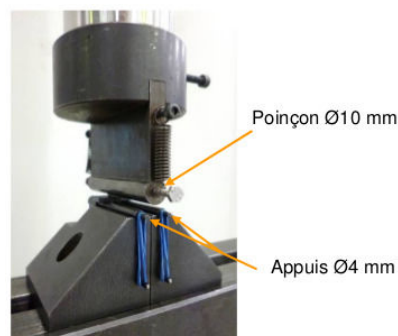


Figure 3.19 – Essai de cisaillement interlaminaire (CIL)

Afin d'étudier l'influence du procédé de mise en oeuvre sur les performances mécaniques du matériau, une analyse microstructurale est nécessaire.

Tableau 3.9 – Conditions opératoires des essais de cisaillement interlaminaire (CIL)

Machine	INSTRON 8561
Cellule	10 <i>kN</i>
Vitesse	1 <i>mm/min</i>
Rayon des appuis	$R_{appuis} = 2,0 \text{ mm}$
Rayon du poinçon	$R_{poinçon} = 5,0 \text{ mm}$
Distance des appuis	$D = 10,0 \text{ mm}$

3.3.2 Analyse microstructurale des stratifiés composites

3.3.2.1 Dissolution chimique

La mesure du taux volumique de porosité de chaque échantillon a été effectuée, dans un premier temps, par dissolution chimique en se référant à la norme **NF EN 2564**. Le principe, rappelé notamment par Little et Bessard [Bessard2012 ; Little+2012] consiste à venir dégrader la matrice avec une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4) afin d'extraire les fibres de carbone et d'obtenir la masse des fibres sèches. Ainsi, connaissant préalablement la densité de l'échantillon par double pesée, on obtient le taux volumique de porosité avec la relation [Éq. (3.3.1)].

$$V_p(\%) = \left[1 - \rho_c W_f \left[\frac{1}{\rho_f W_c} - \frac{1}{\rho_m} \left(\frac{1}{W_c} + \frac{1}{W_f} \right) \right] \right] * 100 \quad (3.3.1)$$

Pour valider expérimentalement la mesure du taux de porosité, un minimum de trois échantillons est nécessaire. L'explication complète de la méthode de calcul du taux de porosité par dissolution chimique se trouve en **Annexe 3**.

3.3.2.2 Analyse morphologie des porosités par CT-scan

Pour étudier plus en détail la santé matière des stratifiés composites, des analyses au tomographe à rayon X ont été effectuées. L'objectif est d'obtenir des informations d'ordre morphologique telles que le volume, la forme et l'orientation de chaque porosité contenue dans les plaques consolidées.

Des échantillons de $20 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$ de chaque plaque composite ont été scannés avec le tomographe Easytom 130 [Figure 3.20]. L'énergie du faisceau est réglée à 44,0 *kV* et l'intensité de la source à 181,0 μA . La résolution obtenue, en termes de taille de voxel, est de $11,2 \mu m \pm 0,8 \mu m$.

Les images 3D issues de la phase de reconstruction ont été converties en 8 bits afin d'obtenir des images codées sur 256 niveaux de gris. La [Figure 3.21] illustre un cas

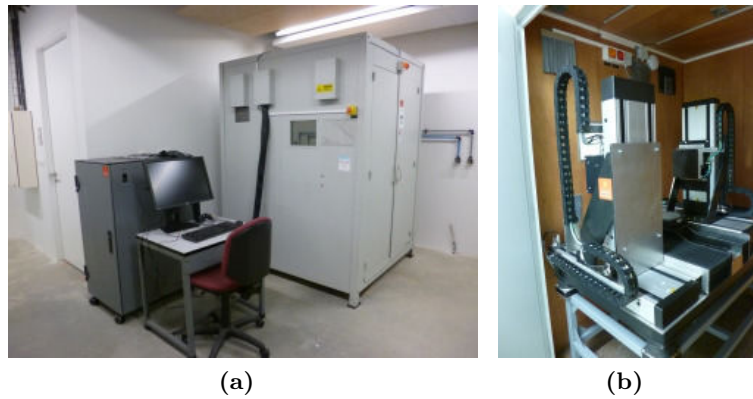


Figure 3.20 – Tomographe Easytom 130 - Espace Clément ADER - Toulouse : (a) Vue extérieure - (b) Vue intérieure

type d'images obtenues dans les trois plans de visualisation (xy), (yz) et (xz) pour un échantillon de la plaque **B3**. Ces images permettent de distinguer trois milieux : les porosités de couleur noire, la matrice en blanc et le renfort de carbone en gris.

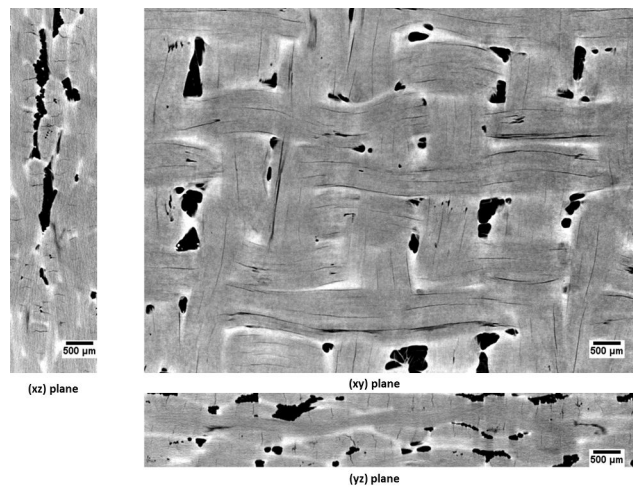


Figure 3.21 – Images obtenues après reconstruction tridimensionnelle de l'échantillon issues de la plaque **B3**

L'histogramme, représentant la distribution des voxels en fonction de leurs valeurs de niveaux de gris, de l'image dans le plan (xy) en [Figure 3.22(a)] permet d'identifier trois zones. Le pic central correspond à l'ensemble renfort de carbone/matrice PPS. La partie à gauche de ce pic est l'ensemble des porosités visibles sur l'image. Celle de droite correspond à la matrice uniquement (accumulation de matrice à l'inter mèche). Une séparation de ces trois sous-ensembles permet de valider leurs identifications d'après les [Figure 3.22(b)] et [Figure 3.22(c)].

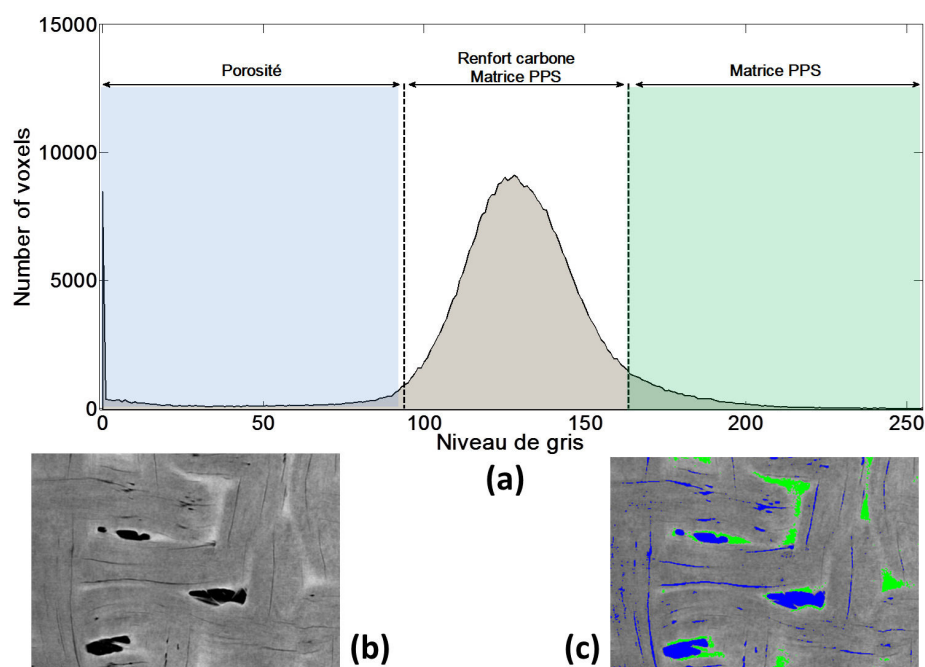


Figure 3.22 – Identification des différents éléments de l'image issue d'un échantillon de la plaque **B3** :

- (a) Histogramme en niveau de gris de l'image - (b) Image brute 8 bits
- (c) Seuillage en niveau de gris de la porosité (en bleu) et de la matrice (en vert)

Afin d'analyser les porosités présentes dans le stratifié, il est nécessaire d'effectuer un seuillage en niveau de gris des images issues de la reconstruction pour obtenir une séparation entre les porosités et l'ensemble fibres de carbone/matrice. La valeur du seuil inférieur est fixée à 0. Celui du seuil supérieur est défini en utilisant l'historgramme de la [Figure 3.22].

Il existe dans la littérature plusieurs méthodes de seuillage d'images [Huang+1995 ; Otsu1979]. La [Figure 3.23] présente trois cas de seuillage des porosités pour une image :

- **Méthode 1** : « IsoData » [Ridler+1978]
- **Méthode 2** : « Minimum Cross Entropy thresholding » [Li+1993]
- **Méthode 3** : Elle consiste à approximer la courbe principale par une distribution de Gauss et de déterminer le point de changement de pente ; l'extremum de la dérivée seconde de la courbe permet de définir la valeur seuil.

Les micro porosités ou celles très longiformes ont un faible contraste avec le renfort rendant la segmentation difficile. Les **méthodes 2** et **3** ne permettent pas d'extraire de manière acceptable les porosités. Ainsi, la **méthode 3** a été retenue pour les opérations de seuillage des images issues du CT-Scan.

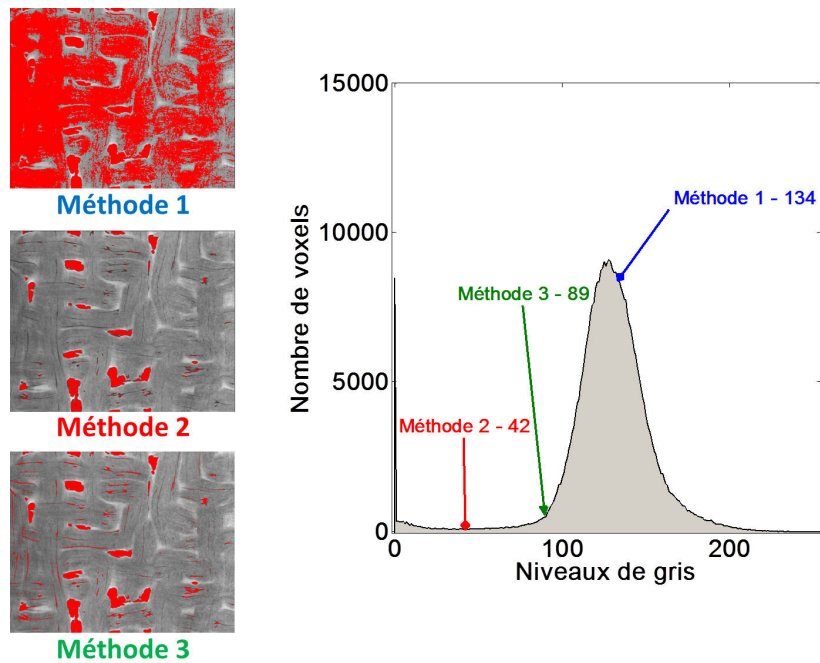


Figure 3.23 – Sélection de la méthode de seuillage des porosités - Application à la plaque **B3**

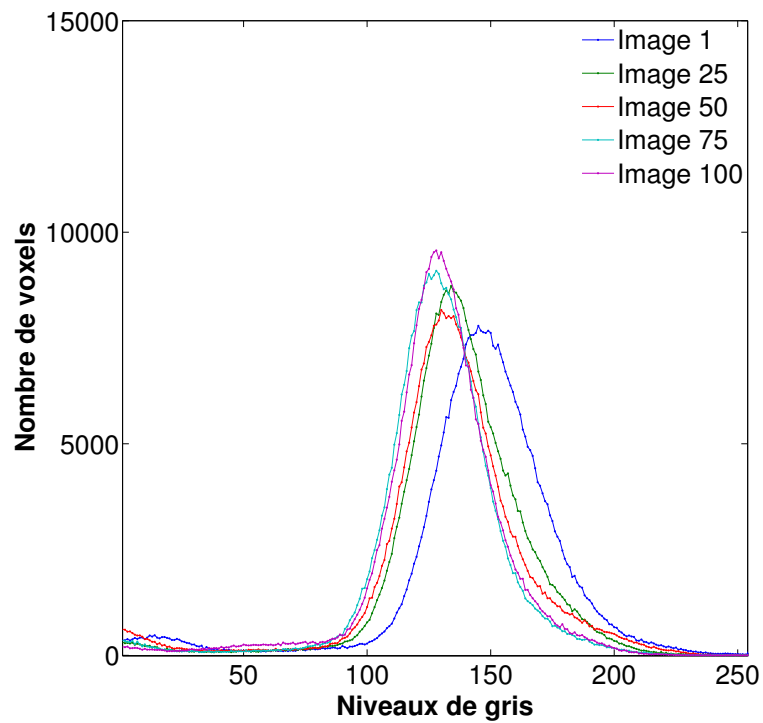


Figure 3.24 – Histogramme des niveaux de gris pour cinq images issues du même échantillon - Plaque **B3** - Plan (xy)

En raison des différences de luminosité entre les images, un décalage des niveaux de gris est observé. Si le seuil de segmentation est défini à partir d'une seule image et, compte tenu de la variabilité de l'histogramme illustré en [Figure 3.24], des erreurs importantes se manifesteront comme des effets de sous et sur seuillage. Par conséquent, l'évaluation des porosités (taux volumique, analyse morphologique) ne serait pas pertinente. Pour minimiser les erreurs liées au seuillage des images, il est nécessaire de déterminer la valeur seuil adéquate pour chacune des images. Pour ce faire, un programme Matlab® (MathWorks) a été développé afin d'automatiser la procédure de segmentation des images reconstruites pour une orientation donnée. Une fois l'ensemble des porosités identifiées sur les images binarisées, le taux de porosité peut être calculé grâce à la relation [Éq. (3.3.2)] où $N_{\text{échantillon}}$ représente le nombre de voxel de l'échantillon, $N_{\text{porosité}}$ le nombre de voxel appartenant à l'objet « porosité » et n_{images} le nombre d'images.

$$V_p(\%) = \sum_{i=1}^{n_{\text{images}}} \left(\frac{N_{\text{porosité}}}{N_{\text{échantillon}}} \right) * 100 \quad (3.3.2)$$

Ces images ont été également post-traitées sous Image J [Rasband2014] avec l'extension *3D Object Counter* [Bolte+2006] afin d'effectuer des analyses morphologiques en taille, forme et orientation des porosités. La représentation 3D des porosités a été effectuée via le logiciel Slicer 3D [Fedorov+2012 ; Kikinis+2014 ; Slicer2016]. La méthode globale d'analyse des images tomographiques est donnée en [Figure 3.25].

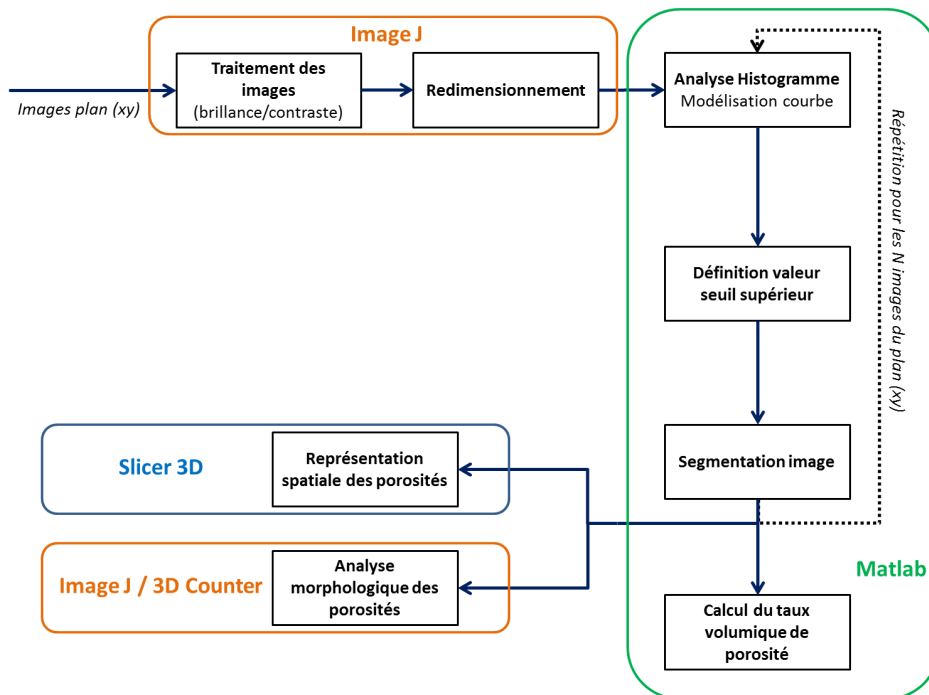


Figure 3.25 – Méthode d'analyse des images CT-Scan reconstruites

3.4 Microstructure et propriétés mécaniques

Dans cette section, les principaux résultats de caractérisation des plaques composites sont présentés. Dans un premier temps, les résultats concernant la microstructure des plaques seront détaillés. Dans un deuxième temps, les résultats des essais mécaniques en flexion trois points, compression, traction et cisaillement interlaminaire sont reportés.

3.4.1 Analyse de la microstructure

3.4.1.1 Plaque poudrée PORCHER

Le [Tableau 3.10] reporte la fraction volumique en fibre et le taux de porosité obtenu par dissolution chimique et CT-Scan pour chacune des plaques élaborées à partir de plis poudrés.

Tableau 3.10 – Taux volumiques en fibre et en porosité des plaques poudrées

Id.	Taux volumique en fibre	Taux volumique en porosité	$V_p(\%)$
	V_f	par dissolution chimique	par CT-SCan
A1	51,45 ± (3,31)	2,46 ± (1,30)	0,69 ± (0,22)
A2	49,54 ± (0,97)	2,45 ± (0,17)	2,40 ± (1,31)
A3	50,80 ± (0,69)	1,55 ± (0,67)	0,09 ± (0,04)
A4	59,34 ± (2,78)	2,27 ± (1,71)	0,07 ± (0,03)
A5	50,68 ± (1,36)	4,57 ± (0,67)	7,18 ± (1,72)
A6	51,94 ± (0,91)	3,43 ± (0,53)	4,84 ± (0,26)

Le taux volumique de porosité mesuré par dissolution chimique varie entre 1,55 % et 4,57 %. Le minimum est obtenu avec la plaque **A3** consolidée sous 0,5 MPa de pression externe, un palier de consolidation de 10 min et un drainage assuré tout au long de la mise en oeuvre. La plaque **A5**, présentant le taux de porosité maximal, a été obtenu sans pression externe et un palier de consolidation de 10 min. Les stratifiés ont, dans l'ensemble, un taux volumique en fibre proche de 50,0 %. Seule la plaque **A4** possède un taux volumique largement supérieur avec 59,34 %. La pression relativement importante (1,7 MPa) appliquée lors de la consolidation autoclave a sans doute favorisé l'évacuation de la matrice hors du renfort expliquant un taux volumique de fibre plus élevée que pour les autres plaques. Cela explique également la faible épaisseur de pli mesurée précédemment par rapport aux valeurs des autres plaques poudrées [Tableau 3.4]. La dispersion élevée du taux de porosité pour les plaques **A1** (1,30 %) et **A4** (1,71 %) est très certainement liée à la forte hétérogénéité en termes de défauts dans ces deux plaques. Cette hétérogénéité est également soulignée par la dispersion élevée des taux volumiques en fibre de ces deux plaques avec $\sigma = 3,31$ % pour la plaque **A1** et $\sigma = 2,78$ % pour la plaque **A4**.

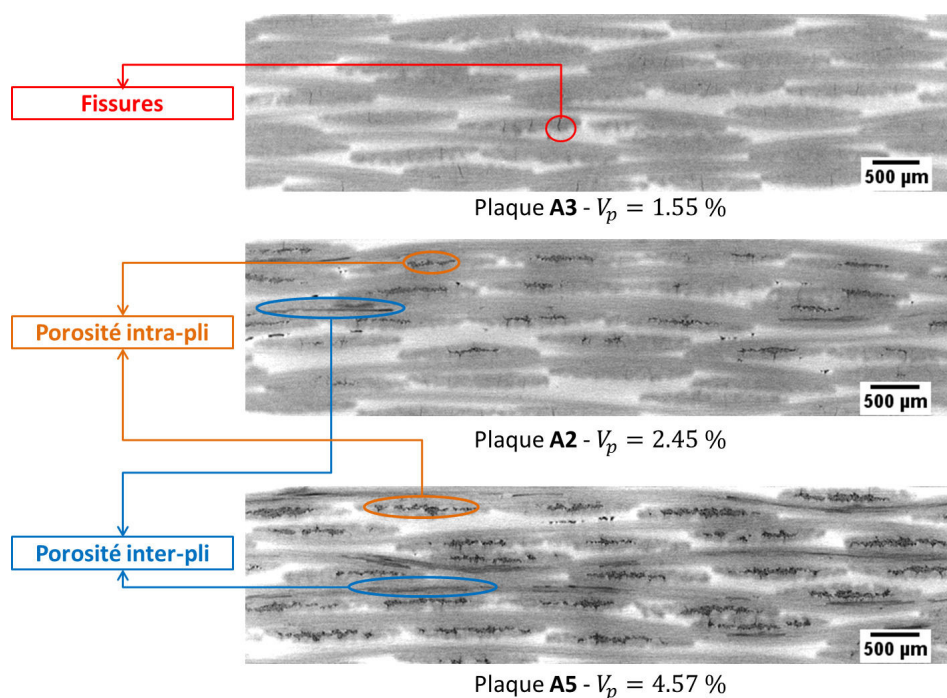


Figure 3.26 – Images tomographiques de stratifié C/PPS poudré à trois niveaux de consolidation

Les CT-scans permettent, dans un premier temps, d'identifier les différents types de porosités observés dans tout le volume de l'échantillon [Figure 3.26]. Dans les plaques à tissu poudré, trois types de porosités sont identifiés :

- **Porosités intra mèche** : Ces porosités sont de petites tailles avec un diamètre de l'ordre de grandeur de celle d'une fibre de carbone. Elles sont localisées au coeur de la mèche (cf. les échantillons des plaques **A2** et **A5**). Elles deviennent plus nombreuses avec l'augmentation du taux volumique de porosité et s'agglomèrent entre elles favorisant le développement de porosités très allongées également observées dans la thèse de [Aucher2009]. Elles sont orientées suivant les deux directions du renfort textile c'est-à-dire sens chaîne $[0^\circ]$ et sens trame $[90^\circ]$.
- **Porosités inter mèches** : Observées uniquement dans les échantillons issus de la plaque **A5**, ces porosités sont localisées entre deux plis successifs et occupent soit les zones riches en matrice soit les interfaces mèches et matrice.
- **Fissures dans les mèches** : Quelques fissures transversales sont visibles dans les mèches des échantillons **A2** et **A3**, qui correspondent aux plaques ayant le plus faible taux de porosité. Leurs longueurs sont égales à la longueur du petit axe d'une mèche.

La représentation spatiale des porosités pour la plaque **A5** en [Figure 3.27] montre clairement les deux orientations principales des porosités intra mèches. Elles suivent l'architecture du renfort fibreux et révèlent l'impact d'une consolidation insuffisante. Ce type de porosité est prédominant pour le tissu poudré et illustre les problématiques de ce semi-produit en termes d'imprégnation.

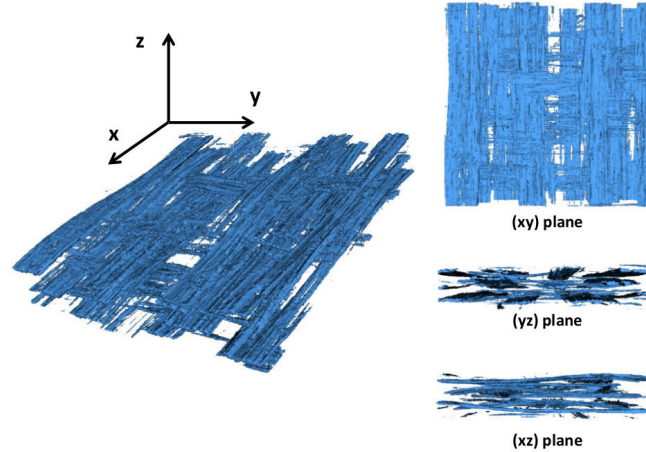
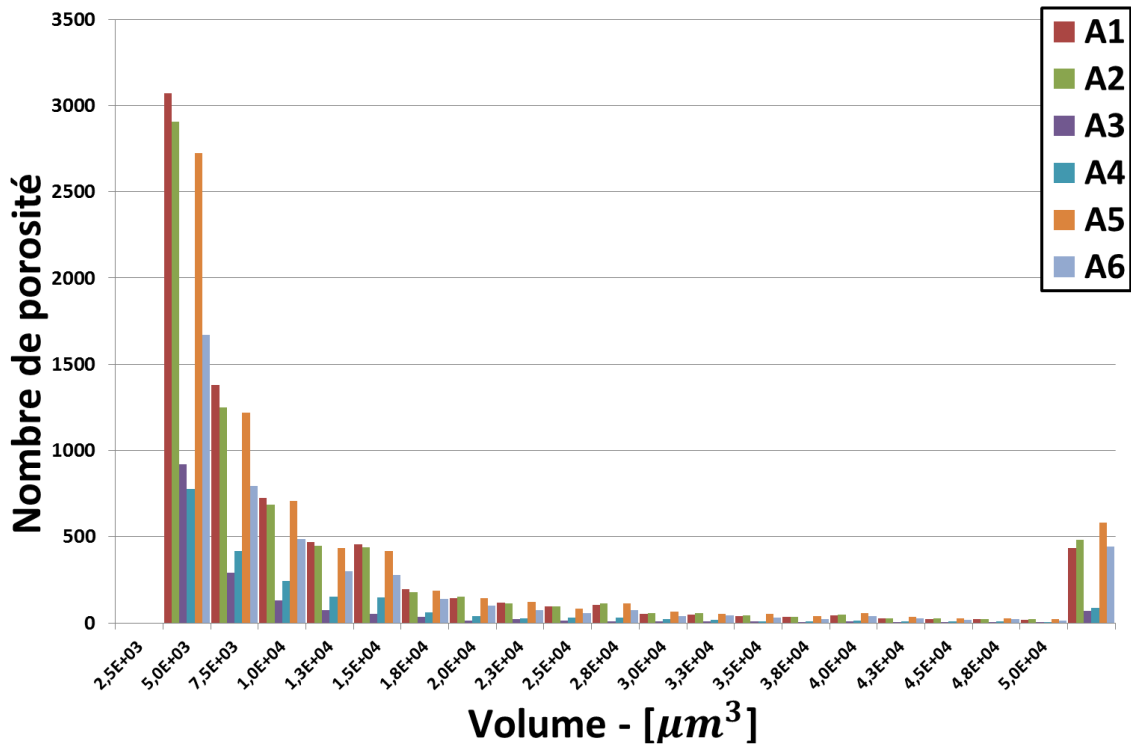
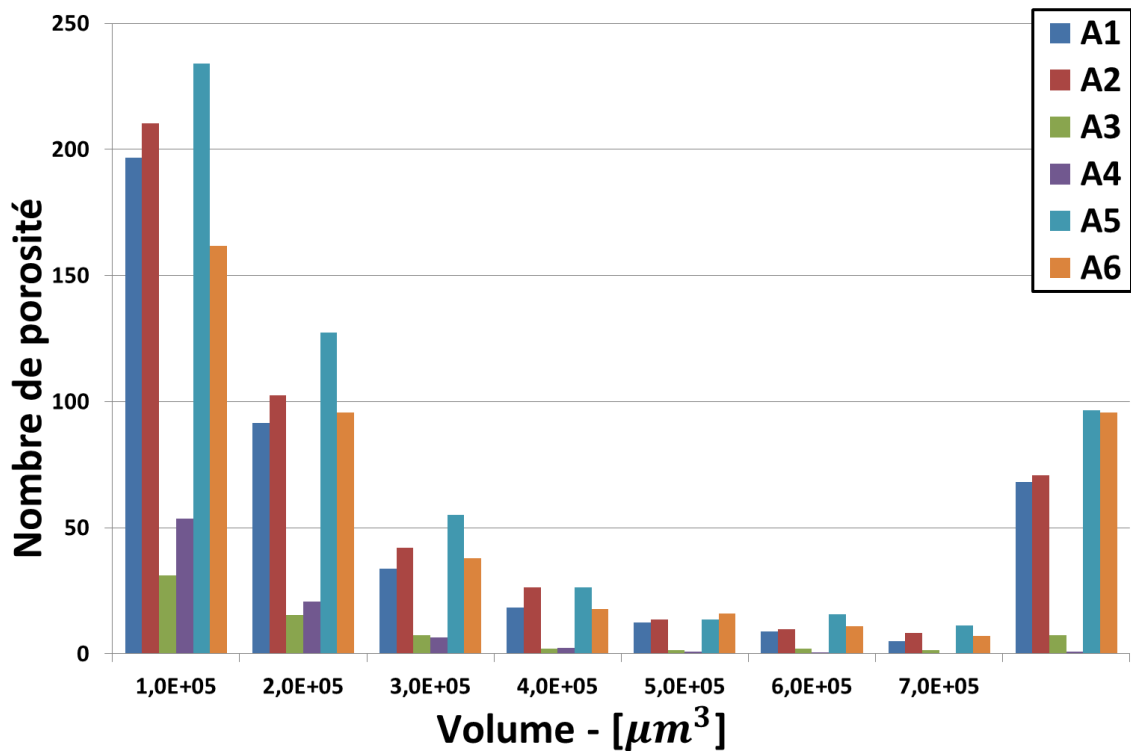


Figure 3.27 – Représentation 3D des porosités pour la plaque poudrée **A5**

La distribution en volume des porosités présentes dans chaque plaque poudré est reportée en [Figure 3.28]. En raison du grand nombre de porosité et de l'étendue très large du volume compris dans l'intervalle $[2,5 \cdot 10^3 \mu m^3 - 3,45 \cdot 10^9 \mu m^3]$, 19 intervalles d'amplitude de $2,5 \cdot 10^3 \mu m^3$ allant de $2,5 \cdot 10^3 \mu m^3$ à $5,0 \cdot 10^4 \mu m^3$ ont été définis (**catégorie 1**). Les porosités dont le volume est inférieur à $2,5 \cdot 10^3 \mu m^3$ sont filtrées et non comptabilisées dans l'analyse morphologique. Les porosités dont le volume est supérieur à $5,0 \cdot 10^4 \mu m^3$ sont regroupées dans un même intervalle et constituent la deuxième catégorie. La [Figure 3.28b] détaille la distribution en volume de **la catégorie 2** représentative des « macro-porosités » présentes dans les échantillons. La distribution se fait à travers 8 intervalles de volume de $1 \cdot 10^5 \mu m^3$ allant de $1 \cdot 10^5 \mu m^3$ à $7 \cdot 10^5 \mu m^3$. Une grande majorité des porosités ($\sim 60\% - 70\%$) ont un volume compris dans l'intervalle $[2,5 \cdot 10^3 \mu m^3 - 1,0 \cdot 10^4 \mu m^3]$. Pour l'ensemble des plaques poudrées les distributions en volume incluses dans la **catégorie 1** suivent une décroissance exponentielle. Les configurations de mise en oeuvre ne semblent pas modifier la répartition en taille des porosités appartenant à la **catégorie 1**. Des différences notables sont constatées dans la distribution des porosités de la deuxième catégorie. Les « macro-porosités » sont plus nombreuses pour les plaques **A5** ($V_p = 4,57\%$) et **A6** ($V_p = 3,43\%$) que pour les autres plaques. Pour les plaques **A3** et **A4**, la part de ces « macro-porosités » ne représente que $4,0\%$ du nombre total des porosités et confirme leur faible taux de porosité. Les distributions confortent finalement les observations faites des images issues du CT-scan [Figure 3.26] montrant une augmentation du nombre de porosités appartenant à la **catégorie 2**.



(a)



(b)

Figure 3.28 – Distribution des porosités en volume (Analyse 3D) pour les plaques à semi-produit poudré - (a) Volume $\leq 5000 \mu\text{m}^3$ - (b) Volume $\geq 50\,000 \mu\text{m}^3$

La [Figure 3.29] représente la distribution des porosités suivant leurs géométries surfaciques. Seules les porosités de la **catégorie 2** sont analysées afin d’avoir une meilleure lisibilité des résultats. L’évaluation de la forme surfacique se fait à travers le paramètre « circularité » défini par la relation (3.4.1) [Rasband2014].

$$Circ = \frac{4\pi \times A}{\sqrt{p}} \quad (3.4.1)$$

Avec : **A** l’aire de la porosité visible sur l’image appartenant au plan (xy) et **p** le périmètre de cette porosité surfacique.

La circularité permet d’évaluer le contour de chaque élément porosité par rapport à un contour circulaire. Pour l’ensemble des plaques, les porosités ont une circularité comprise dans l’intervalle $[0 - 0,3]$ caractéristique de forme au contour elliptique. A mesure que le taux de porosité augmente, la part de ces porosités allongées augmente également. Pour les plaques **A3** et **A4** les résultats indiquent un faible nombre de porosité à forme allongée. On constate une corrélation directe entre le taux de porosité et la part des porosités à section elliptique.

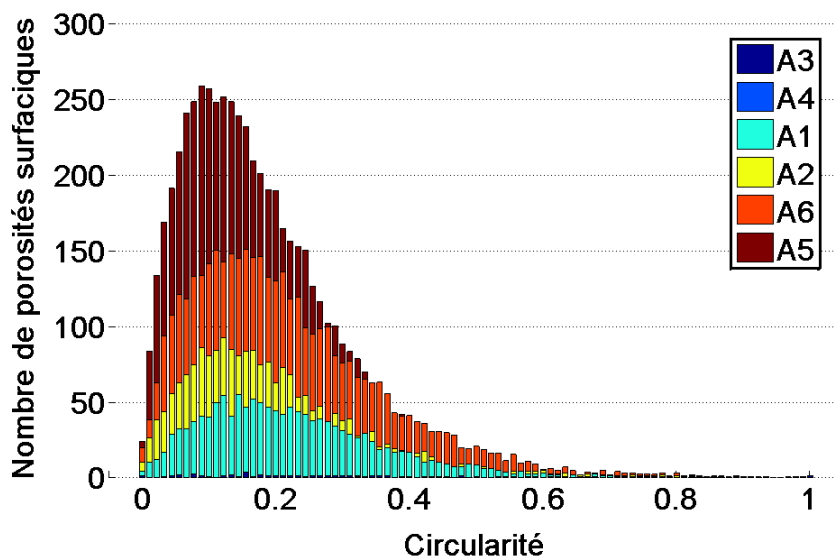


Figure 3.29 – Distribution des porosités surfaciques (Analyse 2D) en fonction de leur circularité pour les plaques à semi-produit poudré

L’analyse de l’orientation des porosités appartenant à la **catégorie 2** est illustrée avec la [Figure 3.30] représentant la distribution de l’orientation des porosités pour chaque plaque. Deux directions principales se dégagent du graphique : 0° et 90° . En se référant aux images CT-scan, ces directions correspondent aux directions chaîne et trame du renfort textile.

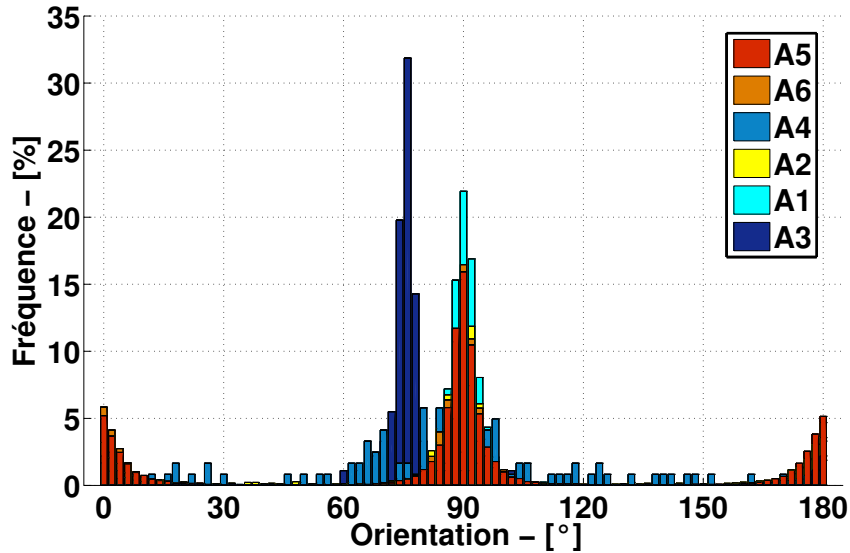


Figure 3.30 – Distribution des porosités surfaciques (Analyse 2D) en fonction de leur orientation pour les plaques à semi-produit poudré

L'analyse morphologique corrobore les analyses qualitatives en termes de forme, d'orientation et de taille des porosités présentes dans les plaques composites à semi-produit poudré.

3.4.1.2 Plaque coméélé SCHAPPE

Le [Tableau 3.11] récapitule les mesures du taux volumique en fibre et en porosité pour les plaques avec renfort coméélé. Ce dernier varie entre 1,65 % et 12,11 % par dissolution chimique.

Tableau 3.11 – Taux volumiques en fibre et en porosité des plaques coméélées

Id.	Taux volumique en fibre	Taux volumique en porosité	V_p (%)
	V_f	par dissolution chimique	par CT-Scan
B1	$55,22 \pm (2,15)$	$6,02 \pm (1,11)$	$4,18 \pm (1,80)$
B2	$54,77 \pm (0,88)$	$4,06 \pm (0,70)$	$3,04 \pm (1,40)$
B3	$54,16 \pm (2,53)$	$7,09 \pm (0,78)$	$5,91 \pm (0,43)$
B4	$49,51 \pm (0,40)$	$12,11 \pm (0,81)$	$12,10 \pm (0,41)$
B5	$55,40 \pm (0,78)$	$1,65 \pm (0,30)$	$0,61 \pm (0,27)$

Le minimum est atteint pour la plaque **B5** (1,65 %) avec un cycle de consolidation comprenant 1,0 MPa de pression externe, un temps de consolidation de 25 min et

un circuit de drainage opérationnel durant toute la mise en oeuvre. Par opposition, la plaque **B4**, avec un taux de porosité de 12,11 %, a été obtenue avec 1,7 MPa de pression de consolidation, une durée du palier de consolidation de 20 min et, par contre, une perte de vide avant le palier de consolidation. Le taux volumique en fibre s'approche des 55,0 % à l'exception de la plaque **B4** avec 49,51 %. Ce dernier résultat s'accorde logiquement avec le fort taux de porosité de cette plaque. On remarque une dispersion élevée des résultats en particulier les taux de porosités. L'écart type est supérieur à 0,70 % pour l'ensemble des plaques excepté la plaque **B5** ($\sigma = 0,30\%$). Cette dernière semble avoir une répartition des porosités plus homogène que les autres plaques.

Les images reportées en [Figure 3.31] présentent trois types de porosités :

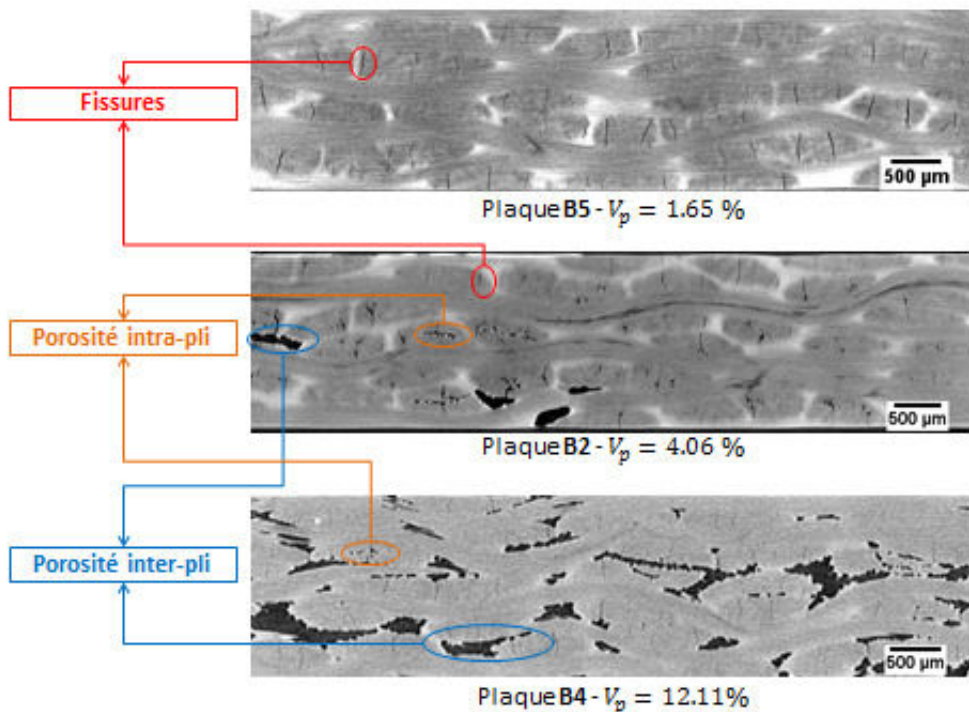


Figure 3.31 – Images tomographiques de stratifié C/PPS comélé à trois niveaux de consolidation

- **Porosité inter pli** : Ces porosités se trouvent entre les plis dans les zones enrichies en matrice. Elles peuvent également être au contact des mèches. D'aspect de surface plutôt circulaire, leur taille augmente avec le taux de porosité. Elles finissent par s'agglomérer et former des macro-porosités dont la taille est comparable à celle d'une mèche comme pour le cas de la plaque **B4**. La représentation 3D des porosités d'un échantillon de la plaque **B4** ($V_p = 12,11\%$), donné en [Figure 3.32], montre l'arrangement de ces porosités dans l'échantillon. On constate deux orientations

majeures qui correspondent à celles du renfort. Un cycle de consolidation insuffisant conduit cette configuration.

- **Porosité intra mèche** : Elles se présentent sous forme circulaire. Elles apparaissent pour les plaques **B2** ($V_p = 4,06\%$) et **B4** ($V_p = 12,11\%$) où le cycle de consolidation ne permet pas suffisamment d'imprégner les mèches.
- **Fissures dans les mèches** : Un grand nombre de fissures sont observées de manière homogène pour les trois niveaux de consolidation. Parallèles à l'axe des fibres, ces fissures traversent toute l'épaisseur de la mèche qu'elle soit dans le sens chaîne ou trame. Ces fissures suggèrent une décohésion fibres/matrice dans les mèches provoquant l'initiation et la propagation de fissures transverses. Par comparaison avec les microstructures obtenues pour les plaques poudrées, deux raisons peuvent expliquer la présence de ces fissures. **La première** est liée au fait que les fibres de carbones, utilisées pour la mise en oeuvre des pièces composites, soient ensimées. Le traitement d'ensimage, à l'origine développé pour des composites à matrice thermodurcissable, subit une dégradation à la température de consolidation et peut générer des produits volatils dégradant la cohésion fibre/matrice. **La deuxième** explication est liée aux contraintes internes du matériau générées au cours de la phase de refroidissement du cycle de consolidation. Or, dans une mèche comélé, les filaments de polymère sont obtenus par filage du polymère à haute température et sous ambiance air. Dans ces conditions, la qualité et la ductilité du polymère peuvent se dégrader [Bessard2012 ; Lamethe2004 ; Peters+1993].

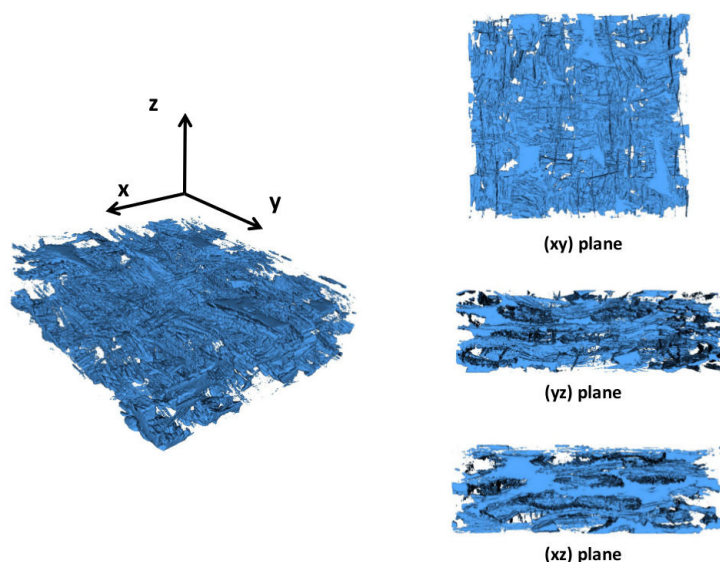


Figure 3.32 – Représentation 3D des porosités de la plaque comélée **B4**

Tout comme les plaques à semi-produit poudré, la distribution en volume des porosités pour les plaques à semi-produit comélé a été effectuée [Figure 3.34]. Les intervalles de volume sont paramétrés selon les classes définies pour l'analyse des porosités des plaques poudrées. Dans la **catégorie 1**, on constate une décroissance linéaire du nombre de porosités en fonction du volume pour chaque plaque. La part des « macro-porosités » (**catégorie 2**) n'est pas négligeable.

Des résultats non attendus sont constatés pour les échantillons de la plaque **B3** et **B4**. L'algorithme utilisé dans ImageJ (3D Counter) n'est pas capable de définir les porosités de grande taille, visibles sur les images tomographiques. Les résultats de distribution ne correspondent donc pas à la microstructure de la plaque composite pour **B3** et **B4**. Une analyse surfacique des aires des porosités permet de confirmer l'augmentation du nombre de porosités de **catégorie 2** par rapport à la **catégorie 1** lorsque le taux volumique de porosité augmente.

Les macro-porosités (comprises dans la catégorie 2) des spécimens **B1**, **B2**, **B3** et **B5** ont des géométries de section allongées avec une valeur de circularité comprise entre 0 et 0,2 [Figure 3.33]. Pour la plaque **B5** la distribution en circularité des porosités est plus uniforme avec une amplitude maximale d'environ 2,0 %. Cela confirme l'augmentation en taille des porosités intra-mèches dont la section se rapproche de la forme circulaire.

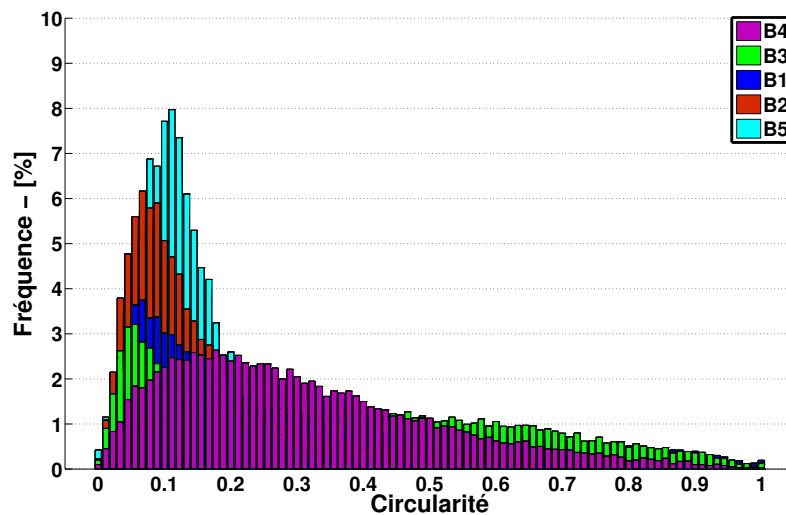
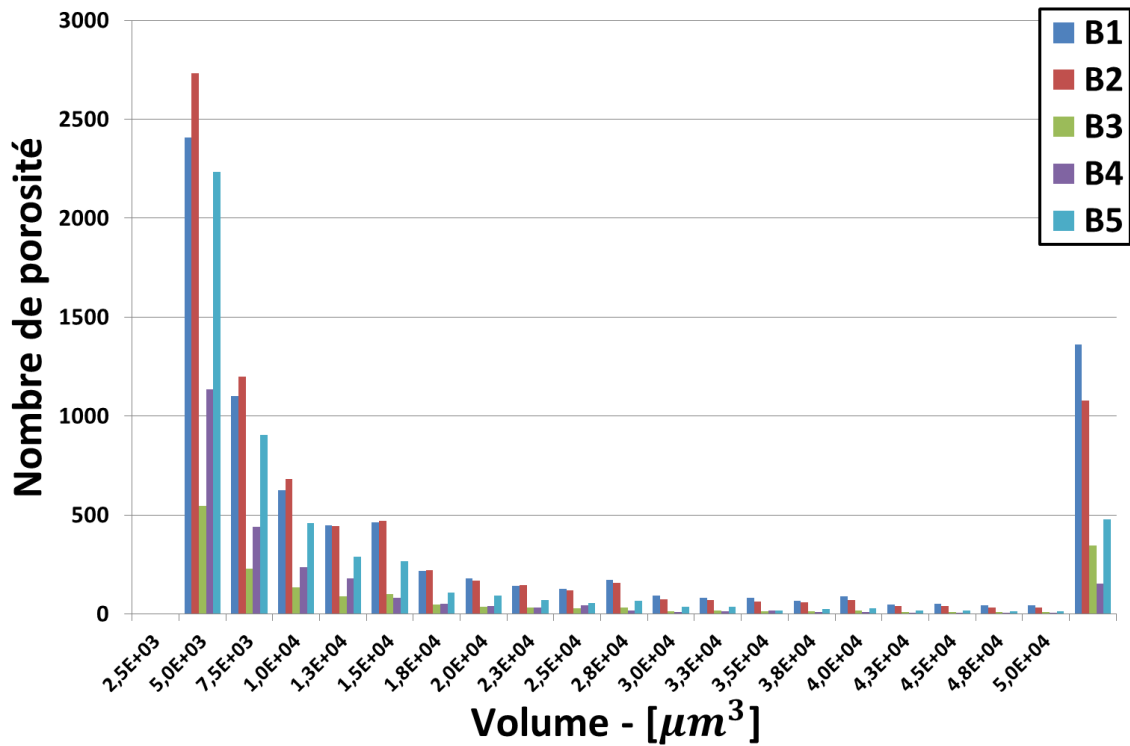
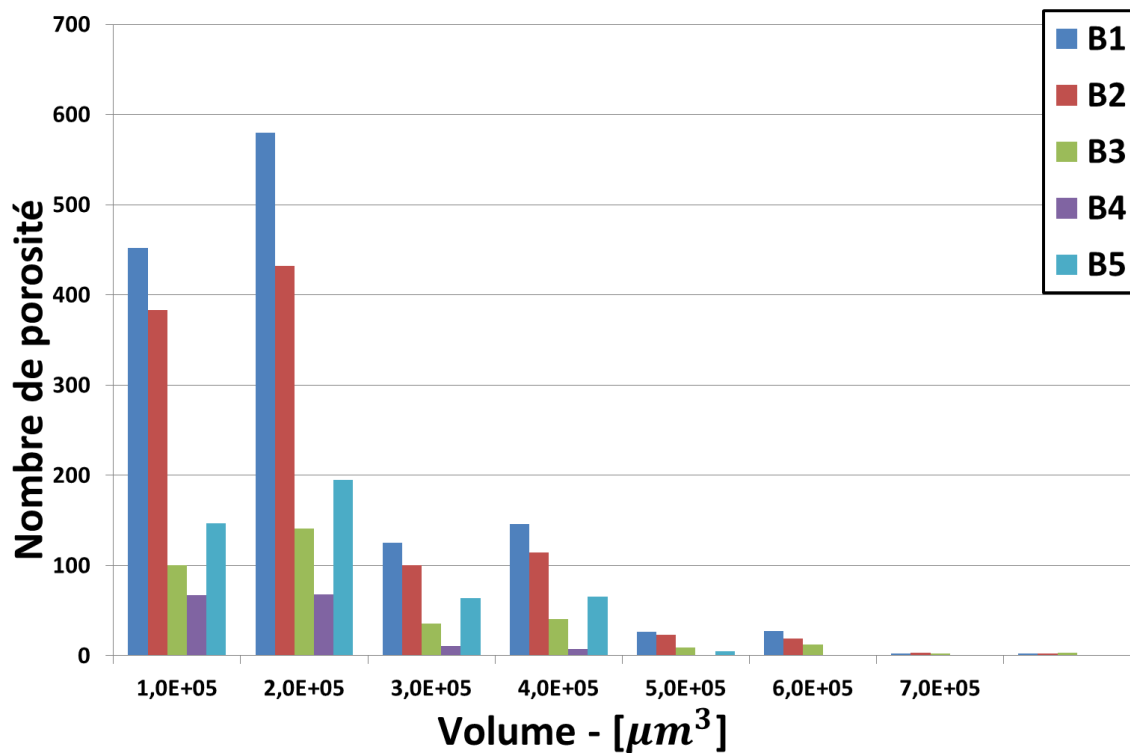


Figure 3.33 – Distribution des porosités de la catégorie 2 (Analyse 2D) en fonction de leur circularité pour les plaques à semi-produit comélé



(a)



(b)

Figure 3.34 – Distribution des porosités en volume (Analyse 3D) pour les plaques à semi-produit comélé - (a) Volume $\leq 5000 \mu m^3$ - (b) Volume $\geq 50\,000 \mu m^3$

Les orientations des porosités, données dans le digramme de distribution de la [Figure 3.35], suivent globalement les orientations chaîne et trame du renfort tissé.

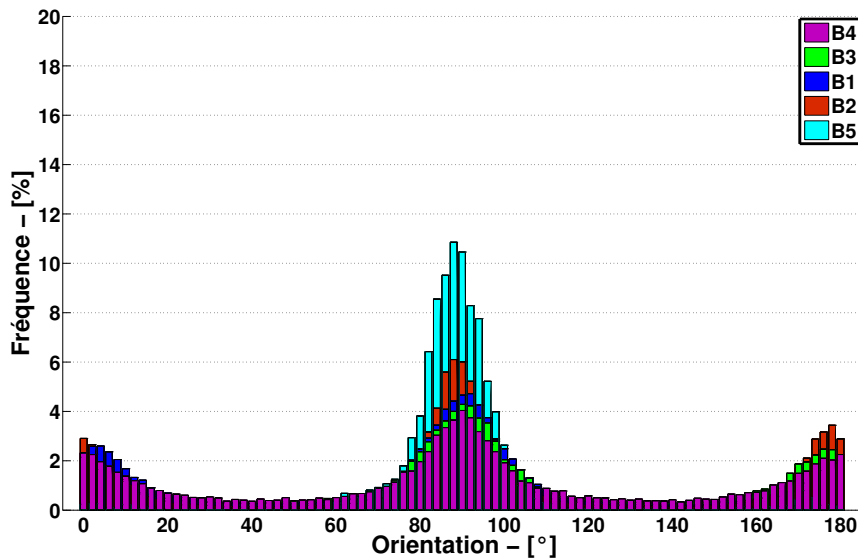


Figure 3.35 – Distribution des porosités surfaciques (Analyse 2D) en fonction de leur orientation pour les plaques à semi-produit comélé

L'étude morphologique des porosités par analyse des images tomographiques a permis d'identifier plusieurs catégories de porosités. Cependant, les microporosités dont la taille est inférieure à la résolution du tomographe ne sont pas prises en compte. Afin d'obtenir une identification complète des porosités présentes dans le stratifié composite, des CT-scans à des niveaux de résolution plus faibles devront être effectués.

3.4.1.3 Écart dans l'estimation du taux de porosité par dissolution chimique et par CT-scan

Pour les deux semi-produits, des écarts non négligeables sont constatés entre les valeurs du taux volumique de porosité par dissolution chimique et celui issu de l'analyse des images tomographiques RX. Pour les plaques poudrées, les taux de porosité obtenus par les deux méthodes d'analyse ne sont pas cohérents. Sans doute pour ce matériau, dont une grande partie de la porosité est plutôt intra mèche et de petite taille, une part significative des porosités soit en dessous de la résolution des images et puisse expliquer, en partie, ces écarts. Pour les plaques comélées, les taux de porosité calculés par l'analyse des images issues des CT-Scans sont inférieurs aux valeurs obtenues par dissolution chimique (écart de l'ordre de 1,0% à 2,0%). La précision de la mesure du taux de porosité par tomographie est directement liée à la résolution des images reconstruites. Les porosités dont l'aire est inférieure à $(10,0)^2 \mu m^2$ ne sont pas prises en compte dans l'estimation du taux volumique de porosité et pourraient expliquer ces différences.

3.4.1.4 Comparaison des deux typologies de plaques

L'étude des porosités dans les deux types de plaques souligne l'importance de la stratégie d'intégration du polymère dans le renfort textile du semi-produit sur la microstructure finale du matériau composite. La morphologie des porosités en termes de taille, de forme et de distribution spatiale diffère pour les deux semi-produits en raison des mécanismes d'imprégnation différents. Finalement, l'analyse microstructurale montre, pour les configurations de mise en oeuvre optimale, une meilleure santé matière des plaques réalisées à partir du tissu poudré en comparaison des plaques réalisées à partir du tissu comélé. Le semi-produit comélé est donc plus difficile à consolider.

3.4.2 Résultats des essais mécaniques

Cette section présente les résultats de caractérisation mécanique pour les plaques élaborées à partir des semi-produits poudrés et comelés.

Essais de traction sens chaîne [0°] et trame [90°] :

La [Figure 3.36] présente les valeurs des contraintes à ruptures en traction dans le sens chaîne [0°] et trame [90°] pour les plaques poudrées et comelées. Les valeurs de contraintes de traction à la rupture sont nettement plus élevées pour les plaques poudrées avec une valeur moyenne de 730,0 MPa par comparaison aux plaques comelées présentant une valeur moyenne de 310,0 MPa et ceci malgré le fait que le matériau comélé ait une fraction volumique de fibre plus élevée. L'écart type de 50,0 MPa est similaire pour l'ensemble des essais de traction.

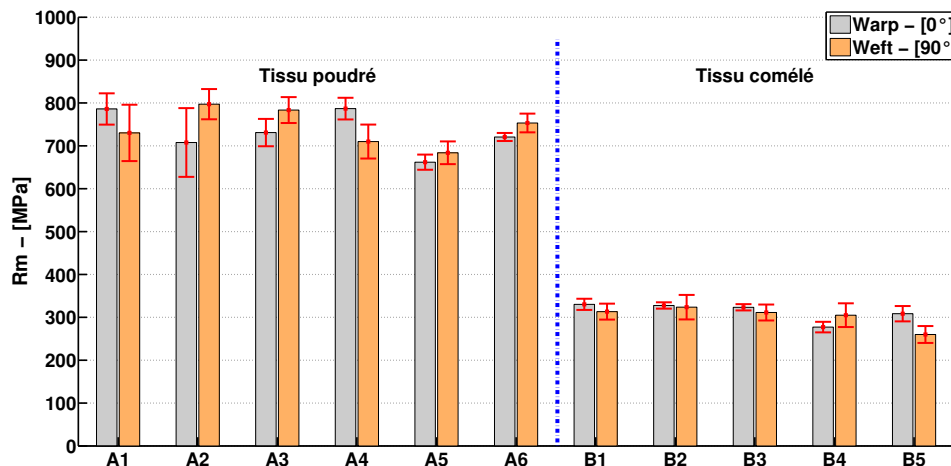


Figure 3.36 – Contrainte de traction à rupture (R_m) et écart type dans les directions chaîne et trame pour les stratifiés poudrés et comelés

Les modules d'élasticité en traction sont reportés [Figure 3.37]. Les modules des plaques poudrées sont plus élevés que ceux des plaques comelées avec des valeurs moyennes respectives de 55,5 GPa et 45,8 GPa. L'écart type moyen de ce module est évalué à 1,7 GPa pour les plaques poudrées et 3,7 GPa pour les plaques comelées.

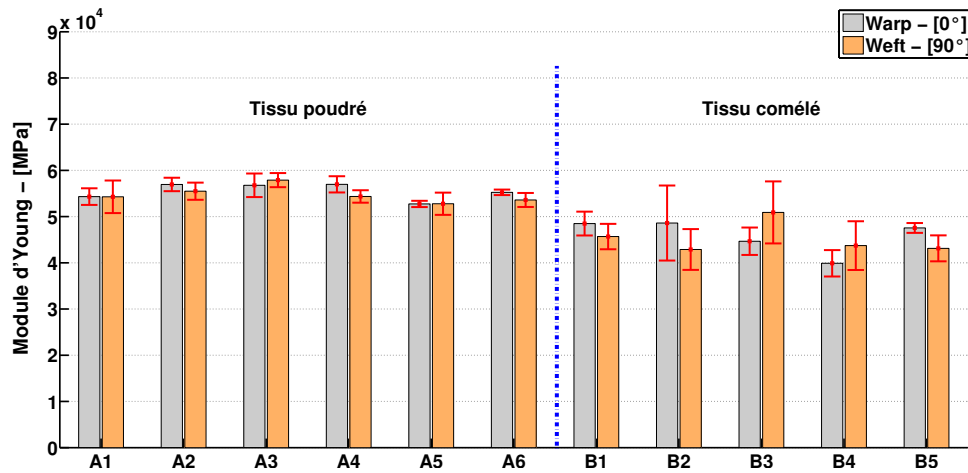


Figure 3.37 – Modules d'élasticité en traction dans les directions chaîne et trame pour les stratifiés poudrés et comelés

Les réponses en traction pour les deux types de matériau, reportées en [Figure 3.38], montrent deux modes de comportement distincts. Pour le matériau à semi-produit poudré, la réponse contrainte/déformation en traction dans le sens chaîne est de type élastique fragile. Cela se traduit par les ruptures des fibres contenues dans les mèches orientées suivant la direction de sollicitation [Figure 3.39 (a)].

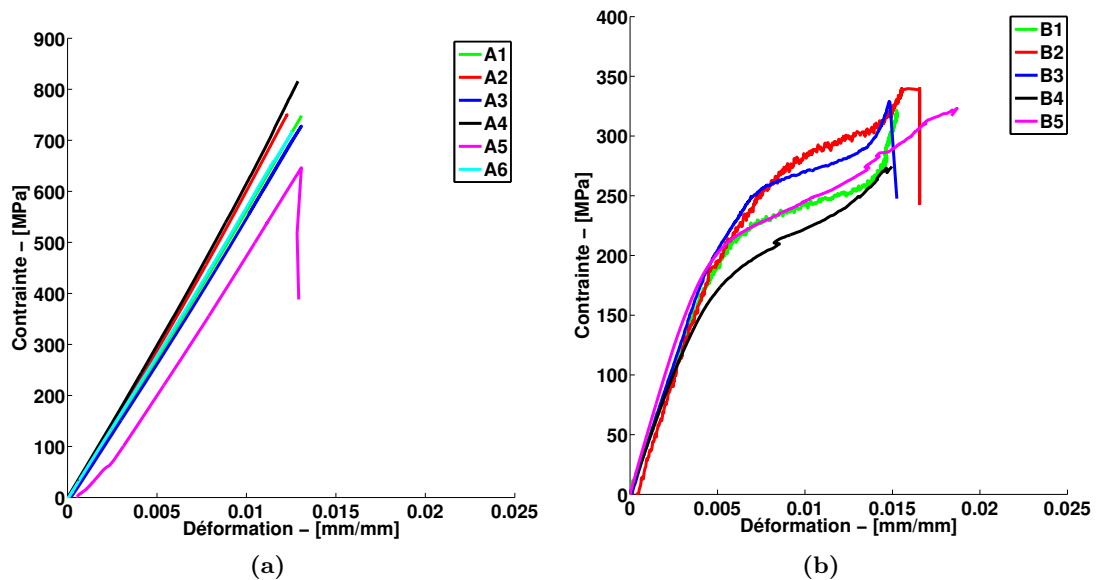


Figure 3.38 – Courbes contrainte/déformation types des essais de traction $[0^\circ]$ (a) matériau avec semi-produit poudré - (b) matériau avec semi-produit comélé

En ce qui concerne les plaques établies avec le semi-produit comélé, le mode de comportement en traction longitudinale est élastoplastique et se caractérise par la rupture des fibres orientées dans le sens de la sollicitation et un important délaminage des plis [Figure 3.39 (b)].

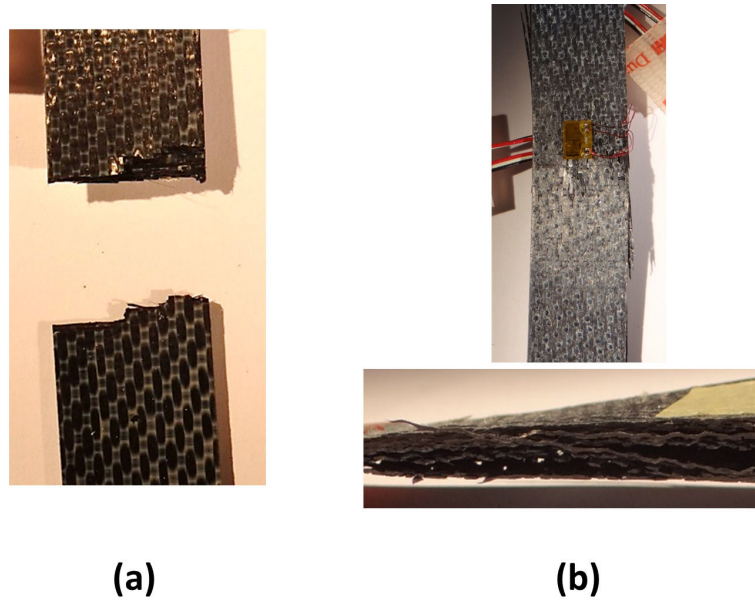


Figure 3.39 – Éprouvettes de traction après essais : (a) semi-produit poudré - (b) semi-produit comélé

Essais de compression :

En [Figure 3.40], les contraintes de compression à rupture sont plus élevées pour les stratifiés à tissu poudré ($R_m = 350,0 \text{ MPa}$) que pour ceux à tissu comélé ($R_m = 150,0 \text{ MPa}$).

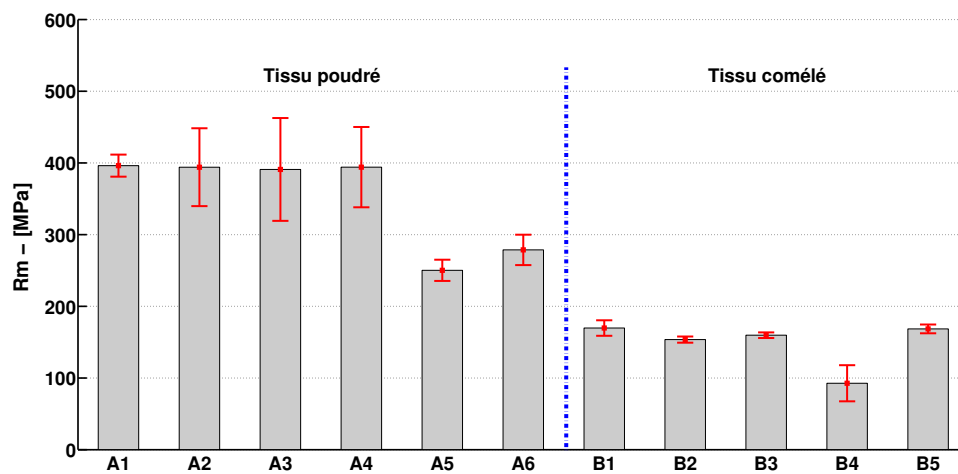


Figure 3.40 – Contrainte de rupture en compression (R_m) et écart type dans la direction chaîne pour les stratifiés poudrés et comelés

Concernant le module d'élasticité en compression [Figure 3.41], la valeur moyenne est de $55,3 \text{ GPa}$ pour les plaques poudrées et de $43,9 \text{ GPa}$ pour les plaques comélées. La dispersion est toutefois élevée avec un écart type de $6,1 \text{ GPa}$ pour les plaques poudrées et de $8,9 \text{ GPa}$ pour les plaques comélées.

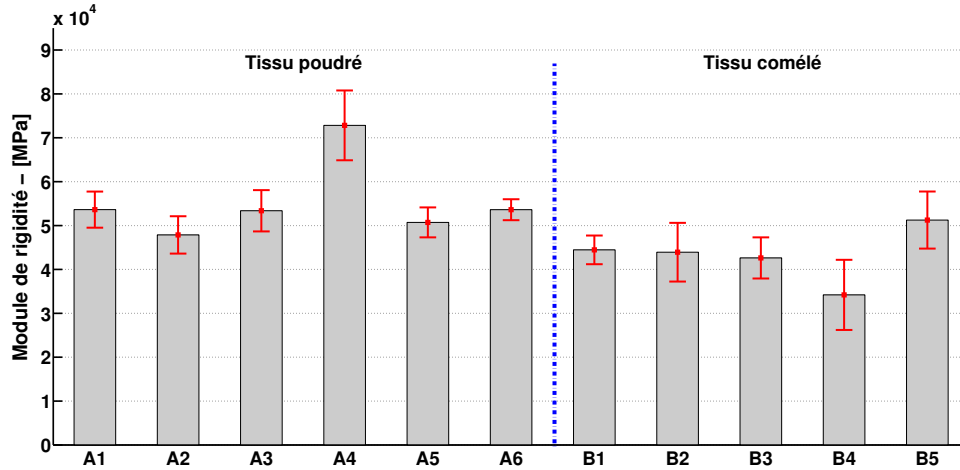


Figure 3.41 – Modules d'élasticité en compression sens chaîne pour les stratifiés poudrés et comelés

Les courbes contrainte/déformation en compression sont présentées en [Figure 3.42] pour les stratifiés issus du semi-produit poudré et en [Figure 3.43] pour ceux constitués du semi-produit comélé.

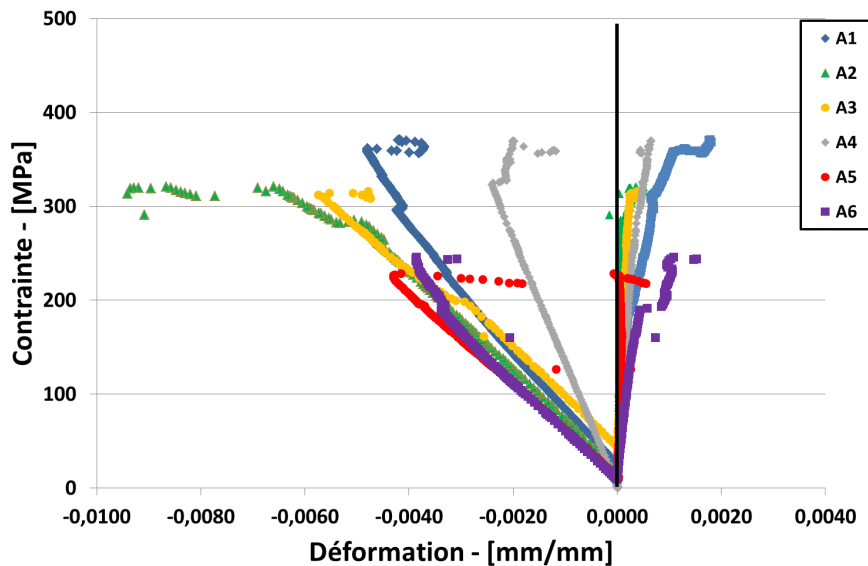


Figure 3.42 – Courbes contrainte/déformation types des essais de compression $[0^\circ]$ - semi-produit poudré

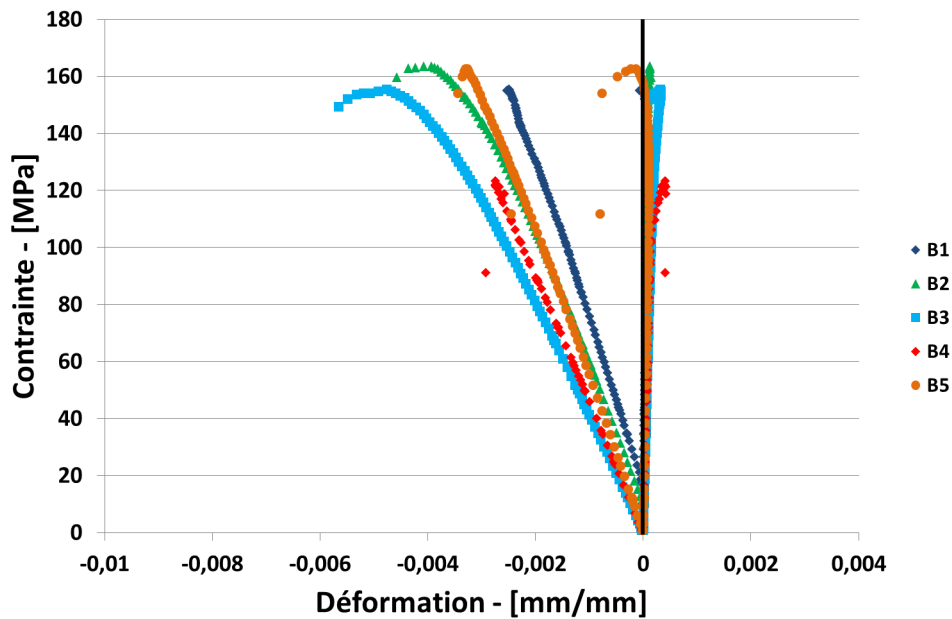


Figure 3.43 – Courbes contrainte/déformation types des essais de compression $[0^\circ]$ - semi-produit comélé

Les courbes montrent un comportement de type élastofragile pour le matériau poudré. La ductilité de la matrice PPS semble donc peu influencer le comportement en compression du matériau composite. Les observations des zones de ruptures indiquent un mode de rupture en cisaillement interlaminaire [Figure 3.44]. L'endommagement du stratifié est caractérisé par la formation d'une bande de flambement plastique parcourant l'épaisseur de l'éprouvette. Les mèches orientées dans le sens de la sollicitation en compression subissent un micro-flambement. On observe également un faible délaminage proche de la zone de rupture. Ces constatations sont similaires à celles faites par Aucher [Aucher2009] concernant un stratifié C/PPS obtenu à partir d'un renfort tissé Satin 5.

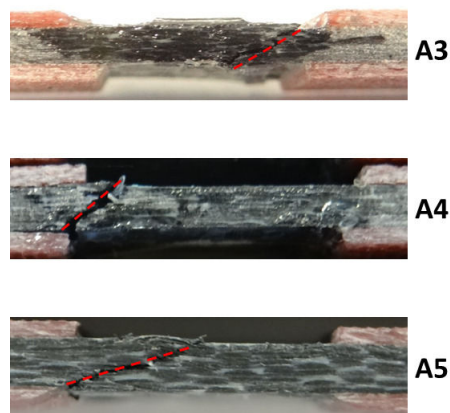


Figure 3.44 – Facies de ruptures des éprouvettes de compression pour les plaques **A3**, **A4** et **A5**

Les courbes contraintes/déformation pour les plaques comélées, reportées en [Figure 3.43] indiquent un comportement de type élastofragile du matériau. Les vues de coupe des éprouvettes en [Figure 3.45] montrent des ruptures en cisaillement interlaminaire semblables au cas précédent. On observe également du délaminage proche de la zone de rupture (ex. : Éprouvette B2).

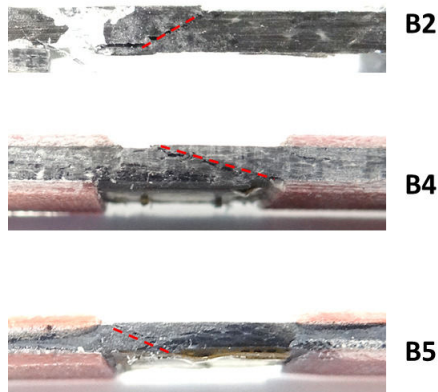


Figure 3.45 – Facies de ruptures des éprouvettes de compression pour les plaques B2, B4 et B5

Flexion 3 points :

Les valeurs des contraintes à rupture et des modules d'élasticité, issues des essais de flexion 3 points, sont reportées en [Figure 3.46] et [Figure 3.47]. On constate une variabilité de la contrainte à rupture allant de 449,5 MPa (A5) à 757,6 MPa (A3) pour les plaques poudrées et de 189,9 MPa (B4) à 356,7 MPa (B5) pour les plaques comélées. Les valeurs de contraintes pour les plaques poudrées sont supérieures à celles des plaques comélées.

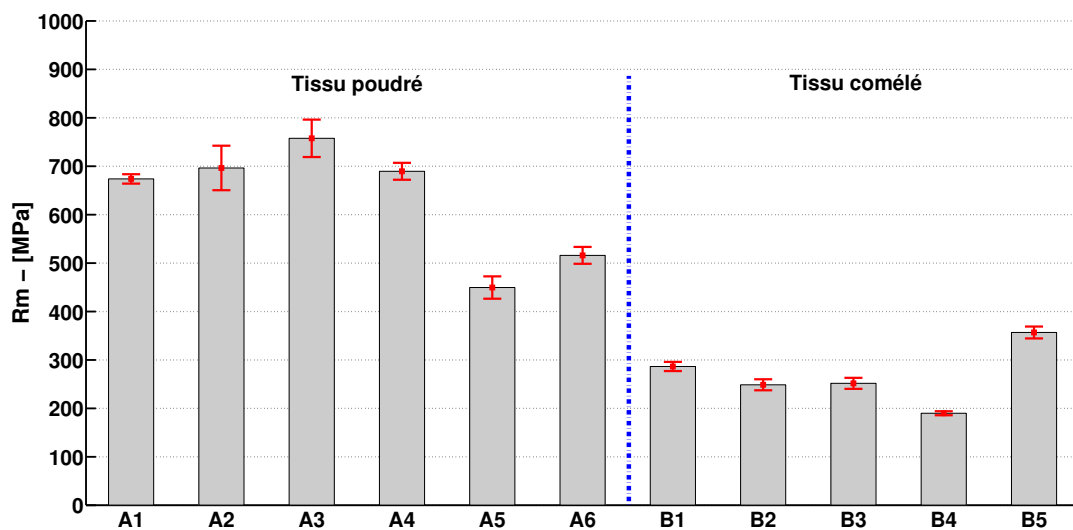


Figure 3.46 – Contrainte de flexion à rupture (R_m) et écart type pour les stratifiés poudrés et comelés

Le module d'élasticité en flexion des plaques poudrées reste quasiment identique avec une valeur de $48,8 \pm 1,11 \text{ GPa}$. Pour les plaques comélées, le module en flexion varie entre $34,8 \text{ GPa}$ (**B4**) et $45,6 \text{ GPa}$ (**B5**).

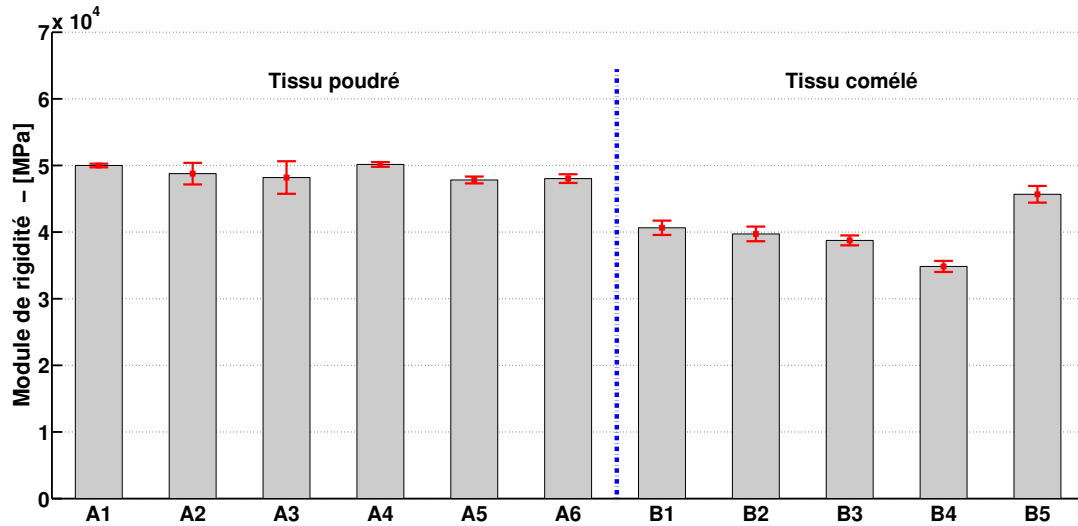


Figure 3.47 – Modules d'élasticité en flexion pour les stratifiés poudrés et comélés

Cisaillement interlaminaire :

Les résultats de contrainte à rupture en cisaillement interlaminaire figurent en [Figure 3.48]. Pour les plaques poudrées, cette contrainte est, en moyenne, de $41,0 \pm 4,1 \text{ MPa}$ avec pour valeur maximale de $45,4 \text{ MPa}$ (**A3**) et pour valeur minimale $34,1 \text{ MPa}$ (**A5**).

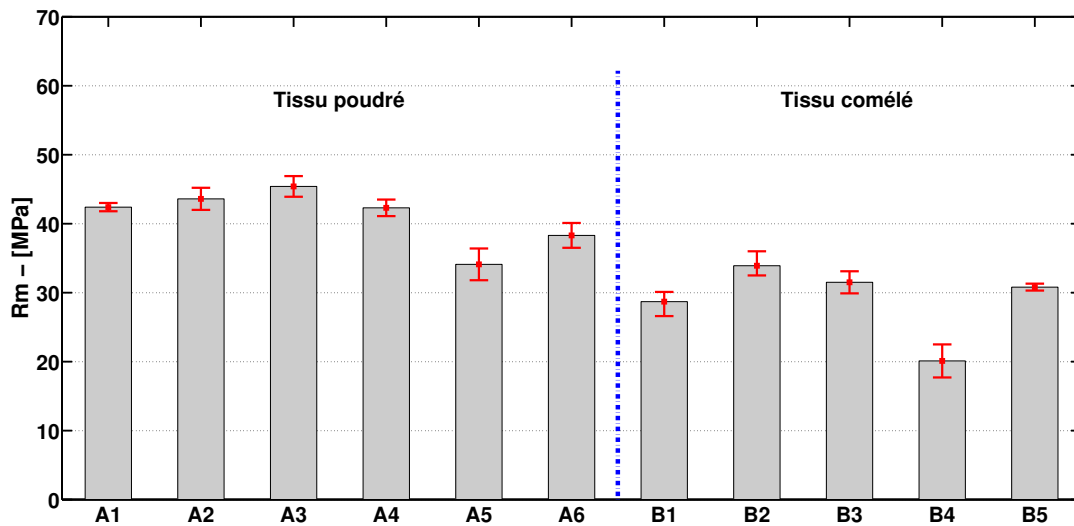


Figure 3.48 – Contrainte à rupture (**Rm**) - CIL

Pour les plaques comélées, les contraintes à rupture s'échelonnent de $20,1 \text{ MPa}$ (**B4**) à $33,9 \text{ MPa}$ (**B2**) avec une valeur moyenne de $29,0 \pm 5,3 \text{ MPa}$.

La campagne de caractérisation mécanique permet d'affirmer que les plaques poudrées ont une résistance à la rupture plus élevée que les plaques constituées du semi-produit comélé et ceci pour l'ensemble des sollicitations investiguées (traction, flexion 3 points, compression et cisaillement interlaminaire). Cette différence est à l'opposé du taux volumique de fibre : le V_f des plaques comélées (55 %) est supérieur à celui des plaques poudrées (50 %). Cette différence, visible sur les modules d'élasticité, est très importante pour les contraintes à rupture. Le fait que les mèches du renfort textile comélé soient constituées de filaments discontinus issus d'un craquage de fibres est à l'origine d'un moins bon report de charge entre les filaments du renfort et conduit à cet écart significatif des contraintes à rupture en traction et compression entre ces deux matériaux composites.

3.5 Influence du cycle de consolidation sur les porosités et les propriétés mécaniques

L'influence entre la mise en oeuvre et les propriétés mécaniques du matériau composite n'est pas directe. La mise en oeuvre impacte la microstructure du composite de par le niveau de compaction des fibres, l'orientation finale du renfort textile et les porosités présentes dans le stratifié.

3.5.1 Influence du cycle de consolidation sur la santé matière du composite

Les cycles de consolidation employés pour la mise en oeuvre des plaques composites ont conduit à plusieurs configurations de microstructures et de porosités. Plusieurs paramètres du cycle ont été identifiés comme facteur influençant la qualité finale des stratifiés composites : la pression externe de consolidation, le niveau de vide dans la bache et la durée du palier à la température de consolidation. Ces facteurs n'impactent pas le matériau composite avec la même pondération.

La [Figure 3.49] présente, pour chaque essai de consolidation, la pression externe appliquée sur la bache en fonction du taux de porosité moyen mesuré sur les plaques. Les niveaux de vide (ou pression interne) y sont également reportés.

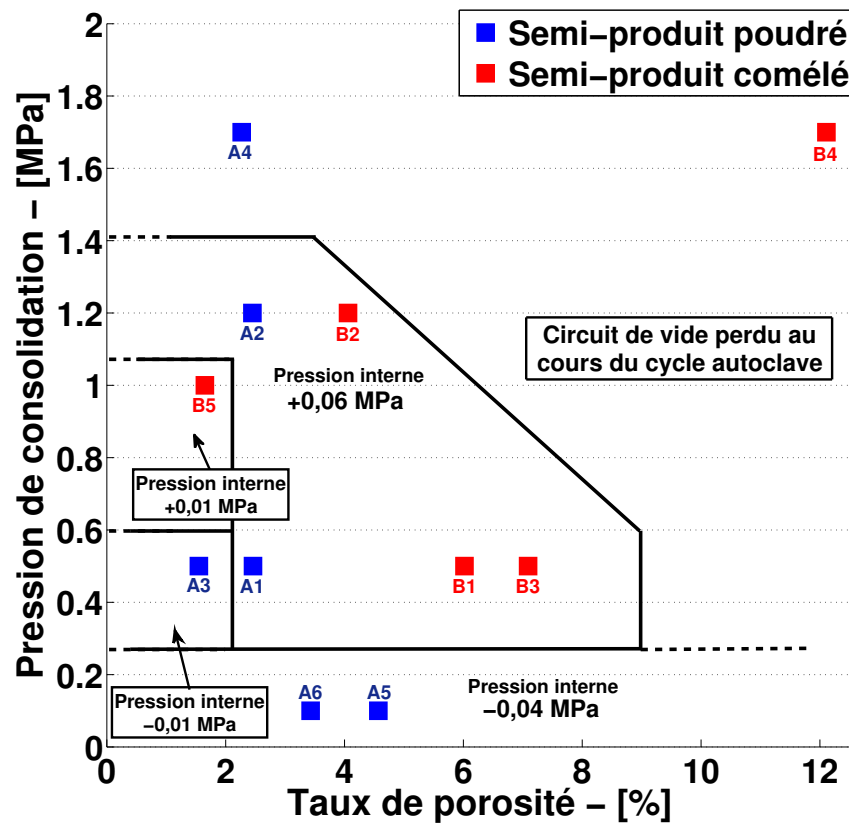


Figure 3.49 – Influence de la pression externe de consolidation et du niveau de vide dans la bêche sur le taux de porosité

3.5.1.1 Effet de la pression externe

Il apparaît clairement que l'application d'une pression externe élevée garantit une meilleure consolidation par la réduction du taux de porosité. Ce constat s'applique pour les deux semi-produits. Ainsi pour les plaques poudrées, l'augmentation de la pression externe de $0,5 \text{ MPa}$ contribue à la réduction de moitié du taux de porosité (**A6** avec $V_p = 3,43 \%$ et **A3** avec $V_p = 1,55 \%$). Concernant les plaques comélées, une augmentation de $0,7 \text{ MPa}$ permet de réduire de $40,0 \%$ le taux de porosité (**B3** avec $V_p = 7,09 \%$ et **B2** $V_p = 4,06 \%$).

3.5.1.2 Effet du niveau de vide

Il s'avère également que la pression à l'intérieur de la bêche contribue grandement à la réduction du taux de porosité. La pression interne, en début de cycle, est fixée à $-0,07 \text{ MPa}$ par rapport à la pression atmosphérique (P_{atm}) permettant de créer un vide partiel pour évacuer les particules d'air du renfort textile. Cependant, il est arrivé que cette pression augmente et devienne positive par rapport à la pression atmosphérique [Tableau 3.3]. C'est le cas notamment des plaques **A1** et **B1** avec une pression interne maximale atteinte de $+0,06 \text{ MPa}$ par rapport à P_{atm} . Il est crucial de conserver un

différentiel de pression entre la pression autoclave P_{ext} et la pression interne P_{int} de la bache afin d'assurer le drainage de l'air emprisonné dans la bache et le matériau à consolider. Une faible pression maintenue durant tout le cycle de mise en oeuvre limite la quantité de porosités piégées dans les plis de renfort et empêche leur agglomération. Les spécimens **A1** (2,46 %) et **A3** (1,55 %) consolidés sous une pression externe 0,5 MPa et une pression interne maintenue respectivement à +0,06 MPa et -0,01 MPa ont des taux de porosité comparables à la plaque **A2** (2,45 %) obtenue avec 1,2 MPa de pression externe et une pression interne maximale de +0,06 MPa. La plaque **A4**, dont le système de drainage est devenu inopérant au cours du cycle (coupure du circuit de vide suite à une différence du niveau de vide consigne et vide en sortie de bache trop importante) présente un taux de porosité également faible (2,27 %), mais avec une pression de consolidation de 1,7 MPa.

Les mêmes conclusions sont faites pour les plaques à renfort comélé. C'est particulièrement clair entre le spécimen **B5** (1,65%) et une pression interne de +0,01 MPa) et le spécimen **B2** (4,06 % et une pression interne de +0,06 MPa) consolidé avec une pression externe de 0,5 MPa. Le stratifié **B4** a le taux de porosité le plus haut de la campagne d'essai avec 12,11 % malgré une pression de consolidation de 1,7 MPa. La perte totale de vide (fermeture du circuit de drainage), avant d'atteindre le palier de consolidation, empêche l'évacuation de l'air du renfort et explique cette forte présence de porosités.

3.5.1.3 Effet du temps de consolidation

Le temps du palier de consolidation contribue également à la réduction du niveau de porosité en particulier pour les plaques poudrées [Figure 3.50]. Une augmentation de 10 min à 20 min de ce palier induit une baisse de 2,0 % du taux de porosité (échantillons **A5** et **A6**). Il est difficile de pouvoir évaluer l'impact de ce paramètre pour les plaques comélées en raison des autres paramètres de cycle impliqués : $P_{externe}$ et $P_{interne}$. L'effet reste cependant limité. L'augmentation de la durée de palier n'améliore pas significativement la qualité du matériau et risque d'engendrer une dégradation du polymère. La valeur optimale de ce paramètre doit prendre en compte le temps total de mise en oeuvre et le comportement rhéologique de la matrice PPS.

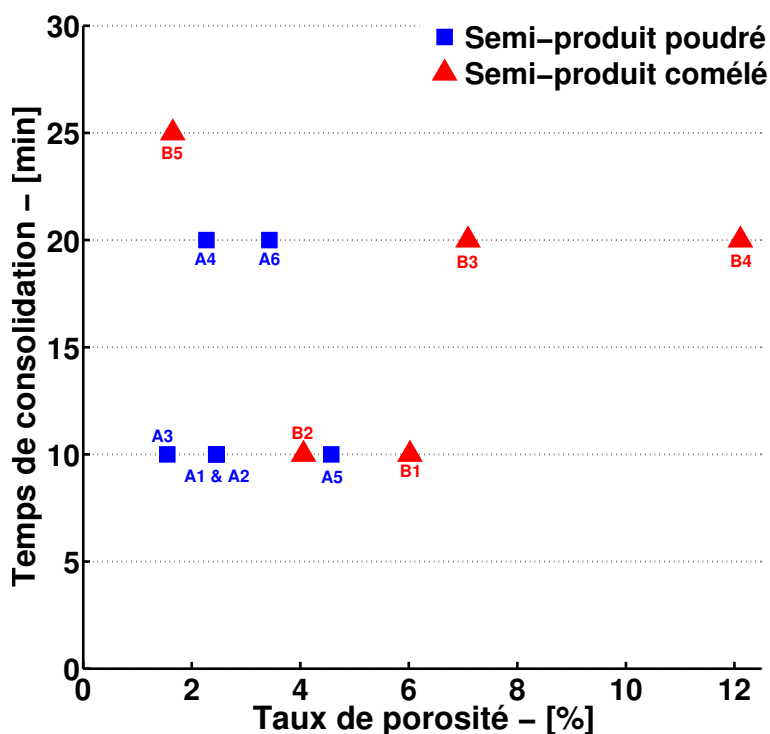


Figure 3.50 – Influence de la durée de consolidation sur le taux de porosité

3.5.1.4 Stratégie dans la définition du cycle autoclave

L'ensemble des paramètres du procédé (pression externe, pression interne et temps de consolidation) permet d'optimiser la qualité du matériau composite. La pression externe est le facteur le plus impactant dans l'évolution du taux de porosité comme le souligne Lystrup et al. [Lystrup+1998]. Cependant, la pression externe seule ne permet pas d'optimiser le cycle de mise en oeuvre. Comme il a été constaté par Boey et Lye, Liu et al. [Boey+1990 ; Liu+2006] la santé matière du stratifié dépend fortement de la combinaison de la pression de consolidation, de son moment d'application et du niveau de pressurisation dans la bache. Ainsi une pression externe entre $0,7 \text{ MPa}$ et $1,0 \text{ MPa}$ et un maintien du circuit de drainage de l'air sous la bache pendant tout le cycle permet de minimiser le taux de porosité. Il n'est donc pas nécessaire d'appliquer une pression de consolidation supérieure à $1,0 \text{ MPa}$ lorsque le circuit de vide est maintenu pendant la consolidation. D'une part, l'impact sur le taux de porosité serait, à ce stade, très limité. D'autre part, les risques de pertes d'étanchéité liés à une forte pression externe ($\geq 1,2 \text{ MPa}$) augmenteraient. Enfin, la durée du palier de consolidation contribue, mais dans une moindre mesure, à réduire le niveau de porosité.

3.5.2 Sensibilité des propriétés mécaniques au taux volumique de porosité dans le stratifié

La microstructure générée lors des cycles de consolidation en autoclave impacte de manière significative les propriétés mécaniques des stratifiés C/PPS élaborés à partir de semi-produits poudré ou comélé. Dans cette partie, les résultats mécaniques en contrainte à rupture et modules d'élasticité sont confrontés au taux de porosité mesuré par dissolution chimique.

L'évolution des contraintes à rupture en fonction du taux de porosité pour les plaques poudrées est représentée en [Figure 3.51].

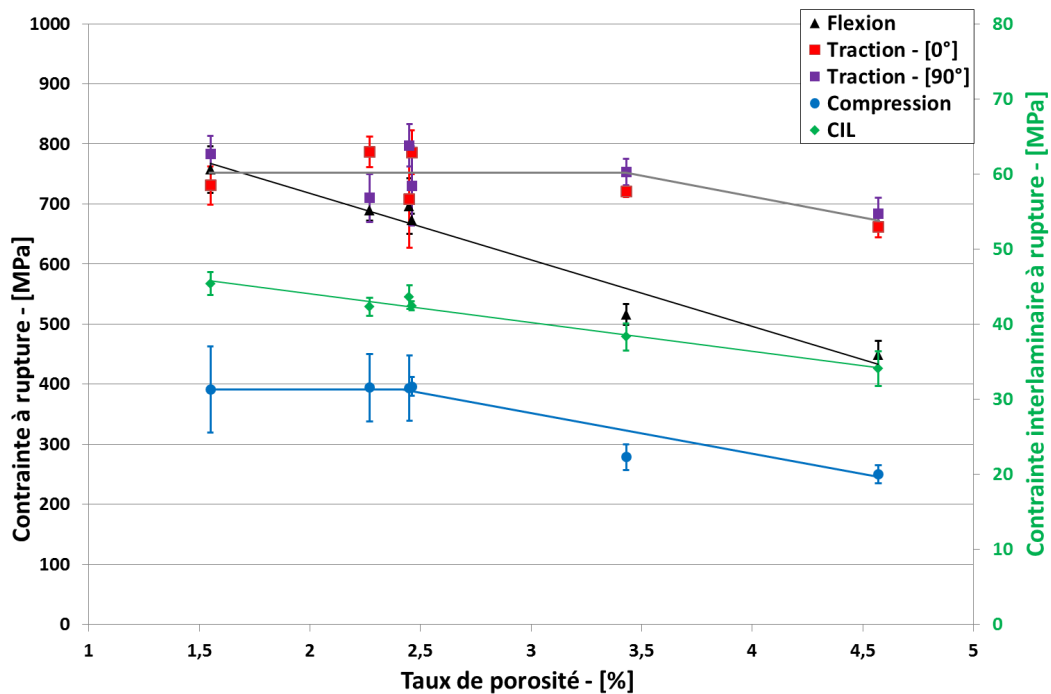


Figure 3.51 – Évolution de la contrainte à rupture en fonction du taux de porosité pour les plaques à semi-produit poudré

Les contraintes maximales en flexion et cisaillement interlaminaire décroissent linéairement avec le taux de porosité. Pour un taux de porosité variant de 1,55 % (**A3**) à 4,57 % (**A5**) la contrainte en flexion passe de 757,6 MPa à 449,5 MPa soit une baisse de près de 40 % de la résistance à la rupture. Pour les essais en cisaillement interlaminaire, la contrainte baisse de 45,4 MPa à 34,1 MPa soit une chute d'environ 25 %. Les niveaux de contraintes à rupture en traction dans le sens chaîne et trame sont peu influencés par le niveau de porosité jusqu'à 3,5 % ; il en est de même pour les contraintes en compression jusqu'à 2,5 %. Au-delà, les propriétés à la rupture en traction (respectivement en compression) chutent de 15 % (respectivement 35 %) pour

4,5 % de porosité. Les propriétés en compression et en flexion sont ainsi plus sensibles à une modification du taux de porosité.

L'évolution des contraintes à rupture en fonction du taux de porosité pour les plaques comélées est représentée en [Figure 3.52].

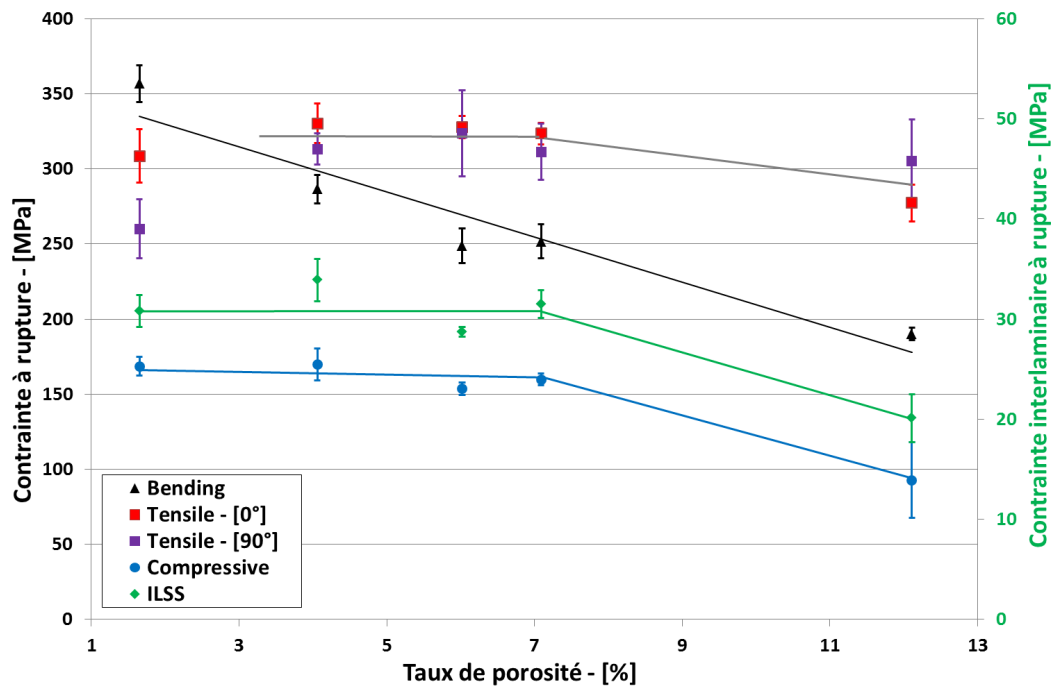


Figure 3.52 – Évolution de la contrainte à rupture en fonction du taux de porosité pour les plaques à semi-produit comélé

La contrainte à rupture en flexion diminue linéairement avec l'augmentation du taux de porosité. La chute est estimée à 40 % lorsque le taux de porosité varie de 1,65% à 12,11%. Les contraintes en cisaillement interlaminaire et en compression ont des valeurs quasi constantes jusqu'à 7,0 % de porosité. Malgré la forte disparité des contraintes maximales en traction dans les deux directions de sollicitation, on constate une sensibilité limitée au taux de porosité avec une chute inférieure à 20,0%.

L'évolution des modules de rigidité en fonction du taux de porosité pour les deux types de plaques est détaillée en [Figure 3.53] pour les essais de traction sens chaîne et trame, en [Figure 3.54] pour les essais en flexion, et en [Figure 3.55] pour les essais en compression.

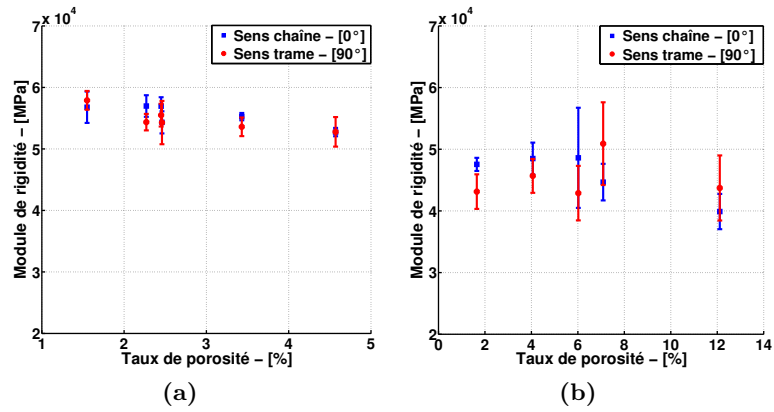


Figure 3.53 – Module d'élasticité en traction en fonction du taux de porosité : (a) matériau avec semi-produit poudré - (b) matériau avec semi-produit comélé

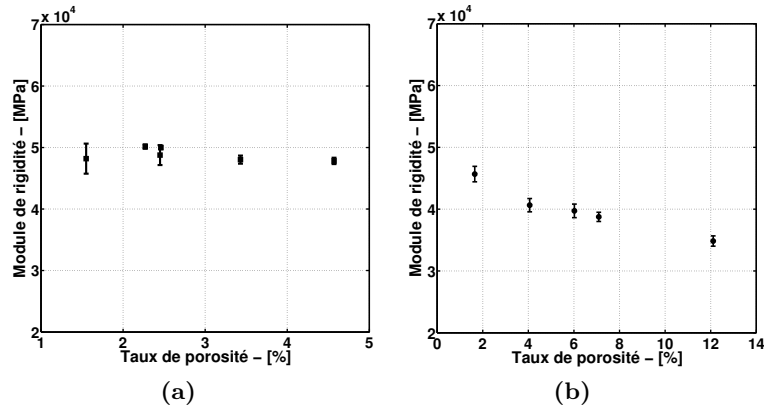


Figure 3.54 – Module d'élasticité en flexion en fonction du taux de porosité : (a) matériau avec semi-produit poudré - (b) matériau avec semi-produit comélé

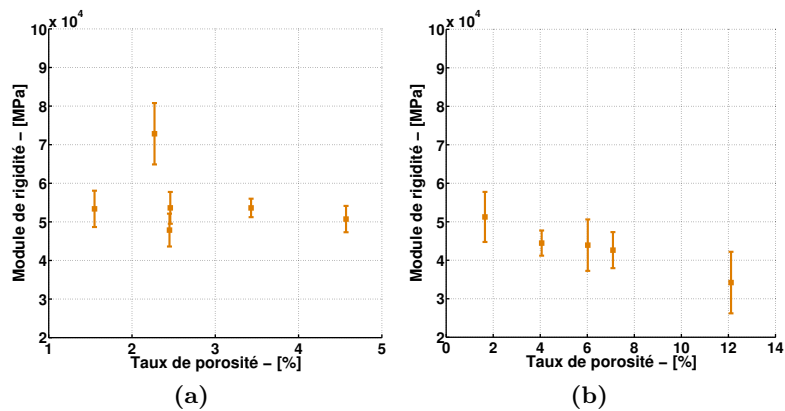


Figure 3.55 – Module d'élasticité en compression en fonction du taux de porosité : (a) matériau avec semi-produit poudré - (b) matériau avec semi-produit comélé

Concernant les plaques à renfort poudré, on constate une diminution de moins de 10% du module de rigidité en traction lorsque le taux de porosité augmente de 1,55% à 4,57%. La tendance est similaire pour les modules de flexion avec une baisse inférieure à 5,0%. Le module de rigidité en compression semble peu sensible à la variation du taux de porosité malgré la haute dispersion des valeurs ($> 2,0 \text{ GPa}$).

Pour les plaques à renfort comélé, pour une variation du taux de porosité de 1,65 % à 12,11 %, le module de flexion diminue de 20 %, celui de compression chute de plus de 30 %. La diminution du module de rigidité en traction dans les directions chaîne et trame, se limite à 20 %. Cependant, ces derniers résultats sont à nuancer en raison de l'écart type élevé. Une désorientation du réseau fibreux lors de l'empilement des plis peut expliquer cette dispersion.

3.5.3 Prise en compte de la morphologie des porosités dans l'évolution des performances mécaniques

Pour l'ensemble des plaques, les propriétés mécaniques en particulier les contraintes en rupture évoluent d'une manière décroissante avec l'augmentation du taux de porosité. Toutefois la compréhension des mécanismes à l'origine de cette chute reste à identifier. Comme il a été suggéré dans les travaux de Chambers et al. et Lambert et al. [Chambers+2006 ; Lambert+2012], une analyse quantitative des porosités doit être effectuée pour identifier le type de porosité (taille, forme, orientation et localisation spatiale) responsable de la rupture des éprouvettes composites. Une telle démarche a été faite pour analyser plus finement la chute des propriétés mécaniques en flexion.

Pour les plaques à tissu poudré, les porosités s'agglomèrent entre elles au sein des mèches sens chaîne et trame du renfort avec l'augmentation du taux de porosité. Ce changement de la microstructure induit une modification du mode de rupture en flexion des stratifiés poudrés. L'allure des courbes contraintes/déformations enregistrées lors des essais de flexion 3 points, illustrées en [Figure 3.56], montre cette dépendance entre le mode de rupture et les porosités. Deux observations macroscopiques d'éprouvettes après rupture issues des plaques **A2** et **A5** sont également représentées sur cette figure. Pour les éprouvettes provenant de **A2 à faible taux de porosité**, on constate des ruptures localisées dans les zones inférieure et supérieure par rapport à la fibre neutre correspondant respectivement à des ruptures en traction et en compression des fibres [Aucher2009 ; Krawczak1997]. Par ailleurs, dans la zone de compression, des ruptures en cisaillement inter et intra laminaire sont visibles. Dans le cas de la plaque **A5** présentant **un fort taux de porosité** en revanche, de multiples fissures perpendiculaires au plan des plis sont observées. Dans ce cas précis, les porosités présentes majoritairement au centre des mèches (dans les directions chaîne et trame) favorisent la propagation des fissures et conduisent à un mode de rupture en cisaillement interlaminaire. Au-dessus

d'un taux de porosité de 3,0 %, les porosités intra mèche induisent une modification du mode de rupture en flexion pour le stratifié à tissu poudré.

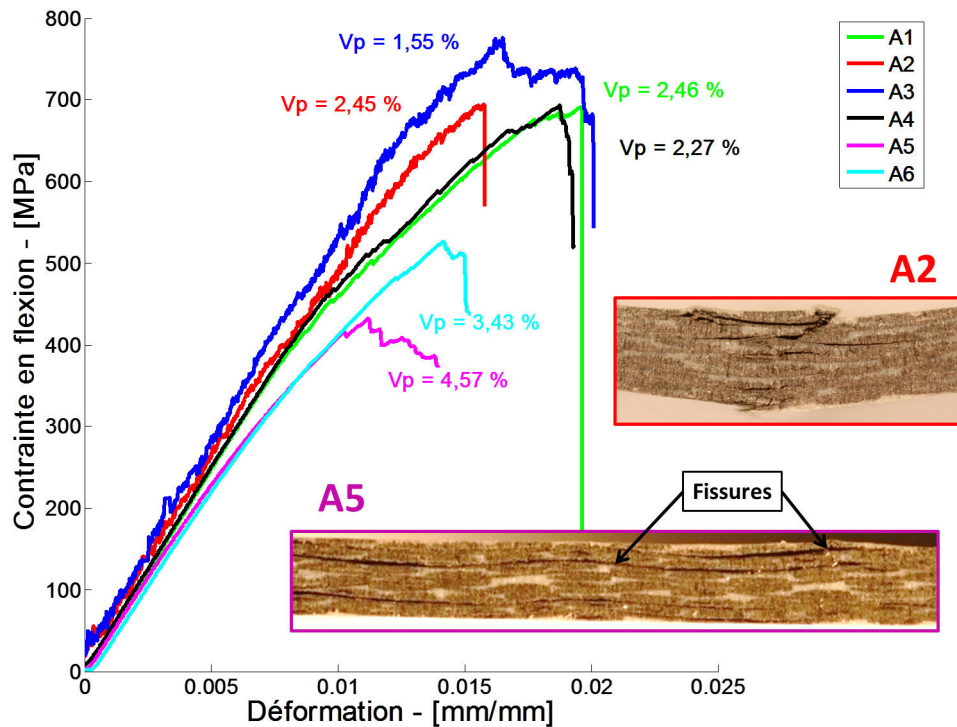


Figure 3.56 – Courbes contrainte/déformation des essais flexion 3 points avec indication des taux de porosité et des modes de ruptures pour deux niveaux de porosité - **Semi-produit poudré**

Pour les plaques élaborées avec le semi-produit comélé, l'augmentation du taux volumique de porosité se manifeste majoritairement par une augmentation en nombre et en taille des macro-porosités ($\text{Volume unitaire} \geq 50^3 \mu\text{m}^3$) présentes à l'inter plis. De formes allongées, ces porosités s'orientent dans les directions chaîne et trame du renfort fibreux (cf. [Figure 3.26]). Les courbes contraintes/déformation en flexion pour les plaques comélées, présentées en [Figure 3.57], montrent un comportement globalement plus ductile que pour les plaques poudrées. Après une évolution quasi-linéaire (domaine élastique) jusqu'à une contrainte maximale, un comportement non fragile se manifestant par une légère chute de la contrainte suivie d'une quasi-stabilisation de celle-ci pour des déformations supérieures à 0,01 mm/mm est observé. Ces courbes illustrent également la chute importante des contraintes maximales pour les éprouvettes dont le taux de porosité est supérieur à 2,0 %.

Les observations macroscopiques des deux cas extrêmes (**B4** - $V_p = 12,11\%$ et **B5** - $V_p = 1,65\%$) montrent, à première vue, une rupture localisée en compression avec possiblement du cisaillement inter et intra laminaire.

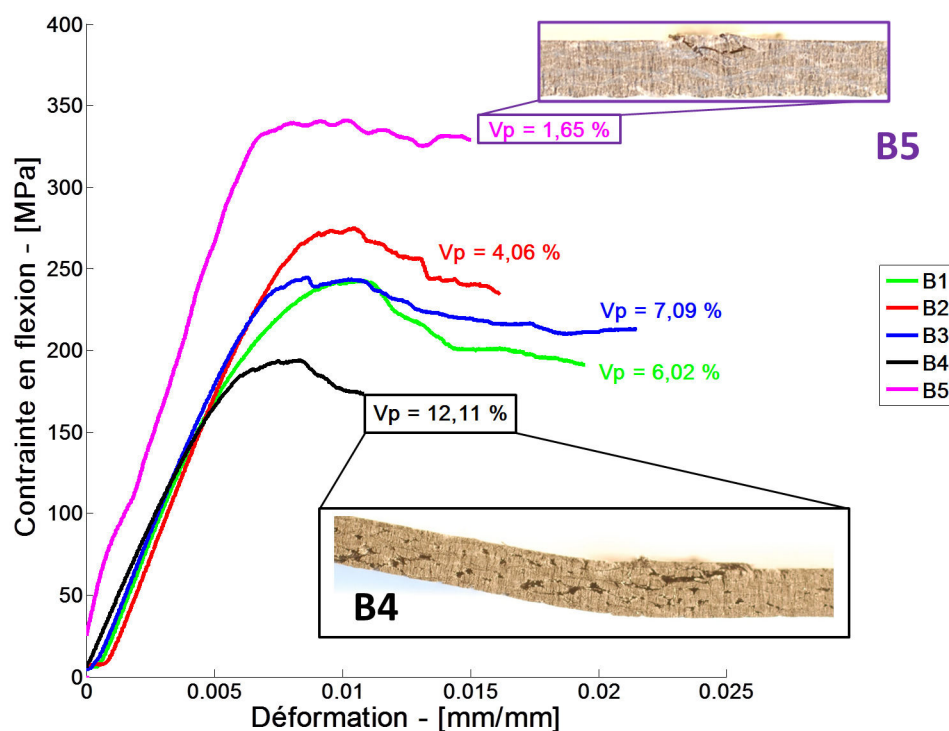


Figure 3.57 – Courbes contrainte/déformation des essais flexion 3 points avec indication des taux de porosité et des modes de ruptures pour deux niveaux de porosité - **Semi-produit comélé**

Cependant les micrographies en [Figure 3.58] pour le spécimen **B4** et en [Figure 3.59] pour le spécimen **B5** montrent des différences notables dans leurs modes de rupture. Des micro-flambements des fibres dans la zone d'endommagement en compression sont observés dans les deux cas. Cependant, pour les éprouvettes de **B4**, de larges fissures sont présentes entre les mèches avec une propagation de l'endommagement entre les plis et des ruptures en compression des fibres. Ainsi, les macro-porosités spécifiques à la plaque **B4** jouent le rôle de sites actifs propices à l'apparition des micro-flambements et fragilisent donc le stratifié. Par comparaison à l'éprouvette **B5**, on constate que ce phénomène est amplifié par l'augmentation du taux de porosité.

Finalement, les porosités inter mèche interviennent majoritairement dans le changement du comportement mécanique du matériau composite en favorisant le délaminage. Cela explique la baisse de la résistance en rupture lors d'essai en **flexion trois points**. L'augmentation en volume de cette catégorie de porosité explique également l'évolution des contraintes à rupture pour les essais de compression et de cisaillement interlaminaire. Dans le cas des essais de compression, ces macro porosités dégradent l'interface mèche/-matrice favorisant le délaminage. Il en résulte un risque accru de micro-flambements des mèches du renfort et ainsi conduire à la ruine du matériau.

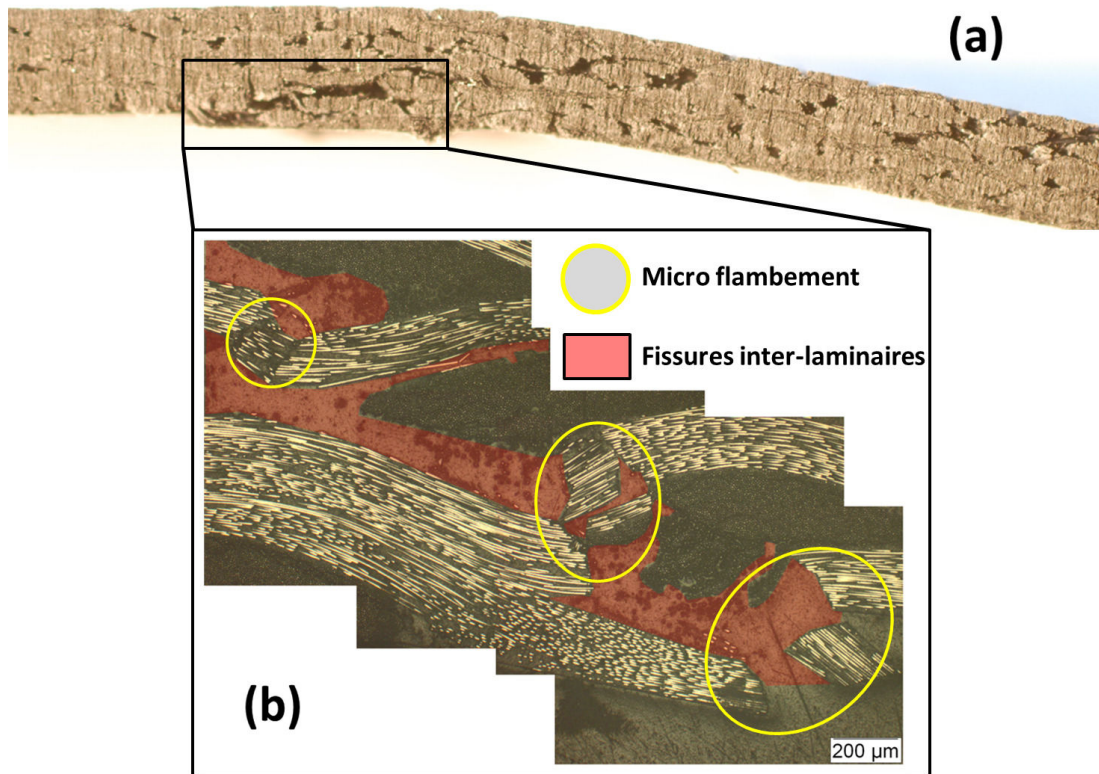


Figure 3.58 – Mode de rupture en flexion de la plaque **B4** ($V_p = 12,11\%$) : (a) Observation macroscopique - (b) Micrography (x100)

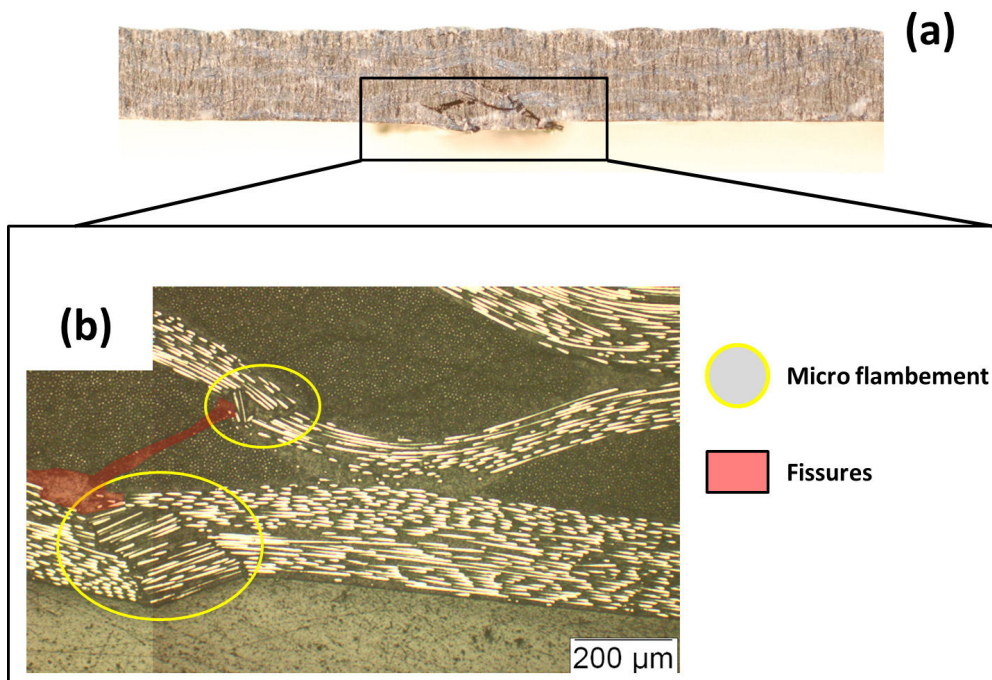


Figure 3.59 – Mode de rupture en flexion de la plaque **B5** ($V_p = 1,65\%$) : (a) Observation macroscopique - (b) Micrographie (x100)

Dans le cas des essais de **cisaillement interlaminaire**, une analyse approfondie de la microstructure post-essai est nécessaire pour identifier clairement le ou les modes de ruptures des éprouvettes et faire le lien, par la suite, avec la microstructure initiale du matériau.

3.6 Bilan intermédiaire

Dans l'optique d'étudier les relations procédé/matériau, des plaques composites, à semi-produit C/PPS poudré et comélé, ont été consolidées en autoclave. La définition de plusieurs cycles, en faisant varier les paramètres du procédé, a permis d'établir des stratifiés composites avec des niveaux de porosités compris entre 1,0 % et 13,0 %.

L'analyse par dissolution chimique et microtomographie des porosités présentes dans les plaques composites permet d'identifier les paramètres clés du cycle de consolidation contrôlant l'apparition des porosités. Ainsi, la pression externe de consolidation est le paramètre majeur conditionnant la qualité de la plaque composite. Une augmentation de 0,5 MPa de la pression de consolidation amène à une réduction du taux de porosité d'environ 5,0 % pour une plaque à semi-produit comélé et de 2,0 % pour celle à semi-produit poudré. L'application d'un premier palier de compaction en début du cycle contribue également à la réduction des porosités dans le stratifié tout en réduisant les risques de rupture de la bêche sous vide. L'augmentation du temps de consolidation contribue aussi à la réduction du nombre de défauts. La variation de la pression sous la bêche (ou niveau de vide) constatée lors des essais de consolidation a mis en évidence l'importance du drainage sur le taux de porosité et l'homogénéité globale du matériau composite. Le maintien d'une basse pression dans la « poche à vide » et d'un circuit de drainage opérationnel, à tout instant du cycle de consolidation, sont deux garanties d'obtenir un matériau avec une microstructure homogène. Les plaques à faible taux de porosité sont finalement obtenues avec une pression de consolidation comprise entre 0,7 MPa et 1,0 MPa combiné avec un drainage efficace tout au long de la mise en oeuvre.

La caractérisation de ces plaques a mis en évidence l'impact des porosités sur les propriétés mécaniques. Les contraintes à rupture diminuent avec l'augmentation du taux de porosité. Les contraintes liées aux essais de flexion trois points, de cisaillement interlaminaire et de compression sont particulièrement sensibles au niveau de porosité. Les modules d'élasticité des plaques poudrés sont peu affectés avec une baisse limitée à 20,0 % lorsque le taux de porosité augmente de 1,0 % à 12,0 %. Pour les plaques comélées, on remarque une dépendance des modules d'élasticité en flexion et compression au niveau de porosité. L'étude morphologique des porosités a permis d'identifier plusieurs classes de porosité. En corrélant avec les résultats mécaniques des essais de flexion trois

points, les catégories de porosité responsables de l'évolution des contraintes à rupture ont été identifiées pour chaque semi-produit.

Cette phase d'étude a également permis de montrer des propriétés mécaniques supérieures pour les plaques poudrées par rapport aux plaques comélées.

Dans le but d'approfondir ces thématiques, plusieurs pistes de recherche sont envisageables. Dans le cadre du procédé de mise en oeuvre en autoclave, l'intégration du système d'évacuation de l'air directement dans l'outillage au lieu de la bêche permettrait de réduire le taux de rebus. L'étude de l'évolution de la pression interne dans la « poche à vide » doit être également approfondie. La caractérisation en compressibilité du matériau drainant utilisé dans l'évacuation de l'air et des produits volatils permettrait d'évaluer son efficacité en fonction de la pression externe de consolidation appliquée. Une caractérisation plus poussée du semi-produit, en particulier de la matrice PPS, doit être effectuée pour définir précisément la température de consolidation et la durée du palier. Ces éléments dépendent de la nature (poudre ou filament), de la viscosité et de la dégradation en fonction du temps du polymère. L'identification des porosités par microtomographie avec une résolution inférieure à $10,0 \mu m$ pourrait être entreprise afin d'analyser plus finement les microporosités et leur intégration dans le matériau. Leurs impacts sur les propriétés mécaniques peuvent être également approfondis à partir d'essais interrompus ou des essais in situ avec une analyse microstructurale par microtomographie. On serait ainsi en mesure d'évaluer, pour différents niveaux de porosité, les mécanismes d'endommagement du matériau composite suivant le type de sollicitation.

Finalement, la simulation du procédé de consolidation en autoclave pourra être effectuée afin de valider le cycle de consolidation et de proposer un outil d'optimisation du procédé de mise en oeuvre en tenant compte des paramètres du cycle et du semi-produit (renfort et matrice). Plusieurs travaux proposent des outils de modélisation du cycle de consolidation [Binétruy2006]. La structure du semi-produit doit également être prise en compte à savoir l'armure du renfort, la structure des mèches ou encore la voie d'intégration du polymère. Dans le cas de la consolidation de pièces composites à partir de semi-produits à mèches comélées, Bernet et al. [Bernet+1999; Bernet+2001]) ont établi un modèle 2D d'imprégnation du polymère à l'échelle d'une mèche comélée. Basé sur la loi d'écoulement de Darcy, ce modèle tient compte du degré de comélagé [Svensson+1998; Ye+1995] de la mèche. Ce critère est défini par la répartition des filaments de renfort et de matrice dans une section de mèche.

Faisabilité de mise en œuvre de pièces composites à géométries complexes

4.1	Impact du cisaillement sur les propriétés mécaniques du matériau composite	158
4.1.1	Consolidation des plaques C/PPS avec déformation initiale en cisaillement plan	158
4.1.2	Effet du niveau de cisaillement plan sur les propriétés du matériau composite	160
4.1.2.1	Analyse microstructurale des plaques composites	161
4.1.2.2	Propriétés mécaniques des plaques composites	164
4.1.3	Confrontation avec une approche "théorie classique des stratifiés"	168
4.1.3.1	Détermination des propriétés élastiques du renfort textile	169
4.1.3.2	Détermination des propriétés élastiques du pli UD par méthode inverse	171
4.1.3.3	Modélisation du comportement mécaniques des plaques cisailées	174
4.1.3.4	Prédiction de la rupture à partir du critère de Tsai-Hill	175
4.2	Application aux géométries complexes : consolidation de pièces à double-courbures	177
4.2.1	Présentation des géométries	177
4.2.2	Mise en œuvre des pièces composites par consolidation autoclave	178
4.2.3	Évaluation de la santé matière des pièces complexes consolidées	179
4.2.3.1	Pièce de faisabilité : parallélépipède à congés d'arête	179
4.2.3.2	Pièce d'étude de la déformation textile : le tétraèdre	181
4.3	Bilan intermédiaire	185

Ce chapitre s'intéresse à la faisabilité de mise en œuvre de pièces composites thermoplastiques à géométrie complexe. Une pièce de type double courbure conditionne le renfort textile lors de son drapage. L'orientation du renfort fibreux, le taux de fibre, la présence ou non de défauts (porosités) ou encore le plissement des mèches sont liés à l'étape de mise en forme. Ces modifications structurelles au niveau de chaque pli déterminent les performances finales du matériau composite. Il est donc indispensable de tenir compte de la géométrie dans le dimensionnement de la pièce composite.

*Le premier objectif de ce chapitre est l'évaluation de l'impact du cisaillement plan sur les propriétés mécaniques du matériau composite. Le chapitre détaille une méthode expérimentale destinée à évaluer l'influence du cisaillement plan du renfort tissé dans les propriétés mécaniques des plaques composites. Les résultats sont utilisés par la suite pour établir une première approximation des propriétés mécaniques en fonction de l'angle de cisaillement appliqué à travers la théorie classique des stratifiés. La rupture du matériau est également investiguée à travers le critère de rupture **Tsai-Hill**.*

*Le deuxième objectif de ce chapitre est la consolidation de pièces de faisabilité par consolidation en autoclave. Deux géométries de pièces ont été fabriquées à partir de préformes comélées C/PPS. Leurs fabrications tiennent compte des recommandations faites dans le **Chapitre 3** en matière de cycle de consolidation et de choix des produits d'environnement. Une inspection de la santé matière des pièces et de la structure du renfort (orientation du renfort) a permis de valider un cycle de consolidation conforme aux exigences. Une analyse microstructurale a été effectuée afin de contrôler la santé matière des pièces non-développables consolidées.*

4.1 Impact du cisaillement sur les propriétés mécaniques du matériau composite

4.1.1 Consolidation des plaques C/PPS avec déformation initiale en cisaillement plan

Pour étudier l'impact du cisaillement plan dans le comportement mécanique du composite, plusieurs plaques composites ont été consolidées pour plusieurs niveaux de cisaillement. Chaque stratifié comprend 6 plis de semi-produit comélé à fibres de carbone craquées et matrice thermoplastique PPS. L'empilement des plis suit la séquence $[0^\circ]_6$ avec pour direction de référence celle du réseau chaîne.

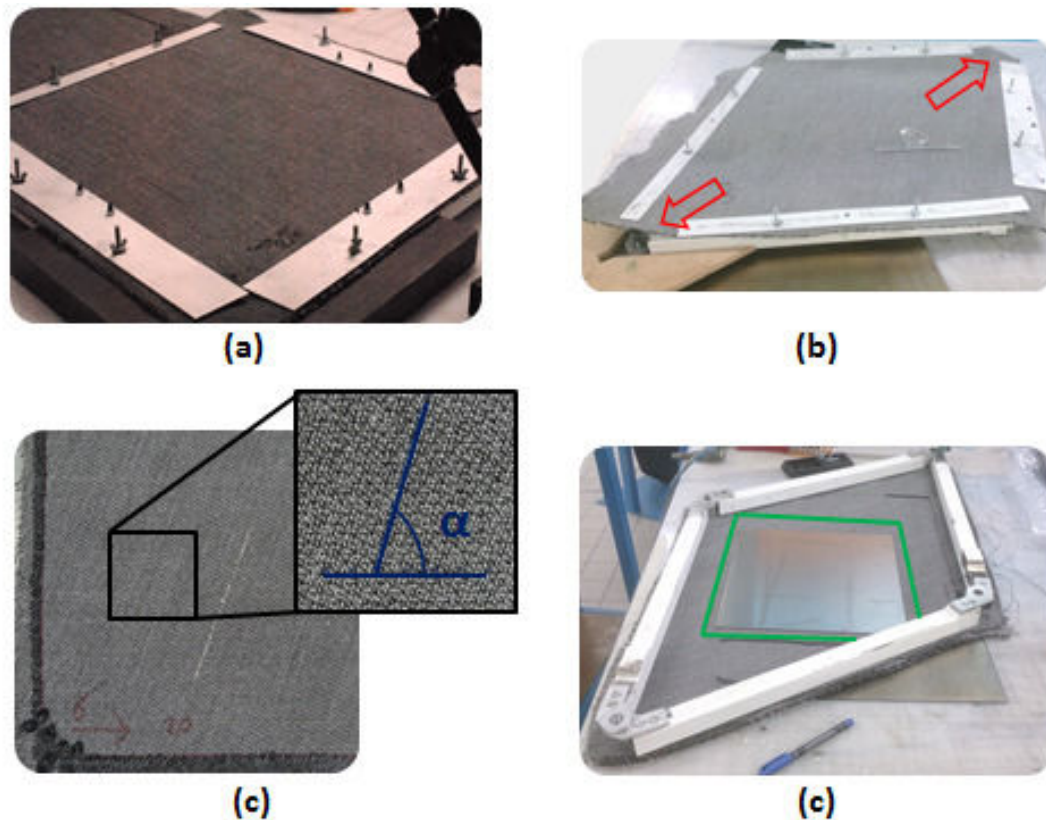


Figure 4.1 – Principe du cisaillement plan du renfort textile à l'aide d'un cadre de cisaillement

Le cisaillement plan est défini par l'angle entre le réseau chaîne et trame de chaque pli de renfort tissé. Pour générer un niveau spécifique et homogène de cisaillement plan, un cadre (4 barres métalliques reliées entre elles par des liaisons pivots) basé sur le picture frame (Cf. Chapitre 1 - 1.4.3) a été utilisé [Figure 4.1]. Chaque pli ($600 \times 600 \text{ mm}^2$) d'orientation initiale chaîne/trame de 90° est fixé à ses extrémités sur le cadre par un système de talon permettant de maintenir le renfort textile sur le cadre. La sollicitation en traction uniaxial du cadre permet de modifier l'angle α correspondant à l'orientation des réseaux chaîne et trame. Une fois l'angle consigne α désiré est atteint, une ligne de soudure en périphérie du renfort par soudage ultrason (SONIMAT) est appliquée afin de maintenir le cisaillement plan généré dans le renfort et de limiter le retour élastique entre les phases de mise en forme et de consolidation. Au total, quatre niveaux de cisaillement plan ont été testés :

- Plaque **C1** non cisillée : 0°
- Plaque **C2** : 10°
- Plaque **C2** : 20°
- Plaque **C3** : 30°

Les paramètres de consolidation, détaillés au [Tableau 4.1], ont été définis pour obtenir des plaques composites avec un taux volumique de porosité inférieur à 2,0 % et une répartition en défaut homogène dans tout le stratifié. Les plaques ont été consolidées avec une pression externe de 7,0 bars à l'exception de la plaque C1 avec 1,0 MPa de pression.

Tableau 4.1 – Paramètres procédé utilisés pour la consolidation des plaques composites cisailées

Id.	Angle de cisaillement [°]	Pression externe [MPa]	Niveau de vide consigne [MPa]	Température [°C]	Temps de consolidation [min]
C1	0°	1,0	-0,08	310°C	25 min
C2	10°	0,7	-0,08	310°C	25 min
C3	20°	0,7	-0,08	310°C	25 min
C4	30°	0,7	-0,08	310°C	25 min

L'angle de cisaillement, après consolidation des plaques, est mesuré en plusieurs points à la surface du matériau. La mesure se fait, dans un premier temps, manuellement afin de vérifier l'homogénéité en cisaillement de la plaque. Les résultats, reportés dans le [Tableau 4.2], montre une valeur de l'angle de cisaillement plus faible que celle établie via le cadre de cisaillement. Le retour « élastique » des plis après leur extraction du cadre de cisaillement explique très certainement cette diminution. Les points de soudure ne permettent pas de contraindre totalement en position le renfort tissé. Une analyse plus approfondie de l'orientation du renfort par CT-Scan, en particulier pour les plis internes, est détaillée dans la section suivante.

Tableau 4.2 – Angle de cisaillement moyen mesuré après consolidation des plaques composites

Id.	Angle de cisaillement réel
C1	0°
C2	8,3° ($\pm 0,7^\circ$)
C3	15,9° ($\pm 2,1^\circ$)
C4	27,6° ($\pm 1,2^\circ$)

4.1.2 Effet du niveau de cisaillement plan sur les propriétés du matériau composite

L'impact du cisaillement plan sur le matériau composite a été évalué au niveau de sa microstructure et de ses propriétés mécaniques. Dans un premier temps, des analyses tomographiques ont été effectuées pour caractériser la microstructure de chaque plaque cisailée. Ces analyses ont permis de vérifier si les plaques ont des niveaux de porosité comparables entre elles. L'objectif est de négliger l'impact des porosités dans le comportement mécanique des stratifiés et de ne prendre en compte que le cisaillement plan.

Dans un deuxième temps les plaques sont caractérisées mécaniquement à partir d'essais de traction et de cisaillement interlaminaire.

4.1.2.1 Analyse microstructurale des plaques composites

L'ensemble des plaques consolidées présente un très bon niveau de consolidation comme le montre les résultats des taux de porosité du [Tableau 4.3]. Le taux de porosité, déterminé à partir des images CT-Scan, est inférieur à 1,0 % pour les 4 plaques composites avec une dispersion maximale de 0,2 %. À ce stade, il est difficile d'établir un classement des plaques par rapport à leur niveau respectif de porosité. Compte tenu de la résolution des images acquises (10,41 μm), les écarts du taux de porosité entre les quatre plaques sont très certainement compris dans l'incertitude de mesure de la grandeur. L'épaisseur d'un pli consolidé est très proche de la valeur de référence fournie par le fabricant du renfort textile (0,297 mm) pour les plaques **C1**, **C2** et **C3** avec un écart relatif maximal de 1,0 %. Seule la plaque **C4** montre un écart important d'environ 14,0 % avec une épaisseur de pli de 0,340 mm. L'estimation du taux volumique en fibre à partir de l'épaisseur de pli, du grammage en fibre (218 g/m^2) et de la densité fibre (1,75 g/cm^3) montre une diminution de 7,0 % entre les plaques **C1** et **C4**. Cette estimation est établie en considérant le grammage en renfort inchangé quel que soit le niveau de cisaillement plan des plaques.

Tableau 4.3 – Épaisseur du pli moyen et taux volumique de porosité et de fibres des plaques composites pour les quatre configurations de cisaillement plan.

Id.	Taux volumique de porosité [%]	Épaisseur pli [mm]	V_f estimé [%]
C1	0,55 ($\pm 0,18$)	0,297	55,2
C2	0,43 ($\pm 0,06$)	0,300	53,5
C3	0,20 ($\pm 0,08$)	0,300	53,5
C4	0,34 ($\pm 0,10$)	0,340	47,2

Les observations des échantillons par tomographies RX [Figure 4.2] confirment les constatations faites dans le **Chapitre 3**. Le taux de porosité pour l'ensemble des plaques cisillées est inférieur à 1,0 %. On remarque l'absence de macro porosités dans les mèches, à l'interface mèche/matrice et à l'interpli. A ce niveau de résolution, nous n'observons pas de porosités sphériques de petites tailles dans les mèches. Néanmoins, on retrouve les fissures longitudinales, décrites dans le chapitre 3, parcourant les mèches avec une longueur pouvant être de l'ordre de 1,0 mm.

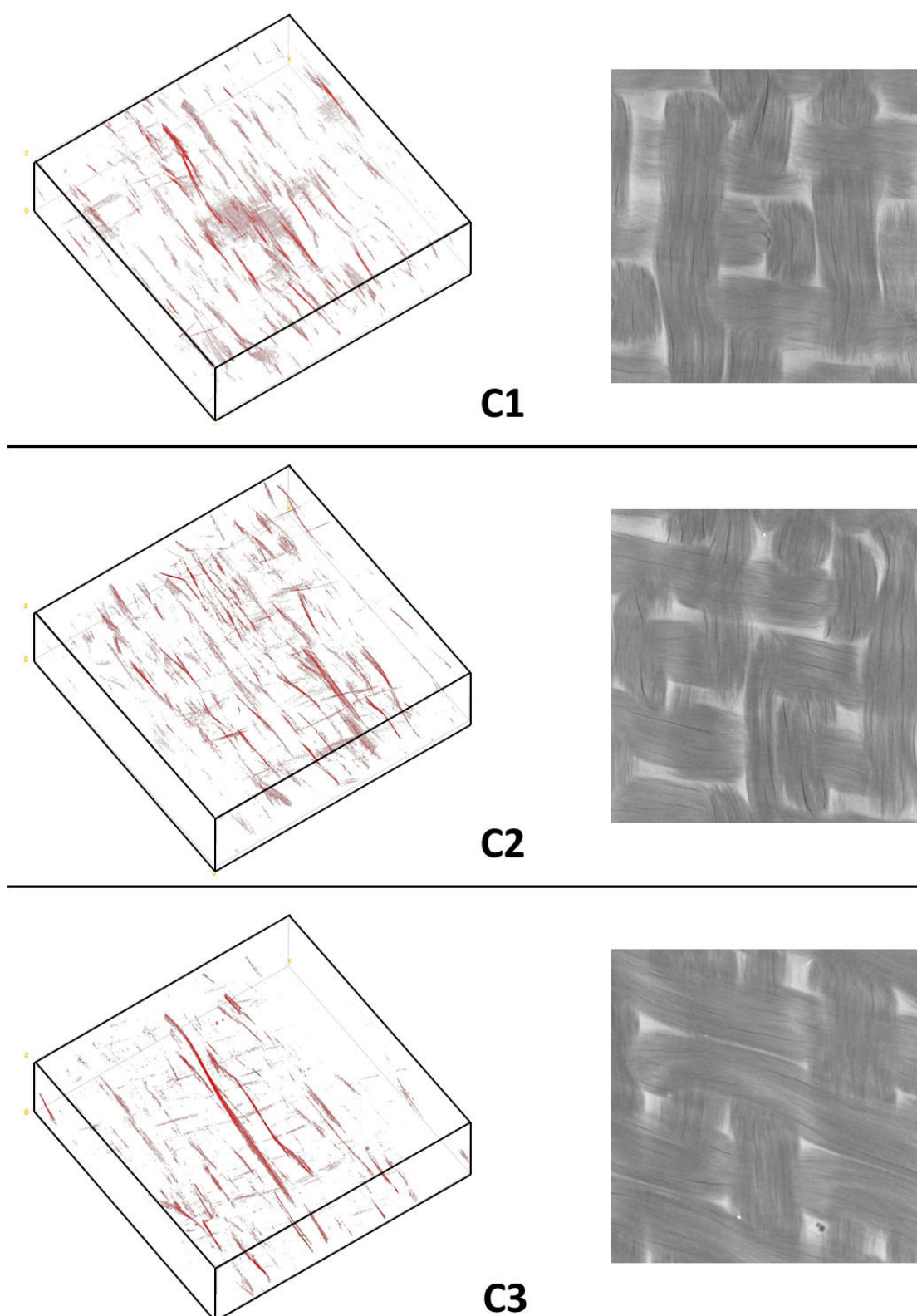


Figure 4.2 – Visualisation 3D des porosités issues des CT-Scans pour les plaques cisailées **C1**, **C2** et **C3**

Finalement, les porosités présentes dans chaque plaque sont très semblables en termes de typologie, de localisation, de taille et de quantité. On peut donc considérer que l'influence des porosités sera de même amplitude pour chacune des plaques. C'est un facteur que l'on pourra ainsi écarter dans l'étude du comportement mécanique des plaques composites. L'analyse des CT-Scans permet également de nous renseigner sur l'orientation du renfort à travers l'épaisseur du stratifié. Des images tomographiques de chaque plaque ont été utilisées pour déterminer les orientations principales des plis (réseaux chaîne et trame) par analyse spectrale [Liotier+2015]. Le spectre fréquentiel de l'image, obtenu par la transformée de Fourier, est utilisé pour mettre en évidence la directionnalité et les périodicités de la texture. Les pics d'intensité du spectre indiquent les directions caractéristiques de la texture à savoir les orientations des mèches sens chaîne et trame. Les graphiques, présentés en [Figure 4.3], montrent l'évolution de l'angle de cisaillement suivant l'épaisseur pour plusieurs échantillons des plaques **C1**, **C2** et **C3**.

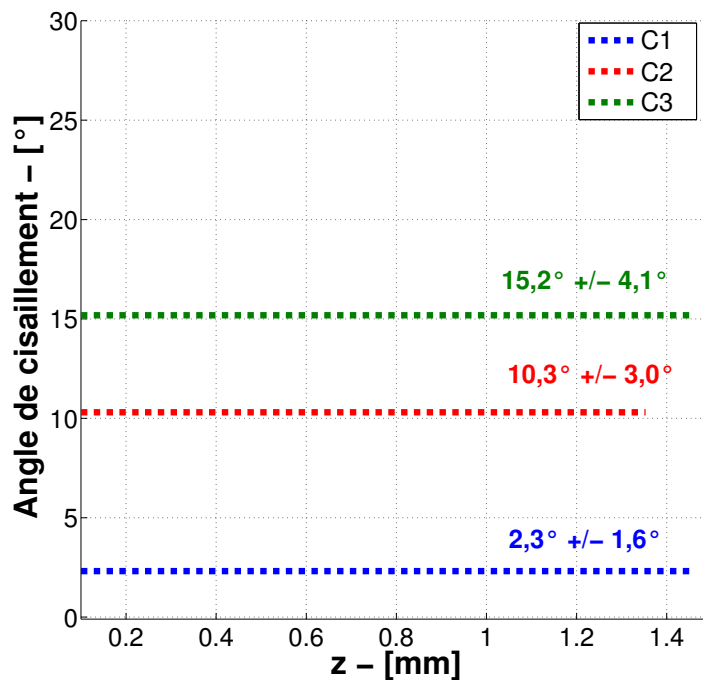


Figure 4.3 – Angle de cisaillement moyen pour les plaques cisillées **C1**, **C2** et **C3**

En ce qui concerne la plaque **C4**, l'analyse des images tomographiques montre une discontinuité dans l'orientation des plis. On remarque un décalage d'environ $\frac{\pi}{2}$ de l'orientation du réseau trame par rapport au repère global survenant à partir du pli $N^{\circ}4$ [Figure 4.4]. L'erreur est survenue lors de l'empilement des plis cisillés avant consolidation. Ce constat a été pris en compte dans l'analyse des propriétés mécaniques de cette plaque.

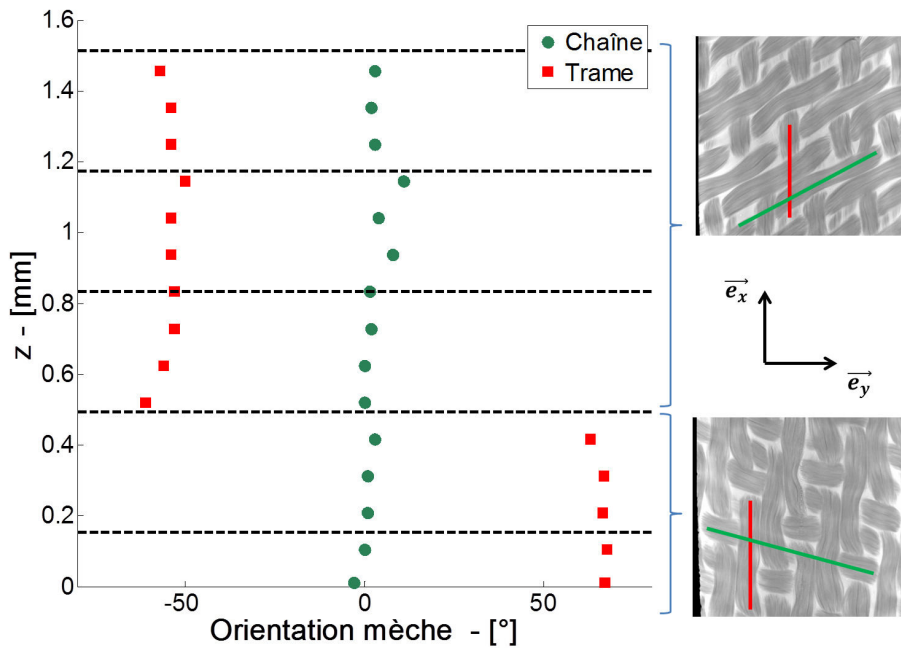


Figure 4.4 – Orientation des réseaux chaîne et trame par rapport au repère global pour la plaque **C4**

Les plaques ont été également caractérisées mécaniquement à travers des essais de traction et de cisaillement inter-laminaire. L'objectif est de mieux comprendre l'impact du cisaillement au niveau des propriétés mécaniques.

4.1.2.2 Propriétés mécaniques des plaques composites

Pour chaque plaque, des éprouvettes de traction et de cisaillement interlaminaire ont été découpées suivant trois directions illustrées en [Figure 4.5]. Elles sont désignées par les abréviations suivantes :

- **Tl** : Ces éprouvettes sont orientées suivant la **direction chaîne** du renfort après cisaillement.
- **Tt** : Ces éprouvettes sont orientées suivant la **direction trame** du renfort après cisaillement.
- **Td** : Ces éprouvettes sont orientées dans la **direction transverse de la plaque composite** soit perpendiculaire au grand côté de la plaque composite.

Pour chaque plaque le sens chaîne du renfort est parallèle au grand côté de la plaque comme indiqué dans la [Figure 4.5].

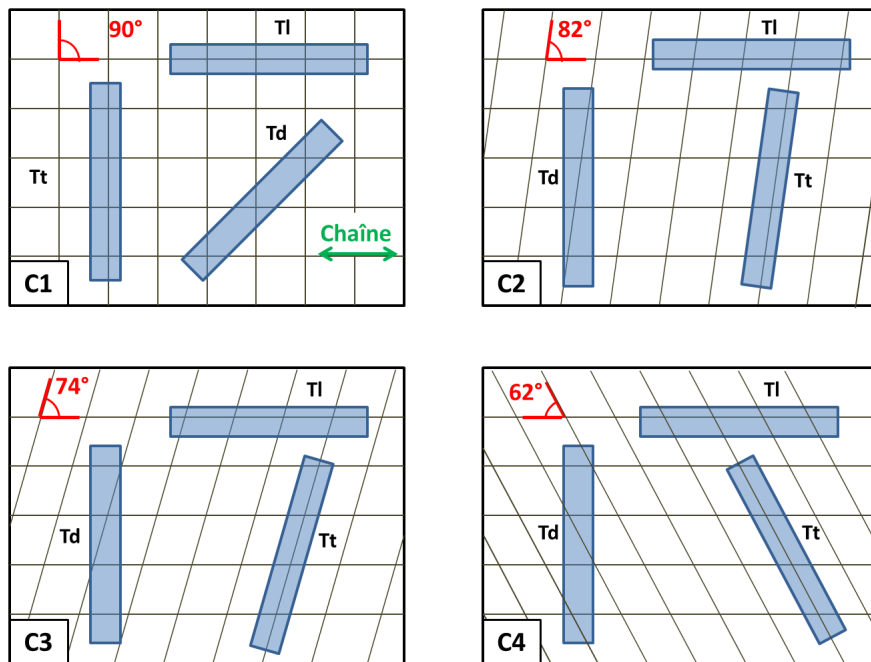


Figure 4.5 – Orientation des éprouvettes de caractérisation mécanique pour les 4 plaques en fonction de leur niveau de cisaillement plan respectif. Les valeurs d'angles indiquées correspondent aux angles entre les réseaux chaîne et trame

La [Figure 4.6a] reporte les valeurs des contraintes en rupture pour les 4 plaques cisillées. Pour les plaques **C1** à **C3**, les contraintes à rupture en traction dans le sens chaîne et trame, sont quasiment identiques pour chaque plaque. Avec une valeur de 320 MPa pour la plaque de référence **C1**, cette contrainte augmente avec l'augmentation de l'angle de cisaillement pour atteindre environ 460 MPa pour la plaque **C3** dont l'angle de cisaillement moyen, mesuré par CT-scan, est de $15,2^\circ$.

Les modules d'élasticité, reportés en [Figure 4.6b], augmentent légèrement avec le niveau de cisaillement de la plaque. L'augmentation est d'environ 3 GPa entre la plaque **C1** (47 GPa) et **C3** (50 GPa).

Les résultats de la plaque **C4**, de par son empilement, ne peuvent pas être comparés avec les 3 autres stratifiés. On remarque que les valeurs des contraintes en rupture et des modules d'élasticité, issues des éprouvettes **Tt** et **Td**, sont comparables. Les éprouvettes sens trame ont une courbure importante par rapport à celles orientées sens chaîne. La sollicitation en traction génère, en plus d'un effort uniaxial, un moment orienté suivant la largeur de l'éprouvette de traction. Cela peut expliquer cette baisse des propriétés mécaniques.

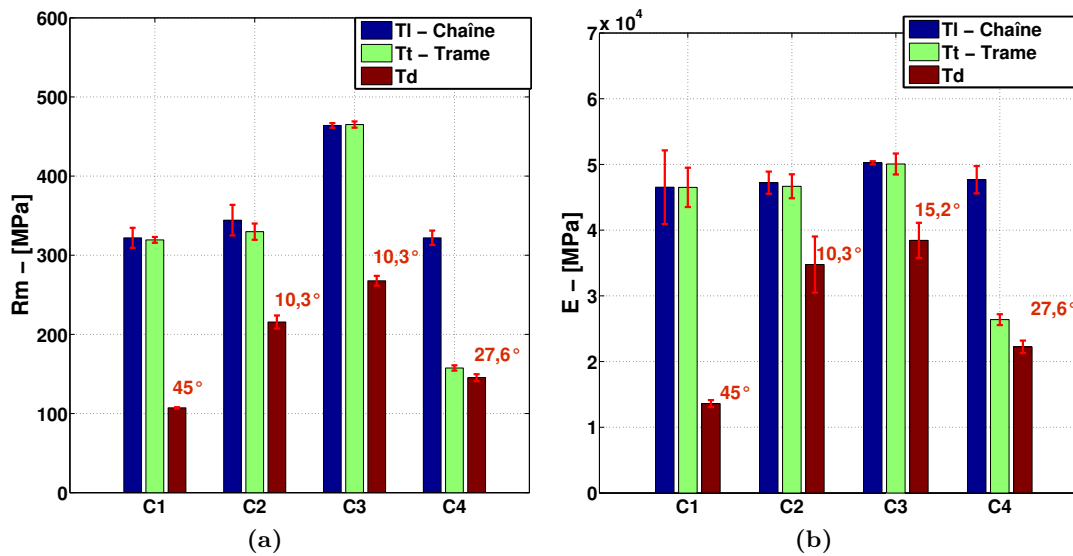


Figure 4.6 – Propriétés mécaniques élastiques des plaques cisillées : (a) Contrainte à la rupture (b) Module d'élasticité

Les courbes contrainte/déformation des essais de traction pour les éprouvettes (TL) reportées en [Figure 4.7] montrent une rigidification progressive du matériau avec l'augmentation de l'angle de cisaillement plan. Cela se traduit à la fois par une augmentation de la résistance à la rupture (**Rm**) mais aussi par la diminution de la déformation avant rupture passant de 1,8 % pour la plaque C1 à environ 1,3 % pour la plaque C3.

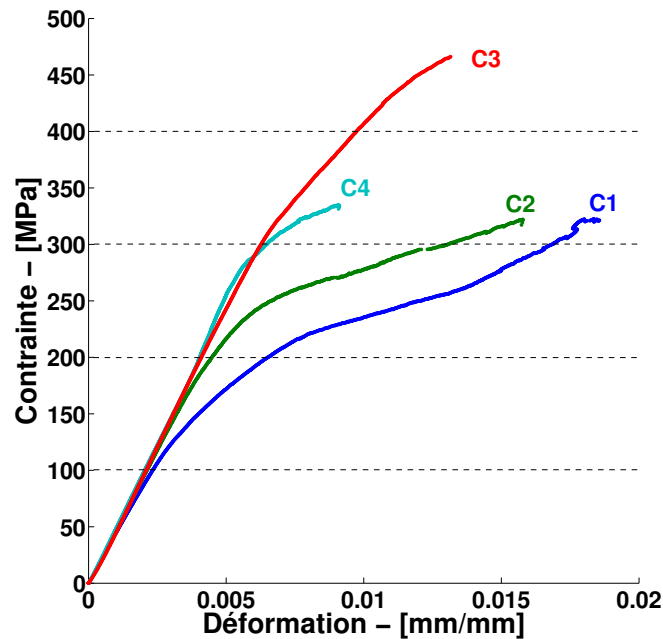


Figure 4.7 – Courbe contrainte / déformation des éprouvettes de traction sens chaîne (TI)

Un exemple de rupture des éprouvettes **T1** pour les plaques **C1** à **C4** est présenté en [Figure 4.8].

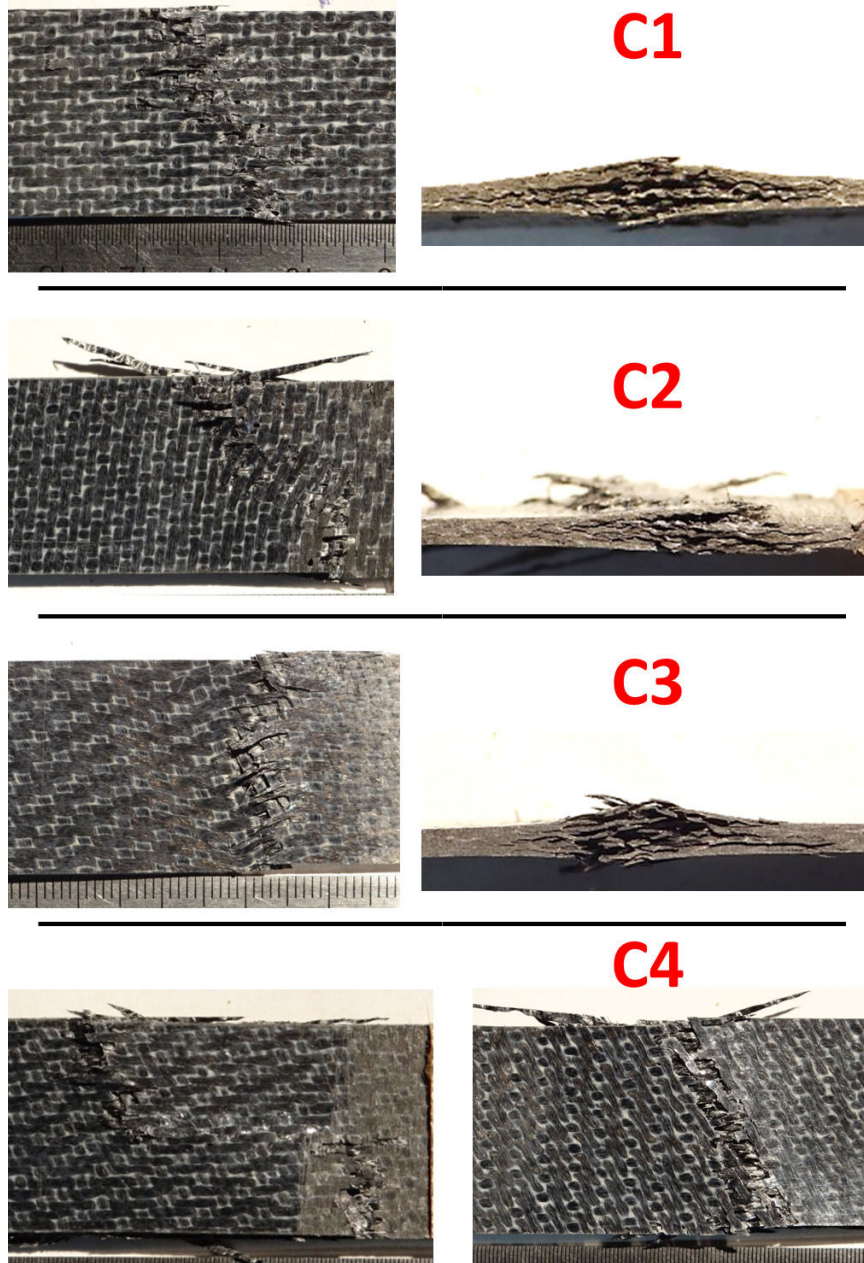


Figure 4.8 – Images des éprouvettes rompues en traction **T1** issues des plaques cisailées **C1**, **C2**, **C3** et **C4**

Pour les trois premières plaques, on observe une rupture des fibres parcourant la largeur de l'éprouvette. Des fissures inter-laminaires sont également observables. Elles se concentrent principalement dans la zone de rupture des fibres. Le mode de rupture pour la plaque **C4** est plus complexe que les précédentes avec des zones de rupture des fibres et des fissures parcourant l'éprouvette longitudinalement. L'empilement particulier de ce

stratifié explique les différences observées. Les modes de ruptures pour les éprouvettes **Tl** sont semblables aux **Tt** puisqu'elles sont orientées respectivement suivant le réseau chaîne et trame du renfort. La charge est supportée par les fibres. Dans le cas des éprouvettes orientées hors de l'axe de sollicitation, on observe un cas de rupture de la matrice qui se caractérise par des fissures inter-laminaires.

La [Figure 4.9] présente les valeurs de contraintes à rupture en cisaillement interlaminaire en fonction de l'angle de cisaillement moyen. Mis à part la plaque **C4**, on constate une augmentation de cette contrainte lorsque l'angle de cisaillement augmente. Cependant, les valeurs élevées de l'écart type ne permettent pas d'établir une interprétation claire des résultats.

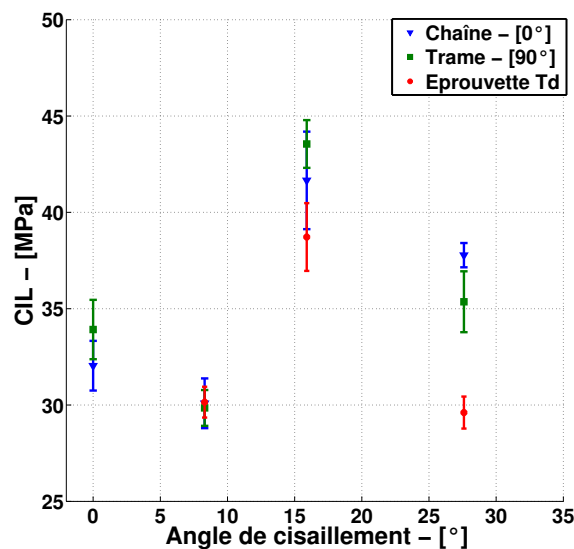


Figure 4.9 – Evolution de la contrainte en cisaillement interlaminaire en fonction de l'angle de cisaillement des plaques composites

4.1.3 Confrontation avec une approche "théorie classique des stratifiés"

A partir des résultats des essais mécaniques, une modélisation du comportement élastique de chaque plaque a été effectuée. L'objectif étant d'approcher les propriétés mécaniques du matériau composite suivant le niveau du cisaillement et de pouvoir évaluer par la suite le comportement mécanique de pièces à géométrie complexe. Pour répondre à cette problématique, plusieurs étapes sont nécessaires :

- *Modéliser le comportement mécanique d'un pli de tissu comélé à partir des essais de caractérisation mécanique.*
- *Approximer les propriétés élastiques d'un pli UD par méthode inverse - Analogie stratifié*

- *Déterminer la matrice de rigidité du stratifié constitué de plis UD afin de prendre en considération les orientations respectives des réseaux chaîne et trame de chaque pli suivant les niveaux de cisaillement.*
- *Évaluation de la rupture par application du critère de rupture Tsai-Hill.*

Pour ce faire, nous partons des hypothèses suivantes :

- **Hypothèse de linéarité :** Elle permet d'établir la loi d'élasticité générale reliant le tenseur des contraintes au tenseur des déformations.
- **Homogénéité :** A l'échelle macroscopique, on suppose que le milieu est homogène équivalent. L'hétérogénéité locale est donc négligée. Le tenseur d'élasticité est indépendant du point considéré. Il est néanmoins dépendant du repère dans lequel il est exprimé du fait de l'anisotropie du milieu.
- **Matériau élastique orthotrope :** Il présente trois plans de symétrie perpendiculaire deux à deux. L'invariance de la matrice de rigidité lors d'un changement de base par rapport à son deuxième plan conduit à 9 constantes d'élasticité indépendantes. Dans le cadre de pli à renfort tissé, le problème d'élasticité est ramené à 6 constantes indépendantes du fait de l'invariance par rotation de 90° autour de l'axe d'orthotropie.
- **L'épaisseur du stratifié** est très faible par rapport à ces autres dimensions. Le stratifié et, à fortiori, le pli sont donc assimilables à un système « plaque mince ».

Dans l'objectif de modéliser le comportement mécanique du stratifié pour chaque niveau de cisaillement, il faut déterminer les propriétés élastiques d'un pli UD C/PPS à partir de la plaque de référence **C1** ($\gamma = 0^\circ$). L'établissement de ces propriétés permettra d'établir les matrices de rigidité des plaques cisillées. Les plis UD sont orientés suivant le niveau de cisaillement mesuré sur chaque plaque composite.

Les propriétés élastiques du pli tissé consolidé sont, dans un premier temps, établies à partir des essais de caractérisation présentés dans ce chapitre. À partir de la matrice de rigidité du pli tissé et en utilisant une analogie stratifié, on obtient par méthode inverse les caractéristiques élastiques d'un pli unidirectionnel qui sera utilisé pour établir le comportement des autres plaques.

4.1.3.1 Détermination des propriétés élastiques du renfort textile

Les modules d'élasticité longitudinal (E_L) et transversal (E_T) d'un pli de renfort tissé s'obtiennent à partir des essais de tractions orientés respectivement dans le sens chaîne et trame. Le dépouillement des essais, présenté dans la section (4.2.2.2), permet de déduire directement ces modules (cf. (4.1.1)).

$$\begin{cases} E_L = E_x \\ E_T = E_y \end{cases} \quad (4.1.1)$$

Le module de cisaillement plan G_{xy} est obtenu à partir d'un essai de traction hors axe (généralement à $\pm 45^\circ$ de la direction des fibres). L'effort mesuré F , appliqué sur la section de l'éprouvette dans la direction \vec{e}_x , génère une contrainte notée σ_x . Connaissant les modules de rigidité E_x et E_y obtenus par des essais de traction sens longitudinal et transverse, le module de cisaillement G_{LT} s'établit grâce à la relation (4.1.2) [Berthelot2012] :

$$G_{LT} = (c s)^2 \left[\frac{\epsilon_x}{\sigma_x} - \left(\frac{c^4}{E_L} - 2(c s)^2 \frac{\nu_{LT}}{E_L} + \frac{\sin^4}{E_T} \right) \right]^{-1} \quad (4.1.2)$$

Avec :

$$c = \cos \theta \text{ et } s = \sin \theta \quad (4.1.3)$$

Dans la configuration de l'essai de traction $\pm 45^\circ$, le rapport contrainte/déformation nous donne le module de rigidité E_{45° lié à l'essai de traction à $\pm 45^\circ$ et on obtient la relation (4.1.2).

$$G_{LT} = \left[\frac{4}{E_{45^\circ}} - \frac{1}{E_L} - \frac{1}{E_T} + 2 \frac{\nu_{lt}}{E_L} \right]^{-1} \quad (4.1.4)$$

Le [Tableau 4.4] récapitule les propriétés élastiques du pli comélé déterminées à partir des essais de traction pour les plaques **C1**, **C2** et **C3**. On constate globalement une rigidification du renfort avec l'augmentation des modules sens chaîne et trame lorsque l'angle de cisaillement atteint $15,9^\circ$. Au-dessous de ce niveau de cisaillement plan, les modules de rigidité demeurent inchangés. Le module de glissement tend également à augmenter avec l'angle de cisaillement et témoigne de ce début de rigidification en cisaillement du renfort textile.

Tableau 4.4 – Propriétés élastiques d'un pli du renfort comélé dans le repère matériau

		C1	C2	C3
E_L	GPa	46,53	47,22	50,25
E_T	GPa	46,51	46,67	50,07
G_{LT}	GPa	3,98	-	-
ν_{LT}	-	0,013	0,08	0,17

A partir de ces informations, nous allons pouvoir approximer les propriétés d'un pli UD en établissant une analogie stratifié avec le renfort comélé.

4.1.3.2 Détermination des propriétés élastiques du pli UD par méthode inverse

D'après [Berthelot2012] il a été démontré une quasi-indépendance entre le comportement élastique et l'architecture du renfort tissé 2D. Il est donc possible d'établir les caractéristiques élastiques d'un pli tissé avec une analogie stratifié. Ce constat n'est cependant pas valide pour le comportement à rupture du matériau.

Afin de modéliser le comportement mécanique dans le domaine élastique d'un pli de renfort textile, on considère donc une couche constituée de deux plis unidirectionnels orientés suivant deux directions orthogonales notés chaîne (0°) et trame (90°). Représentés en [Figure 4.10], les plis ont une épaisseur proportionnelle à la fraction volumique en fibre de la préforme textile comélee.

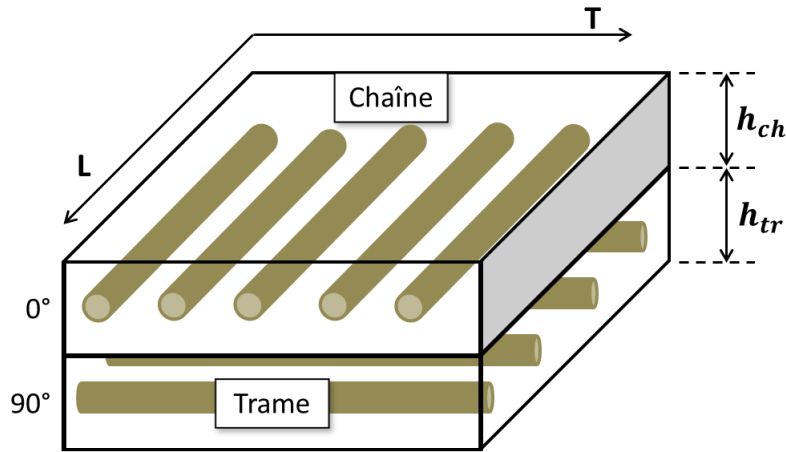


Figure 4.10 – Modélisation d'un pli tissé 2D [$0^\circ/90^\circ$] par la superposition de deux plis UD orientés respectivement à 0° (Sens chaîne) et 90° (Sens trame)

Il faut remarquer que c'est un modèle qui simplifie le système étudié avec notamment la non-prise en compte de l'embuvage du renfort. Par ailleurs, le cas présenté se limite au cas « classique » d'orientation chaîne / trame [$0^\circ/90^\circ$]. L'architecture du tissu (équilibré/déséquilibré) est prise en compte par un coefficient d'équilibrage k définissant la proportion relative en volume de fibre chaîne et trame. Pour un renfort dont les fibres sont de même nature dans le sens chaîne et trame, le coefficient d'équilibrage est défini par la relation (4.1.5).

$$k = \frac{n_{ch}T_{ch}}{n_{ch}T_{ch} + n_{tr}T_{tr}} \quad (4.1.5)$$

Avec :

- n_{ch} et n_{tr} le nombre de fils par unité de longueur respectivement dans la direction chaîne et trame.

- T_{ch} et T_{tr} les titres respectifs des fils respectivement dans la direction chaîne et trame.

Les propriétés élastiques des plis UD chaîne et UD trame sont reportées au [Tableau 4.5].

Tableau 4.5 – Propriétés élastiques des plis UD chaîne et trame exprimées dans leurs repères matériau respectifs

	Module longitudinal	Module transverse	Coefficient de Poisson	Module de cisaillement
Pli UD Chaîne	E_{Lch}	E_{Tch}	ν_{LTch}	G_{LTch}
Pli UD Trame	E_{Ltr}	E_{Ttr}	ν_{LTtr}	G_{LTtr}

La connaissance de ces propriétés permet d'exprimer les modules de rigidité en membrane du renfort pour le cas d'un tissu orthotrope. La relation (4.1.6) tient compte des propriétés des plis chaîne et trame ainsi que de la structure du renfort à travers le coefficient d'équilibrage.

$$\left\{ \begin{array}{l} E_L = (1 - \alpha) [k\alpha_{ch}E_{Lch} + (1 - k)\alpha_{tr}E_{Ttr}] \\ E_T = (1 - \alpha) [k\alpha_{ch}E_{Tch} + (1 - k)\alpha_{tr}E_{Ltr}] \\ \nu_{LT} = \frac{k\alpha_{ch}\nu_{LTch}E_{Tch} + (1 - k)\alpha_{tr}\nu_{LTtr}E_{Ltr}}{k\alpha_{ch}E_{Tch} + (1 - k)\alpha_{tr}E_{Ltr}} \\ G_{LT} = kG_{LTch} + (1 - k)G_{LTtr} \end{array} \right. \quad (4.1.6)$$

Avec :

$$\alpha = \frac{[k\alpha_{ch}\nu_{LTch}E_{Tch} + (1 - k)\alpha_{tr}\nu_{LTtr}E_{Ltr}]^2}{[k\alpha_{ch}E_{Lch} + (1 - k)\alpha_{tr}E_{Ttr}][k\alpha_{ch}E_{Tch} + (1 - k)\alpha_{tr}E_{Ltr}]} \quad (4.1.7)$$

La préforme étudiée a une contexture (mode d'entrecroisement des fils chaîne et trame dans le renfort) et un titre identique dans les deux directions principales. Par conséquent, le coefficient d'équilibrage vaut 1/2 caractéristique d'un tissu dit « équilibré ». Cela signifie également que les modules élastiques des réseaux chaîne et trame sont considérés comme identiques. Soit E_{Lu} , E_{Tu} , ν_{LTu} et G_{LTu} les grandeurs élastiques d'une couche UD de renfort exprimées dans le repère local du pli. On peut donc simplifier les équations

(4.1.6) et obtenir le système (4.1.8).

$$\begin{cases} E_L = E_T = \frac{1}{2}(1 - \alpha)\alpha_u(E_{Lu} + E_{Tu}) \\ \nu_{LT} = \frac{2\nu_{LTu}}{1 + \frac{E_{Lu}}{E_{Tu}}} \\ G_{LT} = G_{LTu} \end{cases} \quad (4.1.8)$$

Avec :

$$\alpha = \frac{4\nu_{LTu}^2}{\left(1 + \frac{E_{Lu}}{E_{Tu}}\right)^2} \quad \text{et} \quad \alpha_u = \frac{1}{1 - \nu_{LTu}^2 \frac{E_{Tu}}{E_{Lu}}} \quad (4.1.9)$$

Les grandeurs élastiques du pli UD à identifier sont donc E_{Lu} , E_{Tu} et ν_{LTu} . Elles s'obtiennent à partir des lois d'homogénéisation avec le modèle de Voigt (4.1.10) pour le module longitudinal et le modèle de Reuss (4.1.11) pour le module transversal.

$$E_{Lu} = V_f E_t^f + V_m E_m \quad (4.1.10)$$

$$E_{Tu} = E_m \left(\frac{E_t^f}{E_t^f (1 - V_f) + E_m V_f} \right) \quad (4.1.11)$$

Les propriétés des fibres et de la matrice, reportées dans le [Tableau 4.6] proviennent des données fournisseurs (Toho Tenax pour les fibres de carbone et Celanese pour la matrice PPS). Cependant, une inconnue demeure quant au module longitudinal de la fibre. La valeur fournie est celle d'une fibre continue. Or, puisque la mèche est constituée de fibres de carbone craquées, son module longitudinal est nécessairement plus faible et doit être réévalué si l'on souhaite modéliser le comportement élastique du renfort.

Tableau 4.6 – Propriétés élastiques des fibres de carbone et de la matrice PPS utilisé pour définir les propriétés du pli UD

Fibre carbone Toho-STs			Matrice PPS - Fortron 214		
E_t^f	235	GPa	E_m	3,8 - 3,9	GPa
E_t^f	15	GPa			
G_{lt}^f	50	GPa			
ν_f	0,3	-			

Une approximation par méthode inverse de ce module longitudinal, à partir des propriétés élastiques du renfort tissé, [Tableau 4.4] a été effectuée en faisant varier E_t^f fibre craquée afin de faire converger la matrice de rigidité du pli comélé avec celle correspondant à

l'empilement de deux plis UD orientés respectivement à 0° et 90° . Le module longitudinal de la fibre craquée $E_l^{fibre\ craqu\acute{e}e}$ révisée est évalué à $154,6\text{ GPa}$.

Les propriétés élastiques du pli UD obtenues à partir des lois d'homogénéisation et de l'analogie stratifié sont reportées au [Tableau 4.7].

Tableau 4.7 – Propriétés élastiques du pli UD déterminées à partir des essais de caractérisation sur la plaque **C1** et exprimées dans le repère matériau

E_{Lu}	86,76	GPa
E_{Tu}	6,59	GPa
G_{LTu}	3,98	GPa
ν_{LTu}	0,09	-

4.1.3.3 Modélisation du comportement mécaniques des plaques cisainées

Les plaques composites sont modélisées par 12 plis UD orientés sens chaîne (orientation de référence $[0^\circ]$ et trame (orientation définie par l'angle de cisaillement moyen de la plaque). Le [Tableau 4.8] résume les différents empilements représentatifs des plaques cisainées consolidées par autoclave :

Tableau 4.8 – Définition des empilements de plis pour chaque plaque cisainée

Plaque	C1	C2	C3	C4
Angle de cisaillement	0	8,3	15,9	27,6
Empilement	$[0/90]_6$	$[0/81, 7]_6$	$[0/74, 1]_6$	$[0/62, 4]_4 + [0/117, 6]_2$

Par application de la théorie classique des stratifiés, on obtient la matrice de rigidité du stratifié. Les propriétés élastiques, dites homogènes, sont déduites de la matrice de rigidité en membrane. Le [Tableau 4.9] expose les résultats pour les modules longitudinaux et transverses obtenus par le modèle pour les 4 plaques cisainées. On remarque la bonne convergence des modules entre le modèle et les résultats expérimentaux pour la plaque de référence avec un écart inférieur à $1,0\%$. Cet écart augmente pour les autres plaques en particulier pour le module transverse E_Y avec un écart proche des $50,0\%$.

La théorie des stratifiés permet finalement d'approcher assez bien le module élastique longitudinal du matériau composite pour plusieurs niveaux de cisaillement à l'exception de la plaque **C3** où l'écart modèle/expérience est le plus élevé [Figure 4.11]. Le module transverse du modèle converge également « relativement bien » avec les valeurs expérimentales [Figure 4.12].

Pour l'ensemble des plaques, les propriétés élastiques du renfort UD ont été calculées avec un taux volumique en fibre (V_f) constant de $55,2\%$ correspondant à la valeur fournie par le fournisseur du semi-produit comélé (Schappe) C/PPS et pris avec une

Tableau 4.9 – Résultats théoriques des modules élastiques des plaques cisillées et comparaison avec les réponses expérimentales

Plaque			C1	C2	C3	C4
Angle de cisaillement	[°]		0	8,3	15,9	27,6
E_X Exp	[GPa]		46,53	47,22	50,25	47,67
E_X Modèle	[GPa]		46,69	46,71	46,79	47,31
Ecart	[%]		0,36	1,07	6,88	0,76
E_Y Exp	[GPa]		46,51	46,67	50,01	22,25
E_Y Modèle	[GPa]		46,69	38,75	27,19	29,06
Ecart	[%]		0,40	16,96	45,69	30,67

plaque consolidée non cisillée. Dans un objectif d'amélioration de la convergence du modèle, les propriétés élastiques du pli UD ont été recalculées à partir des fractions volumiques en fibre estimées suivant l'épaisseur de chaque plaque [Figure 4.11]. Les valeurs sont rappelées dans le [Tableau 4.3].

La réévaluation de la fraction volumique en fibre permet globalement de mieux corrélérer avec les valeurs expérimentales à l'exception de la plaque **C3**. L'écart constaté entre le modèle et le module expérimental pour cette dernière peut s'expliquer à travers plusieurs facteurs :

- **L'architecture du renfort** : L'embuvage des mèches n'est pas pris en compte dans ce modèle. Seul la part de fibres dans les directions chaîne et trame est considérée. Par conséquent, les interactions entre les deux réseaux sont complètement ignorées.
- **La non prise en compte des effets du cisaillement plan** dans la modification structurelle du renfort avec la diminution des interstices et mise en contact progressive des mèches de même direction.

4.1.3.4 Prédiction de la rupture à partir du critère de Tsai-Hill

La prédiction de la rupture a été étudiée à travers le critère de **Tsai-Hill**. Les contraintes en rupture obtenues grâce aux essais de caractérisation mécanique de la plaque de référence **C1** sont reportées dans le [Tableau 4.10].

Tableau 4.10 – Contraintes en rupture - Plaque **C1**

Plaque C1				
X_t	X_C	Y_t	Y_C	S
322 MPa	-	319 MPa	-	53,6 MPa
Traction [0°]		Traction [90°]		Traction [45°]

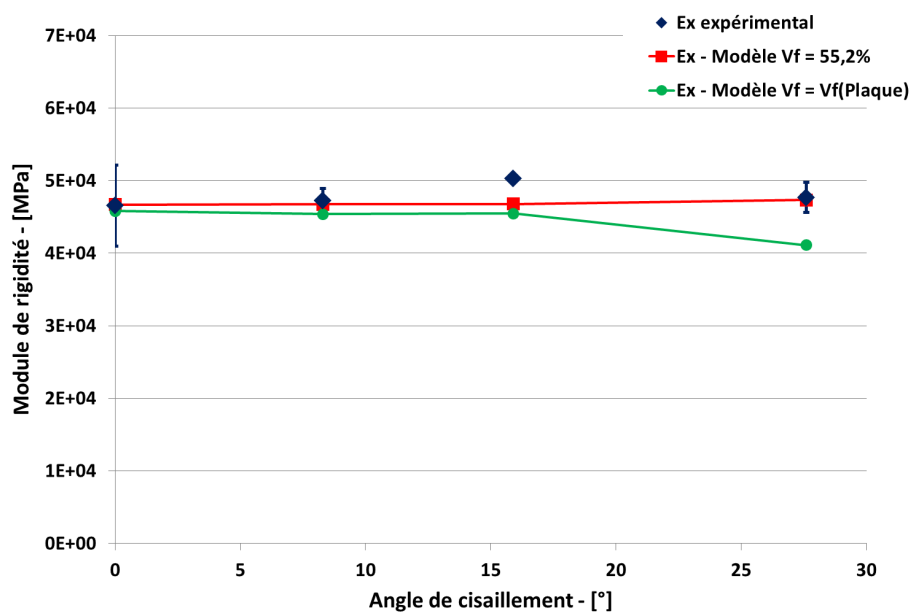


Figure 4.11 – Modules d'élasticité E_X en fonction de l'angle de cisaillement

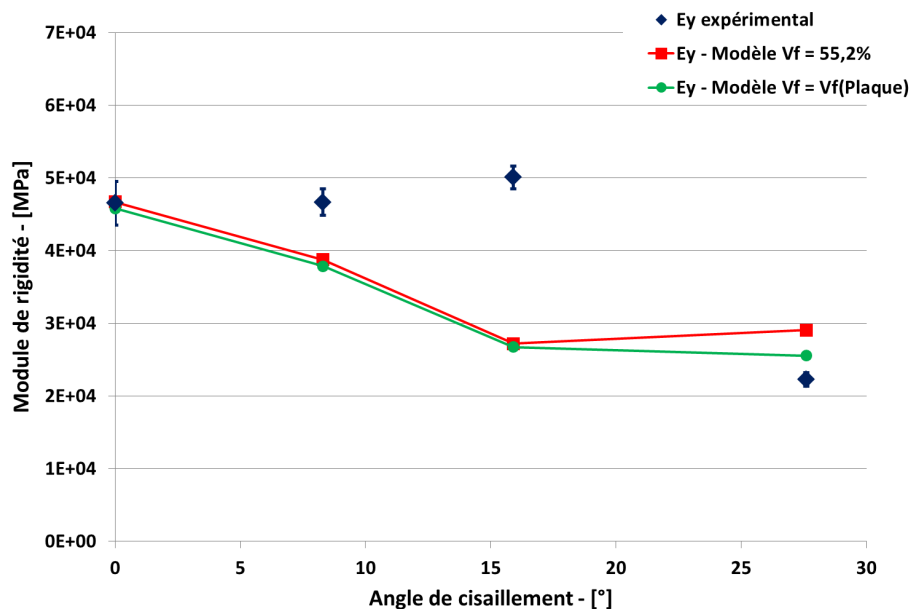


Figure 4.12 – Modules d'élasticité E_Y en fonction de l'angle de cisaillement

Les résultats, présentés dans le [Tableau 4.11], expose les valeurs du critère pour les plis orientés dans le sens longitudinal de la sollicitation. Le critère est calculé avec la contrainte à rupture en traction des éprouvettes **C1** orientées sens longitudinal **Tl** soit 320 MPa. L'objectif étant de vérifier le respect du critère pour cet état de contrainte.

Tableau 4.11 – Application du critère de rupture Tsai-Hill pour une sollicitation en traction - $\sigma_X = \sigma_{rupture}$

Plaque		C1	C2	C3	C4
Angle de cisaillement	[°]	0	8,3	15,9	27,6
Tsai Hill - Eprouvettes Tl	-	1,04	1,09	1,46	1,02
RF Tsai Hill	-	0,96	0,91	0,68	0,98
Tsai Hill - Eprouvettes Tt	-	1,03	1,05	1,50	1,37
RF Tsai Hill	-	0,97	0,95	0,66	0,73
Tsai Hill - Eprouvettes Td	-	0,59	0,74	1,06	0,98
RF Tsai Hill	-	1,71	1,34	0,94	1,02

On remarque une bonne corrélation avec le critère de rupture pour les plaques **C1** et **C2**. Pour la plaque **C3**, le critère montre que, pour ce niveau de contrainte, l'éprouvette a déjà rompu. En réalité, les éprouvettes rompent pour une contrainte de 460 MPa. La validité du critère de rupture Tsai-Hill dépend des valeurs des propriétés de résistance à rupture du pli unitaire élémentaire. Les hypothèses émises, avec notamment l'analogie stratifié permettant de considérer un pli tissé comme étant la superposition de deux plis UD, viennent impacter la précision du critère de rupture. La non prise en compte des interactions des réseaux chaîne et trame du renfort au sein d'un pli, en particulier celles liées au cisaillement plan du renfort, explique un tel écart pour la plaque **C3**. Les résultats de la plaque **C4** ne sont pas commentés.

4.2 Application aux géométries complexes : consolidation de pièces à double-courbures

4.2.1 Présentation des géométries

Deux géométries de moule ont été retenues pour étudier la faisabilité de consolidation de pièces composites thermoplastiques à double courbure par consolidation en autoclave :

- Le poinçon parallélépipédique à congés d'arête [Figure 4.13a].
- Le tétraèdre [Figure 4.13b].

Les moules sont en alliage d'aluminium 7075. La rugosité des outils a été établi à 0,8 pour obtenir un bon état de surface interne de la pièce composite. Les poinçons mâles sont chacun rattachés à un plateau permettant la dépose du semi-produit et des produits d'environnement et favoriser l'intégration des valves pour la mise sous vide.

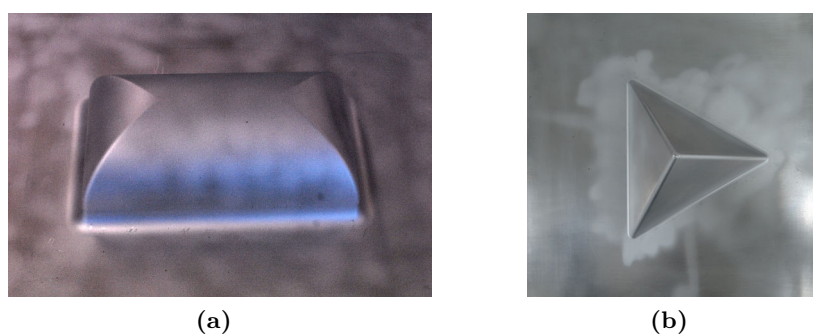


Figure 4.13 – Moules en alliage d'aluminium 7075 utilisés pour la mise en œuvre des pièces complexes ($Ra = 0,8$) :
(a) Boite à congés d'arrondis (b) Tétraèdre

4.2.2 Mise en œuvre des pièces composites par consolidation autoclave

La consolidation des pièces complexes tient compte des remarques et résultats issus du chapitre 3 à savoir l'utilisation d'une pression externe comprise entre $0,7 MPa$ et $1,0 MPa$, le maintien d'une pression interne sous la bâche proche de la valeur consigne et le choix judicieux des produits d'environnement. L'ensemble des étapes de préparation du procédé de mise en œuvre est présenté en [Figure 4.14].

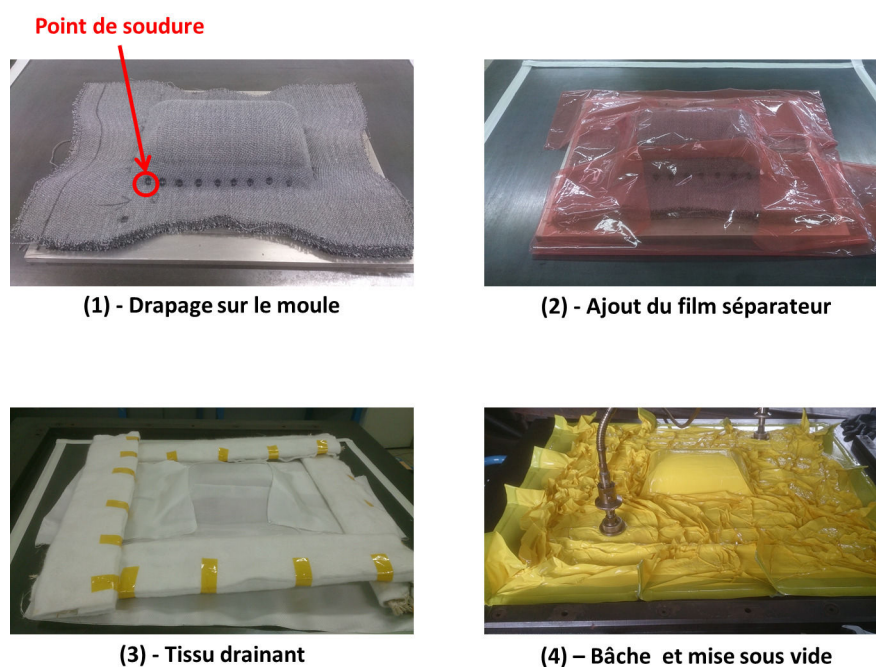


Figure 4.14 – Drapage et préparation de la bâche sous vide pour la mise en œuvre de la boîte à congés d'arrondis

Chaque pièce est constituée de 6 plis de semi-produit comélé FC/PPS. Les plis sont drapés un par un sur le poinçon. L'orientation du renfort textile avant drapage est identique à celui défini dans le chapitre 2 (**Parallélépipède à congés d'arête** : Direction chaîne parallèle à la longueur de la boîte - **Tétraèdre** : La direction trame du renfort est parallèle à un des côtés de la base du tétraèdre). Afin de maintenir le drapage des plis, des points de soudure par ultrasons sont appliqués aux extrémités du poinçon **(1)**. Un film séparateur souple (Réf : LRF315 PTFE Release film) est déposé sur l'empilement pour empêcher le contact direct entre le semi-produit et le tissu drainant **(2)**. Le feutre drainant (AIRWEAVE UHT 800) est déposé sur l'ensemble. Tout comme pour les plaques composites, un coffrage (grille métallique enveloppée d'un feutre en verre tissé) entoure l'ensemble et assure le drainage **(3)**. La bâche **VB-3** vient couvrir l'ensemble **(4)**. L'étanchéité entre la bâche et l'outil support est assurée par deux circuits de mastic comme préconisé dans la chapitre 3.

Le choix des paramètres de consolidation pour les deux types de pièces est reporté dans le [Tableau 4.12]. Afin de minimiser le risque de rupture de bâche au cours du cycle autoclave, une pression externe de 7,0 MPa est choisie. Ce niveau de pression est, d'après les conclusions du chapitre 3, suffisant pour consolider la pièce tout en minimisant la présence de défauts. Le temps de consolidation est fixé à 25 min.

Tableau 4.12 – Paramètres procédé utilisés pour la consolidation des plaques composites cisailées

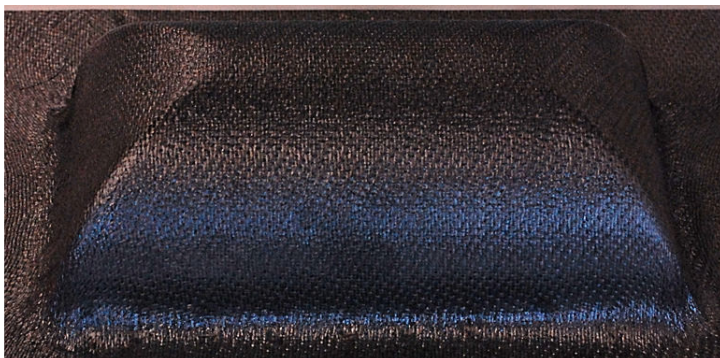
Id.	Pression externe [MPa]	Niveau de vide consigne [MPa]	Température [$^{\circ}C$]	Temps de consolidation [min]
Boîte	0,7	-0,08	310 $^{\circ}C$	30
Tétraèdre	0,7	-0,08	310 $^{\circ}C$	30

4.2.3 Évaluation de la santé matière des pièces complexes consolidées

4.2.3.1 Pièce de faisabilité : parallélépipède à congés d'arête

Au cours du cycle de consolidation, le vide est maintenu autour de $-0,06$ MPa. La [Figure 4.15] montre les faces supérieure et inférieure de la pièce consolidée. L'état de surface très texturé de la partie supérieure de la pièce est dû au feutre drainant, utilisé pour évacuer les porosités, qui vient marquer le matériau. La partie inférieure, directement en contact avec le moule, a un état de surface lisse.

**Face
supérieure**



Face inférieure

Figure 4.15 – Etat de surface de la boîte consolidée

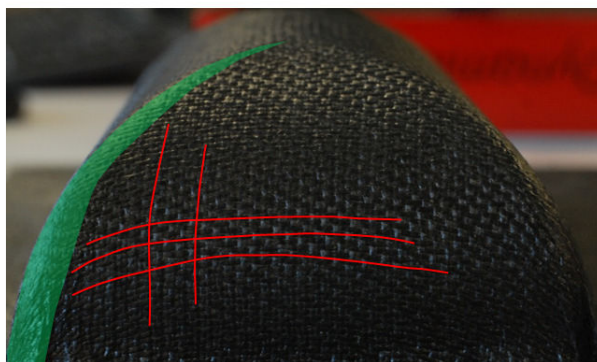
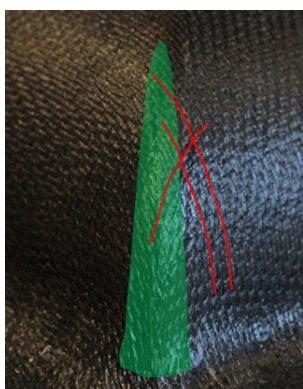


Figure 4.16 – Agrandissement de la pièce composite

Au niveau des congés d'arrondis [Figure 4.16], on n'observe pas de défauts apparents du renfort dans la partie haute de la pièce. Au niveau de la base, on remarque des plissements du renfort orientés dans la direction des congés d'arrondis. Au niveau de l'interface entre le plateau support et le moule 3D, le renfort n'épouse pas parfaitement l'outillage. Sur la face inférieure, cette décompaction est marquée par une absence partielle d'imprégnation du renfort par la matrice thermoplastique [Figure 4.17]. C'est dans cette zone où le soudage ultrasonore, utilisé pour limiter le retour élastique des plis après drapage, a été appliqué. Les points de soudure ont certainement entravé le mouvement du renfort et limiter sa compaction. Une autre explication de ce phénomène concerne la géométrie de l'outillage. L'interface plateau/moule est caractérisée par un congé d'arrondis de rayon 15 mm . Ce dernier est probablement trop petit pour assurer le drapage malgré la pressurisation de la bâche.

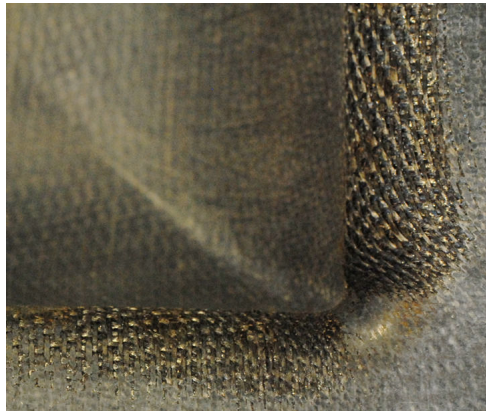


Figure 4.17 – Absences localisées de consolidation

Afin de mieux évaluer l'angle de cisaillement et son influence dans le comportement mécanique du matériau composite, une pièce composite à géométrie tétraédrique a été consolidée.

4.2.3.2 Pièce d'étude de la déformation textile : le tétraèdre

Le tétraèdre consolidé [Figure 4.18] présente un cycle de consolidation qui respecte les paramètres consignés en température, pression externe et temps de consolidation. Seule une augmentation de la pression sous la bâche à vide est à noter avec une valeur maximale atteinte d'environ $-0,06\text{ MPa}$. Cette variation n'interrompt pas le circuit de vide et n'affecte en rien la qualité de la pièce composite. Cette pièce présente un état de surface rugueux sur la partie supérieure et lisse sur la partie inférieure. Les causes sont identiques à celles énoncées pour la pièce précédente. Les trois surfaces planes, chacune identifiée par un numéro, présentent des niveaux de déformation en cisaillement différents. La [Figure 4.19] présente les faces planes inférieures du tétraèdre avec la visualisation des mèches sens chaîne (en jaune) et trame (en vert).

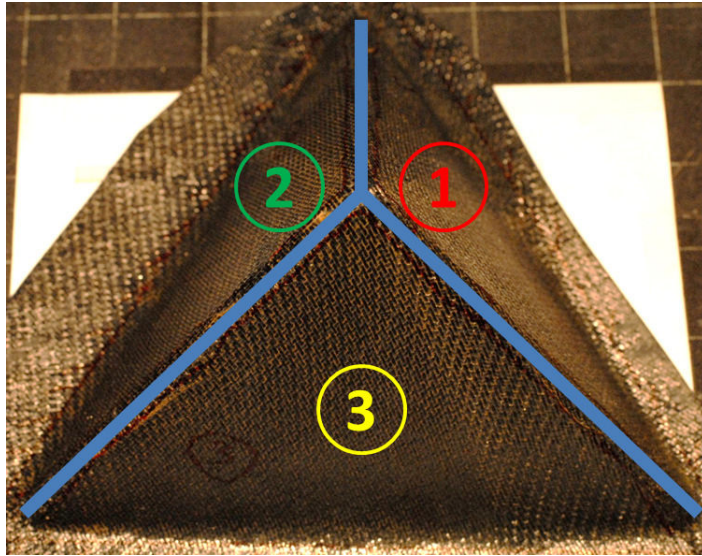


Figure 4.18 – Vues des faces externes du tétraèdre consolidé

Les 3 faces planes montrent des discontinuités de l'orientation des mèches sens chaîne et trame. Dans ces zones discontinues, les mèches verticales se rejoignent au sommet du tétraèdre et sont soumises à un effort en tension important. Elles sont également plus resserrées entre elles et induisent une modification locale de l'orientation des mèches sens travers [Capelle+2014].

Plusieurs échantillons de la face $N^{\circ}1$ ont été analysés au tomographe afin d'évaluer le taux de porosité et l'angle de cisaillement en plusieurs zones de cette face. La résolution des voxels obtenue pour ces CT-Scan est comprise dans l'intervalle $[10,05 \mu m ; 14,00 \mu m]$. Le taux de porosité, établi à partir des échantillons extraits de la face $N^{\circ}1$ et des congés d'arrêtes adjacents, est inférieur à 1,0 % [Tableau 4.13].

Tableau 4.13 – Taux de porosité moyen de la face $N^{\circ}1$ du tétraèdre

Taux de porosité		
Moyenne	Ecart type	Nombre de mesure
[%]	[%]	-
0,18	0,13	6

Les défauts observables à cette échelle sont principalement des fissures longitudinales parcourant les mèches. Quelques fissures à l'interface fibre/matrice sont également observées mais dans une quantité moindre. Au niveau des congés d'arrêtes, le taux de porosité y est également très faible comme le montre la [Figure 4.20]

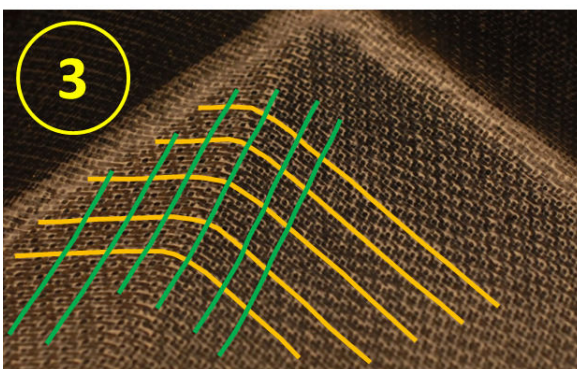
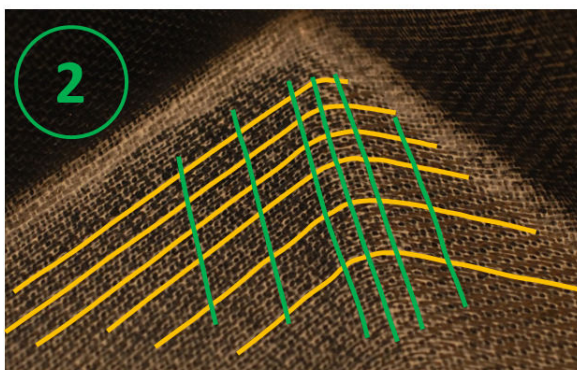
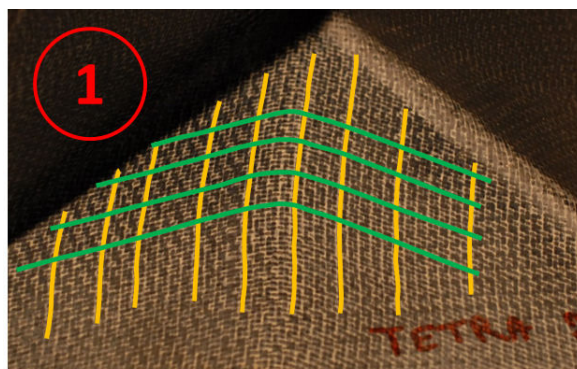


Figure 4.19 – Vues des faces internes du tétraèdre consolidé avec représentation des réseaux chaîne et trame du pli externe

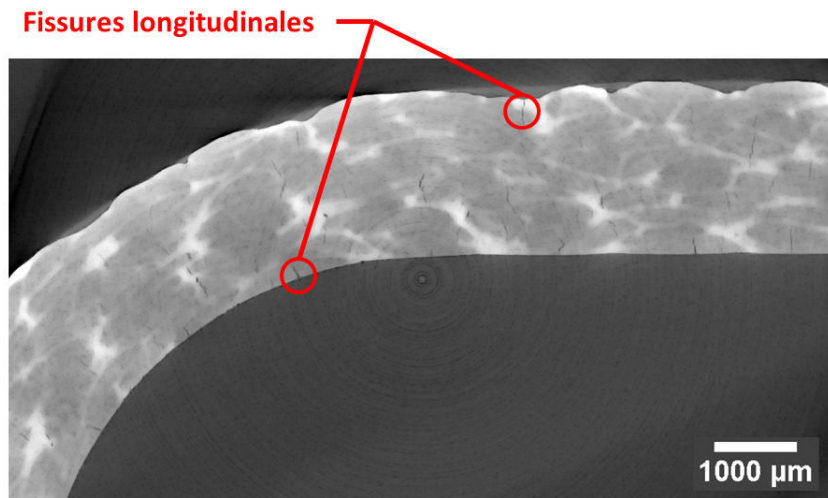


Figure 4.20 – CT-Scan d'un congé d'arrondis de tétraèdre - Résolution 10,05 μm

Les images tomographiques permettent également d'observer l'architecture du renfort en plusieurs zones de cette face comme le montre la [Figure 4.21]. On y distingue clairement trois zones dans lesquels l'orientation entre les réseaux chaîne et trame diffère d'une zone à l'autre. L'évaluation des angles de cisaillement par analyse de la texturation des images confirme la présence de cette zone fortement sollicitée en tension.

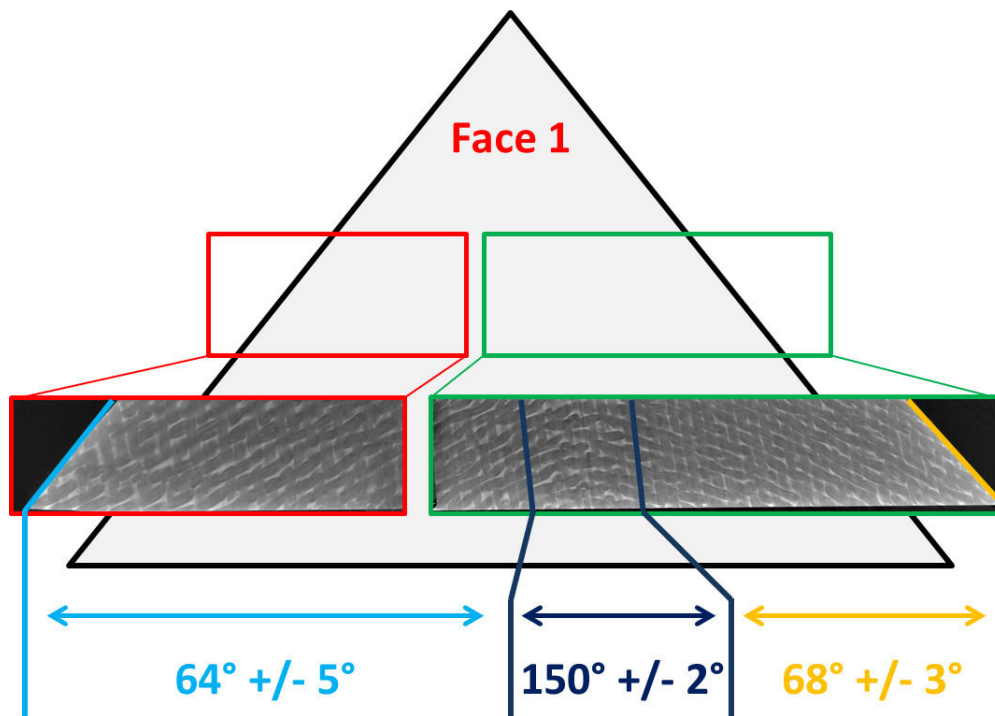


Figure 4.21 – CT-Scans de la face 1 du tétraèdre

Ces résultats sont comparés aux valeurs de l'angle de cisaillement issues des essais de drapabilité. En comparant l'angle de cisaillement sur **la face 1** on a, en moyenne, 24°

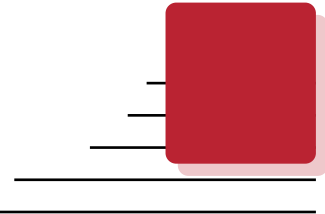
pour la pièce consolidée contre 14° pour le renfort drapé. Plusieurs raisons peuvent expliquer cet écart :

- Lors des essais de drapage, le renfort n'a pas pu être drapé pour des raisons techniques sur la totalité de la géométrie tétraédrique. L'angle de cisaillement moyen mesuré sur la **face 1** n'est pas à sa valeur maximale.
- La compaction et consolidation du stratifié a pu impacter l'architecture fibreuse en amplifiant le cisaillement plan.
- Les erreurs de mesure aussi bien sur le semi-produit (stéréocorrélation) que sur le composite (mesures CT-scan) peuvent également jouer un rôle dans cet écart.

Actuellement, une seule pièce tétraédrique a été fabriquée et dont la microstructure a été analysée. Une étude de cet angle de cisaillement sur plusieurs pièces composites devra être mise en place afin d'affiner cette valeur. Ceci permettra également de vérifier la répétabilité de la mesure et de la fabrication des pièces.

4.3 Bilan intermédiaire

Ce chapitre a permis de mettre en évidence l'impact du cisaillement plan dans les propriétés mécaniques des plaques composites. L'augmentation de l'angle de cisaillement induit une amélioration de la résistance à la rupture en traction du matériau en passant de 320 MPa avec la plaque de référence **C1** à 460 MPa pour un angle de cisaillement moyen de $15,2^\circ$ (**C3**). Cela se traduit également par la diminution de la déformation avant rupture du matériau. Un premier modèle de comportement mécanique, basé sur la théorie classique des stratifiés, des plaques composites a été établi en tenant compte de l'angle cisaillement plan. Une analogie stratifié (superposition de deux plis UD) a été utilisée pour simuler les différentes orientations des réseaux chaîne et trame et reproduire les niveaux de cisaillement mesurés expérimentalement. Malgré les hypothèses simplificatrices, le modèle permet d'établir les propriétés mécaniques élastiques globales de chaque plaque. Une bonne convergence est constatée pour le module d'élasticité longitudinal. Néanmoins, la non prise en compte des interactions au sein d'un pli de renfort entre les réseaux sens chaîne et trame (liées au cisaillement plan) affecte grandement la précision de ce modèle. Les géométries tétraédrique et parallélépipédique ont pu être consolidées en autoclave. Une analyse microstructurale du tétraèdre a révélé une très bonne consolidation de la pièce avec un taux de porosité global inférieur à $0,5 \%$. L'analyse tomographique a permis également de mesurer l'angle de cisaillement de chaque pli en plusieurs points de la pièce composite consolidée. A partir de ces éléments, la loi de comportement du matériau composite en fonction de l'angle de cisaillement pourra être établie. Ainsi, il sera possible d'estimer les propriétés mécaniques de la pièce composite tétraédrique à partir du champ d'angle de cisaillement obtenu via les essais de drapage présentés dans le chapitre 2.



Conclusion générale et perspectives

Le développement d'un semi-produit hautement déformable, intégrant la matrice thermoplastique directement dans le renfort, pour la fabrication de pièces composites non développables requiert la compréhension à la fois des mécanismes de déformation de la préforme textile non consolidée et des mécanismes liés à la phase de consolidation du stratifié composite.

Le semi-produit C/PPS comélé à fibres craquées, utilisé dans le cadre de ces travaux de thèse, est particulièrement adapté pour la fabrication de pièces à géométrie double courbure de par sa grande déformabilité contrairement à des solutions plus classiques de type semi-produit poudré ou « film stacking ». Les essais en cisaillement plan (par « bias extension test ») ont permis de déterminer l'angle de cisaillement au blocage évalué à 52° . Afin d'évaluer sa déformabilité sur des géométries complexes de type double courbure, des essais de drapage forcé, avec utilisation d'un serre flan, ont été effectués. Une méthode de mesure de la déformation du renfort tissé par corrélation d'images a été développée et évaluée dans le but d'établir une cartographie de l'angle de cisaillement à chaque instant du drapage. La déformabilité du renfort a été étudiée sur trois géométries : un hémisphère, un tétraèdre et un parallélépipède à congés d'arête. Pour chaque cas, la cartographie de l'angle de cisaillement a permis d'identifier les zones fortement sollicitées en cisaillement du renfort. Globalement l'angle de cisaillement est inférieur à l'angle de blocage en cisaillement déterminé par « bias extension test » pour chaque géométrie. Cela signifie que le semi-produit se déforme pour des efforts faibles du fait de la rotation libres des noeuds de croisement des réseaux sens chaîne et trame. La distribution de l'angle de cisaillement a été comparée avec celle issue de la simulation du drapage obtenue à partir d'un modèle géométrique (méthode du filet).

Bien que les distributions de l'angle de cisaillement soient comparables entre les réponses expérimentales et numériques pour les trois géométries, cette dernière ne permet pas d'approcher les valeurs expérimentales de l'angle de cisaillement du fait des hypothèses simplificatrices propres à ce modèle.

La mise en oeuvre par consolidation en autoclave conditionne la structure interne du stratifié composite. Le choix de la pression externe de consolidation et de ses conditions d'application, de la durée du palier de consolidation et du niveau de vide sous la bache définissent le niveau de porosité, leurs morphologies ainsi que leur distribution au sein du stratifié composite. La nature du semi-produit en particulier la voie d'intégration de la matrice dans le renfort, impacte également la santé matière du matériau composite. Plusieurs plaques de caractérisation ont été consolidées en autoclave à partir des semi-produits C/PPS poudrés et comelés en faisant varier les paramètres du cycle de consolidation. Pour l'ensemble des plaques consolidées, le niveau de porosité est principalement lié au choix de la pression externe de consolidation. Une augmentation de $0,5 \text{ MPa}$ de cette pression entraîne une diminution de plus de $2,0 \%$ du taux de porosité avec un système poudré et d'environ $5,0 \%$ pour un système comelé. L'application d'une pression externe intermédiaire en début de cycle favorise la diminution des porosités et permet de limiter les risques de rupture de la bache. Le maintien d'un niveau de vide (d'une pression interne très faible par rapport à la pression externe) dans la bache favorise l'évacuation des bulles d'airs du stratifié et conduit à une meilleure distribution spatiale des porosités. Dans une moindre mesure, l'augmentation du temps de consolidation fait diminuer légèrement le taux de porosité. Finalement, l'association d'une pression externe de consolidation comprise entre $0,7 \text{ MPa}$ et $1,0 \text{ MPa}$ avec le maintien d'un niveau de vide suffisant est une condition nécessaire à l'obtention d'un niveau de porosité inférieur à $2,0 \%$ imposé pour les pièces structurales aéronautiques. La morphologie des porosités évolue également suivant le cycle de consolidation employé. Pour les plaques poudrées, les porosités occupent majoritairement les mèches de renfort. L'augmentation du taux de porosité se traduit par l'augmentation en volume des porosités intra-mèches. Pour les plaques comelées, les porosités ont des structures allongées et sont localisées à l'interface mèche/matrice. L'augmentation du taux de porosité conduit à des porosités inter-mèches plus grandes. L'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques a été également étudiée dans le cadre de la thèse. Les modules d'élasticité des plaques poudrées évoluent peu à l'augmentation du taux de porosité. Ce n'est pas le cas des plaques comelées en particulier pour les sollicitations en flexion et compression. On constate une baisse de la contrainte à rupture en flexion, cisaillement interlaminaire et en compression pour les deux types de stratifiés. Celle en traction, que ce soit dans la direction chaîne ou trame du renfort, est peu sensible à l'évolution du taux de porosité. Par ailleurs, la dépendance entre la morphologie des porosités (volume, forme et localisation) et les propriétés mécaniques a été établie. Les catégories de porosité

impactant majoritairement les propriétés mécaniques (pour les essais de flexion trois points) ont pu ainsi être identifiées. Globalement, les plaques composites issues du semi-produit comélé à fibres craquées ont des propriétés mécaniques élastiques et à rupture inférieures aux valeurs mesurées pour les plaques à semi-produit poudré.

Les développements issus des **chapitres 2 et 3** ont permis la fabrication de pièces technologiques à géométrie complexe à partir du semi-produit C/PPS comélé. Avec un cycle de consolidation en autoclave optimisé, les pièces composites ont un taux de porosité inférieur à 0,5 % et répondent de ce fait aux exigences de l'industrie aéronautique. L'influence du cisaillement plan, généré lors du drapage du semi-produit, dans l'évolution des propriétés mécaniques du matériau composite a été étudiée à travers des essais de caractérisation mécanique. Les résultats montrent un accroissement de la résistance en rupture lorsque l'angle de cisaillement augmente. Un premier modèle de comportement mécanique basé sur la théorie classique des stratifiés a été proposé. La divergence entre ce modèle et les résultats expérimentaux s'explique par la non prise en compte du comportement non linéaire en cisaillement plan du renfort et des interactions entre les réseaux chaîne et trame.

Suite aux développements et résultats apportés dans ces travaux de thèse, plusieurs perspectives peuvent être envisagées tant sur la thématique de mise en forme du renfort textile que sur celle liée à la mise en oeuvre du matériau composite thermoplastique.

Amélioration de l'essai de drapabilité :

Sur l'aspect technologique, le dispositif expérimental d'emboutissage peut être amélioré à plusieurs niveaux :

- Développer une nouvelle version de serre flan solidarisée au bâti du pilote d'emboutissage.
- Optimiser la phase de dépose du renfort tissé avant son emboutissage afin de mieux maîtriser son orientation initiale par rapport au poinçon.
- L'amélioration de la résolution spatiale de la mesure par une meilleure résolution des caméras.
- L'augmentation du nombre de caméras pour le suivi des déformations d'une structure plus complexe.

Par ailleurs, une analyse plus détaillée des champs de déformation du semi-produit avec la prise en compte des autres modes de comportement en déformation du renfort (tension biaxiale, flexion et compression) serait également pertinente. Une campagne de caractérisation du semi-produit complémentaire sera donc nécessaire.

Optimisation du cycle de consolidation

Des améliorations dans le procédé de mise en oeuvre sont à envisager. La conception de la bâche sous vide doit être révisée en intégrant notamment les valves d'évacuation de l'air directement sur l'outillage afin de minimiser les risques de rupture de la bâche. L'étude de la perméabilité du feutre drainant est également une piste à poursuivre. Cela permettrait de connaître sa capacité à évacuer l'air sous la bâche pour différentes pressions de consolidation.

La poursuite de l'optimisation du cycle de consolidation doit passer aussi par la caractérisation de la matrice PPS afin de définir plus précisément la température de consolidation, la durée du palier ainsi que les rampes de montée et de descente en température.

Enfin la simulation de la mise en oeuvre par consolidation en autoclave permettrait, avec une validation expérimentale, de prédire le taux volumique de porosité du matériau composite consolidé et d'évaluer ses performances mécaniques à partir des essais de caractérisation.



Annexes

ANNEXE



ANNEXE CHAPITRE 2

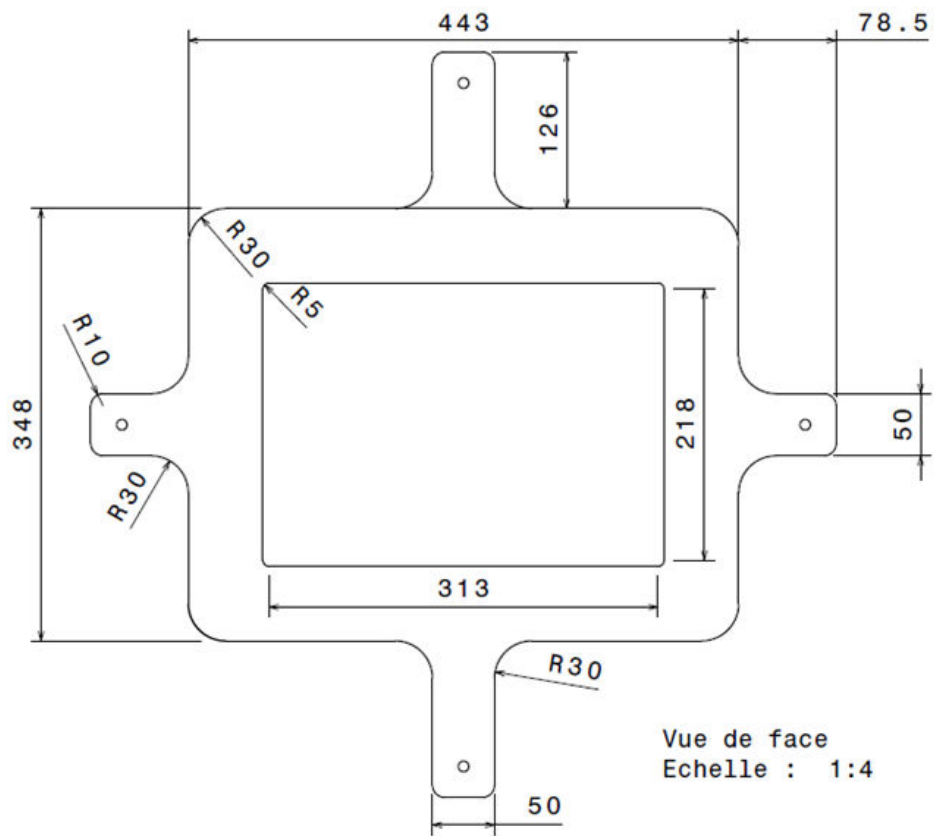


Figure A.1 – Plan du dispositif de serrage utilisé pour bloquer en position l'ensemble serre flan / renfort sur la plaque support

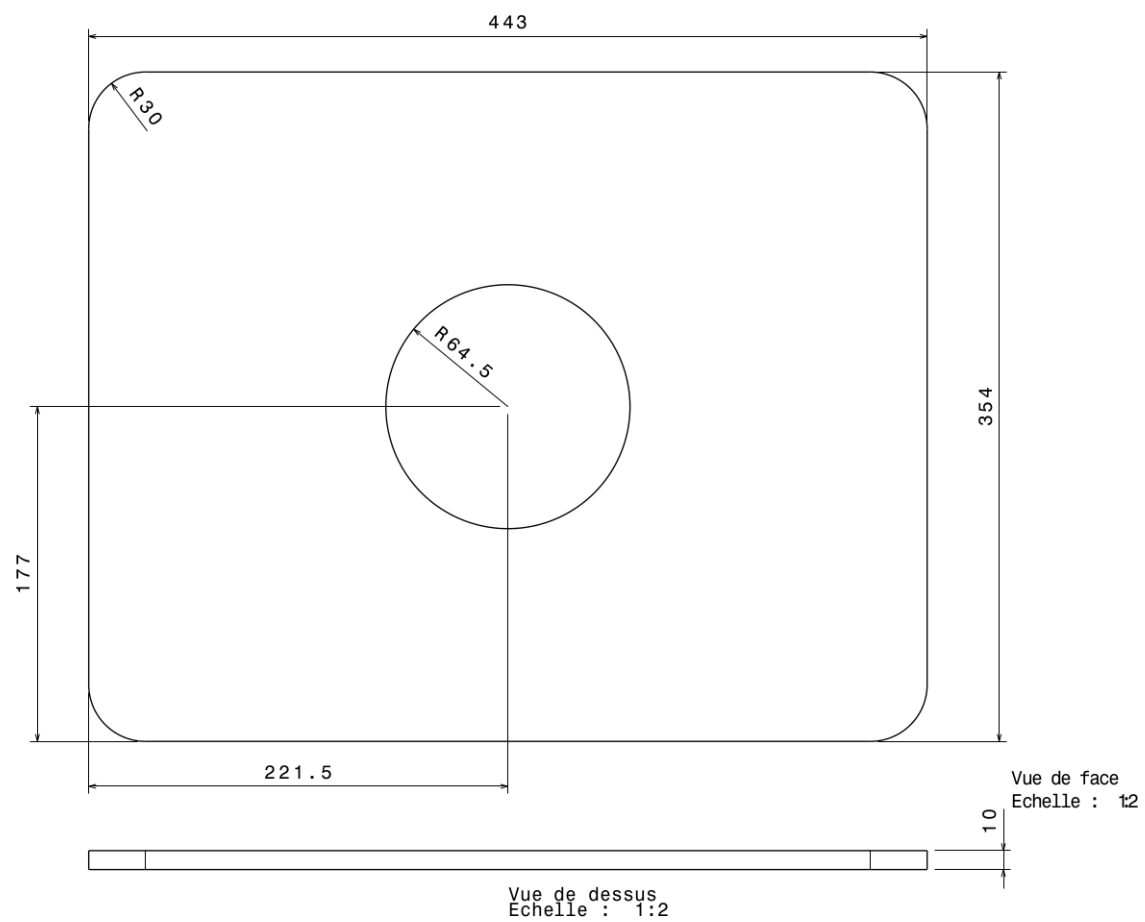


Figure A.2 – Plan du serre flan adapté au poinçon hémisphérique

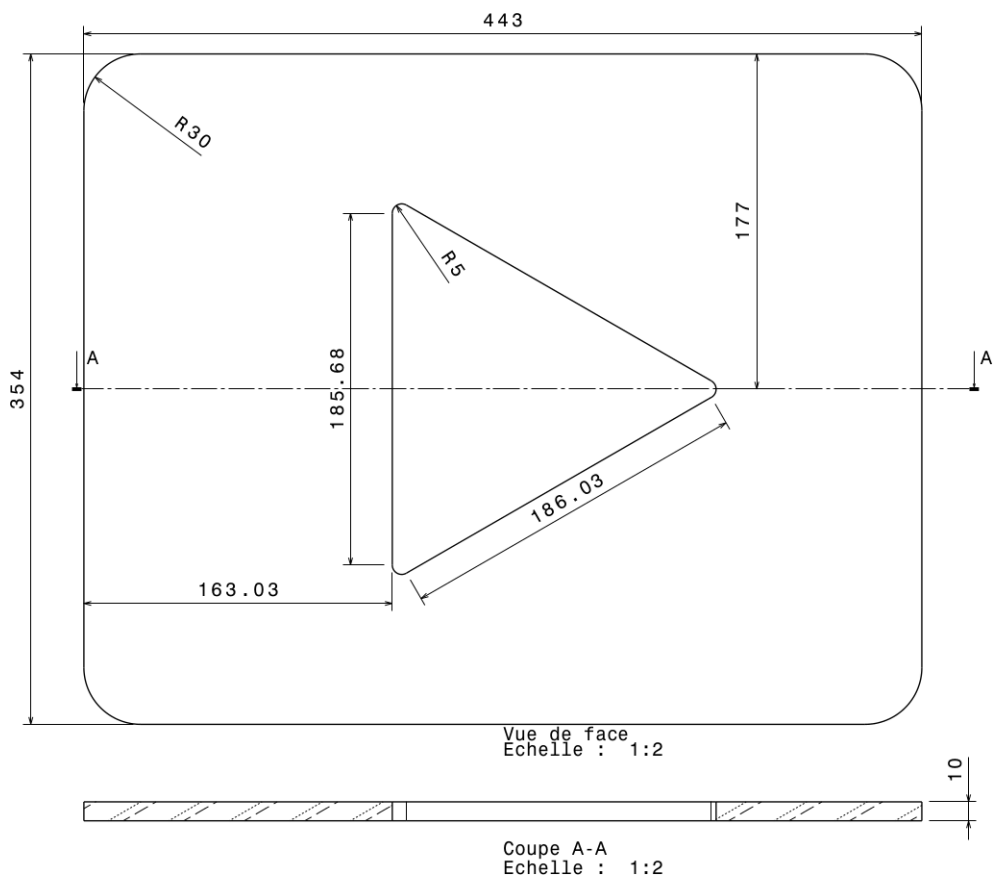


Figure A.3 – Plan du serre flan adapté au poinçon tétraédrique

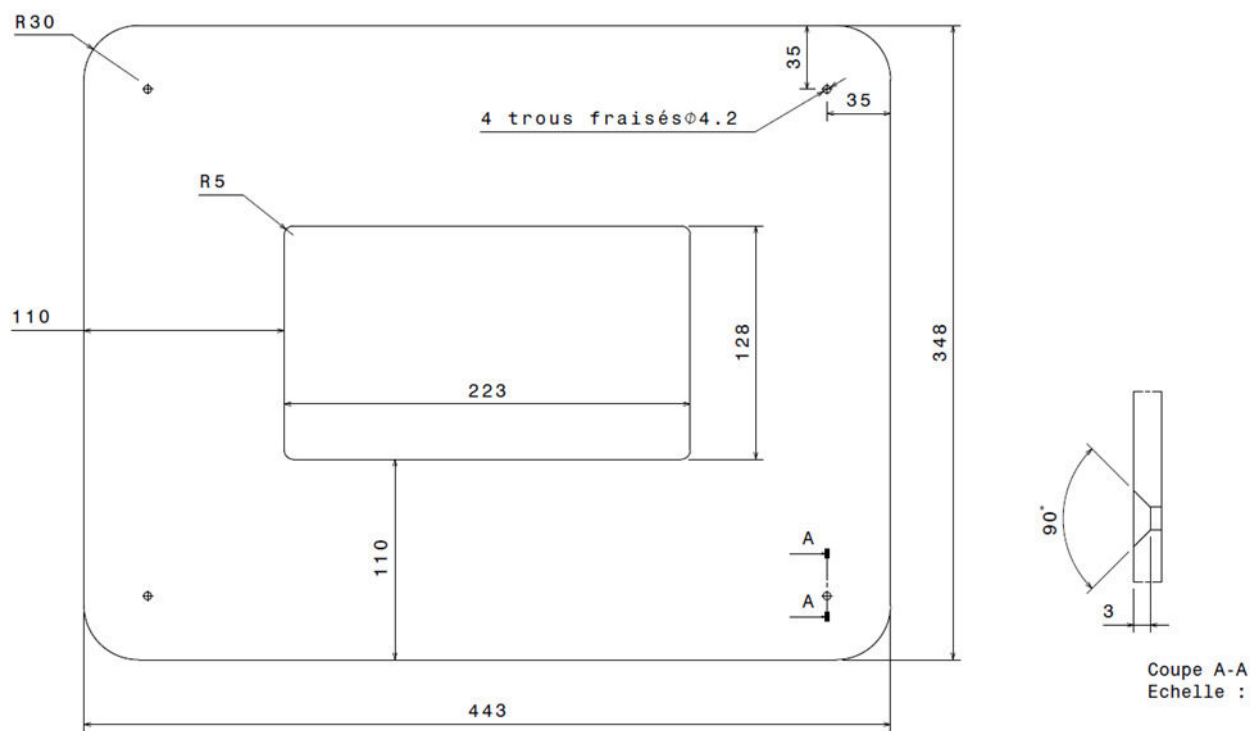


Figure A.4 – Plan du serre flan adapté au poinçon parallélépipédique avec congés d'arête

ANNEXE CHAPITRE 3

B.1	Mise en oeuvre par consolidation: précisions concernant les produits d'environnement utilisés	199
B.2	Détermination du taux volumique de porosité par dissolution chimique .	200

B.1 Mise en oeuvre par consolidation : précisions concernant les produits d'environnement utilisés

Plaque Kovar : Composition et propriétés physiques

Tableau B.1 – Composition chimique de l'alliage base **FeNiCo - Kovar**

Élément	Fe	Ni	Co	Mn	Si	C
<i>W%</i>	Reste	28,0 - 30,0	17,0 - 18,0	0,5	0,03	≤ 0,05

Tableau B.2 – Propriétés physiques et thermiques de l'alliage **Kovar**

Densité [g/cm ³]	Coefficient de dilatation thermique	
	[T]	[x10 ⁻⁶ /K]
8,3	30 – 400°C	5,1
	30 – 450°C	5,3

Feutre drainant AIRWEAVE UHT 800

Feutre non tissé constitué de fibres de verre utilisé pour drainer l'air dans un système bache à vide et maintenir un niveau de vide à haute température. Sa température maximale de service de $427^{\circ}C$ permet son utilisation pour la mise en oeuvre de matériau composite à matrice thermoplastique tels que le PPS ($310^{\circ}C$). Sa masse surfacique est de $610g/m^2$.

Bâche VB-3 Cytec

Tableau B.3 – Propriétés générales de la bache VB-3

VB-3 : Film PTFE	
Température maximale de service	$315^{\circ}C$
Résistance à la rupture en traction	$30MPa$
Élongation à la rupture	550 %

B.2 Détermination du taux volumique de porosité par dissolution chimique

Cette section détaille le protocole expérimental utilisé pour déterminer le taux volumique de porosité par dissolution chimique. Il se base sur la **Norme EN2564**. Les échantillons composites ont pour dimensions $20 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$.

La densité volumique de chaque échantillon (ρ_c) est mesurée par double pesée. On mesure la masse de l'échantillon à l'air $m_{éch}^{air}$ et dans l'eau $m_{éch}^{eau}$ pour en déduire (ρ_c) grâce à la relation (B.2.1).

$$(\rho_c) = \frac{m_{éch}^{air} * \rho_{eau}}{m_{éch}^{air} - m_{éch}^{eau}} \quad (\text{B.2.1})$$

Le matériau est ensuite placé dans un ballon bicol dans lequel 20 ml d'acide sulfurique (H_2SO_4) est ajouté. L'ensemble est chauffé à environ $180^{\circ}C$ pendant au moins 1,5 heures. Lorsque le précipité de la solution devient noire, on ajoute au goutte à goutte 25 ml de peroxyde d'hydrogène. Son ajout progressif permet de rendre la solution transparente. L'ensemble est ensuite refroidit et incorporé dans environ $60,0 \text{ ml}$ d'eau désionisée. Les fibres de carbones sont séparées de la solution grâce à un creuset filtrant ,préalablement pesé, et séchées dans une étuve à $80^{\circ}C$ pendant au moins 1 heure. L'ensemble est refroidit dans un dessiccateur pour finir par la mesure de la masse des fibres sèches m_f .

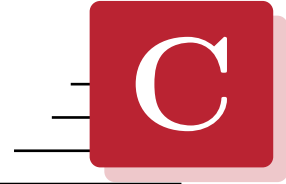
Connaissant la masse volumique de la matrice ρ_m et de la fibre de carbone ρ_f , on en déduit les taux massiques en fibre et matrice (cf. relations (B.2.2)).

$$\begin{cases} W_f = \frac{m_f}{m_{éch}^{air}} * 100 \\ W_m = 1 - W_f\% \end{cases} \quad (\text{B.2.2})$$

Finalement les fractions volumiques en fibre, matrice et porosité se déduisent des relations suivantes (B.2.3) :

$$\begin{cases} V_f = \frac{W_f * \rho_c}{\rho_f} \\ V_m = \frac{W_m * \rho_c}{\rho_m} \\ V_p = 1 - (V_f + V_m) \end{cases} \quad (\text{B.2.3})$$

Il est recommandé d'utiliser un minimum de 3 échantillons pour évaluer le taux de porosité.



ANNEXE CHAPITRE 4

C.1	Plan de découpe des éprouvettes	203
C.2	Plan des outillages	208

C.1 Plan de découpe des éprouvettes

Plaque C1

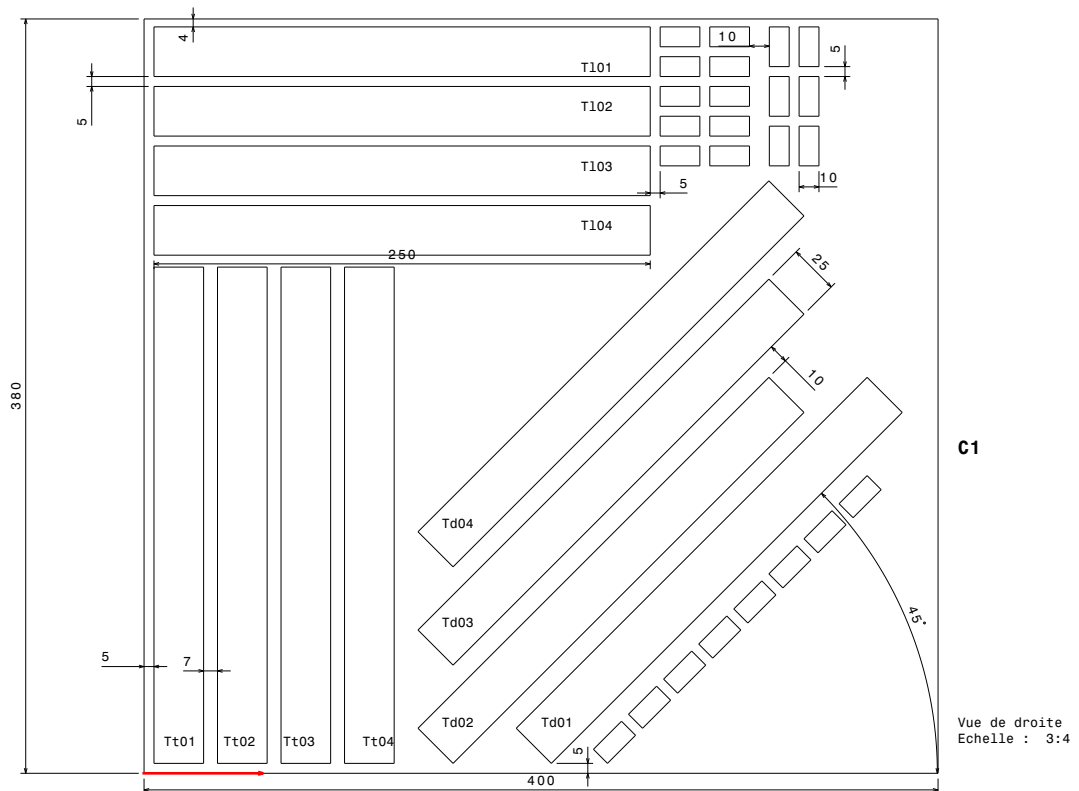


Figure C.1 – Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation pour la plaque C1

Plaque C2

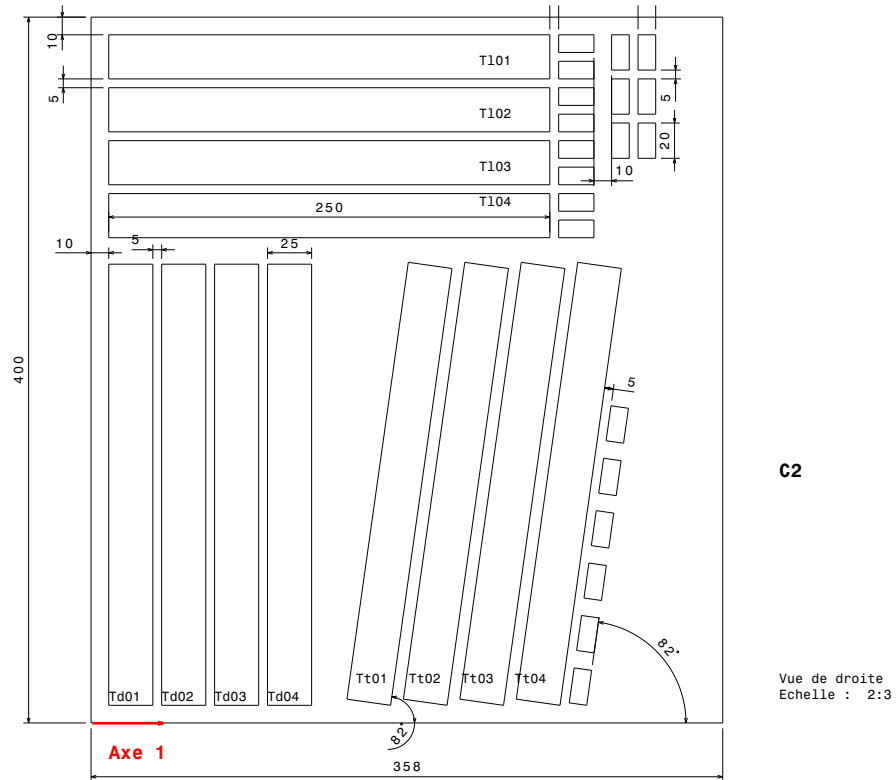


Figure C.2 – Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation pour la plaque C2

Plaque C3

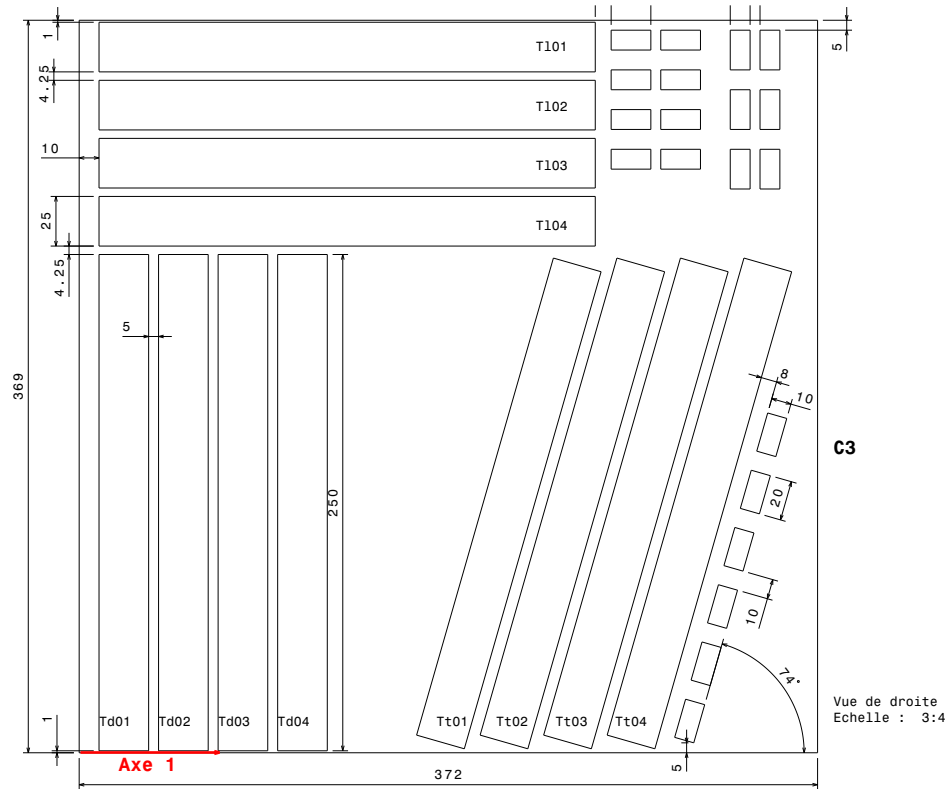


Figure C.3 – Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation pour la plaque C3

Plaque C4

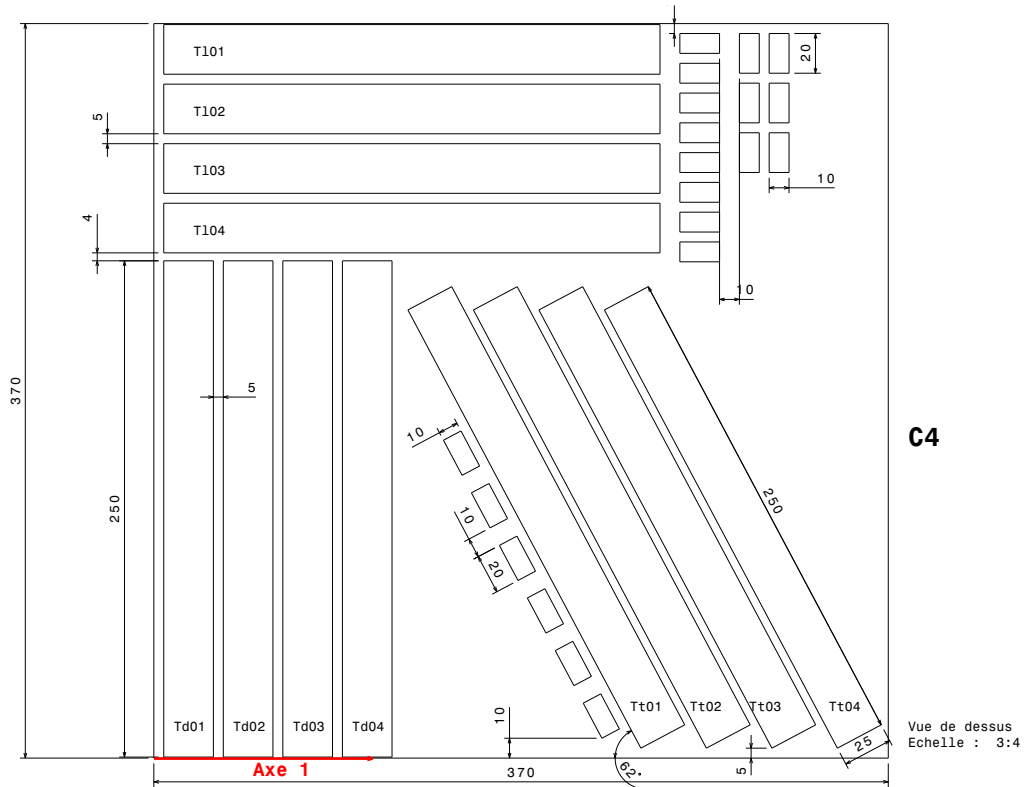


Figure C.4 – Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation pour la plaque C4

C.2 Plan des outillages

Parallélépipède à congés d'arête Tétraèdre

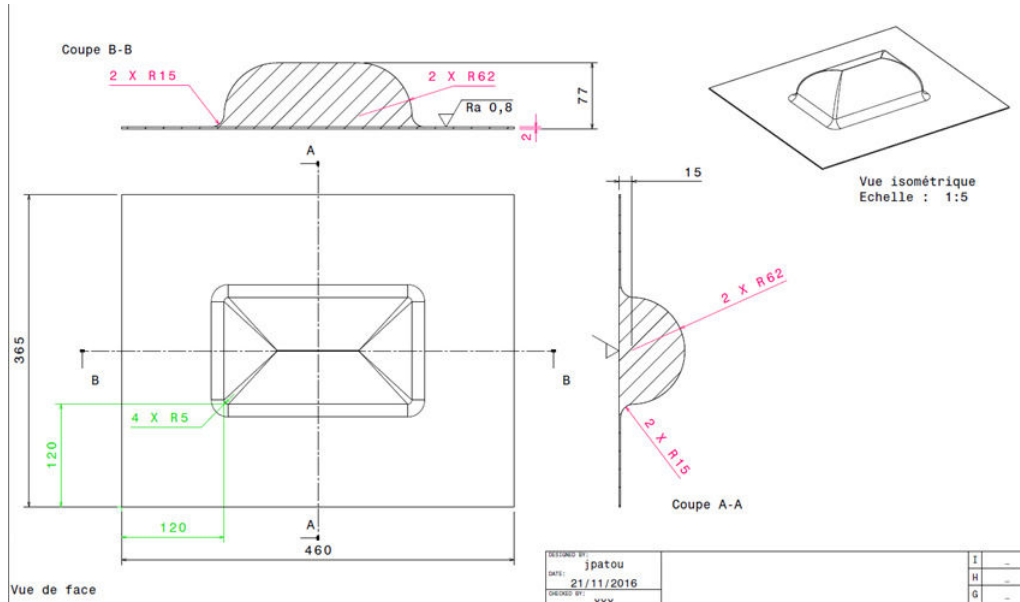


Figure C.5 – Plan de l'outil utilisé pour consolide le parallélépipède à congés d'arête

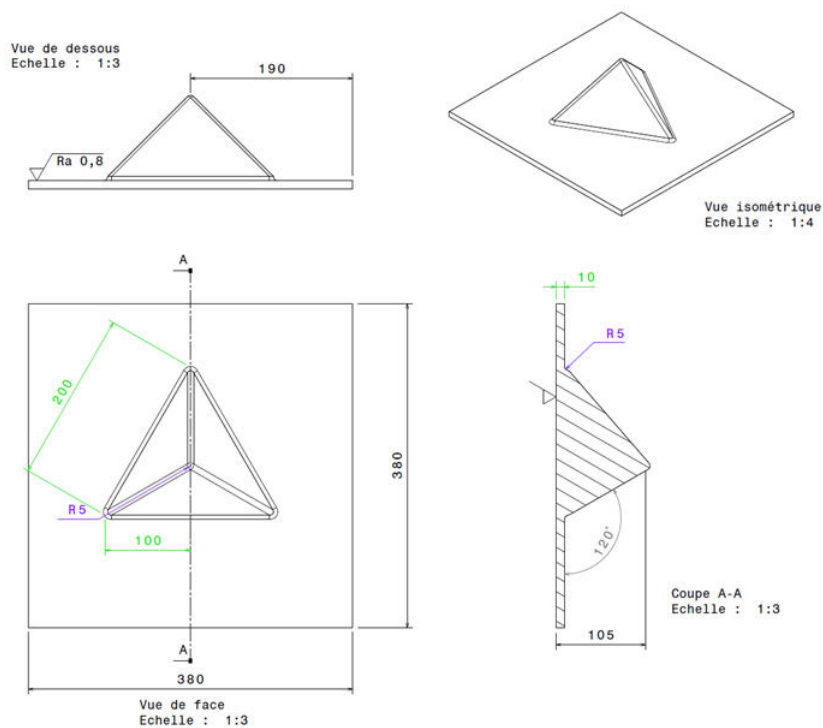


Figure C.6 – Plan de l'outil utilisé pour consolide le tétraèdre

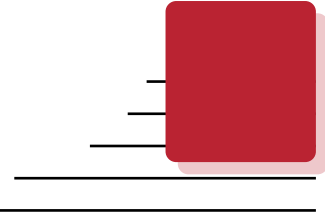


Table des figures

1.1	Schématisation d'un matériau composite - [Berthelot2012]	8
1.2	Procédé de fabrication des fibres de carbone à partir du précurseur PAN - [Dupupet2008]	9
1.3	Comparaison des propriétés mécaniques des fibres de carbone ex-PAN Données techniques issues du fabricant Toray - [Toray]	9
1.4	Description de la structure d'un « roving » - D'après [Bourban+2004] .	10
1.5	Viscosité à l'état fondu en fonction de la température de mise en œuvre des principaux polymères - D'après [Rijswijk+2007]	12
1.6	Motif du polysulfure de phénylène (PPS)	13
1.7	Évolution de la viscosité du PPS en fonction du temps à 315°C [Ba- tista+2015]	14
1.8	Évolution du temps à demi-cristallisation en fonction de la température pour le PPS pur et renforcé de fibres (carbone, verre et aramide) - [Auer+1994]	16
1.9	Observation au microscope optique à lumière polarisée (x225) de la mor- phologie du PPS au contact d'une fibre de carbone Thornel - [Desio+1992]	16
1.10	Principales armures de renfort (a) Toile - (b) Sergé 3 - (c) Satin de 4 - (d) Unidirectionnel - Images issues du logiciel [TexGen]	19
1.11	Schématisation des rovings existants : (c) poudré, (d) gainé, (e) cotissé et (f) comélé - [Bourban+2001]	19
1.12	Semi-produit à mèches comelés constituées de fibres craquées carbo- ne/PPS - [Peng+2014]	20
1.13	Schémas des principaux semi-produits souples - (a) « Film stacking » ; (b) Guipage d'une fibre de renfort par un filament de polymère ; (c) Tissu pou- dré ; (d) Tissu co tissé ; (e) Tissu comélé [Fujihara+2004 ; Wakeman+1998]	21
1.14	Déformation en cisaillement plan d'un renfort - [Boisse2004]	23
1.15	Courbe effort / déformation en cisaillement caractéristique d'un renfort textile - [Boisse2004]	23
1.16	Évolution du niveau de cisaillement d'un interlock carbone à l'échelle mésoscopique - D'après [Lomov+2008]	24

1.17	Performance des différents types de renfort en matière de drapabilité - [Binétruy2004]	24
1.18	Essai de drapabilité sur une géométrie hémisphérique - Pas de glissements entres les réseaux - [De Luycker2009]	25
1.19	Principe du « Bias extension test » : (a) Renfort sollicité en cisaillement plan avec localisation des zones de déformation - (b) Schématisation de l'éprouvette avant essai - (c) Schématisation de l'éprouvette après essai [De Luycker2009 ; Peng+2014]	27
1.20	Géométrie de l'éprouvette avant et après essai - [Lebrun+2003]	28
1.21	Confrontation entre l'angle de cisaillement théorique et celui mesuré localement sur une éprouvette de taffetas de verre - [De Luycker2009]	29
1.22	Dispositif de l'essai « Picture Frame » - D'après [Launay+2008]	30
1.23	Principe de l'essai « Picture Frame » - D'après [Dridi2010]	30
1.24	Principe de la méthode du filet - [Boisse2004]	32
1.25	Corrélation d'images à deux instants avec un exemple d'appariement temporel d'un sous-domaine - [Orteu2002]	34
1.26	Principe de l'appariement temporel - [Brémand+2011]	35
1.27	Application d'un mouchetis dentifrice sur renfort textile à fibres de carbone traité en surface avec du matifiant - [De Luycker2009]	36
1.28	Calibration d'un banc de stéréovision avec deux positions de mire - [Garcia2001]	37
1.29	Détermination des coordonnées d'un point de mesure P par triangulation - [Orteu2002]	38
1.30	Détermination du champ de déplacement d'une géométrie 3D - [Orteu2002]	38
1.31	Principe de la reconstruction de la surface par deux bancs de stéréovision - [Decultot2009]	39
1.32	Système d'étude pour la détermination de l'angle de cisaillement à partir des déformations principales - Hypothèse de cisaillement pur - [De Luycker2009]	40
1.33	Application de la corrélation d'images dans la mesure de l'angle de cisaillement en tout point de mesure d'un renfort textile lors d'un essai Bias Test [Lee+2008] : (a) Début de sollicitation - (b) Fin d'essai	40
1.34	Étude du drapage d'un renfort FV/PP (Twintex®) par stéréo corrélation d'images [Lomov+2008 ; Vanclooster+2009]	41
1.35	Principe de fonctionnement du tomographe à rayons X - [Badel2008]	43
1.36	Principe d'acquisition des données pour la reconstruction volumique de l'objet - [Badel2008]	43
1.37	Cycle en température typique de consolidation pour un composite thermoplastique - [Bourban+2001]	44
1.38	Principe du moulage poinçon/matrice d'une préforme	46
1.39	Principe du moulage par thermo estampage d'une préforme	46
1.40	Schéma de principe du moulage sous vide - [Lucas+2007a]	47
1.41	Principe du moulage au diaphragme	47
1.42	Autoclave de l'Espace Clément ADER - Toulouse	49
1.43	Exemple de cycle de consolidation autoclave avec une pression externe de 1,4 MPa et une pression de vide de 1,0 bar - [Lystrup+1998]	50
1.44	Description d'une poche à vide utilisée pour la consolidation d'un stratifié en autoclave - [Raju2012]	51

1.45	Évolution du taux de porosité en fonction de la pression externe appliqué sur le stratifié - [Lystrup+1998]	53
1.46	Taux de porosité en fonction de la pression de consolidation à 5,0 <i>mm/min</i> et 30,0 <i>mm/min</i> de taux de compaction suivi d'un refroidissement avec maintien en pression - [Long+2001]	54
1.47	Effet du niveau de vide sur le taux de porosité D'après [Chambers+2006]	55
1.48	Variation relative de la contrainte CIL en fonction du taux de porosité pour des composites à plis carbone/époxy D'après [Jeong1997 ; Liu+2006 ; Tang+1987 ; Zhu+2009]	56
1.49	Variation du module d'élasticité en flexion 3 points en fonction du taux de porosité pour des composites à plis carbone/époxy - [Ye+1992] . . .	57
1.50	Variation de la contrainte en flexion 3 points en fonction du taux de porosité pour des composites à plis carbone/époxy - [Ye+1992]	57
2.1	Dispositif utilisé pour l'essai bias extension test	64
2.2	Identification des zones de sollicitation d'une éprouvette bias extension test	65
2.3	Courbe "type" effort/déplacement d'un système comélé C/PPS	66
2.4	Résultat des essais "bias extension test" : (a) Couple surfacique en fonction de l'angle de cisaillement - (b) Confrontation de l'angle de cisaillement plan théorique et expérimental	67
2.5	Cartographie de l'angle α obtenue par corrélation d'images avec le logiciel ICASOFT® pour un déplacement du mors supérieur de 35,0 <i>mm</i> . . .	68
2.6	CAO du pilote d'emboutissage SPIF - [Decultot2009]	69
2.7	Bancs de stéréovision pour la mesure des champs de déplacement installés au dessus du pilote SPIF	70
2.8	Recouvrement de l'objet par un système 4 caméras	71
2.9	Description du serre flan - Cas du poinçon parallélépipédique	72
2.10	Les poinçons d'emboutissage utilisés pour les essais de drapage	73
2.11	Positionnement du renfort avant drapage : (a) Hémisphère avec serre flan - (b) Tétraèdre - (c) Poinçon parallélépipédique avec congés d'arrête . .	74
2.12	Application d'une peinture blanche à base de dentifrice sur la préforme textile comélé C/PPS	75
2.13	Résultat des essais "bias extension test" pour les renforts avec mouchetis : (a) Couple surfacique en fonction de l'angle de cisaillement - (b) Confrontation de l'angle de cisaillement plan théorique et expérimental .	76
2.14	Application du mouchetis artificielle pour de la mesure de champs par corrélation d'images : 2D-DIC et 3D-DIC	77
2.15	Méthodologie employée pour le calcul des champs de déformation de la préforme textile au cours de son drapage par la technique de stéréocorrélation d'images	78
2.16	Schématisation d'un élément de renfort textile sollicité en cisaillement pur	79
2.17	Validation du calcul de l'angle de cisaillement par stéréo-corrélation d'images au cours d'un essai bias extension test pour une éprouvette comélé C/PPS et mouchetis artificiel	81
2.18	Champ de déplacement en Z du renfort embouti sur le poinçon hémisphérique obtenu à partir des deux systèmes de stéréovision	82
2.19	Cartographie de l'angle de cisaillement mesuré sur le renfort embouti sur le poinçon hémisphérique obtenue à partir des deux systèmes de stéréovision	83

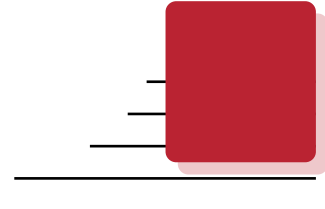
2.20	Cartographie de l'angle de cisaillement pour trois instants du drapage du renfort sur le poinçon hémisphérique	83
2.21	Évolution de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement suivant z de l'outil en plusieurs points de la géométrie hémisphérique	84
2.22	Champ de déplacement en Z du renfort embouti sur la géométrie tétraédrique obtenu à partir des deux systèmes de stéréovision	85
2.23	Cartographie de l'angle de cisaillement du drapage du renfort sur le poinçon tétraédrique	86
2.24	Valeurs moyennes de l'angle de cisaillement sur chaque face du tétraèdre	86
2.25	Cartographie de l'angle de cisaillement pour trois instants du drapage du renfort sur le poinçon tétraédrique	87
2.26	Champ de déplacement en Z du renfort embouti sur la géométrie parallélépipédique obtenu à partir des deux systèmes de stéréovision	88
2.27	Cartographie de l'angle de cisaillement du drapage du renfort sur le poinçon parallélépipédique	88
2.28	Cartographie de l'angle de cisaillement du renfort textile à trois instants du drapage sur le poinçon "Boite"	89
2.29	Evolution de l'angle de cisaillement en fonction du déplacement suivant z de l'outil en plusieurs points de la géométrie parallélépipédique	89
2.30	Évolution de l'angle de cisaillement normalisé en fonction de la distance suivant Z par rapport au plan supérieur de la géométrie hémisphérique .	90
2.31	Évolution de l'angle de cisaillement normalisé en fonction de la distance suivant Z par rapport au plan supérieur de la géométrie « parallélépipédique »	92
2.32	Évolution de l'angle de cisaillement en fonction de la distance suivant Z par rapport au plan supérieur de la géométrie tétraédrique	92
2.33	Cartographie de l'angle de cisaillement obtenue par simulation de l'emboutissage du renfort sur la géométrie hémisphérique	94
2.34	Cartographie de l'angle de cisaillement obtenue par simulation de l'emboutissage du renfort sur la géométrie parallélépipédique	95
2.35	Angle de cisaillement en fonction de la distance au sommet pris dans les zones remarquables de la géométrie parallélépipédique - Comparaison avec les valeurs obtenues par simulation de l'emboutissage de la préforme textile sous PAM-RTM QuickForm	96
2.36	Cartographie de l'angle de cisaillement obtenue par simulation de l'emboutissage du renfort sur la géométrie tétraédrique	97
3.1	Poudré C/PPS Pipreg Porcher Industries : (a) Échantillon de ce semi-produit - (b) Schématisation de la structure poudré	102
3.2	Micrographie d'un pli de semi-produit poudré PORCHER à matrice PPS : (a) Observation x25 (b) Observation x100	103
3.3	Comélé C/PPS Schappe Techniques : (a) Echantillon de ce semi-produit - (b) Schématisation de la structure comélé	103
3.4	Micrographies d'un échantillon du semi-produit comélé C/PPS : (a) Vue de coupe du renfort - Grossissement x25 (b) Mèche sens longitudinal avec fil de guipage - Grossissement x100 (c) Vue de coupe d'une mèche - Grossissement x200	104

3.5	Schéma en coupe de l'empilement utilisée pour la mise en oeuvre en autoclave des plaques composites	105
3.6	Configuration du tissu drainant utilisé pour l'évacuation de l'air présent dans le renfort textile	106
3.7	Vue de surface de la bâche à vide en film PTFE (VB-3) en cours de mise sous vide	106
3.8	Cycle de consolidation en autoclave : (a) Cas général d'un cycle autoclave (b) Valeur de la pression externe et de sa condition d'application (c) Variation du temps de consolidation	108
3.9	Cycle réel de mise en oeuvre de la plaque poudrée A3	110
3.10	Cycle réel de mise en oeuvre de la plaque comelée B5	110
3.11	Cycle autoclave pour les plaques A4 et B4	111
3.12	Récapitulatif des principales problématiques rencontrées lors des essais de consolidation des plaques composites	112
3.13	Cartographie de l'atténuation du signal ultrasonore pour les plaques à semi-produit poudré et une plaque de référence C/PPS TENCATE mise en oeuvre par thermocompression	115
3.14	Cartographie de l'atténuation du signal ultrasonore pour les plaques B1 , B5 et une plaque de référence TENCATE mise en oeuvre par thermocompression	116
3.15	Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation mécanique	117
3.16	Dispositif de l'essai de traction	118
3.17	Essai de compression avec mesure des déformations longitudinale et transversale	118
3.18	Essai de flexion 3 points	119
3.19	Essai de cisaillement interlaminaire (CIL)	119
3.20	Tomographe Easytom 130 - Espace Clément ADER - Toulouse : (a) Vue extérieure - (b) Vue intérieure	121
3.21	Images obtenues après reconstruction tridimensionnelle de l'échantillon issues de la plaque B3	121
3.22	Identification des différents éléments de l'image issue d'un échantillon de la plaque B3 : (a) Histogramme en niveau de gris de l'image - (b) Image brute 8 bits (c) Seuillage en niveau de gris de la porosité (en bleu) et de la matrice (en vert)	122
3.23	Sélection de la méthode de seuillage des porosités - Application à la plaque B3	123
3.24	Histogramme des niveaux de gris pour cinq images issues du même échantillon - Plaque B3 - Plan (xy)	123
3.25	Méthode d'analyse des images CT-Scan reconstruites	124
3.26	Images tomographiques de stratifié C/PPS poudré à trois niveaux de consolidation	126
3.27	Représentation 3D des porosités pour la plaque poudrée A5	127
3.28	Distribution des porosités en volume (Analyse 3D) pour les plaques à semi-produit poudré - (a) Volume $\leq 5000 \mu m^3$ - (b) Volume $\geq 50\,000 \mu m^3$	128
3.29	Distribution des porosités surfaciques (Analyse 2D) en fonction de leur circularité pour les plaques à semi-produit poudré	129

3.30	Distribution des porosités surfaciques (Analyse 2D) en fonction de leur orientation pour les plaques à semi-produit poudré	130
3.31	Images tomographiques de stratifié C/PPS comélé à trois niveaux de consolidation	131
3.32	Représentation 3D des porosités de la plaque comélée B4	132
3.33	Distribution des porosités de la catégorie 2 (Analyse 2D) en fonction de leur circularité pour les plaques à semi-produit comélé	133
3.34	Distribution des porosités en volume (Analyse 3D) pour les plaques à semi-produit comélé - (a) Volume $\leq 5000 \mu m^3$ - (b) Volume $\geq 50\,000 \mu m^3$	134
3.35	Distribution des porosités surfaciques (Analyse 2D) en fonction de leur orientation pour les plaques à semi-produit comélé	135
3.36	Contrainte de traction à rupture (Rm) et écart type dans les directions chaîne et trame pour les stratifiés poudrés et comelés	136
3.37	Modules d'élasticité en traction dans les directions chaîne et trame pour les stratifiés poudrés et comelés	137
3.38	Courbes contrainte/déformation types des essais de traction $[0^\circ]$ (a) matériau avec semi-produit poudré - (b) matériau avec semi-produit comélé	137
3.39	Éprouvettes de traction après essais : (a) semi-produit poudré - (b) semi-produit comélé	138
3.40	Contrainte de rupture en compression (Rm) et écart type dans la direction chaîne pour les stratifiés poudrés et comelés	138
3.41	Modules d'élasticité en compression sens chaîne pour les stratifiés poudrés et comelés	139
3.42	Courbes contrainte/déformation types des essais de compression $[0^\circ]$ - semi-produit poudré	139
3.43	Courbes contrainte/déformation types des essais de compression $[0^\circ]$ - semi-produit comélé	140
3.44	Facies de ruptures des éprouvettes de compression pour les plaques A3 , A4 et A5	140
3.45	Facies de ruptures des éprouvettes de compression pour les plaques B2 , B4 et B5	141
3.46	Contrainte de flexion à rupture (Rm) et écart type pour les stratifiés poudrés et comelés	141
3.47	Modules d'élasticité en flexion pour les stratifiés poudrés et comelés	142
3.48	Contrainte à rupture (Rm) - CIL	142
3.49	Influence de la pression externe de consolidation et du niveau de vide dans la bache sur le taux de porosité	144
3.50	Influence de la durée de consolidation sur le taux de porosité	146
3.51	Évolution de la contrainte à rupture en fonction du taux de porosité pour les plaques à semi-produit poudré	147
3.52	Évolution de la contrainte à rupture en fonction du taux de porosité pour les plaques à semi-produit comélé	148
3.53	Module d'élasticité en traction en fonction du taux de porosité : (a) matériau avec semi-produit poudré - (b) matériau avec semi-produit comélé	149

3.54	Module d'élasticité en flexion en fonction du taux de porosité : (a) matériau avec semi-produit poudré - (b) matériau avec semi-produit comélé	149
3.55	Module d'élasticité en compression en fonction du taux de porosité : (a) matériau avec semi-produit poudré - (b) matériau avec semi-produit comélé	149
3.56	Courbes contrainte/déformation des essais flexion 3 points avec indication des taux de porosité et des modes de ruptures pour deux niveaux de porosité - Semi-produit poudré	151
3.57	Courbes contrainte/déformation des essais flexion 3 points avec indication des taux de porosité et des modes de ruptures pour deux niveaux de porosité - Semi-produit comélé	152
3.58	Mode de rupture en flexion de la plaque B4 ($V_p = 12, 11\%$) : (a) Observation macroscopique - (b) Micrographie (x100)	153
3.59	Mode de rupture en flexion de la plaque B5 ($V_p = 1, 65\%$) : (a) Observation macroscopique - (b) Micrographie (x100)	153
4.1	Principe du cisaillement plan du renfort textile à l'aide d'un cadre de cisaillement	159
4.2	Visualisation 3D des porosités issues des CT-Scans pour les plaques cisillées C1 , C2 et C3	162
4.3	Angle de cisaillement moyen pour les plaques cisillées C1 , C2 et C3 .	163
4.4	Orientation des réseaux chaîne et trame par rapport au repère global pour la plaque C4	164
4.5	Orientation des éprouvettes de caractérisation mécanique pour les 4 plaques en fonction de leur niveau de cisaillement plan respectif. Les valeurs d'angles indiquées correspondent aux angles entre les réseaux chaîne et trame	165
4.6	Propriétés mécaniques élastiques des plaques cisillées : (a) Contrainte à la rupture (b) Module d'élasticité	166
4.7	Courbe contrainte / déformation des éprouvettes de traction sens chaîne (T1)	166
4.8	Images des éprouvettes rompues en traction T1 issues des plaques cisillées C1 , C2 , C3 et C4	167
4.9	Evolution de la contrainte en cisaillement interlaminaire en fonction de l'angle de cisaillement des plaques composites	168
4.10	Modélisation d'un pli tissu 2D [$0^\circ/90^\circ$] par la superposition de deux plis UD orientés respectivement à 0° (Sens chaîne) et 90° (Sens trame) . . .	171
4.11	Modules d'élasticité E_X en fonction de l'angle de cisaillement	176
4.12	Modules d'élasticité E_Y en fonction de l'angle de cisaillement	176
4.13	Moules en alliage d'aluminium 7075 utilisés pour la mise en œuvre des pièces complexes ($Ra = 0, 8$) : (a) Boite à congés d'arrondis (b) Tétraèdre	178
4.14	Drapage et préparation de la bache sous vide pour la mise en œuvre de la boite à congés d'arrondis	178
4.15	Etat de surface de la boite consolidée	180
4.16	Agrandissement de la pièce composite	180
4.17	Absences localisées de consolidation	181
4.18	Vues des faces externes du tétraèdre consolidé	182

4.19	Vues des faces internes du tétraèdre consolidé avec représentation des réseaux chaîne et trame du pli externe	183
4.20	CT-Scan d'un congé d'arrondis de tétraèdre - Résolution 10,05 μm	184
4.21	CT-Scans de la face 1 du tétraèdre	184
A.1	Plan du dispositif de serrage utilisé pour bloquer en position l'ensemble serre flan / renfort sur la plaque support	194
A.2	Plan du serre flan adapté au poinçon hémisphérique	195
A.3	Plan du serre flan adapté au poinçon tétraédrique	196
A.4	Plan du serre flan adapté au poinçon parallélépipédique avec congés d'arête	197
C.1	Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation pour la plaque C1	204
C.2	Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation pour la plaque C2	205
C.3	Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation pour la plaque C3	206
C.4	Plan de découpe des éprouvettes de caractérisation pour la plaque C4	207
C.5	Plan de l'outil utilisé pour consolide le parallélépipède à congés d'arête	208
C.6	Plan de l'outil utilisé pour consolide le tétraèdre	208



Liste des tableaux

1.1	Influence de la vitesse de refroidissement sur le taux de cristallinité du PPS renforcé carbone ($V_f = 60\%$) - Source : [Batista+2015]	15
1.2	Propriétés mécaniques de plusieurs grades PPS (FORTRON® - TORAY®)	17
2.1	Paramètres d'essai du bias extension test	64
2.2	Résultats des essais bias extension test sur les éprouvettes C/PPS	68
2.3	Résultats des essais bias extension test sur les éprouvettes C/PPS - Avec mouchetis	77
2.4	Coefficient de détermination linéaire pour les essais de drapabilité de chaque géométrie	91
2.5	Écart relatif des angles de cisaillement issus des essais expérimentaux et de la simulation pour la géométrie hémisphérique	94
2.6	Écart relatif des angles de cisaillement issus des essais expérimentaux et de la simulation pour la géométrie parallélépipédique	96
2.7	Écart relatif des angles de cisaillement issus des essais expérimentaux et de la simulation pour la géométrie tétraédrique	98
3.1	Propriétés générales des deux semi-produits	102
3.2	Données techniques des moyens utilisés pour la mise en oeuvre des plaques composites	107
3.3	Les cycles de mise en oeuvre des plaques composites : - A pour les plaques constituées de plis poudrés - B pour les plaques constituées de plis comelés	109
3.4	Épaisseurs des plaques mises en oeuvre par consolidation	113
3.5	Configuration de l'inspection par ultrason avec une sonde multi éléments	114
3.6	Conditions des essais de traction	117
3.7	Conditions des essais de compression	118
3.8	Conditions opératoires des essais de flexion 3 points	119
3.9	Conditions opératoires des essais de cisaillement interlaminaire (CIL)	120
3.10	Taux volumiques en fibre et en porosité des plaques poudrées	125
3.11	Taux volumiques en fibre et en porosité des plaques comelées	130

4.1	Paramètres procédé utilisés pour la consolidation des plaques composites cisailées	160
4.2	Angle de cisaillement moyen mesuré après consolidation des plaques composites	160
4.3	Épaisseur du pli moyen et taux volumique de porosité et de fibres des plaques comelés pour les quatre configurations de cisaillement plan.	161
4.4	Propriétés élastiques d'un pli du renfort comelé dans le repère matériau	170
4.5	Propriétés élastiques des plis UD chaîne et trame exprimées dans leurs repères matériau respectifs	172
4.6	Propriétés élastiques des fibres de carbone et de la matrice PPS utilisé pour définir les propriétés du pli UD	173
4.7	Propriétés élastiques du pli UD déterminées à partir des essais de caractérisation sur la plaque C1 et exprimées dans le repère matériau	174
4.8	Définition des empilements de plis pour chaque plaque cisailée	174
4.9	Résultats théoriques des modules élastiques des plaques cisailées et comparaison avec les réponses expérimentales	175
4.10	Contraintes en rupture - Plaque C1	175
4.11	Application du critère de rupture Tsai-Hill pour une sollicitation en traction - $\sigma_X = \sigma_{rupture}$	177
4.12	Paramètres procédé utilisés pour la consolidation des plaques composites cisailées	179
4.13	Taux de porosité moyen de la face $N^{\circ}1$ du tétraèdre	182
B.1	Composition chimique de l'alliage base FeNiCo - Kovar	199
B.2	Propriétés physiques et thermiques de l'alliage Kovar	199
B.3	Propriétés générales de la bache VB-3	200



Glossaire

Acronymes

CMO	-	Composite à matrice organique	10
CLFT	-	Composites à fibres continues - Continuous Long Fiber Thermoplastic	9
CFRTP	-	Continuous Fibers reinforcements and thermoplastic resin	19
CND	-	Contrôle non destructif	34, 41
DIC	-	Digital Image Correlation ou Corrélation d'image numérique	27, 34
HM	-	Haut Module de rigidité	8
HR	-	Haute Résistance à la rupture	8
PC	-	Polycarbonate	11
PAN	-	Polycrylonitrile	8
PEEK	-	Polyetheretherketone	11
PEI	-	Polyétherimide	11
PET	-	Polyéthylène terephtalate	11
PP	-	Polypropylène	11
PPS	-	Polysulfure de phénylène	11, 12

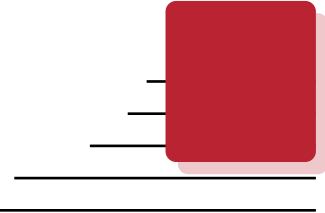
suite page suivante ...

... suite de la page précédente

PBT	-	Polytéréphtalate de butylène	11
REACH	-	Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals	1, 10
SBCF	-	Strech-broken fiber reinforcements	19
TD	-	Thermodurcissable	10
TP	-	Thermoplastique	10
CT-Scan	-	Tomographie	42

Notations

α	-	Angle entre une mèche sens chaîne et une mèche sens trame	27, 68, 159, 211
γ	-	Angle de cisaillement	27
T_m	[°C]	Température de fusion	11
T_g	[°C]	Température de transition vitreuse	11



Bibliographie par auteur

- [Airtech] AIRTECH (cf. p. 106).
- [Allaoui+2011] S. ALLAOUÏ, P. BOISSE, S. CHATEL, N. HAMILA, G. HIVET, D. SOULAT et E. VIDAL-SALLE. « [Experimental and numerical analyses of textile reinforcement forming of a tetrahedral shape](#) ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 42.6 (juin 2011), p. 612–622 (cf. p. 90).
- [Almer2012] R Aymond J P ALMER. « [Composite processes in aeronautics](#) ». In : *Wiley Encyclopedia of Composites*. Sous la dir. de John Wiley & SONS. John Wiley & Sons, 2012, p. 1–24 (cf. p. 49).
- [Aucher2009] Jérémy AUCHER. « Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable ». Thèse de doct. INSA de Rouen, 2009, p. 220 (cf. p. 126, 140, 150).
- [Auer+1994] C. AUER, G. KALINKA, Th. KRAUSE et G. HINRICHSEN. « [Crystallization kinetics of pure and fiber-reinforced poly\(phenylene sulfide\)](#) ». In : *Journal of Applied Polymer Science* 51.3 (1994), p. 407–413 (cf. p. 15, 16).
- [Badel2008] Pierre BADEL. « Analyse mésoscopique du comportement mécanique des renforts tissés de composites utilisant la tomographie aux rayons X ». Thèse de doct. INSA Lyon, 2008, p. 149 (cf. p. 43).
- [Baesu2003] Eveline BAESU. « [Finite deformations of elastic–plastic filamentary networks](#) ». In : *International Journal of Non-Linear Mechanics* 38.10 (déc. 2003), p. 1473–1479 (cf. p. 32).
- [Bathias+2009] Claude BATHIAS, Antony BUNSELL, Emile MOREL et Jacques BÉCHET. *Matériaux composites*. Sous la dir. de Dunod L’USINE NOUVELLE. 2e édition. Paris, 2009, p. 511 (cf. p. 11).

- [Batista+2015] Natassia Lona BATISTA, Philippe OLIVIER, Gérard BERNHART, Mirabel Cerqueira REZENDE et Edson Cocchieri BOTELHO. « [Correlation between degree of crystallinity , morphology and mechanical properties of PPS / carbon fiber laminates](#) ». In : *Materials Research* 19.1 (2015), p. 195–201 (cf. p. 13–15).
- [Berbain+1997] François BERBAIN et Alain CHEVALIER. « [Mise en œuvre des composites Méthodes et matériels](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites* ref. article : a3720 (1997). fre (cf. p. 46, 48).
- [Bernet+1999] N. BERNET N, V. MICHAUD V, P.-E BOURBAN P.-E et J.-A. E. MANSON. « [An Impregnation Model for the Consolidation of Thermoplastic Composites Made from Commingled Yarns](#) ». In : *Journal of Composite Materials* 33 (1999), p. 751–772 (cf. p. 155).
- [Bernet+2001] N BERNET, V MICHAUD, P.-E BOURBAN et J.-A.E MÅNSON. « [Commingled yarn composites for rapid processing of complex shapes](#) ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 32.11 (nov. 2001), p. 1613–1626 (cf. p. 20, 103, 155).
- [Berthelot2012] Jean-Marie BERTHELOT. *Matériaux composites: comportement mécanique et analyse des structures*. Sous la dir. de Lavoisier ÉDITIONS TEC & DOC. 5e édition. 2012, p. 637 (cf. p. 8, 11, 170, 171).
- [Bessard2012] Emeline BESSARD. « Matériaux composites structuraux à base PEEK élaborés par thermo-compression dynamique: relation procédé-propriétés ». Thèse. Université de Toulouse III - Paul Sabatier, 2012, p. 228 (cf. p. 11, 21, 48, 120, 132).
- [Binétruy2004] Christophe BINÉTRUY. « [Physique du moulage des composites avancés : aspects théoriques](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites* ref. article : am3718 (2004). fre (cf. p. 24).
- [Binétruy2006] Christophe BINÉTRUY. « [Physique du moulage des composites avancés : applications](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites* ref. article : am3719 (2006). fre (cf. p. 52, 155).
- [Biron2014] Michel BIRON. « [Propriétés des thermoplastiques Tableaux comparatifs](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Matières thermoplastiques : monographies* ref. article : am3306 (2014). fre (cf. p. 13).
- [Blond+2014] D. BLOND, B. VIEILLE, M. GOMINA et L. TALEB. « [Correlation between physical properties, microstructure and thermo-mechanical behavior of PPS-based composites processed by stamping](#) ». In : *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 33.17 (2014), p. 1656–1668 (cf. p. 58).
- [Boey+1990] F. Y.C. BOEY et S. W. LYE. « [Effects of vacuum and pressure in an autoclave curing process for a thermosetting fibre-reinforced composite](#) ». In : *Journal of Materials Processing Technology* 23 (1990), p. 121–131 (cf. p. 146).

-
- [Boey+1993] F. BOEY, A. C. LUA et C. Y. YUE. « Hot forming of a polyphenylene sulphide composite ». In : *Journal of Materials Processing Technology* 38 (1993), p. 327–335 (cf. p. 13, 15).
- [Boisse+2001] P. BOISSE, K. BUET, A. GASSER et J. LAUNAY. « Meso/macro-mechanical behaviour of textile reinforcements for thin composites ». In : *Composites Science and Technology* 61.3 (fév. 2001), p. 395–401 (cf. p. 33).
- [Boisse+2011] P. BOISSE, N. HAMILA, E. VIDAL-SALLÉ et F. DUMONT. « Simulation of wrinkling during textile composite reinforcement forming. Influence of tensile, in-plane shear and bending stiffnesses ». In : *Composites Science and Technology* 71 (5 2011), p. 683–692 (cf. p. 90).
- [Boisse2004] Philippe BOISSE. « Mise en forme des renforts fibreux de composites ». In : *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites* ref. article : am3734 (2004) (cf. p. 22, 23, 32, 72).
- [Boisse+2000] Philippe BOISSE, Jean-Luc DANIEL, Alain GASSER, Gilles HIVET et Damien SOULAT. « Prise en compte du procédé de fabrication dans la conception des structures composites minces ». In : *Mécanique & Industries* 1.3 (2000), p. 303–311 (cf. p. 33).
- [Bolte+2006] S. BOLTE et F. P. CORDELIÈRES. « A guided tour into subcellular colocalisation analysis in light microscopy ». In : *Journal of Microscopy* 224.3 (2006), p. 213–232 (cf. p. 124).
- [Bourban+2001] P.-E. BOURBAN, N. BERNET, J.-E. ZANETTO et Jan-Anders E. MÅN-SON. « Material phenomena controlling rapid processing of thermoplastic composites ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 32.8 (août 2001), p. 1045–1057 (cf. p. 19, 44).
- [Bourban+2004] Pierre-Etienne BOURBAN, Leif CARLSSON, Jean-Pierre MERCIER et Jan Anders MANSON. *Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés*. Sous la dir. de Presses polytechniques et universitaires ROMANDES. Lausanne, 2004 (cf. p. 10, 18, 47).
- [Brémand+2011] Fabrice BRÉMAND, Mario COTTRON, Pascal DOUMALIN, Jean-Christophe DUPRÉ, Arnaud GERMADEAU et Valéry VALLE. « Mesures en mécanique par méthodes optiques ». In : *Techniques de l'ingénieur Grandeurs mécaniques* base documentaire : TIB407DUO.ref. article : r1850 (2011). fre. eprint : [basedocumentaire:TIB407DUO](#). (cf. p. 35).
- [Bulakh+1993] N. BULAKH, J. P. JOG et V. M. NADKARNI. « Structure development in curing of poly(phenylene sulfide) ». In : *Journal of Macromolecular Science, Part B* 32.3 (1993), p. 275–293. eprint : <https://www.tandfonline.com/doi/pdf/10.1080/00222349308215485> (cf. p. 17).
- [Cao+2008] J. CAO et al. « Characterization of mechanical behavior of woven fabrics: Experimental methods and benchmark results ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 39.6 (juin 2008), p. 1037–1053 (cf. p. 26).

- [Capelle+2014] Emilie CAPELLE, Pierre OUAGNE, Damien SOULAT et Davy DURIATTI. « [Complex shape forming of flax woven fabrics: Design of specific blank-holder shapes to prevent defects](#) ». In : *Composites Part B: Engineering* 62 (juin 2014), p. 29–36 (cf. p. 72, 90, 182).
- [Chambers+2006] A. R. CHAMBERS, J. S. EARL, C. A. SQUIRES et M. A. SUHOT. « [The effect of voids on the flexural fatigue performance of unidirectional carbon fibre composites developed for wind turbine applications](#) ». In : *International Journal of Fatigue* 28.10 SPEC. ISS. (2006), p. 1389–1398 (cf. p. 54–56, 58, 150).
- [CorrelatedSolution] CORRELATEDSOLUTION. *Correlated Solution - VIC-3D* (cf. p. 77, 78).
- [De Luycker2009] Emmanuel DE LUYCKER. « Simulation et expérimentation en mise en forme de renforts composites 3D interlocks ». Thèse de doct. INSA Lyon, 2009, p. 148 (cf. p. 25–29, 36, 39, 40).
- [Decultot2009] Nicolas DECULTOT. « Formage incrémental de tôle d'aluminium : étude du procédé à l'aide de la mesure de champs et identification de modèles de comportement ». Thèse de doct. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2009, p. 251 (cf. p. 35, 39, 69, 70).
- [Deporter+1993] Joellen DEPORTER et Donald G. BAIRD. « [The effects of thermal history on the structure/property relationship in polyphenylenesulfide/carbon fiber composites](#) ». In : *Polymer Composites* 14.3 (1993), p. 201–213 (cf. p. 58).
- [Desio+1992] Glenn P. DESIO et Ludwig REBENFELD. « [Crystallization of fiber-reinforced poly\(phenylene sulfide\) composites. I. Experimental studies of crystallization rates and morphology](#) ». In : *Journal of Applied Polymer Science* 44.11 (1992), p. 1989–2001 (cf. p. 15, 16).
- [DíezPascual+2012] Ana M. DÍEZ-PASCUAL et Mohammed NAFFAKH. « [Synthesis and characterization of nitrated and aminated poly\(phenylene sulfide\) derivatives for advanced applications](#) ». In : *Materials Chemistry and Physics* 131.3 (2012), p. 605–614 (cf. p. 13, 15).
- [Dong+2017] Y.L. DONG et B. PAN. « [A Review of Speckle Pattern Fabrication and Assessment for Digital Image Correlation](#) ». In : *Experimental Mechanics* (2017) (cf. p. 36).
- [Doumalin2000] Pascal DOUMALIN. « Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. » Theses. Ecole Polytechnique X, juin 2000 (cf. p. 34).
- [Dridi2010] Samia DRIDI. « Essais de caractérisation des structures tissées ». Thèse de doct. INSA Lyon, 2010, p. 125 (cf. p. 18, 26, 30).
- [DSc+1937] Frederick Thomas Peirce D.SC., F.INST.P. et F.T.I. « [The geometry of cloth structure](#) ». In : *Journal of the Textile Institute Transactions* 28.3 (1937), p. 45–96 (cf. p. 33).

-
- [Duong+2014] N T DUONG, J DUCLOS, P MARÉCHAL et P PAREIGE. « [Cartographie Ultrasonore d'une Plaque de Composite RTM : Estimation de l'Atténuation Locale](#) ». In : *CFA 2014 Poitiers* (2014) (cf. p. 41, 114).
- [Dupupet2008] Guy DUPUPET. « [Fibres de carbone](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur* ref. article : am5134 (2008). fre (cf. p. 8, 9).
- [Fedorov+2012] Andriy FEDOROV, Reinhard BEICHEL, Jayashree KALPATHY-CRAMER, Julien FINET, Jean-Christophe FILLION-ROBIN, Sonia PUJOT, Christian BAUER, Dominique JENNINGS, Fiona FENNESSY, Milan SONKA, John BUATTI, Stephen AYLWARD, James V. MILLER, Steve PIEPER et Ron KIKINIS. « [3D Slicer as an Image Computing Platform for the Quantitative Imaging Network](#) ». In : *Magn Reson Imaging* 30.9 (2012), p. 1323–1341 (cf. p. 124).
- [Fujihara+2004] K. FUJIHARA, Zheng-Ming HUANG, S. RAMAKRISHNA et H. HAMADA. « [Influence of processing conditions on bending property of continuous carbon fiber reinforced PEEK composites](#) ». In : *Composites Science and Technology* 64.16 (déc. 2004), p. 2525–2534 (cf. p. 21).
- [Gagauz+2016] Iryna GAGAUZ, Luiz F. KAWASHITA et Stephen R. HALLET. « Effect of voids on interlaminar behaviour of carbon/epoxy composites ». In : *ECCM 2016 - Proceeding of the 17th European Conference on Composite Materials*. Munich, Germany : European Conference on Composite Materials, ECCM, 2016, p. 8 (cf. p. 43, 55).
- [Garcia2001] Dorian GARCIA. « [Mesure de formes et de champs de déplacements tridimensionnels par stéréo-corrélation d'images](#) ». Thèse de doct. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2001, p. 201 (cf. p. 34, 37).
- [Gay2005] Daniel GAY. *Matériaux composites*. Sous la dir. de LAVOISIER. 5e édition. Paris, 2005, p. 670 (cf. p. 7, 45, 48).
- [GOM2017] GOM. *ARAMIS - 3D Motion and Deformation Sensor*. 2017 (cf. p. 36).
- [Harrison+2004] P. HARRISON, M.J. CLIFFORD et A.C. LONG. « [Shear characterisation of viscous woven textile composites: a comparison between picture frame and bias extension experiments](#) ». In : *Composites Science and Technology* 64 (10-11 août 2004), p. 1453–1465 (cf. p. 31).
- [Huang+1995] L-K HUANG et M-JJ WANG. « [Image thresholding by minimizing the measure of fuzziness](#) ». In : *Pattern Recognition* 28 (1 1995), p. 41–51 (cf. p. 122).
- [Jeong1997] H. JEONG. « [Effects of voids on the mechanical strength and ultrasonic attenuation of laminated composites](#) ». In : *Journal of Composite Materials* 31.3 (1997), pp 276–292 (cf. p. 55, 56).
- [Johnson1995] A.F. JOHNSON. « [Rheological model for the forming of fabric-reinforced thermoplastic sheets](#) ». In : *Composites Manufacturing* 6.3-4 (jan. 1995), p. 153–160 (cf. p. 29).
- [Kastner+2010] Johann KASTNER, Bernhard PLANK, Dietmar SALABERGER et J SEKELJA. « [Defect and Porosity Determination of Fibre Reinforced Polymers by](#)

- X-ray Computed Tomography ». In : *2nd International Symposium on NDT in Aerospace* (jan. 2010) (cf. p. 43).
- [Kenny+1991] J. M. KENNY et A. MAFFEZZOLI. « [Crystallization kinetics of poly\(phenylene sulfide\) \(PPS\) and PPS/carbon fiber composites](#) ». In : *Polymer Engineering & Science* 31.8 (1991), p. 607–614 (cf. p. 15).
- [Kikinis+2014] Ron KIKINIS, Steve PIEPER et Kirby G. VOSBURGH. « [3D Slicer: A Platform for Subject-Specific Image Analysis, Visualization, and Clinical Support](#) ». In : *Intraoperative Imaging and Image-Guided Therapy*. Springer, New York, NY, 2014, p. 277–289 (cf. p. 124).
- [King+2005] M.J. KING, P. JEARANAISILAWONG et S. SOCRATE. « [A continuum constitutive model for the mechanical behavior of woven fabrics](#) ». In : *International Journal of Solids and Structures* 42.13 (juin 2005), p. 3867–3896 (cf. p. 32).
- [Klinkmüller+1995] V. KLINKMÜLLER, R. KASTEL, L. YE et K. FRIEDRICH. « On Impregnation Quality and Resulting Mechanical Properties of Compression Moulded Commingled Yarn Based Thermoplastic Composites ». In : *IUTAM Symposium on Microstructure-Property Interactions in Composite Materials*. Dordrecht : Springer Netherlands, 1995, p. 189–201 (cf. p. 56).
- [Klinkmüller+1994] V. KLINKMÜLLER, M. K. UM, M. STEFFENS, K. FRIEDRICH et B. S. KIM. « [A new model for impregnation mechanisms in different GF/PP commingled yarns](#) ». In : *Applied Composite Materials* 1 (1994), p. 351–371 (cf. p. 101).
- [Krawczak1997] Patricia KRAWCZAK. « [Essais des plastiques renforcés](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Caractérisation et propriétés d'usage des composites* ref. article : am5405 (1997) (cf. p. 150).
- [Lambert+2012] J. LAMBERT, A. R. CHAMBERS, I. SINCLAIR et S. M. SPEARING. « [3D damage characterisation and the role of voids in the fatigue of wind turbine blade materials](#) ». In : *Composites Science and Technology* 72.2 (2012), p. 337–343 (cf. p. 58, 150).
- [Lamethe2004] Jean-Florent LAMETHE. « Adhesion study of semi-crystalline thermoplastic composites ; application to the welding process ». Theses. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, déc. 2004 (cf. p. 12, 13, 15, 17, 132).
- [Launay+2008] Jean LAUNAY, Gilles HIVET, Ahn V. DUONG et Philippe BOISSE. « [Experimental analysis of the influence of tensions on in plane shear behaviour of woven composite reinforcements](#) ». In : *Composites Science and Technology* 68.2 (fév. 2008), p. 506–515 (cf. p. 30).
- [Lebrun+2003] Gilbert LEBRUN, Martin N. BUREAU et Johanne DENAULT. « [Evaluation of bias-extension and picture-frame test methods for the measurement of intraply shear properties of PP/glass commingled fabrics](#) ». In : *Composite Structures* 61.4 (sept. 2003), p. 341–352 (cf. p. 26, 28).

-
- [Ledru2009] Johann LEDRU. « Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques ». Thèse de doct. Université de Toulouse, 2009, p. 230 (cf. p. 42, 43, 51, 55).
- [Lee+2008] W. LEE, J. PADVOISKIS, J. CAO, Emmanuel DE LUYCKER, P. BOISSE, F. MORESTIN, Julie CHEN et J. SHERWOOD. « [Bias-extension of woven composite fabrics](#) ». In : *International Journal of Material Forming* (2008), p. 865–898 (cf. p. 26, 40).
- [Li+1993] C.H. LI et C.K. LEE. « [Minimum Cross Entropy Thresholding](#) ». In : *Pattern Recognition* 26 (4 1993), p. 617–625 (cf. p. 122).
- [Liotier+2015] Pierre-Jacques LIOTIER, Quentin GOVIGNON, Elinor SWERY, Sylvain DRAPIER et Simon BICKERTON. « [Characterisation of woven flax fibres reinforcements: Effect of the shear on the in-plane permeability](#) ». In : *Journal of Composite Materials* 49.27 (2015), p. 3415–3430 (cf. p. 163).
- [Little+2012] John Eric LITTLE, Xiaowen YUAN et Mark Ian JONES. « [Characterisation of voids in fibre reinforced composite materials](#) ». In : *NDT and E International* 46 (2012), p. 122–127 (cf. p. 43, 120).
- [Liu+2006] Ling LIU, Bo-Ming ZHANG, Dian-Fu WANG et Zhan-Jun WU. « [Effects of cure cycles on void content and mechanical properties of composite laminates](#) ». In : *Composite Structures* 73.3 (juin 2006), p. 303–309 (cf. p. 55, 56, 146).
- [Lomov+2008] S.V. LOMOV, Ph. BOISSE, E. DELUYCKER, F. MORESTIN, K. VANCLOOSTER, D. VANDEPITTE, I. VERPOEST et A. WILLEMS. « [Full-field strain measurements in textile deformability studies](#) ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 39.8 (août 2008), p. 1232–1244 (cf. p. 22, 24, 26, 41, 93).
- [Long+2001] A.C. LONG, C.E. WILKS et C.D. RUDD. « [Experimental characterisation of the consolidation of a commingled glass/polypropylene composite](#) ». In : *Composites Science and Technology* 61.11 (août 2001), p. 1591–1603 (cf. p. 54).
- [López+1991] Leonardo C. LÓPEZ et Garth L. WILKES. « [Some Aspects of Carbon Fiber Type and Its Surface Treatment on the Nucleation Behavior of Poly\(p-Phenylene Sulfide\) Based Composites](#) ». In : *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 4.1 (1991), p. 58–71 (cf. p. 16).
- [Lucas+2007a] Paul LUCAS et Guy ZANELLA. « [Mise en œuvre des composites TP Compounds à fibres continues](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites* ref. article : am5236 (2007). fre (cf. p. 47).
- [Lucas+2007b] Paul LUCAS et Guy ZANELLA. « [Mise en œuvre des composites TP Compounds à fibres courtes et longues](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites* ref. article : am5235 (2007). fre (cf. p. 10).
- [Lystrup+1998] Aage LYSTRUP et Tom L. ANDERSEN. « [Autoclave consolidation of fibre composites with a high temperature thermoplastic matrix](#) ». In : *Journal*

- of Materials Processing Technology* 77.1-3 (mai 1998), p. 80–85 (cf. p. 50, 51, 53, 146).
- [McGuinness+1997] G.B MCGUINNESS et C.M ÓBRÁDAIGH. « [Development of rheological models for forming flows and picture-frame shear testing of fabric reinforced thermoplastic sheets](#) ». In : *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 73.1-2 (nov. 1997), p. 1–28 (cf. p. 31).
- [Michele+2012] Giordano MICHELE, Antonucci VINCENZA et Langella ANTONIO. « [PROCESSING : AUTOCLAVE](#) ». In : *Wiley Encyclopedia of Composites*. Sous la dir. de John Wiley & SONS. John Wiley & Sons, 2012, pp. 1–6 (cf. p. 50, 51).
- [Morestin+2008] Fabrice MORESTIN, Siham TOUCHAL, Pierre VACHER et Stéphane DUMOULIN. *ICASOFT Version 4*. Lyon, 2008 (cf. p. 28, 36, 65, 98).
- [Nikishkov+2013] Yuri NIKISHKOV, Luca AIROLDI et Andrew MAKEEV. « [Measurement of voids in composites by X-ray Computed Tomography](#) ». In : *Composites Science and Technology* 89 (2013), p. 89–97 (cf. p. 43).
- [Nohara+2006] Liliana B. NOHARA, Evandro L. NOHARA, Andreza MOURA, Joseane M. R. P. GONÇALVES, Michelle L. COSTA et Mirabel C. REZENDE. « [Study of crystallization behavior of poly\(phenylene sulfide\)](#) ». In : *Polímeros* 16.2 (2006), p. 104–110 (cf. p. 13, 14).
- [Olivier+1995] P. OLIVIER, J. P. COTTU et B. FERRET. « [Effects of cure cycle pressure and voids on some mechanical properties of carbon/epoxy laminates](#) ». In : *Composites* 26.7 (1995), p. 509–515 (cf. p. 55).
- [Olson+1995] B. D. OLSON, M. A. LAMONTIA, J. W. GILLESPIE et T. A. BOGETTI. « [The Effects and Non-Destructive Evaluation of Defects in Thermoplastic Compression-Loaded Composite Cylinders](#) ». In : *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 8.1 (jan. 1995), p. 109–136 (cf. p. 56).
- [Orteu2002] Jean-José ORTEU. « [Mesure 3D de formes et de déformations par stéréovision](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur* BM7015 (2002) (cf. p. 34, 37, 38).
- [Otsu1979] N. OTSU. « [A threshold selection method from gray level histograms](#) ». In : *IEEE Trans. Systems, Man and Cybernetics* 9 (1979), p. 62–66 (cf. p. 122).
- [Paris2011] Christophe PARIS. « Etude et modélisation de la Polymérisation Dynamique de Composites à Matrice Thermodurcissable ». Thèse de doct. Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), 2011, p. 212 (cf. p. 11).
- [Park+2010] Sang Yoon PARK, Won Jong CHOI et Heung Soap CHOI. « [A comparative study on the properties of GLARE laminates cured by autoclave and autoclave consolidation followed by oven postcuring](#) ». In : *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 49.5-8 (2010), p. 605–613 (cf. p. 49).
- [Peng+2014] Wang PENG, Hamila NAHIÈNE, Boisse PHILIPPE, Chaudet PHILIPPE et Lesueur DAVID. « [Thermo-Mechanical Behavior of Stretch-Broken Carbon Fiber and Thermoplastic Resin Composites During Manufacturing](#) ». In : *Polymers and Composites* (2014), p. 10 (cf. p. 20, 22, 27).

-
- [Peters+1993] Olufemi A. PETERS et Richard H. STILL. « [The thermal degradation of poly\(phenylene sulphide\)—Part 1](#) ». In : *Polymer Degradation and Stability* 42.1 (1993), p. 41–48 (cf. p. 17, 132).
- [Rasband2014] Wayne RASBAND. *Image Processing and Analysis in Java (ImageJ)*. Bethesda, Maryland, 2014 (cf. p. 65, 124, 129).
- [Reese2003] S REESE. « [Anisotropic Elastoplastic Material Behavior in Fabric Structures](#) ». In : *IUTAM Symposium on Computational Mechanics of Solid Materials at Large Strains*. Sous la dir. de Christian MIEHE. T. 108. Springer Netherlands, 2003, p. 201–210 (cf. p. 32).
- [Ridler+1978] T. W. RIDLER et S. CALVARD. « [Picture thresholding using an iterative selection method](#) ». In : *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics* 8.8 (août 1978), p. 630–632 (cf. p. 122).
- [Rijswijk+2007] K. van RIJSWIJK et H.E.N. BERSEE. « [Reactive processing of textile fiber-reinforced thermoplastic composites – An overview](#) ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 38.3 (mar. 2007), p. 666–681 (cf. p. 12).
- [Ruan+1996] Xiaoping RUAN et Tsu-Wei CHOU. « [Experimental and theoretical studies of the elastic behavior of knitted-fabric composites](#) ». In : *Composites Science and Technology* 56.12 (1996), p. 1391–1403 (cf. p. 32).
- [Santulli+2002] C. SANTULLI, R. BROOKS, C. D. RUDD et a C. LONG. « [Influence of microstructural voids on the mechanical and impact properties in commingled E-glass/polypropylene thermoplastic composites](#) ». In : *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications* 216.2 (2002), p. 85–100 (cf. p. 56).
- [Schell+2006] J. S. U. SCHELL, M. RENGGLI, G. H. van LENTHE, R. MÜLLER et P. ERMANNI. « [Micro-computed tomography determination of glass fibre reinforced polymer meso-structure](#) ». In : *Composites Science and Technology* 66.13 (2006), p. 2016–2022 (cf. p. 43).
- [Slicer2016] SLICER. *3D Slicer*. 2016 (cf. p. 124).
- [Spruiell2005] J. E. SPRUIELL. *A review of the measurement and development of crystallinity and its relation to properties in neat poly(phenylene sulfide) and its fiber reinforced composites*. Technical report. Metals et Ceramics Division, US Department of Energy, jan. 2005 (cf. p. 15).
- [Sutton+1983] M. A. SUTTON, W. J. WOLTERS, W. H. PETERS, W. F. RANSON et S. R. MCNEILL. « [Determination of displacements using an improved digital correlation method](#) ». In : *Image and Vision Computing* 1.3 (1983), p. 133–139 (cf. p. 34, 35).
- [Sutton+2009] Michael SUTTON, Jean-José ORTEU et Hubert W. SCHREIER. *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements. Basic Concepts, Theory and Applications*. Springer US, jan. 2009. 322 p. (cf. p. 34).

- [Svensson+1998] N. SVENSSON et R. SHISHOO. « [Manufacturing of Thermoplastic Composites from Commingled Yarns - A Review](#) ». In : *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 11 (1998), p. 22–56 (cf. p. 155).
- [Tang+1987] J.-M. TANG, W. I. LEE et G. S. SPRINGER. « [Effects of Cure Pressure on Resin Flow, Voids, and Mechanical Properties](#) ». In : *Journal of Composite Materials* 21.5 (1987), p. 421–440 (cf. p. 55, 56).
- [TexGen] TEXGEN. URL : http://texgen.sourceforge.net/index.php/Main_Page (cf. p. 19).
- [Toray] TORAY. URL : <http://www.torayca.com/en> (cf. p. 9).
- [Vanclooster+2009] K. VANCLOOSTER, S. V. LOMOV et I. VERPOEST. « [Experimental validation of forming simulations of fabric reinforced polymers using an unsymmetrical mould configuration](#) ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 40.4 (avr. 2009), p. 530–539 (cf. p. 40, 41, 93).
- [Vanleeuw+2015] B. VANLEEUEW, V. CARVELLI, M. BARBURSKI, S. V. LOMOV et Aart W. van VUURE. « [Quasi-unidirectional flax composite reinforcement: Deformability and complex shape forming](#) ». In : *Composites Science and Technology* 110 (avr. 2015), p. 76–86 (cf. p. 41).
- [VIC2D] VIC-2D. *Correlated Solution* (cf. p. 36).
- [Vieille+2009] Benoit VIEILLE, Jérémie AUCHER et Lakhdar TALEB. « [Influence of temperature on the behavior of carbon fiber fabrics reinforced PPS laminates](#) ». In : *Materials Science and Engineering: A* 517.1-2 (août 2009), p. 51–60 (cf. p. 15).
- [Villoutreix+1998] Josiane VILLOUTREIX et Jean-Dominique ACETARIN. « [Polyéthéréthercétone \(PEEK\)](#) ». In : *Techniques de l'ingénieur Matières thermoplastiques : monographies* ref. article : am3394 (1998). fre (cf. p. 13).
- [W H Peters1982] W. F. Ranson W. H. PETERS. « [Digital Imaging Techniques In Experimental Stress Analysis](#) ». In : *Optical Engineering* 21 (1982), p. 427–431 (cf. p. 34).
- [Waddon+1987] A. J. WADDON, M. J. HILL, A. KELLER et D. J. BLUNDELL. « [On the crystal texture of linear polyaryls \(PEEK, PEK and PPS\)](#) ». In : *Journal of Materials Science* 22.5 (mai 1987), p. 1773–1784 (cf. p. 11).
- [Wakeman+1998] M. D. WAKEMAN, T. A. CAIN, C. D. RUDD, R. BROOKS et A. C. LONG. « [Compression moulding of glass and polypropylene composites for optimised macro- and micro- mechanical properties—1 commingled glass and polypropylene](#) ». In : *Composites Science and Technology* 58.12 (déc. 1998), p. 1879–1898 (cf. p. 21).
- [Warren1992] William E WARREN. « [The Large Deformation Elastic Response of Woven Kevlar Fabric](#) ». In : *Polymer Composites* 13.4 (1992), p. 278–284 (cf. p. 33).
- [Wisnom+1996] Michael R. WISNOM, Tom REYNOLDS et Nigel GWILLIAM. « [Reduction in interlaminar shear strength by discrete and distributed voids](#) ». In : *Composites Science and Technology* 56.1 (1996), p. 93–101 (cf. p. 58).

-
- [Xue+2003] Pu XUE, Xiongqi PENG et Jian CAO. « [A non-orthogonal constitutive model for characterizing woven composites](#) ». In : *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 34.2 (fév. 2003), p. 183–193 (cf. p. 32).
- [Ye+1992] L. YE, V. KLINKMULLER et K. FRIEDRICH. « [Impregnation and Consolidation in Composites Made of GF/PP Powder Impregnated Bundles](#) ». In : *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 5.January (1992), p. 32–48 (cf. p. 56, 57).
- [Ye+1995] Lin YE, Klaus FRIEDRICH, Joachim KÄSTEL et Yiu-Wing MAI. « [Consolidation of unidirectional CF/PEEK composites from commingled yarn prepreg](#) ». In : *Composites Science and Technology* 54.4 (jan. 1995), p. 349–358 (cf. p. 155).
- [Zhang+2015] Danning ZHANG, Dirk HEIDER et John W Gillespie JR. « [Determination of void statistics and statistical representative volume elements in carbon fiber-reinforced thermoplastic prepregs](#) ». In : *Journal of Thermoplastic Composite Materials* (2015), p. 1–17 (cf. p. 43).
- [Zhu+2009] Hong-yan ZHU, Di-hong LI, Dong-xing ZHANG, Bao-chang WU et Yu-yong CHEN. « [Influence of voids on interlaminar shear strength of carbon/epoxy fabric laminates](#) ». In : *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 19 (sept. 2009), p. 470–475 (cf. p. 55, 56).

Élaboration de pièces composites complexes par consolidation autoclave
à partir de préformes textiles thermoplastiques renforcées fibres de carbone

Résumé

L'introduction des matériaux composites à matrices thermoplastiques est étudiée depuis quelques années par les avionneurs. Les procédés actuellement investigués, soit par placement de mèches préimprégnées, soit par thermo-stampage de plaques préconsolidées, sont toutefois mal adaptés pour des pièces de forme complexe telles que des capotages, des volutes ou des entrées d'air. Pour s'affranchir de cette limitation, cette thèse vise à étudier une voie d'élaboration basée sur la mise en forme de textiles qui intègre par voie comélage/cotissage les renforts de carbone et les fils de thermoplastique. Le tout est suivi d'une consolidation en autoclave. Le projet de recherche comprend deux parties distinctes et complémentaires. La première partie est dédiée à l'étude de la mise en forme textile avant consolidation. La déformabilité en cisaillement des préformes textiles comelés a été caractérisée sur la base d'un essai « Bias Extension Test » instrumenté avec un dispositif optique pour mesurer les champs de déformation par corrélation d'images (2D-DIC). La mise en forme de la préforme textile sur des éprouvettes technologiques possédant une géométrie complexe de type double courbure a été effectuée à partir d'un pilote d'emboutissage. Une instrumentation optique a permis d'évaluer les champs de déformation en cisaillement (3D-DIC). La deuxième partie est consacrée à l'étude et à l'optimisation des conditions de consolidation en autoclave, des cycles de consolidation et l'étude de leur influence sur les performances mécaniques et la santé matière du matériau. Les relations matériau/procédé sont établies à partir de deux semi-produits FC/PPS : le Pipreg® poudré de Porcher et le TPLF® comélé avec fibres craquées de Schappe Techniques. Les résultats de ces deux thématiques ont permis la mise en oeuvre de pièces de faisabilité à double courbure aux propriétés microstructurales compatibles aux exigences aéronautiques pour des structures semi-structurelles. Une optimisation de la mesure de champ par stéréo-corrélation d'images et la prise en compte du comportement en tension et en flexion du renfort permettraient d'améliorer l'analyse des champs de déformation lors des essais de drapage. L'amélioration du cycle de consolidation et une sélection de produits d'environnement plus performants sont également des thématiques à explorer.

Mots-clés : *Composites thermoplastiques, Déformation textile, Consolidation autoclave, Imprégnation, Corrélation d'images, Pré-imprégnés*

Complex composite parts manufacturing by autoclave consolidation
with carbon fiber reinforced thermoplastic textile preforms

Abstract

Thermoplastic resin composites have been studied for some years by the aircraft manufacturer. Current processes studied concerning either prepreg bundle positioning or thermo-stamping of pre-consolidated laminates are not adapted for complex shape as air inlets. To overcome this limitation, this thesis investigates a method based on the manufacturing of fabrics made in commingled/co-woven yarns of carbon and thermoplastic fibres. Then fabrics are consolidated in autoclave. This research project has been divided into two distinct parts. The first part concerns textile shaping study before consolidation. Shear strains of textile preforms have been characterised by « Bias Extension Test » instrumented with optical device to measure strain field by digital image correlation (2D-DIC). Textile preform shaping on a double curvature technology test specimen was performed with stamping device. It was also instrumented by cameras to assess shear strain field (3D-DIC). The second part is focused on the study and the optimisation of autoclave consolidation conditions and process parameters for thermoplastic composite part manufacturing. Process impacts on composite mechanical properties and microstructure are also studied. Material/process interactions assessment was performed with two CF/PPS semi-prepregs : Pipreg® powdered impregnated fabric from Porcher and TPLF® commingled fabric with stretch-broken carbon fibres from Schappe Techniques. Results from these two research topics allow to manufacture double curvature composite parts with microstructural properties in accordance with aviation requirements for semi-structural parts. The optimisation of field measurements by **3D-DIC** and the semi-prepreg characterisation in tensile and bending should be developed to improve strain field analysis during fabric shaping. Manufacturing process optimisation by the selection of more efficient materials used for vacuum bagging should also be investigated.

Keywords : *Thermoplastic composites, Textile strain, Autoclave consolidation, Impregnation, Digital image correlation, Prepreg*