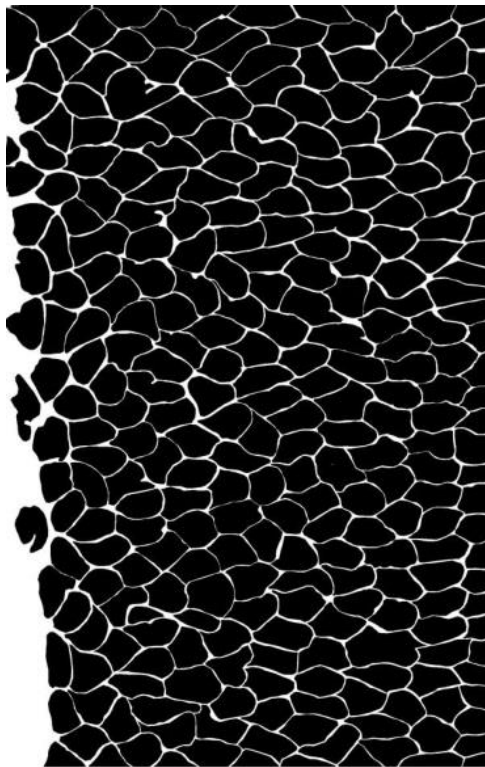


# Compréhension de l'écoulement

## MISE EN SITUATION :

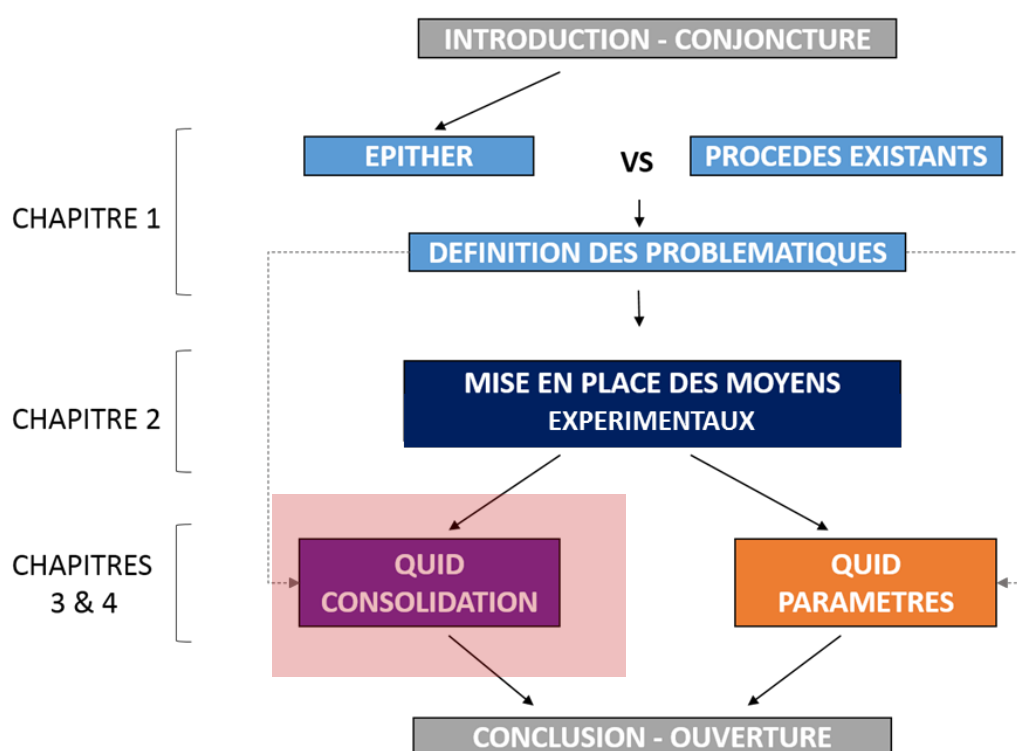
L'objectif de ce chapitre est de mettre en avant le comportement du composite lors de la mise en forme spécifique à EPITHER. Les mécanismes de consolidation avec et sans préforme seront mis en lumière ainsi que l'influence du type de matière première.



## SOMMAIRE

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

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



## I - Introduction

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

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

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

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

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

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

## II - Imprégnation des matériaux composites

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

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

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

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

## II) 1 - Etapes d'imprégnation

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

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

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

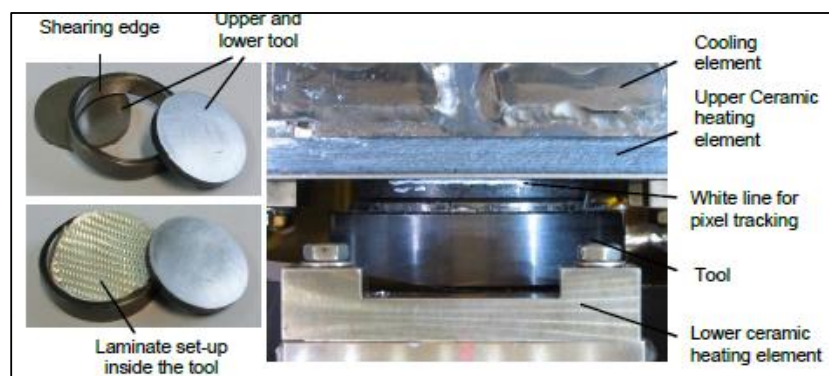


Figure 1 : Manipulation utilisée par Christmann

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

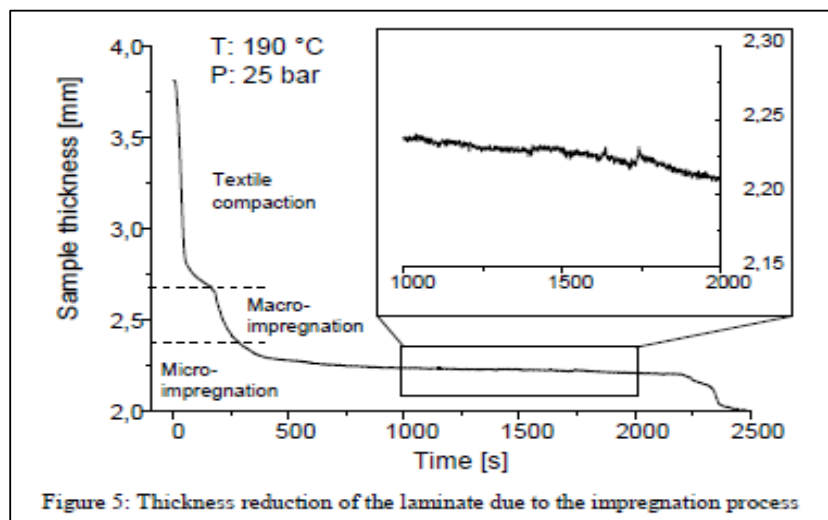


Figure 2 : Les différentes phases d'imprégnation

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

Tableau 1 : Différences entre Darcy et imprégnation thermoplastique

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

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

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

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

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

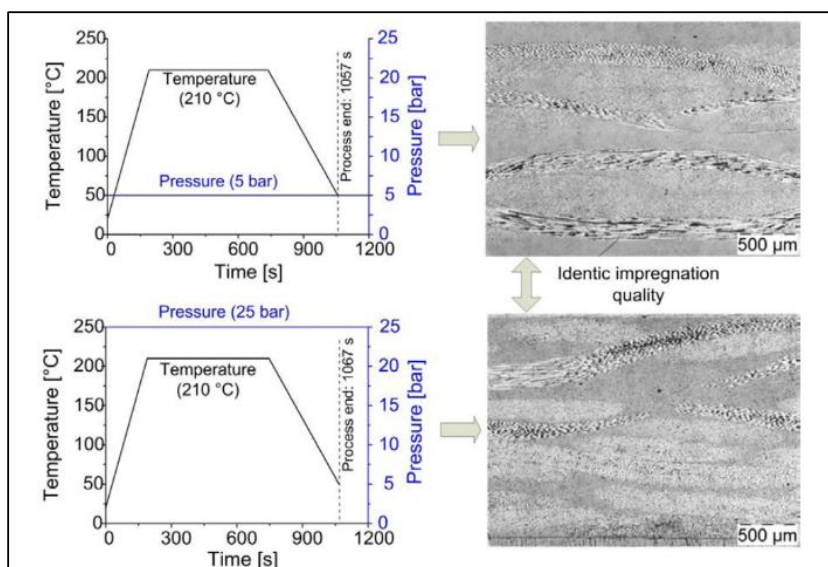


Figure 3 : Présentation des qualités d'imprégnation à différentes pressions de mise en forme - Christmann

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



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

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

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

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

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

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

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

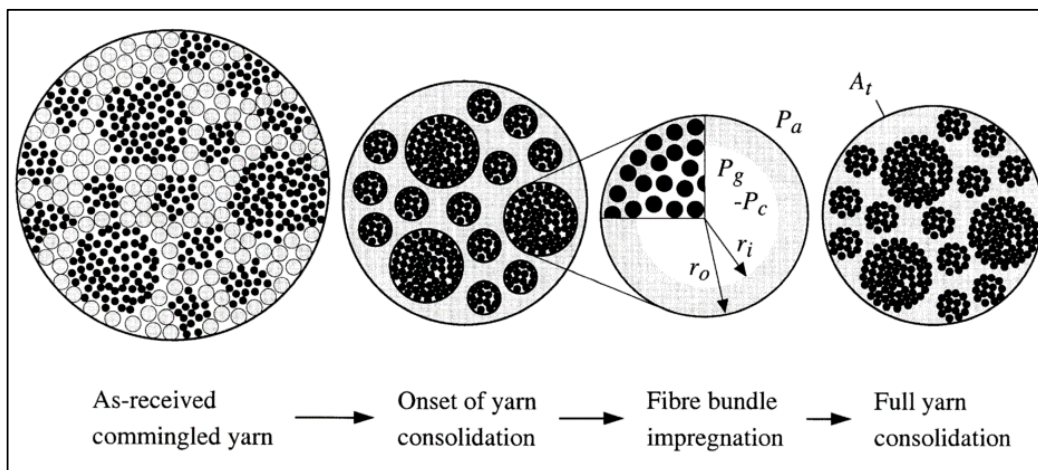


Figure 4 : Consolidation du co-mêlé – Bernet et al.

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

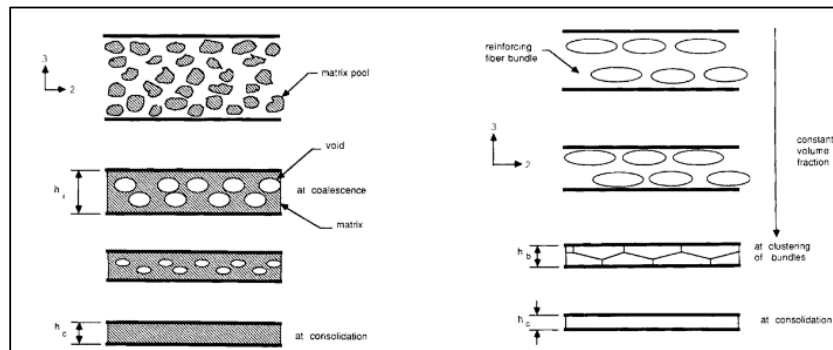


Figure 5 : Mise en forme séparée de la matrice et des fibres (West and Pipes)

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

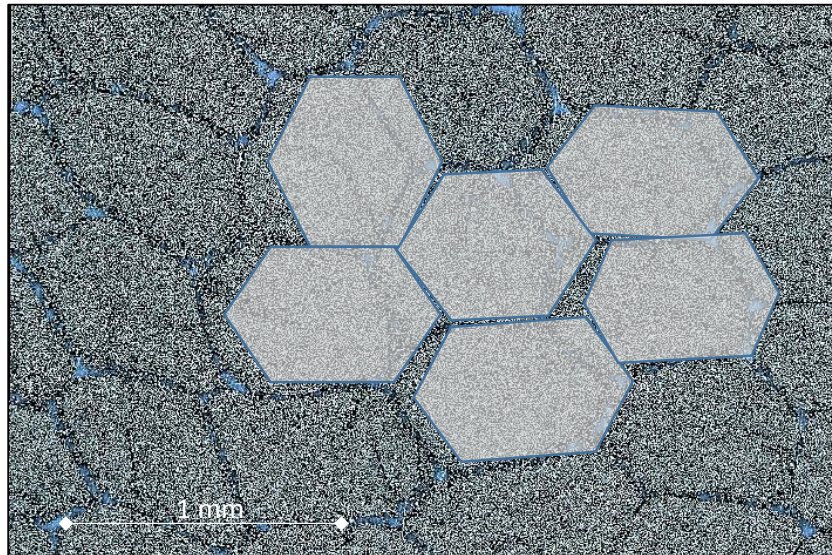


Figure 6 : Composite à la fin de la consolidation issue d'un TOR

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

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

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

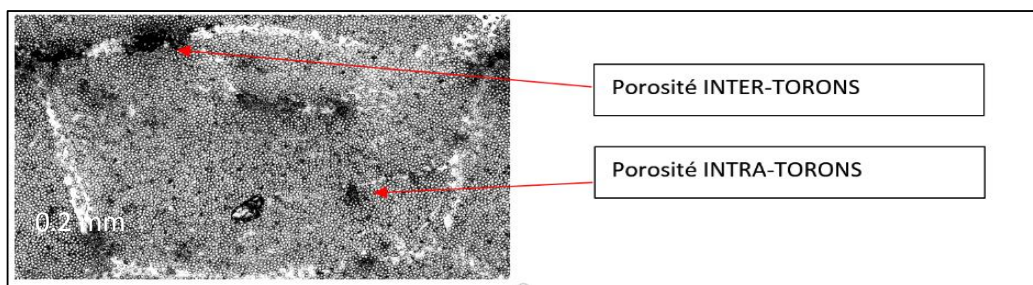


Figure 7 : Porosités intra-torons et inter-torons

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

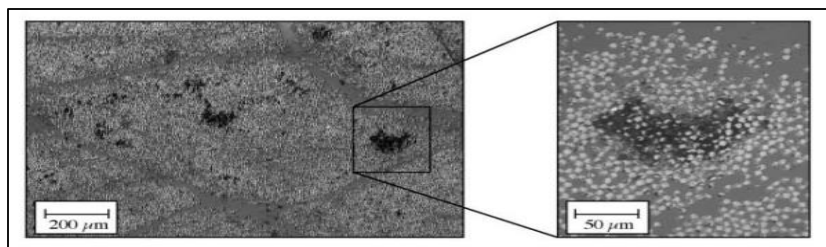


Figure 8 : Illustration d'une porosité intra-torons, Bernet

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

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

Modèle de Gutowski

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

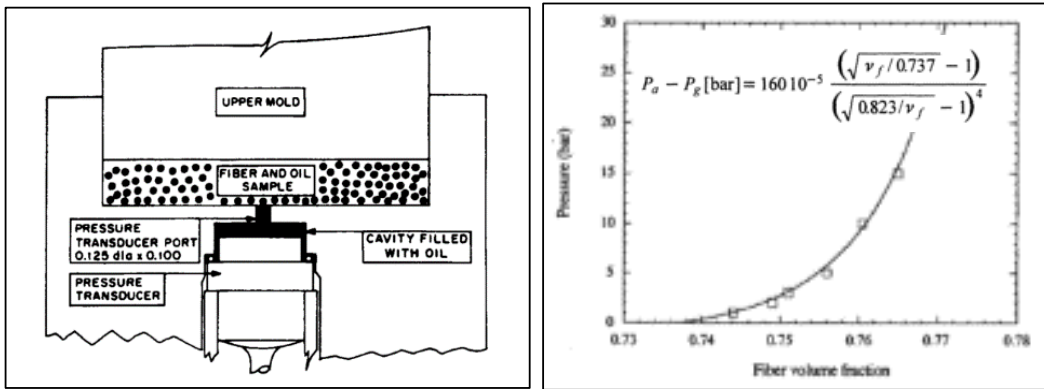
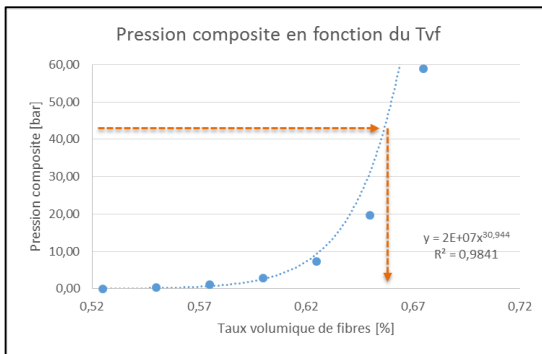


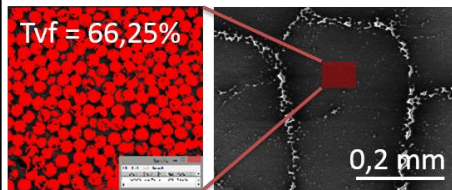
Figure 9 : A gauche : Méthode de détermination de l'effort en fonction du taux volumique de fibres, A droite : Pression de mise en forme en fonction du taux volumique de fibres – Gutowski et al..

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

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



Graphique 1: application du modèle de Gutowski





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

### Modèle de Van West

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

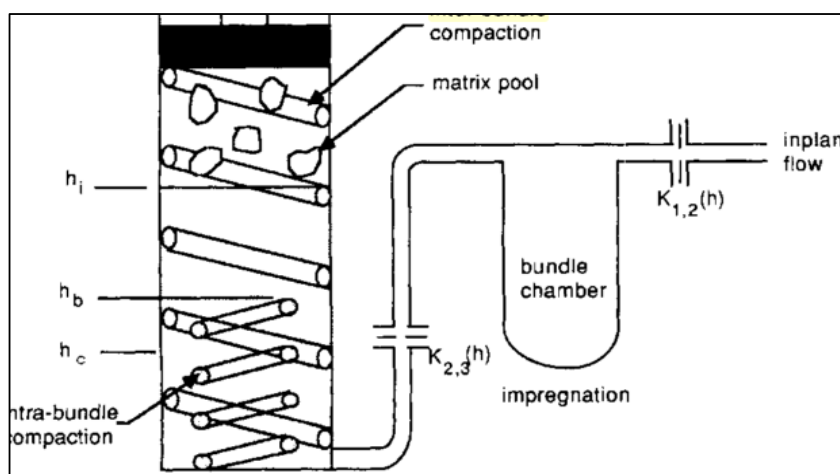


Figure 10 : Modèle de consolidation proposé par West

Ces états de consolidation renseignent sur :

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



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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

### III - Essais interrompus

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

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

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

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

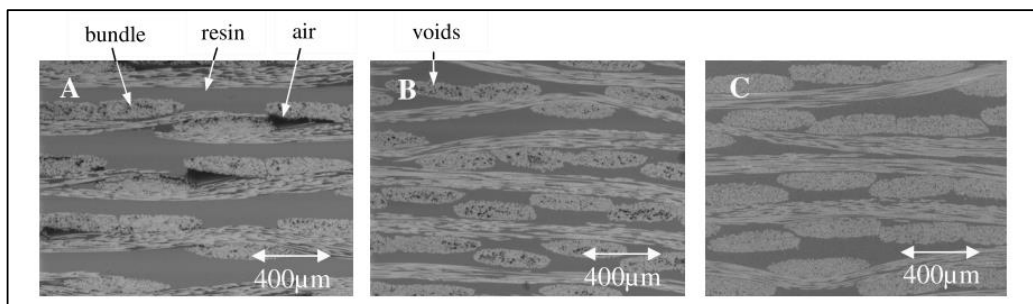


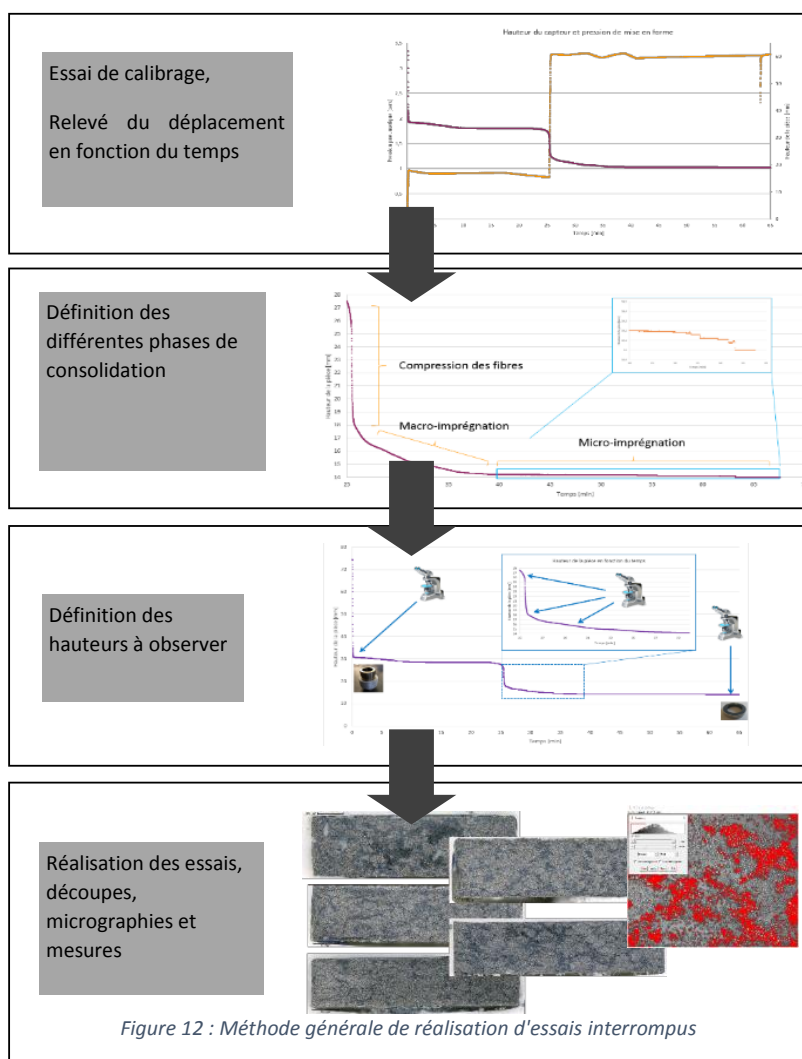
Figure 11 : Etat d'imprégnations issu de l'article de Grouve et Akkerman

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



### III) 1 - Principe

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



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

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

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

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

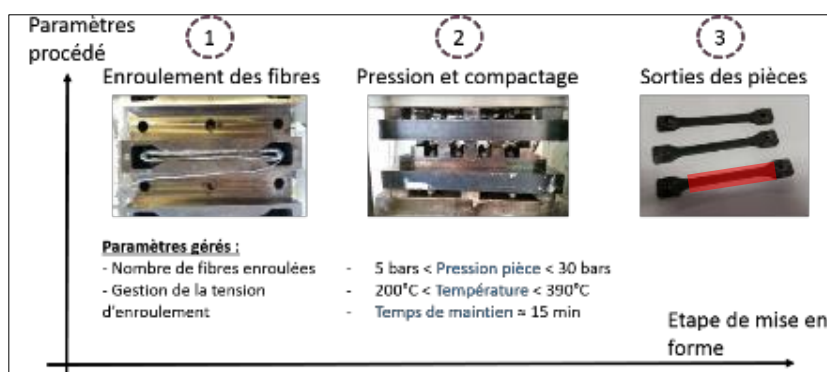


Figure 13 : Mise en forme des éprouvettes

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

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

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

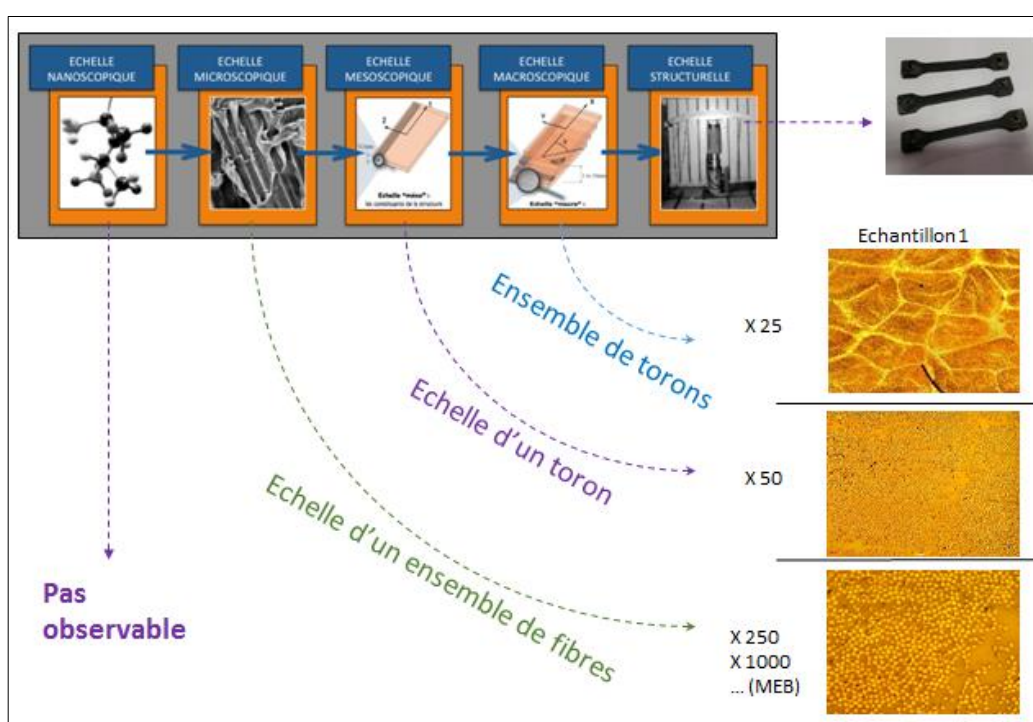


Figure 14 : Echelle d'observation du composite

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

## III) 2) 2 - Premières observations

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

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

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

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

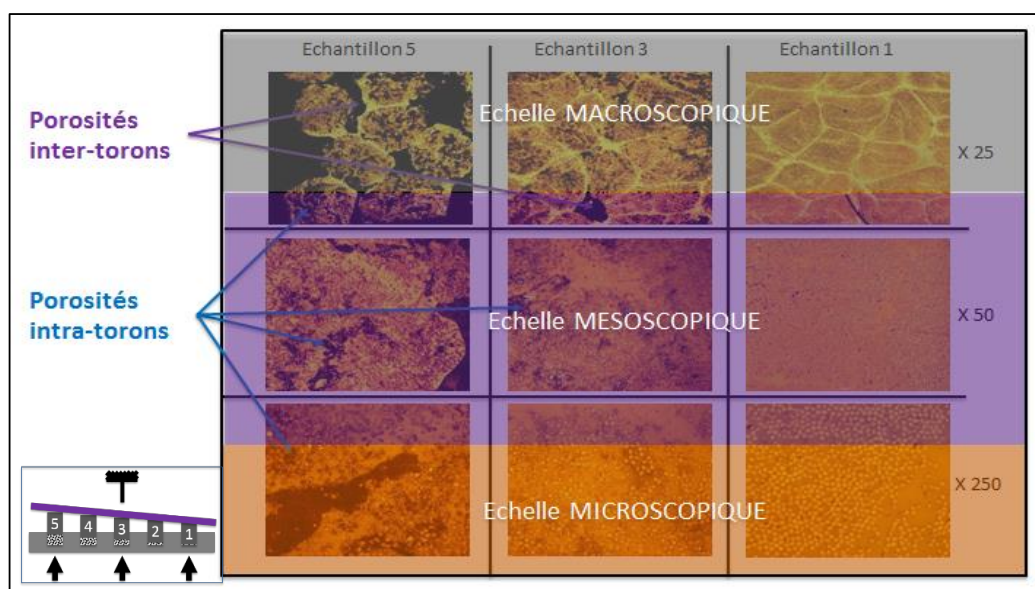


Figure 15 : Porosités inter-torons et intra-torons à différentes échelles d'observation

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

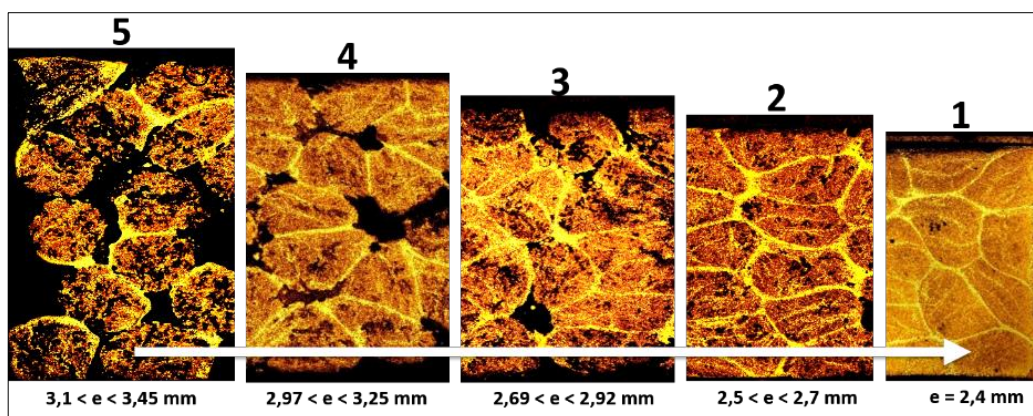


Figure 16 : Essais interrompus

Plusieurs observations peuvent être réalisées :

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

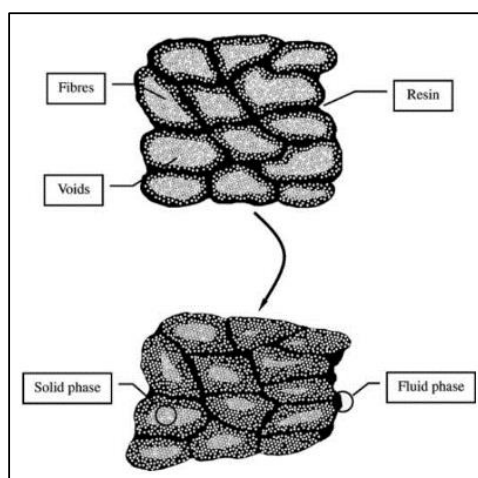


Figure 17 : Mode d'imprégnation présenté dans l'article de Wysocki



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

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

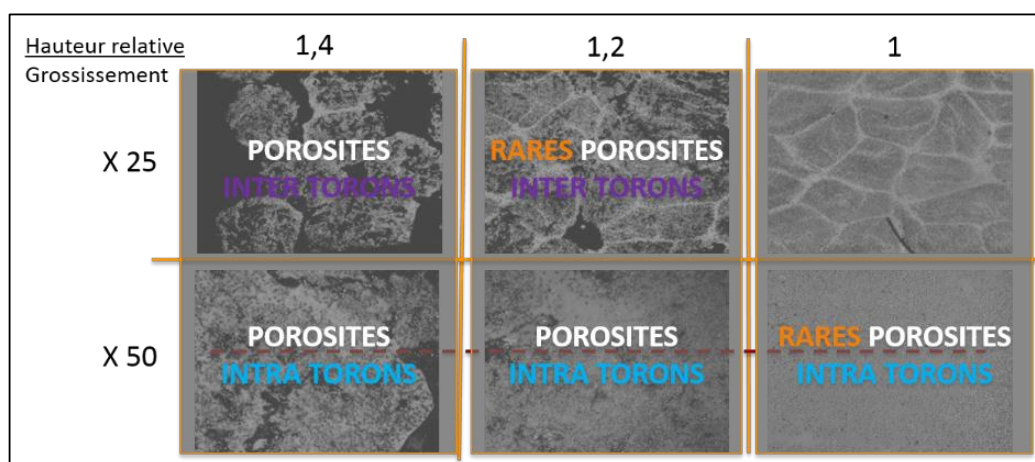


Figure 18 : Observation des porosités à travers les essais interrompus

Les observations sont les suivantes :

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

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

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

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

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

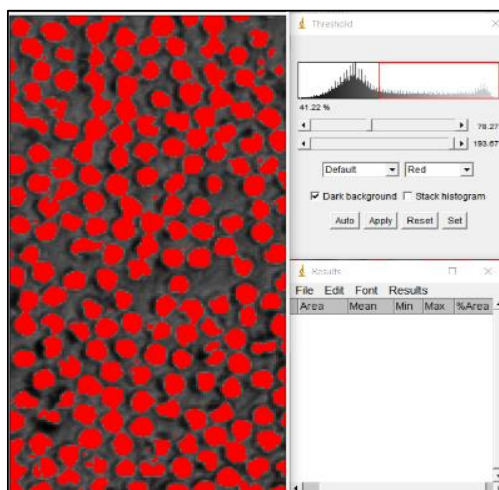


Figure 19 : Seuillage des couleurs

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

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

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

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

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

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

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

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

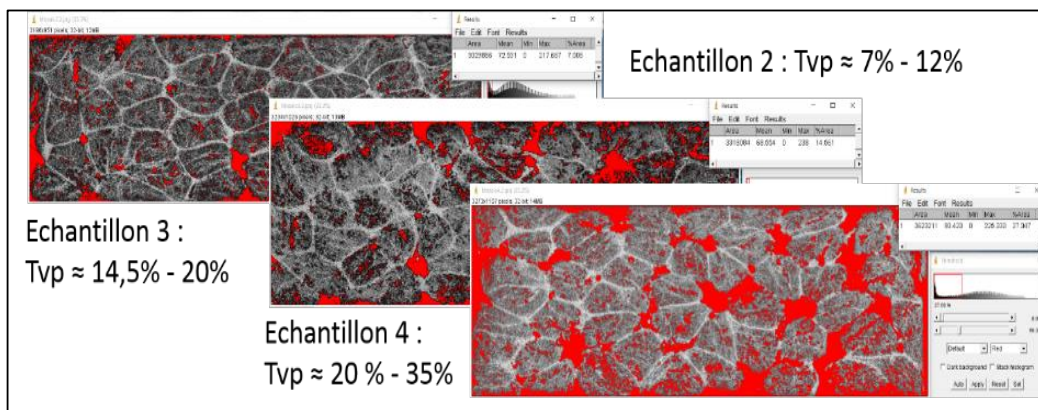


Figure 20 : Evaluation des taux de porosités globaux, via ImageJ



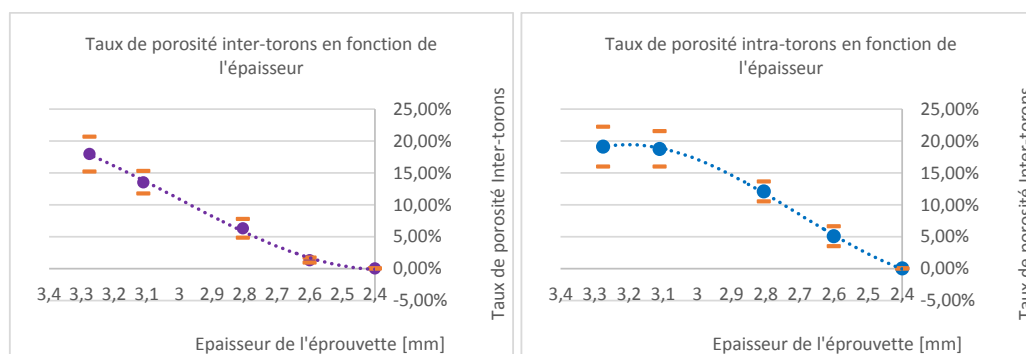
Avec un maximum de 4 % de taux de porosité observé entre la théorie moyenne et la mesure, cet écart correspond en grande partie à l'appréciation de l'opérateur mais aussi aux erreurs qui peuvent être induites par le seuillage de l'échantillon, et surtout dans le cas d'une fibre co-mêlée craquée.

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

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

### Détermination du mode d'imprégnation

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



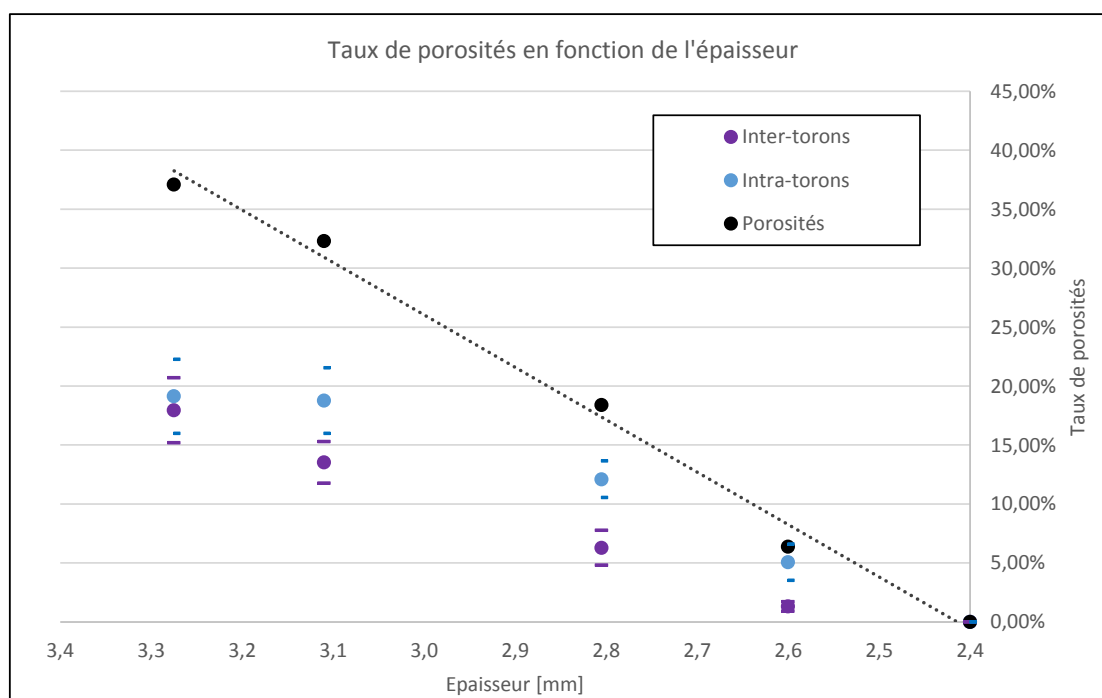
Graphique 2 : Evaluation des taux de porosités inter-torons (à gauche) et intra-torons (à droite), par prélèvements locaux et analyse d'images.

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

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

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

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



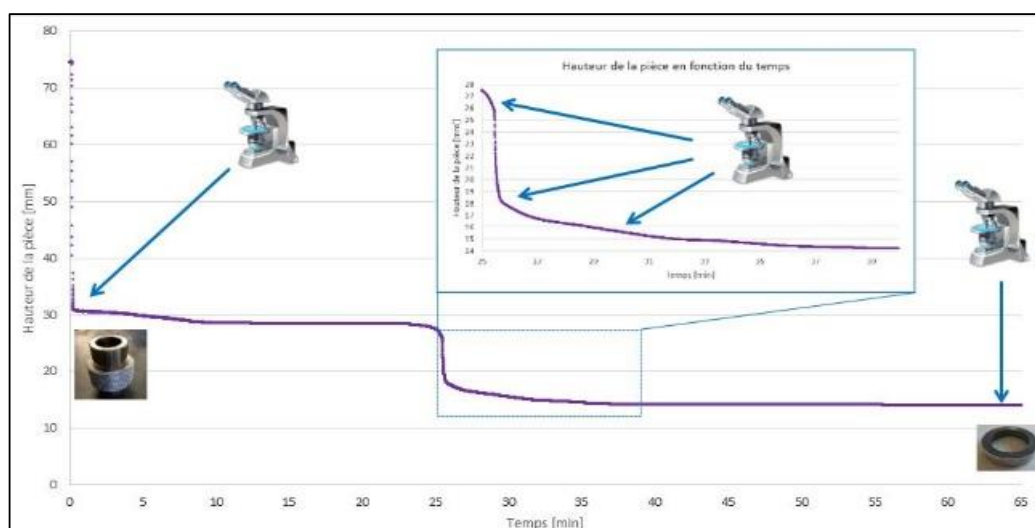
Graphique 3 : Taux de porosités en fonction de l'épaisseur de mise en forme.

### III) 3 - TOR sous tension

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

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

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



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

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

## III) 3) 2 - Premières observations

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

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

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

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

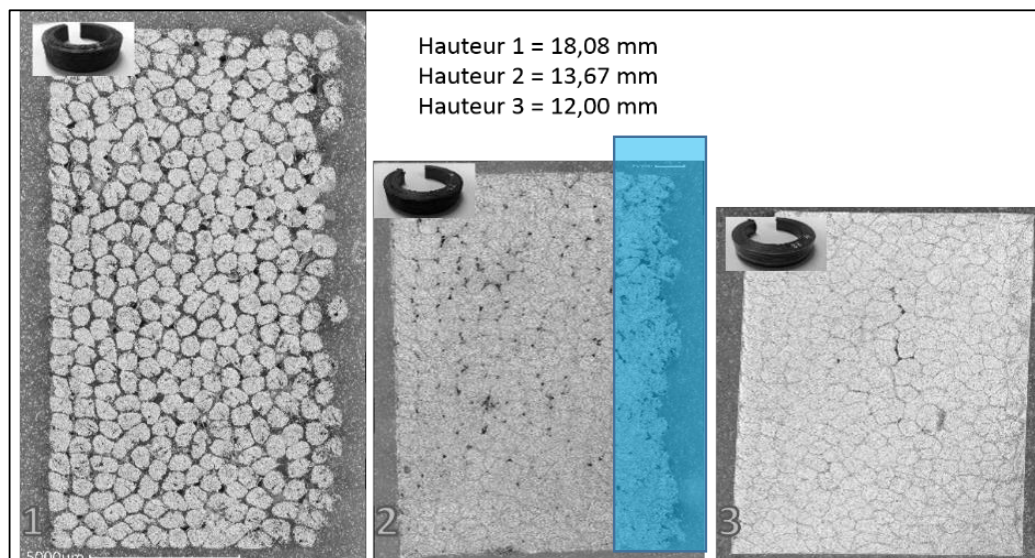


Figure 21 : Essais interrompus cylindres TOR

## III) 3) 3 - Qualitatif

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

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

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

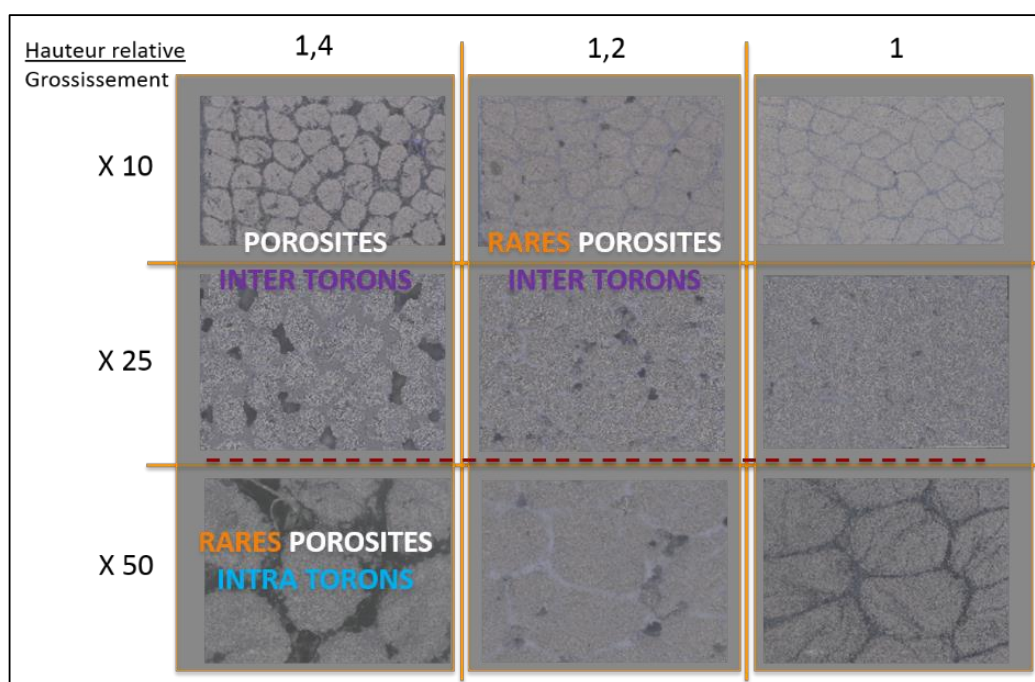


Figure 22 : Observation des porosités à travers les essais interrompus

### Identification des constituants

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

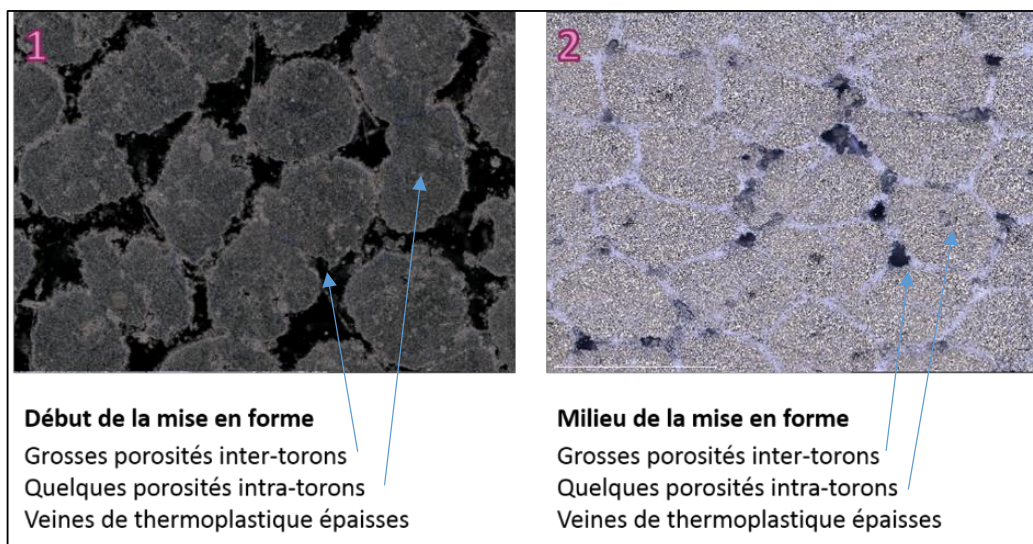


Figure 23 : Etats de consolidation à hauteur relatives de 1.4 et de 1.2, grossissement x50

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

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

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

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



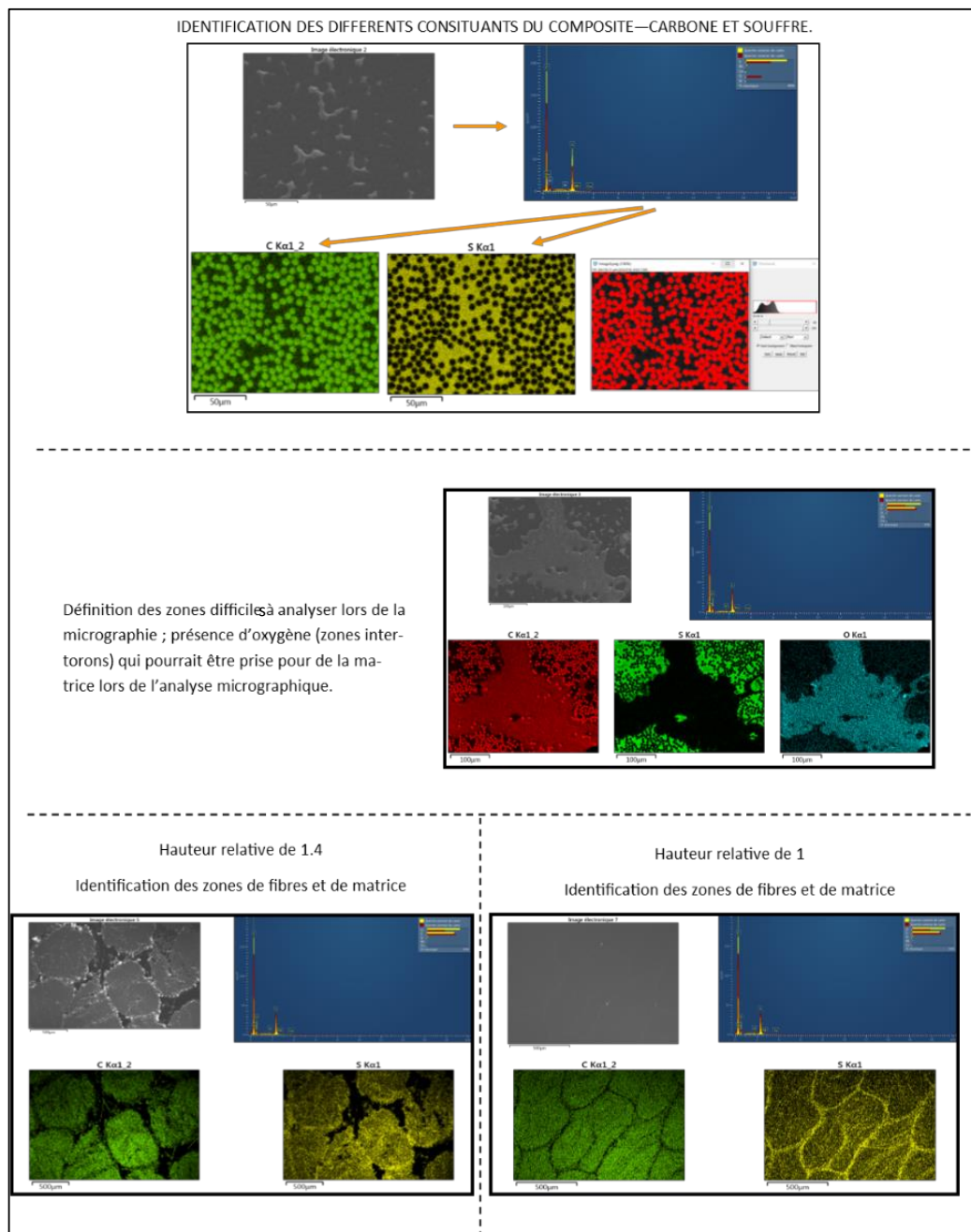


Figure 24 : Identification des défauts, par analyse de composition

### Validité des essais interrompus

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

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

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

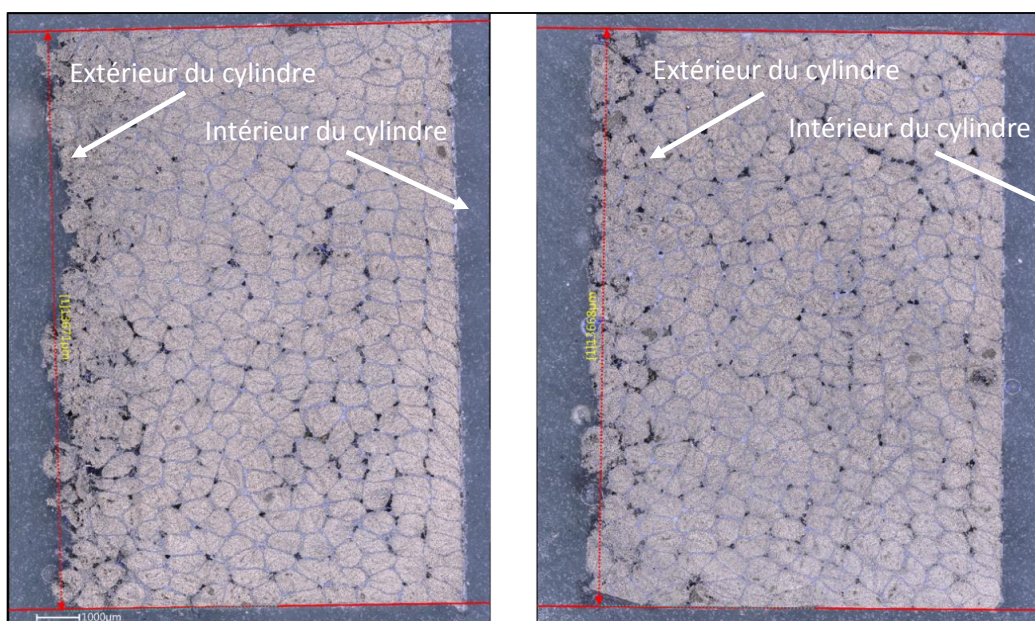
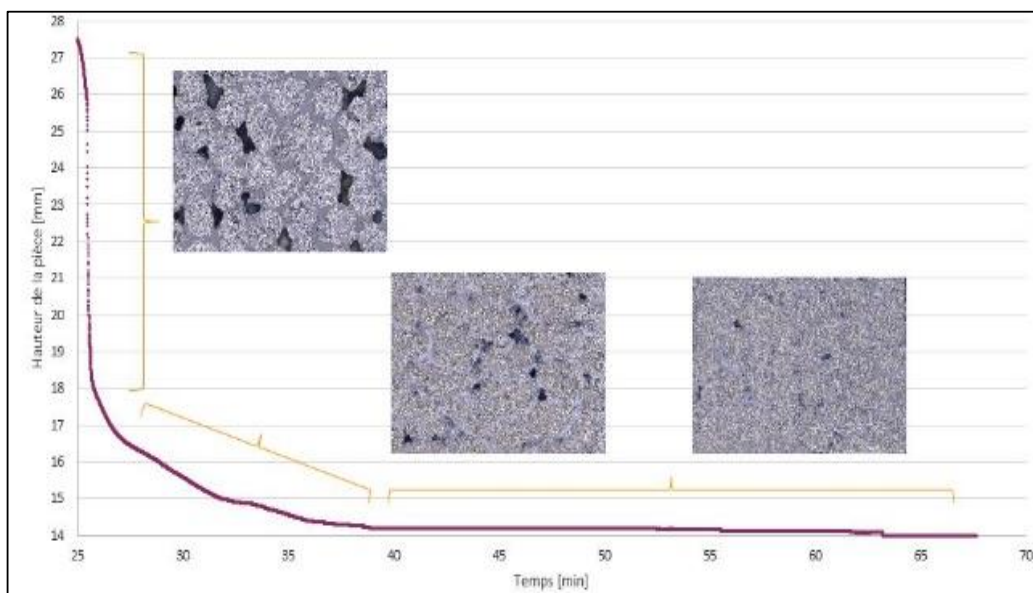


Figure 25 : 2 TOR interrompus, obtenus dans les mêmes conditions



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

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



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

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

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

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

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

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

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

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

### Détermination du mode d'imprégnation

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

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

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

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

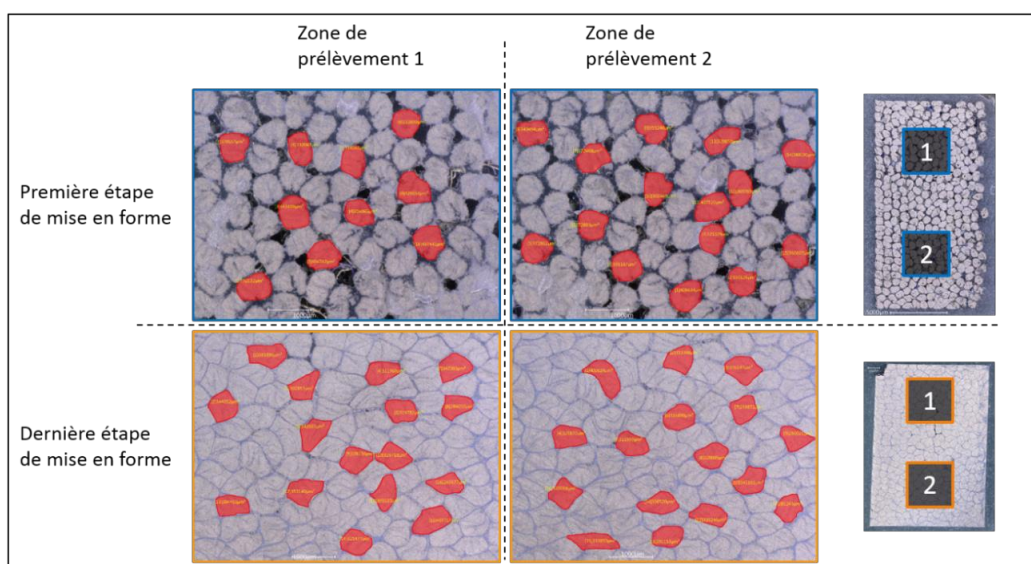
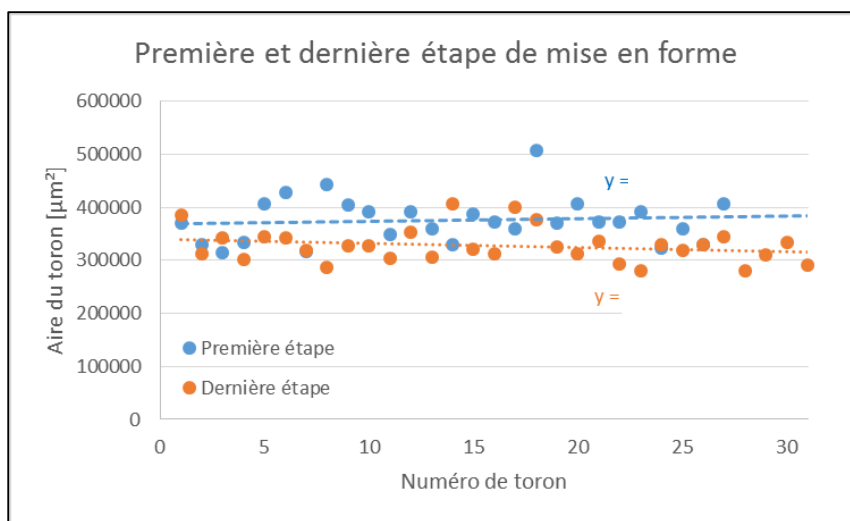


Figure 26 : Détermination du taux de porosités intra-torons

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



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

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

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

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

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

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

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

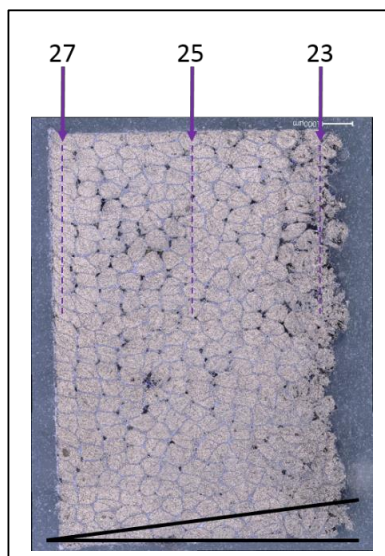
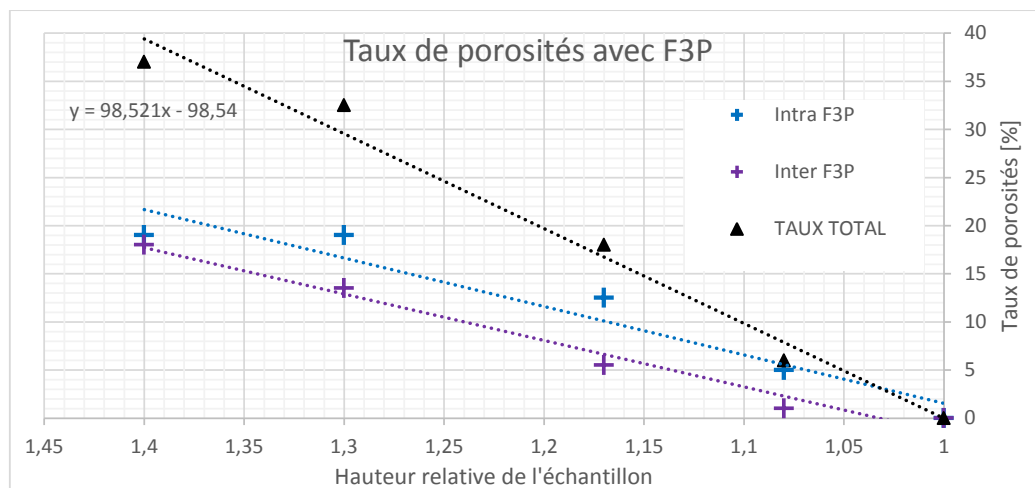


Figure 27 : Nombre d'enroulement sur une colonne

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

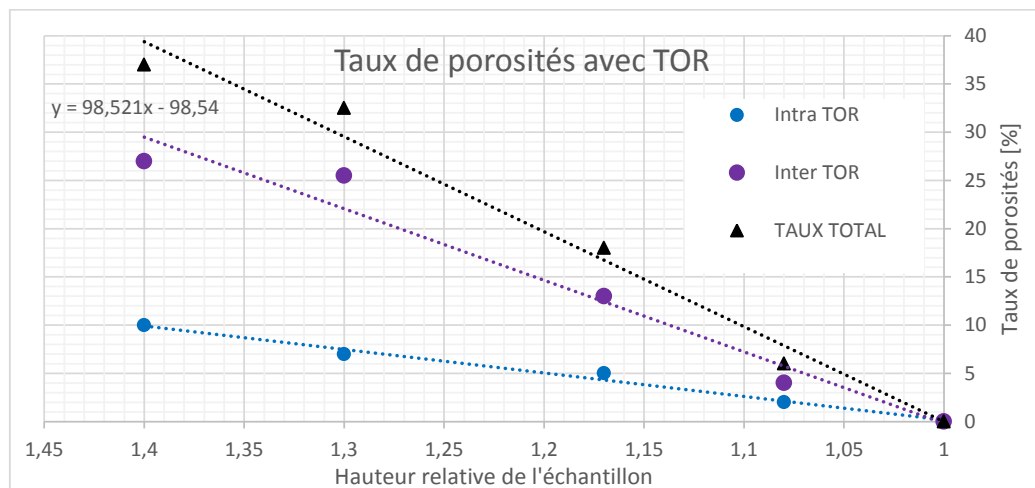
### III) 4 - Comparaison

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



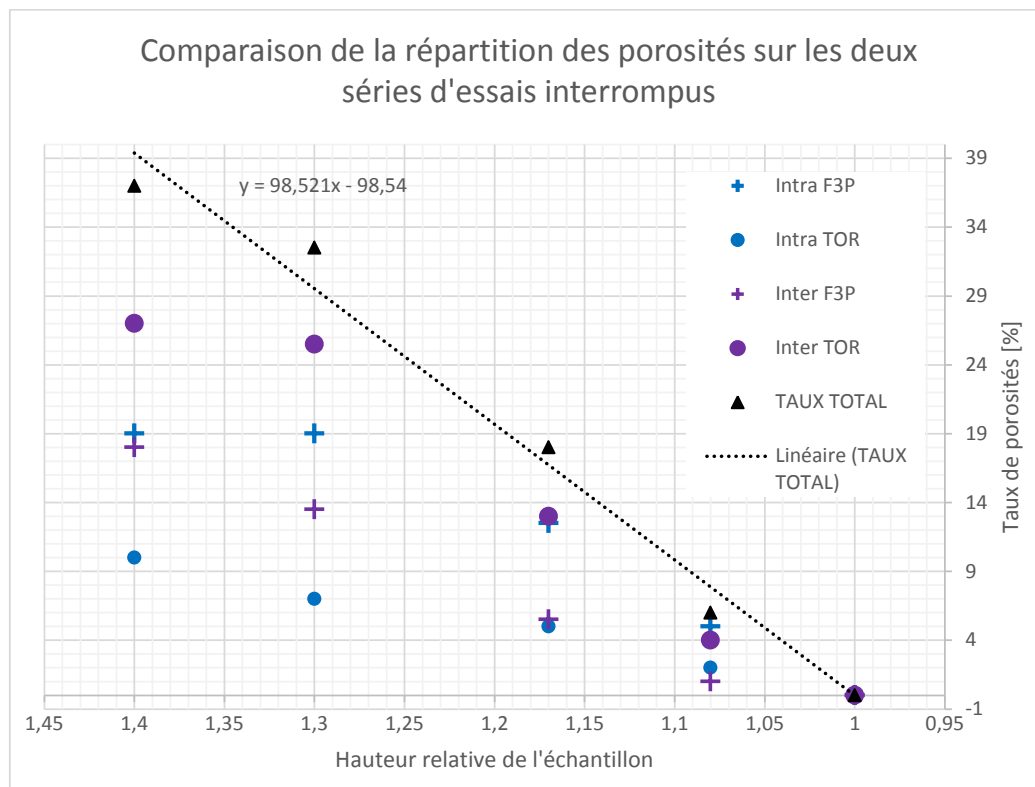
Graphique 7 : Taux de porosités inter et intra torons dans les essais F3P

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



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

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



Graphique 9 : Comparaison TOR et F3P

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

### III) 5 - Conclusion des essais interrompus

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

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

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

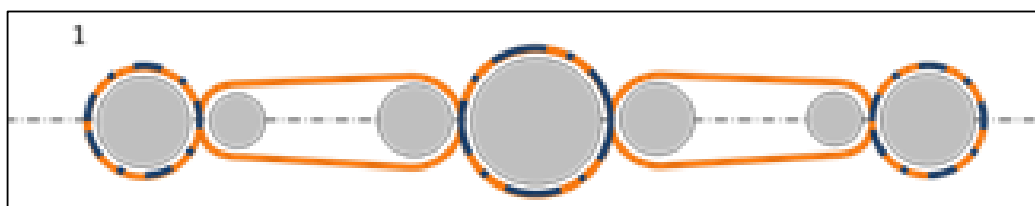


Figure 28 : Exemple de bielle réalisée avec le même procédé de mise en forme

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

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



## IV - Gradient de taux volumique de fibres

### IV) 1 - Explication de la problématique

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

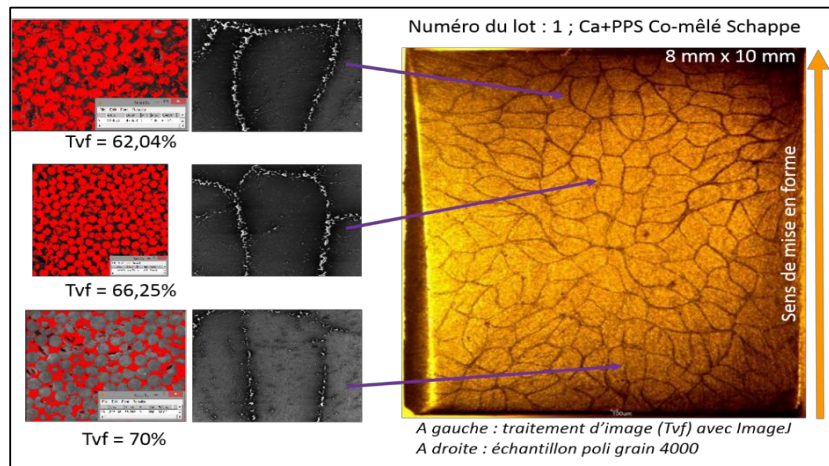


Figure 29 : Gradient de taux volumique de fibres dans la pièce

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

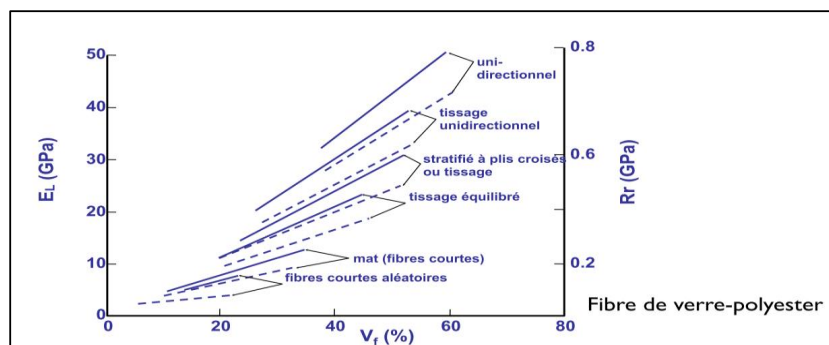


Figure 30 : Résistances mécaniques en fonction du taux volumique de fibres et du type de renfort

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

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

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

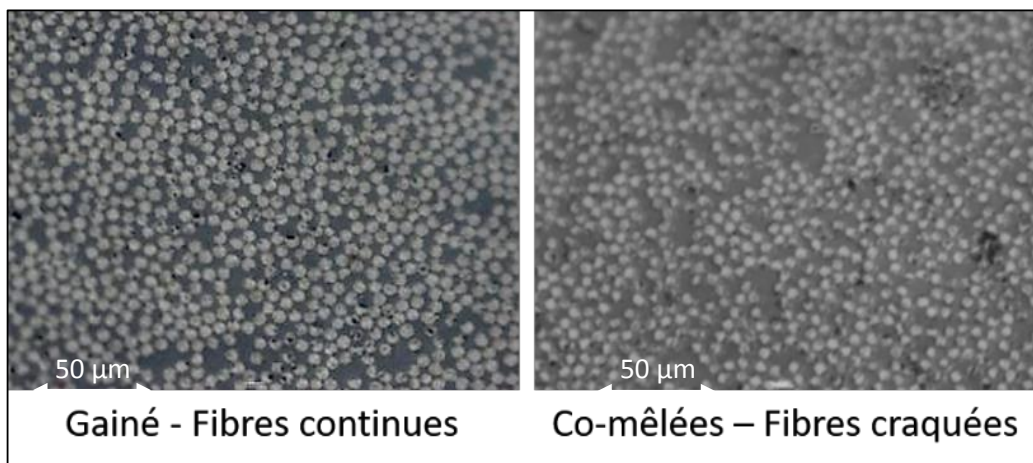


Figure 31 : Différence d'acquisition entre fibres continues et craquées

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

*Les limites de cette méthode sont les suivantes :*

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

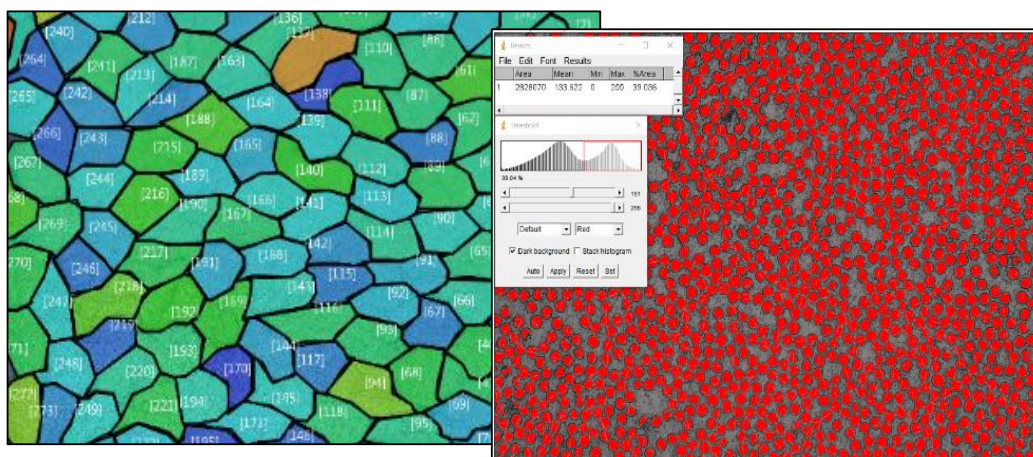


Figure 32 : Prélèvement local pour vérification du taux volumique de fibres

Cette méthode est basée sur les hypothèses suivantes :

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

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



## IV) 2) 3 - Analyse des défauts

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

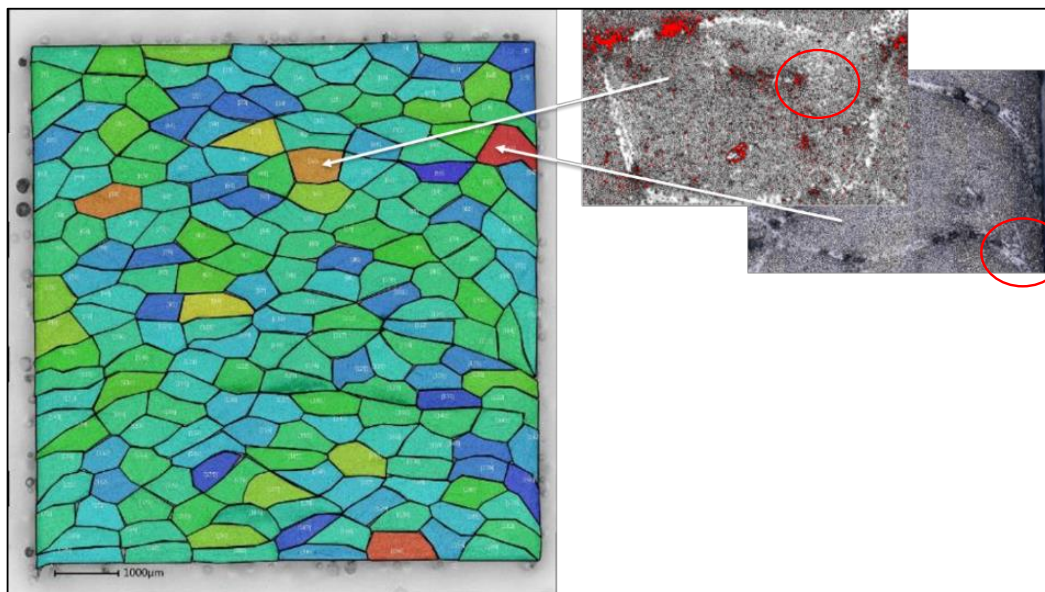


Figure 33 : Corrélation macro et micro du défaut de mise en forme

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

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

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



## IV) 2) 4 - Mesures préalables

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

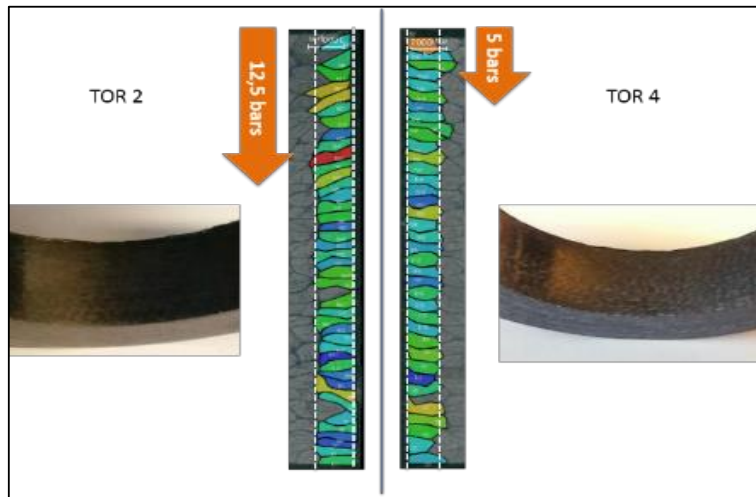
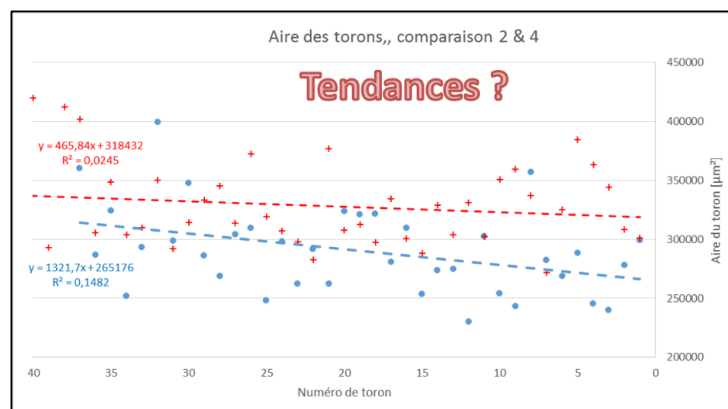


Figure 34 : Comparaison de mise en forme TOR à 5 bars et 12.5 bars

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



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

### IV) 3 - Approche macro du gradient

#### IV) 3) 1 - Première approche

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

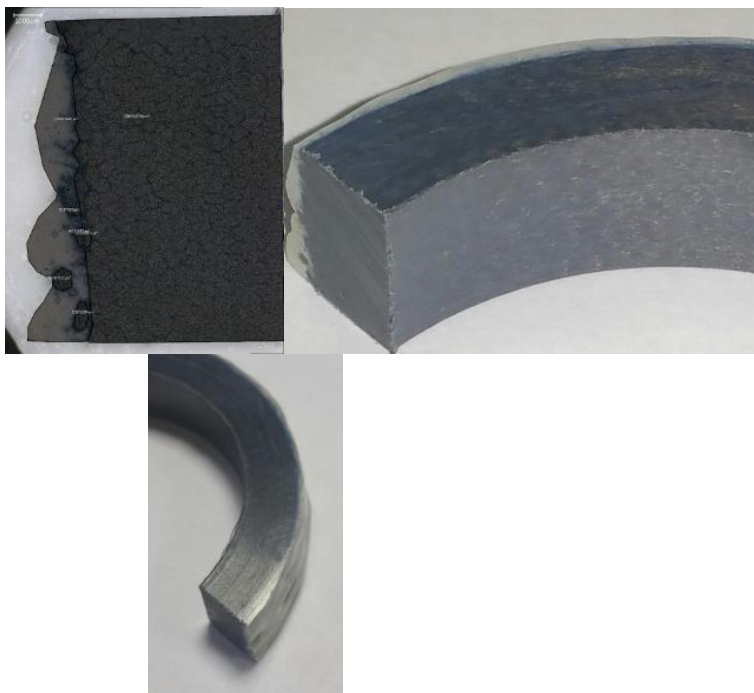


Figure 35 : Présentation de l'échantillon utilisé

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

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

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

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

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

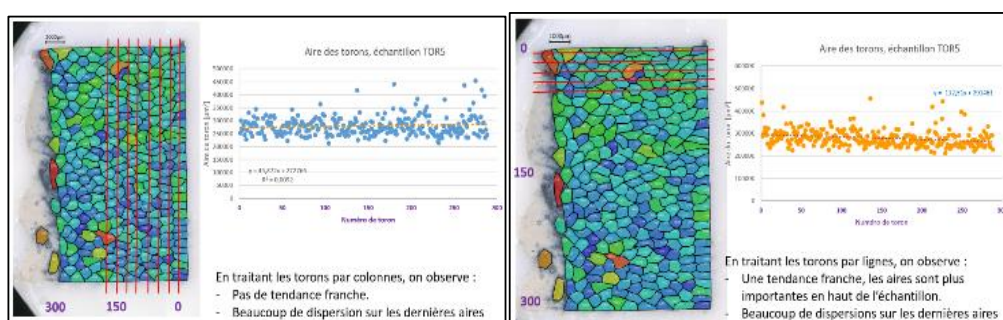


Figure 36 : Analyse verticale et horizontale de l'aire des torons.

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

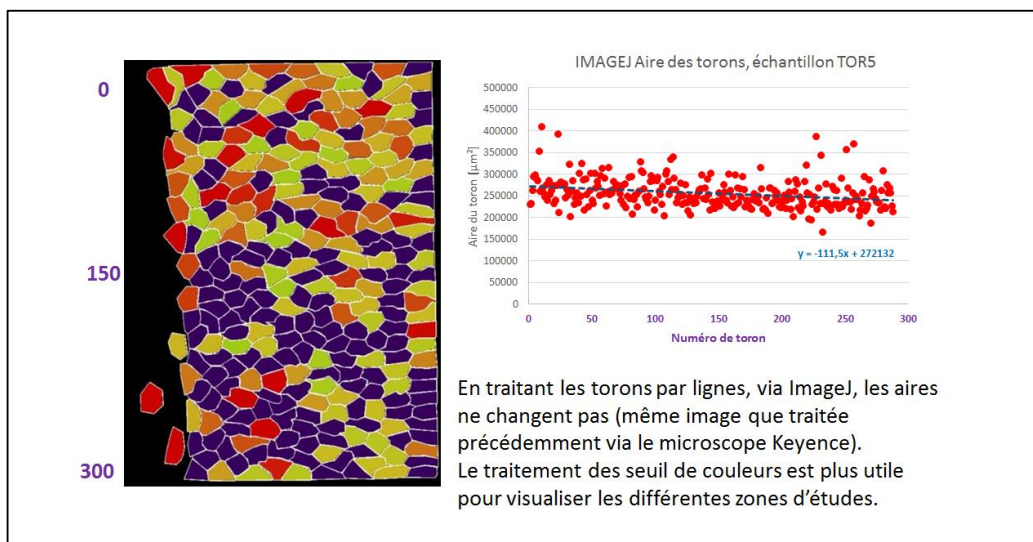


Figure 37 : Aires plus précises des torons

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

#### IV) 4 - Méthode affinée

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

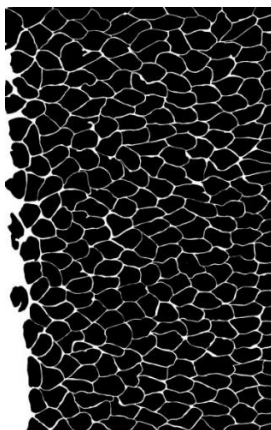


Figure 38 : Image de l'échantillon retraité via ImageJ

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

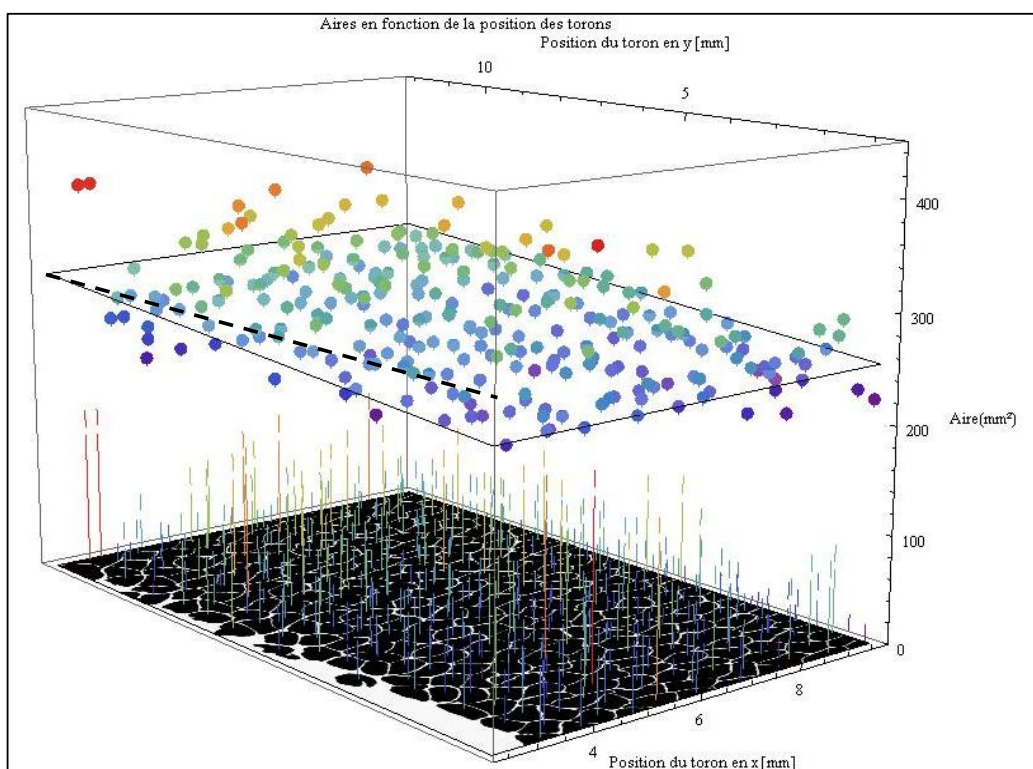


Figure 39 : Gradient de taux volumique de fibre

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

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

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

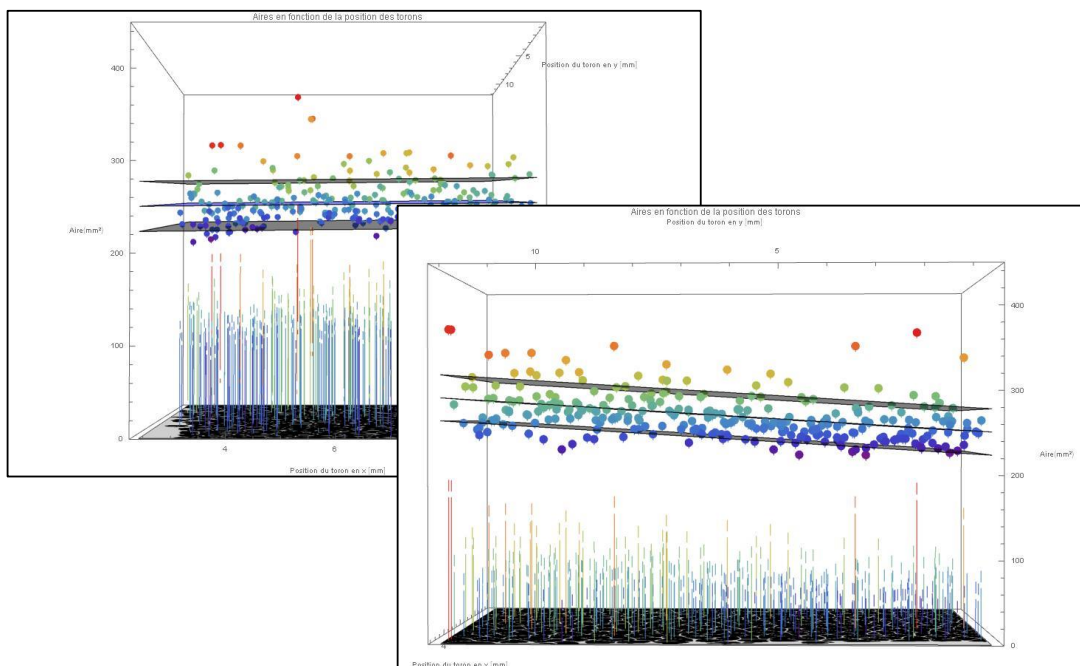


Figure 40 : Différentes vues du gradient présent sur l'échantillon, avec zone définie par les écarts types

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

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



## V - Conclusion

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

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

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

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

## VI - Liste des figures et bibliographie

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

---

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

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