

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DE LA
MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE
M. Sc. A.

PAR
Thibault JAMIN

ESTAMPAGE DE COMPOSITES THERMOPLASTIQUES HAUTES
PERFORMANCES À BASE DE CARBONE/PPS POUR DES APPLICATIONS
AÉRONAUTIQUES

MONTRÉAL, LE 3 OCTOBRE 2014



Thibault Jamin, 2014



Cette licence [Creative Commons](#) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

Mme Martine Dubé, directrice de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Mohammad Jahazi, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Simon Joncas, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 2 OCTOBRE 2014

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

En préambule de ce travail de recherche, je souhaite adresser mes remerciements les plus sincères aux personnes qui m'ont apporté leur aide et qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire.

Je tiens à remercier sincèrement Martine Dubé, qui, en tant que directrice de recherche, s'est toujours montré à l'écoute et disponible tout au long de la réalisation de ce projet, ainsi que pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'elle a bien voulu me consacrer.

Je souhaite aussi remercier Louis Laberge-Lebel, en tant qu'ingénieur chez BA, qui a grandement participé au dynamisme de ce projet mais aussi pour sa disponibilité et ses précieux conseils d'application.

Je souligne par la même occasion le travail de Steven Roy, ingénieur au CNRC et François Ferland, technicien au CNRC, qui ont pris une part importante dans ce projet en m'accompagnant dans la fabrication des pièces et dont les installations ont été testées pour la première fois sur ce projet.

Je remercie aussi mes deux compagnons de maîtrise, Patrice Gouin et Martin Cardonne pour leur soutien et leurs idées mais aussi pour leur amitié qui m'ont permis de profiter de mon séjour dans la province et ailleurs.

Je remercie ma famille toute entière ainsi que ma petite amie sans qui je n'aurai pas survécu aux rudes, mais magnifiques, hivers canadiens.

Finalement je remercie l'ensemble de nos partenaires pour ce projet, Delastek Inc., CRIAQ, BA, GARDN et CIP pour leur soutien technique et financier sans quoi ce projet de recherche n'aurait pu être mis sur pied.

ESTAMPAGE DE COMPOSITES THERMOPLASTIQUES HAUTES PERFORMANCES À BASE DE CARBONE/PPS POUR DES APPLICATIONS AÉRONAUTIQUES

Thibault JAMIN

RÉSUMÉ

Cette étude expérimentale fait partie du projet CRIAQ COMP-512 / GARDN BA5 dont le but est de fabriquer un coin de porte d'avion en composites thermoplastiques de hautes performances. L'estampage est le procédé utilisé pour mouler les stratifiés de fibres de carbone et PolySulfure de Phénylène (Carbone/PPS). Le procédé consiste à chauffer une plaque pré-consolidée, faite de tissus pré-imprégnés (5HS), au-dessus de sa température de fusion. La plaque est ensuite rapidement transférée dans une presse dans laquelle est disposée un moule préchauffé de la géométrie désirée. Le stratifié se refroidit finalement à la température du moule sous l'application de la pression d'estampage. Il en résulte alors une pièce formée. La géométrie utilisée dans cette étude est la forme en S des sections droites du coin qui sera ensuite moulé.

Les effets de différentes configurations de plaques et d'outils sur la qualité de la pièce, comme par exemple, la séquence d'empilement de la plaque, l'épaisseur de la plaque et le rayon de l'outil, sont étudiés. De plus, les effets des paramètres de fabrication sur la qualité de la pièce tels que la pression d'estampage, le temps de maintien et la température de maintien sont également étudiés. La qualité des pièces est évaluée par des mesures de variation d'épaisseur à travers la pièce, des mesures d'angles finaux (retour élastique), du degré de cristallinité et de taux de porosité. Les performances mécaniques des échantillons sont évaluées par des essais de flexion quatre points. Des recommandations sont faites afin d'obtenir une bonne qualité de pièce et les limites du procédé en termes de rayon de courbure minimal ou épaisseur maximale de plaque sont discutées. Les paramètres d'estampage optimum ont été utilisés pour mouler les premières pièces en coins.

On constate que le rayon minimum de trois fois l'épaisseur de la plaque doit être utilisé avec des stratifiés minces pour obtenir le moment de flexion maximal. En outre, l'augmentation du rayon de l'outil diminue la rigidité de la pièce. Néanmoins, les stratifiés minces sont plus sensibles aux variations du rayon de courbure que les stratifiés épais pour le même ratio outil, c'est-à-dire le rapport entre le rayon intérieur du moule et l'épaisseur de la plaque. En ce qui concerne les paramètres d'estampage, une pression minimale de 3,3 MPa est nécessaire pour obtenir la consolidation attendue du matériau, mais aucun effet n'a été constaté sur le taux de porosité ou les variations d'épaisseur. Toutefois, les paramètres de maintien, c'est à dire, le temps de maintien et la température de l'outil, ont très peu d'effet sur le moment de flexion de la pièce : Cela montre que l'estampage de plaques pré-consolidées est un procédé robuste. L'utilisation d'un stratifié de dix plis, qui est deux fois et demi plus épais que le stratifié de quatre plis donne des performances mécaniques six fois plus grandes que celles du stratifié de quatre plis. Pour finir, les premiers essais de moulage du coin

montrent que la modification de la séquence d'empilement, la forme de la plaque et la manière de tenir la plaque sont de bonnes voies d'amélioration de la qualité de la pièce.

Mots clés : estampage, composites thermoplastiques, Carbone/PPS, rayon intérieur, CBS

STAMP FORMING OF HIGH PERFORMANCE THERMOPLASTIC COMPOSITES MADE OF CARBON/PPS FOR AEROSPACE APPLICATIONS

Thibault JAMIN

ABSTRACT

This experimental study is part of the CRIAQ COMP-512 /GARDN BA5 project which aims at manufacturing a structural airplane passenger door corner made of high performance thermoplastic composites. The stamp forming process is used to shape laminates made of carbon fibres reinforced PolyPhenylene Sulphide (CF/PPS). The process consists in heating a pre-consolidated blank, made of pre-impregnated 5 harness satin weave fabric, above its melting temperature. The blank is then quickly transferred to a press in which a tool forms it to a desired geometry. The blank finally cools down in the press under the application of pressure resulting in a formed part. The target geometry in this study is an S-shape corresponding to the cross section of the door corner.

The effects of various blank and tool parameters, e.g., blank stacking sequence, blank thickness and tool radius, on part quality are investigated. In addition, effects of processing parameters such as consolidating pressure, holding time and tool temperature on part quality are also investigated. Part quality is evaluated through thickness variation measurements throughout a part, final angle measurements (spring back effect), crystallinity degree and void content. The mechanical performance of the specimens is evaluated under four-point bending testing. Recommendations are made in order to achieve good part quality and limits of the process in terms of minimum radius of curvature or maximum blank thickness are discussed. Optimum stamping parameters are then used to mould the first double curvature door corners.

Four-layer (thin) and ten-layer (thick) laminates were moulded. It is found that a minimum radius of three times the laminate thickness should be used with the thin laminates to get the maximum bending moment. In addition, increasing the radius decreases the stiffness of the part. Nevertheless, the thin laminates are more sensitive to changes in the radius of curvature than the thick laminates for the same tool ratio, i.e. the ratio between the inner tool radius and the blank thickness. A minimum stamping pressure of 3.3 MPa was identified to get the good material consolidation and mechanical performance. However, no effect of the pressure was observed on the void content or thickness variation. However, the holding parameters, i.e., the holding time and the tool temperature, have very slightly effect on the bending moment of the part, showing that the stamp forming of consolidated plates is a robust process. Using a ten-layer laminate which is 2.5 times as thick as the four-layer laminate leads to mechanical performance six times as good as that of the four-layer laminate. Finally, the first moulding trials of the double curvature door corner shows that, changing the stacking sequence, the blank cutting pattern and the way to hold the blank can greatly improve the part quality.

Keywords: stamp forming, thermoplastic composites, CF/PPS, inner radius, CBS

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	5
1.1 Les composites thermoplastiques	5
1.1.1 Les matrices thermodurcissables et thermoplastiques	5
1.1.2 Les matrices thermoplastiques amorphes et semi-cristallines	7
1.2 Procédés de mise en forme des composites thermoplastiques.....	9
1.2.1 Moulage par compression	9
1.2.2 Emboutissage sur caoutchouc	10
1.2.3 Estampage	11
1.2.4 Moulage en autoclave	12
1.2.5 Hydroformage	13
1.2.6 Bilan des procédés	14
1.3 L'estampage.....	16
1.3.1 Les mécanismes de déformation pendant l'estampage	16
1.3.1.1 La percolation	17
1.3.1.2 Écoulement transversal	17
1.3.1.3 Glissement interlaminaire	18
1.3.1.4 Cisaillement et glissement intralaminaire	19
1.3.2 Influence des paramètres d'estampage	21
1.3.2.1 Température d'estampage.....	21
1.3.2.2 Vitesse de fermeture	23
1.3.2.3 Tension ou pression sur le stratifié	25
1.3.2.4 Pression d'estampage.....	27
1.3.2.5 Température de maintien	28
1.3.2.6 Temps de maintien.....	29
1.3.3 Géométrie et nature de la plaque.....	30
1.4 Effet du rayon	31
1.4.1 Caractérisation du rayon	37
1.5 Retour critique sur quelques études portant sur l'effet du rayon sur la qualité de pièces de composite thermoplastique à simple courbure	40
CHAPITRE 2 DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE	43
2.1 Matériau	43
2.1.1 Le Carbone/PPS	43
2.1.2 Composition des plaques	45
2.1.3 Analyse des plaques fournies	46
2.2 Description du procédé d'estampage	47
2.3 Équipement utilisé pour le procédé d'estampage	50
2.3.1 La presse	50

2.3.2	Les plaques	51
2.3.3	L'outillage	52
2.3.4	Le four	54
2.3.5	Les thermocouples	55
2.3.6	Préparation de l'outillage	58
2.3.7	Le film de polyimide	59
2.4	Conditions de moulage	60
2.5	Méthodes de caractérisation des pièces	62
2.5.1	Analyse des porosités	62
2.5.2	Analyse de cristallinité	62
2.5.3	Analyse de la variation d'épaisseur	63
2.5.4	Essai de flexion 4 points	64
2.5.5	Flexion Short-Beam	70
CHAPITRE 3 RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION SUR LES PIÈCES EN S		71
3.1	Résultats de la caractérisation des pièces fabriquées à partir des plaques minces	
	4L_Ortho et 4L_Q-Iso	71
3.1.1	Effet de la pression d'estampage	72
3.1.2	Effet du rayon de l'outillage	76
3.1.3	Discussion sur l'effet de la séquence d'empilement, du rayon et des paramètres de fabrication	78
3.2	Résultats de la caractérisation des pièces fabriquées avec les plaques quasi-isotropes 10L_Q-Iso et comparaison avec ceux du 4L_Q-Iso	79
3.2.1	Effet de la pression d'estampage	79
3.2.2	Effet du rayon de l'outillage	83
3.2.3	Discussion sur l'effet de l'épaisseur, du rayon et des paramètres de fabrication	84
3.3	Effet des paramètres de maintien	84
3.3.1	Effet du temps de maintien	86
3.3.2	Effet de la température de maintien	90
3.4	Problèmes rencontrés avec les moules de la Phase 1	93
3.4.1	État de surface	93
3.4.2	Pression de montage du moule dans la presse	94
3.4.3	Localisation de la contrainte maximale	96
CHAPITRE 4 MOULAGE D'UNE PIÈCE À DOUBLE COURBURE		99
4.1	Présentation de la géométrie (mise en contexte, objectif, etc.)	99
4.2	Points d'amélioration sur la conception des moules de la Phase 2	100
4.3	Introduction de la démarche expérimentale de la Phase 2	102
4.4	Fabrication des premières pièces d'initialisation de la Phase 2	104
4.4.1	Estampage des premières pièces	105
4.4.2	Estampage de deux nouvelles pièces	107
4.4.3	Estampage de la dernière pièce	110
4.5	Bilan de l'initialisation et suite de la Phase 2	112

CONCLUSION.....	113
ANNEXE I BILAN DES ÉTUDES DE MISE EN FORME DE COMPOSITES THERMOPLASTIQUES PAR ESTAMPAGE.....	117
ANNEXE II BILAN DES ÉTUDES DE MISE EN FORME DE COMPOSITES THERMOPLASTIQUES AUTRE QUE PAR ESTAMPAGE	119
ANNEXE III PROPRIÉTÉ DU CARBONE/PPS FOURRNIT PAR TEN CATE ADVANCED COMPOSITE	121
ANNEXE IV ARTICLE DE CONFÉRENCE ECCM16.....	123
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	131

LISTE DES TABLEAUX

	Page	
Tableau 1-1	Étapes clés du procédé d'estampage	11
Tableau 1-2	Bilan des procédés de thermoformage présentés	15
Tableau 1-3	Bilan des études sur l'effet du rayon utilisant des matrices thermodurcissables.....	33
Tableau 2-1	Positionnement du PPS par rapport à la concurrence (Aucher, 2009).....	44
Tableau 2-2	Description du procédé d'estampage en quatre étapes.....	48
Tableau 2-3	Caractéristiques de la presse Wabash V150H-36-CX	50
Tableau 2-4	Empilements et épaisseurs des plaques.....	51
Tableau 2-5	Spécifications géométriques des rayons des moules en S	53
Tableau 2-6	Table des conditions de moulage pratiquées	60
Tableau 2-7	Écartement des rouleaux de chargement du montage de flexion quatre points en fonction de l'épaisseur et du rayon	67
Tableau 3-1	[4L_Ortho] Effet de la pression sur le taux de porosité.....	74
Tableau 3-2	[4L_Q-Iso] Effet de la pression sur le taux de porosité	74
Tableau 3-3	Effet du temps de maintien sur la cristallinité des pièces 4L_Ortho et 10L_Q-Iso	89
Tableau 3-4	Effet de la température de maintien sur la cristallinité des pièces 4L_Ortho et 10L_Q-Iso	91
Tableau 4-1	Caractéristiques des moules T1 à T6 utilisés pour la Phase 2 avec des stratifiés quatre plis.....	103
Tableau 4-2	Paramètres de fabrication constants.....	104

LISTE DES FIGURES

	Page	
Figure 0-1	Partie haute d'un encadrement de porte.....	3
Figure 1-1	Structure d'une matrice thermoplastique amorphe	8
Figure 1-2	Structure d'une matrice thermoplastique semi-cristalline	8
Figure 1-3	Moulage en compression d'une plaque (a) ou d'une géométrie quelconque (b)	9
Figure 1-4	Schéma emboutissage sur caoutchouc	10
Figure 1-5	Évolution de la température du stratifié durant le procédé d'estampage ; (a) chauffage du stratifié, (b) transfert dans la presse, (c) fermeture du moule (d) maintien à la température du moule (e) démoulage et refroidissement à l'air ambiant (McCool et al., 2012)	12
Figure 1-6	Moulage en autoclave	13
Figure 1-7	Hydroformage	14
Figure 1-8	Percolation de la matrice entre deux plis de fibres imprégnées.....	17
Figure 1-9	Écoulement transversal de la matrice à travers les fibres	18
Figure 1-10	Essai de caractérisation du glissement interlamininaire	19
Figure 1-11	Effet de l'estampage d'une géométrie à double courbure sur la contrainte appliquée sur un pli (Hou, 1997).	20
Figure 1-12	Test de caractérisation du cisaillement intralaminaire : (a) Rail Shear Stress, (b) Traction $\pm 45^\circ$ et (c) Cadre articulé	21
Figure 1-13	Influence de la température sur la rigidité d'une matrice amorphe et semi-cristalline : (1) État vitreux, (2) État caoutchouteux et (3) État visqueux (Aucher, 2009).....	22
Figure 1-14	Mise en tension du stratifié par traction (a) autour d'un cadre (b) localement ou « par coin ».....	26
Figure 1-15	Mise en tension du stratifié par pression.....	27

Figure 1-16	Ratio rayon intérieur moule/épaisseur du stratifié dans les études de Avalon et Donaldson (2011) (A&D) et Hao et al. (2012) (H&al).....	34
Figure 1-18	Montage de flexion trois points (Hwang et Hwang, 2002).....	38
Figure 1-19	Montage de flexion quatre points (Marissen, Van Der Drift et Sterk, 1997)	39
Figure 2-1	Évolution des propriétés mécanique d'un composite Carbone/PPS en fonction de la température (Reifsneider et Case, 1998)	44
Figure 2-2	Module de stockage (G') et facteur d'amortissement $\tan \delta$ en fonction de la température du stratifié Carbone/PPS obtenue par DMTA (McCool et al., 2012)	45
Figure 2-3	(a) Plaque (0,90) ₄ , (b) Empilement 5HS	46
Figure 2-4	Exemple de pièce en S	49
Figure 2-5	Géométrie de la pièce estampée après contournage	49
Figure 2-6	Presse hydraulique du CNRC	51
Figure 2-7	Positionnement des éléments de l'outillage	52
Figure 2-8	État de surface du moule M2 à la réception (a) et après polissage (b)	54
Figure 2-9	Emplacement du thermocouple sur la plaque	55
Figure 2-10	Mise en place des six thermocouples sur le moule M2 et position finale du thermocouple pièce	56
Figure 2-11	Mesure de la température avec sept thermocouples	58
Figure 2-12	Film installé dans le four avec une plaque en place.....	59
Figure 2-13	Emplacement des trois zones de mesure d'épaisseur et de porosités	63
Figure 2-14	Montage de flexion quatre points (a) dimensions des échantillons (b) donné par la norme ASTM D6415 (American Society for Testing and Materials International, 1999)	64
Figure 2-15	Emplacement (a) et dimensions (b) des échantillons extraits des pièces estampées avec les moules M1 et M2	65
Figure 2-16	Emplacement (a) et dimensions (b) des échantillons extraits des pièces estampées avec le moule M3	66

Figure 2-17	Échantillons en L de rayon R4; stratifié de quatre plis (dessus) et stratifié de dix plis (dessous).....	66
Figure 2-18	Schéma paramétrique du montage de flexion quatre points	68
Figure 2-19	Courbe typique de chargement d'un échantillon en fonction du déplacement lors du test de flexion quatre points.....	68
Figure 2-20	Courbe typique de moment dans la zone de courbure d'un échantillon en fonction de l'angle d'ouverture lors du test de flexion quatre points ...	69
Figure 2-21	Schéma paramétrique du montage de flexion Short-Beam et position des échantillons des parties planes de la pièce en S.....	70
Figure 3-1	[4L_Ortho] Effet de la pression sur les variations d'épaisseur.....	73
Figure 3-2	[4L_Q-Iso] Effet de la pression sur les variations d'épaisseur	73
Figure 3-3	[4L_Ortho et 4L_Q-Iso] Analyse microscopique des échantillons	74
Figure 3-4	[4L_Ortho] Effet de la pression sur le CBS.....	75
Figure 3-5	[4L_Q-Iso] Effet de la pression sur le CBS	75
Figure 3-6	[4L_Ortho] Effet du rayon de l'outil sur le CBS	76
Figure 3-7	[4L_Q-Iso] Effet du rayon de l'outil sur le CBS	76
Figure 3-8	[4L_Ortho] Effet du rayon outil sur la rigidité	77
Figure 3-9	[4L_Q-Iso] Effet du rayon outil sur la rigidité.....	77
Figure 3-10	[10L_Q-Iso] Effet de la pression sur les variations d'épaisseur (Figure 2-13)	80
Figure 3-11	[10L_Q-Iso] Exemple de microscopies d'un bras (a) et d'un rayon (b)	81
Figure 3-12	[10L_Q-Iso] Effet de la pression sur le CBS	82
Figure 3-13	[4L_Q-Iso] Effet de la pression sur le CBS	82
Figure 3-14	[10L_Q-Iso] Effet de la pression sur la résistance au cisaillement interlamininaire des parties planes.....	82
Figure 3-15	[10L_Q-Iso] Effet du rayon outil sur la raideur	83
Figure 3-16	[4L_Q-Iso] Effet du rayon outil sur la raideur.....	83

Figure 3-17	Cycles thermiques des plaques 4L_Ortho et 10L_Q-Iso pour différentes températures de maintien avec 5 min de temps de maintien (t ₀ : Plaque à température d'estampage et début du transfert puis fermeture du moule, t ₂ : Moule fermé et début du temps de maintien, t ₃ : Fin du temps de maintien, démoulage et refroidissement à air ambiant)	85
Figure 3-18	Effet du contact entre le stratifié et le moule sur la température des stratifiés (t ₀ : Plaque à température d'estampage et début du transfert puis fermeture du moule, t ₁ : Contact entre le stratifié et le moule, t ₂ : Moule fermé et début du temps de maintien).....	86
Figure 3-19	[4L-Ortho] Effet du temps de maintien sur les variations d'épaisseur	88
Figure 3-20	[10L_Q-Iso] Effet du temps de maintien sur les variations d'épaisseur	88
Figure 3-21	[4L-Ortho] Effet du temps de maintien sur le CBS	89
Figure 3-22	[10L_Q-Iso] Effet du temps de maintien sur le CBS.....	89
Figure 3-23	[4L-Ortho] Effet de la température de maintien sur les variations d'épaisseur	91
Figure 3-24	[10L_Q-Iso] Effet de la température de maintien sur les variations d'épaisseur	91
Figure 3-25	[4L-Ortho] Effet de la température de maintien sur le CBS	92
Figure 3-26	[10L_Q-Iso] Effet de la température de maintien sur le CBS	92
Figure 3-27	Fini de surface du rayon R4 avec un film (a) et avec deux films (b).....	94
Figure 3-28	Effet de la pression d'installation du moule M2 dans la presse de 9 MPa sur les variations d'épaisseur.....	95
Figure 3-29	Effet de la pression d'installation du moule M2 dans la presse de 2,2 MPa sur les variations d'épaisseur.....	95
Figure 3-30	Effet de la pression d'installation du moule M2 dans la presse de 9 MPa sur le CBS.....	96
Figure 3-31	Effet de la pression d'installation du moule M2 dans la presse de 2,2 MPa sur le CBS.....	96

Figure 3-32	Analyse de la rupture dans la zone de courbure lors des tests de flexion quatre points avec le stratifié de dix plis et le rayon R4.....	97
Figure 4-1	Géométrie cible de la Phase 2 à partir de la géométrie de la Phase 1	99
Figure 4-2	Positionnement du moule T6 dans la presse hydraulique	101
Figure 4-3	Évolution de la géométrie de la pièce pour les moules T1, T3 et T6 (de gauche à droite).....	102
Figure 4-4	Schéma paramétrique du coin en S	103
Figure 4-5	Face avant (a) et arrière (b) de la pièce moulée à partir de la plaque de séquence d'empilement $(0,90)_4$ sans modification du film.....	106
Figure 4-6	Face avant (a) et arrière (b) de la pièce moulée à partir de la plaque de séquence d'empilement $(\pm 45)_4$ sans modification du film.....	106
Figure 4-7	Défauts de moulage dus à la fermeture incomplète du moule (a) dus au foisonnement du stratifié et au plissement du film (b).....	107
Figure 4-8	Faces arrières des premières pièces de $(0,90)_4$ sans modification au procédé (a) et avec modification (b)	108
Figure 4-9	Faces avants des pièces de $(\pm 45)_4$ sans modification au procédé (a) et avec modification (b)	108
Figure 4-10	Mesure des variations d'épaisseur sur la pièce fabriquée avec la plaque de $(0,90)_4$ avec modification du procédé.....	109
Figure 4-11	Déplacement du film dans le moule pendant la fermeture	110
Figure 4-12	Face extérieur de la dernière pièce.....	111
Figure 4-13	Vue de côté de la dernière pièce	111
Figure 4-14	Vue sur un rayon extérieur de la dernière pièce	111
Figure 4-15	Face intérieur de la dernière pièce	112

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

BA	Bombardier Aéronautique
CBS	Curved Beam Stress
CIP	Consortium Innovation Polymères
CRIAQ	Consortium de Recherche et d’Innovation en Aérospatiale au Québec
DMTA	Dynamic Mechanical Thermal Analysis
DSC	Differential Scanning Calorimetry
GARDN	Green Aviation Research & Development Network
ILSS	Interlaminar Shear Stress
CNRC	Conseil National de Recherches du Canada
PA6	Poly Amide
PEEK	Poly Éther Éther Cétone
PEI	Poly Éther Imide
PEKK	Poly Éther Cétone Cétone
PES	Poly Éther Sulfone
PP	PolyPhénylène
PPS	PolySulfure de Phénylène
R2	Rayon intérieur du moule avec un ratio de 2
R3	Rayon intérieur du moule avec un ratio de 3
R4	Rayon intérieur du moule avec un ratio de 4
R5	Rayon intérieur du moule avec un ratio de 5
TC	Thermocouple
T_Ext	Épaisseur du bras externe des échantillons en L
T_Int	Épaisseur du bras interne des échantillons en L
T_R	Épaisseur du rayon des échantillons en L
UD	Unidirectionnel
4L_Ortho	Plaque quatre plis orthotrope
4L_Q-Iso	Plaque quatre plis quasi-isotrope
5HS	5 Harness Satin
10L_Q-Iso	Plaque dix plis quasi-isotrope

180_4L	Pièce de stratifié quatre plis ayant subi une température de maintien de 180°C
180_10L	Pièce de stratifié dix plis ayant subi une température de maintien de 180°C
200_4L	Pièce de stratifié quatre plis ayant subi une température de maintien de 200°C
200_10L	Pièce de stratifié dix plis ayant subi une température de maintien de 200°C
220_4L	Pièce de stratifié quatre plis ayant subi une température de maintien de 220°C
220_10L	Pièce de stratifié dix plis ayant subi une température de maintien de 220°C

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

A_O	Angle d'ouverture [°]
A_F	Angle de fermeture [°]
D	Diamètre des rouleaux [mm]
$D_{\text{hémisphère}}$	Diamètre hémisphère [mm]
d_x	Différence entre les demi-entraxes supérieur et inférieur [mm]
d_y	Hauteur entre l'entraxe supérieur et inférieur [mm]
H	Hauteur pièce [mm]
l_t	Entraxe entre les rouleau supérieurs [mm]
l_b	Entraxe entre les rouleaux inférieurs [mm]
M	Moment appliqué dans la zone de courbure [N.mm]
M_{\max}	Moment maximal appliqué dans la zone de courbure [N.mm]
$P(\text{MPa})_{\text{estampage}}$	Pression d'estampage [MPa]
$P(\text{MPa})_{\text{dispositif}}$	Pression appliquée par le dispositif de tension [MPa]
de tension	
$P(\text{MPa})_{\text{formage}}$	Pression de formage du stratifié [MPa]
P	Chargement appliqué [N]
P_{\max}	Chargement maximal appliqué [N]
R_{moule}	Rayon intérieur du moule [mm]
R_S	Rayon supérieur [mm]
R_I	Rayon inférieur [mm]
$T(\text{°C})_{\text{chauffe}}$	Température de chauffe du stratifié [°C]
$T(\text{°C})_{\text{estampage}}$	Température d'estampage de la plaque [°C]
$T(\text{°C})_{\text{maintien}}$	Température de maintien [°C]
T_g	Température de transition vitreuse [°C]
T_f	Température de fusion [°C]
t	Épaisseur moyenne du stratifié [mm]
$t(s)_{\text{maintien}}$	Temps de maintien [s]
$v(\text{mm/min})$	Vitesse de fermeture du moule [mm/min]
w	Largeur de l'échantillon [mm]

W_f	Fraction massique de fibre dans le stratifié[-]
ΔH_f	Chaleur de fusion du matériau [J/g]
ΔH_f^0	Chaleur de fusion si le matériau atteignait 100% de cristallinité [J/g]
φ	Angle entre les bras et l'horizontal [°]
θ_i	Angle initial entre les bras [°]
θ_L	Angle entre les bras [°]
χ_c	Degré de cristallinité [%]

INTRODUCTION

Pour répondre aux normes environnementales et économiques imposées ces deux dernières décennies, l'industrie automobile a développé des techniques de fabrication de pièces de structure et d'habillage en composite thermoplastique afin de réduire leur coût de production et augmenter leur implantation sur les véhicules grand public qui représentent un volume de production gigantesque. Par conséquent, le rendement énergétique a pu être amélioré en réduisant notamment le poids des véhicules tout en garantissant une plus grande sécurité à bord. Pour les mêmes raisons, mais dans un volume de production moindre, l'industrie aéronautique cherche à son tour à développer l'implantation de composants en composites thermoplastiques hautes performances. La capacité de ces composites à retrouver leur propriétés originales après avoir été chauffés puis refroidis offre de nouvelles voies de fabrication, d'assemblage (par soudage) et de revalorisation des composants. Ces matériaux, en plus d'offrir une grande ténacité, une bonne tolérance aux dommages et à l'environnement extérieur, ont un fort potentiel à être moulés de manière rapide et automatisée.

De nombreux procédés permettent la mise en forme de pièces en composite thermoplastique. L'hydroformage ou le moulage en autoclave utilisent tous deux une pression hydrostatique qui vient plaquer la pièce contre un moule rigide. Ils permettent la consolidation de pièces aux formes complexes, mais les membranes doivent rester flexibles à haute température tout en résistant à la pression. Pour conserver l'application d'une pression uniforme, l'emboutissage sur caoutchouc utilise une préforme de caoutchouc couplée à un moule rigide. Cependant un gradient de température important peut apparaître entre les deux surfaces extérieures dont une aura un moins bon fini. Afin d'éviter cela, le moulage en compression utilise deux moules rigides contrôlés en température afin de garantir une bonne consolidation du matériau. Pour tous ces procédés, hydroformage, autoclave ou moulage en compression, le produit de départ est un empilement de plis de composite thermoplastique non consolidés. Pour assurer une bonne consolidation du matériau, il faut chauffer les moules et le matériau au-dessus de la température de transition vitreuse ou de fusion et maintenir le matériau à cette température pendant un certain temps, sous une application de pression. Les

hautes températures requises et les temps de maintien font en sorte que les temps de mise en forme sont longs (bien que moins longs que pour les composites thermodurcissables qui doivent passer à travers un long cycle de réticulation). Afin de tirer pleinement avantage des thermoplastiques et de réduire le temps de mise en forme, l'industrie s'est tournée vers le procédé d'estampage. Ce procédé, qui utilise deux moules rigides, se démarque des autres en ce que le produit de départ consiste en des plaques de composite pré-consolidées. Malgré un coup d'outillage élevé, ce procédé offre des temps de mise en forme très courts avec un excellent fini de surface sur toute la pièce.

Le cycle d'estampage se déroule de la manière suivante. Une plaque pré-consolidée de composite thermoplastique est placée dans un four afin d'y être chauffée au-delà de sa température de fusion si c'est une matrice semi-cristalline ou de transition vitreuse si c'est une matrice amorphe. La pièce est ensuite rapidement transférée dans une presse avant qu'un moule métallique, préchauffé au delà de la température de transition vitreuse, se ferme. Après la fermeture complète du moule, une forte pression est appliquée et maintenue pendant un court instant. La pièce se stabilise alors à la température du moule qui est maintenue constante pendant toute la durée du cycle. La pièce est ensuite démoulée et refroidie à l'air l'ambiant. Les paramètres tels que la pression d'estampage, la température du moule, la température d'estampage et le temps de maintien sont cruciaux pour la qualité de la pièce.

Aux alentours de la température d'estampage, la matrice est dans un état visqueux permettant aux fibres qui sont inextensibles de glisser et pivoter entre elles pour s'accommoder à la géométrie de la pièce. Cependant les déformations ne sont pas sans limites et dépendent des paramètres de température et pression. La géométrie du moule a aussi une grande influence sur les mécanismes de déformation qui se produiront lors du formage. Dans une démarche de conception de pièce, il est possible de réaliser une analyse numérique de l'estampage afin de notamment prédire l'orientation des fibres en fonction de la géométrie du moule et des paramètres de fabrication. Cependant, c'est un processus nécessitant de nombreuses propriétés de matériaux, dont plusieurs propriétés à haute température. Ces propriétés sont obtenues expérimentalement, parfois difficilement et dans

tous les cas, à coût élevé. L'alternative consiste à aborder la conception de manière expérimentale en allant étape par étape, de géométries de moules simples vers la géométrie finale ciblée.

Le projet CRIAQ COMP-512 / GARDN BA5 dont cette recherche fait partie, a été mis en place afin d'étudier la faisabilité de fabriquer un encadrement de porte d'avion en composite Carbone/PPS par le procédé d'estampage (*Voir Figure 0-1*). Face au défi technique que représente la réalisation d'une telle pièce à double courbure, jusqu'à présent usinée dans un bloc d'aluminium réduit à 95% en copeaux, ce projet a été divisé en 3 phases. L'encadrement aura une section en S dont les parties droites font l'objet de la Phase 1. La Phase 2 portera sur la géométrie admissible du coin. Finalement, la réalisation finale aux cotes requises sera l'objet de la Phase 3. L'objet du travail qui va suivre est la réalisation de la Phase 1 tandis que seule l'initialisation de la Phase 2 sera abordée.

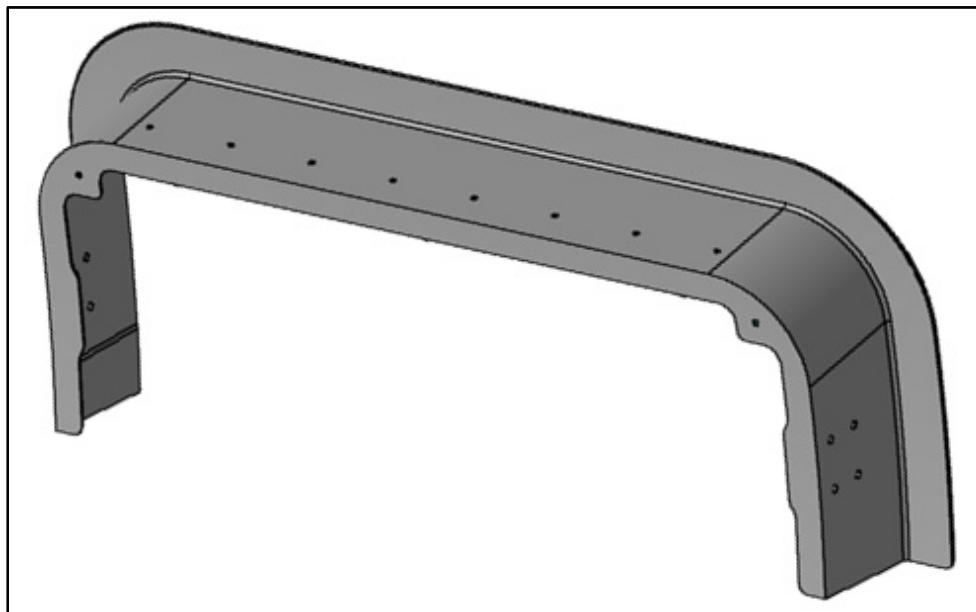


Figure 0-1 Partie haute d'un encadrement de porte

Au regard de la pièce actuelle, les raccords entre les surfaces se font à travers des petits congés afin de maximiser les surfaces d'appuis lors de l'assemblage. Cependant, la fabrication d'une telle pièce en composite impose des rayons de courbure sans quoi les fibres

risqueraient de se briser dès le formage. Les sollicitations mécaniques de cette section en S données par nos partenaires sont principalement de la flexion dans le sens de la courbure. La problématique est donc de savoir comment optimiser le comportement en flexion d'une pièce estampée de Carbone/PPS ayant une géométrie en S tout en maximisant les surfaces dans une optique d'intégration de la pièce sur un avion proche du design actuel. Cela revient plus généralement à trouver les effets de la zone de courbure sur la qualité d'une pièce estampée.

L'objectif principal de ce projet est donc de déterminer les effets des paramètres de mise en forme et du rayon de courbure d'un moule sur la qualité d'une pièce de Carbone/PPS fabriquée par estampage. Des objectifs spécifiques découlent de cet objectif principal :

1. Déterminer l'effet du rayon de courbure sur le comportement en flexion de la pièce estampée (CHAPITRE 3 Section 3.1 et 0).
2. Déterminer l'effet de la pression d'estampage sur les variations d'épaisseur, le taux de porosité et le comportement mécanique en flexion de la pièce (CHAPITRE 3 Section 3.1 et 0).
3. Analyser l'effet de la séquence d'empilement et de l'épaisseur du composite sur le comportement en flexion de la pièce estampée (CHAPITRE 3 Section 3.1 et 3.2)
4. Étudier l'effet des paramètres de maintien, c.-à-d. la température et le temps de maintien, sur les propriétés du Carbone/PPS (CHAPITRE 3 Section 3.3).

Dans l'optique d'initialiser la Phase 2 du projet, un dernier objectif sera :

5. Étudier la formabilité d'une pièce à double courbure avec une géométrie en coin (CHAPITRE 4).

De plus, ce mémoire s'intégrant dans le plus vaste projet CRIAQ COMP-512, les résultats trouvés serviront de base de données expérimentales qui seront comparées aux résultats des études de simulations d'estampage et d'analyse nodale de la flexion 4-points menées en parallèle.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Cette revue de littérature a pour objectif de faire un point global sur les différents domaines d'expertises qui permettront de répondre aux différents objectifs fixés. Cet exercice de synthèse commencera par définir ce que sont les composites thermoplastiques. Une deuxième section présentera les principaux procédés de fabrication qui s'offrent à ces matériaux. Une troisième section se concentrera sur l'estampage et plus particulièrement les mécanismes de déformation induits par le procédé, l'influence des paramètres de fabrication et le choix de la plaque estampée. Une dernière section s'intéressera à l'effet du rayon de courbure sur la qualité des pièces.

1.1 Les composites thermoplastiques

1.1.1 Les matrices thermodurcissables et thermoplastiques

Il existe deux catégories de polymère : les thermodurcissables et les thermoplastiques. Comme leur nom l'indique, les deux réagissent à la chaleur, cependant pas de la même façon. Cette partie se consacre uniquement aux matrices hautes performances telles que l'Époxy pour les matrices thermodurcissables et le PEEK, le PEKK et le PPS pour les matrices thermoplastiques.

Les matrices thermodurcissables ont l'avantage d'être liquides à température ambiante. Leur manipulation est alors plus facile notamment pour l'imprégnation des fibres et l'élimination des porosités. Parallèlement, la viscosité des matrices thermodurcissables est plus faible que celle des matrices thermoplastiques, utilisées dans leur intervalle de température de mise en forme, ce qui facilite d'autant plus leur manipulation. Une plus grande diversité de procédés de mise en forme s'offre aux composites thermodurcissables. On retrouve dans les procédés de mise en forme des composites thermodurcissables tous

ceux utilisés avec les composites thermoplastiques, dont les principaux sont présentés dans la section 1.2, ainsi que le procédé de moulage par infusion et ses variantes. Par conséquent, il est plus aisément de trouver un procédé adapté à la géométrie de la pièce et répondant aux attentes en termes de qualité et de coût.

Néanmoins, l'utilisation de matrices thermodurcissables pose de multiples inconvénients. Tout d'abord, l'entreposage des plis pré-imprégnés requiert d'être réalisé dans un endroit réfrigéré. De plus, les temps de cycle de mise en forme des différents procédés sont longs à cause de la réaction chimique irréversible du polymère. Un cycle autoclave utilisé pour la réalisation d'une pièce de composite thermodurcissable prend en moyenne cinq à six heures alors qu'il faut compter environ une heure pour un composite thermoplastique comme le Carbone/PPS. Enfin, depuis quelques années de plus en plus d'importance est accordée au recyclage des matériaux utilisés dans l'industrie, quel qu'en soit le domaine. Or, force est de constater que les composites thermodurcissables sont difficilement et très partiellement recyclables. Effectivement, la réticulation de la matrice est une réaction chimique irréversible et la rend non recyclable tandis que le recyclage de certaines fibres est envisageable par pyrolyse ou bien par digestion à l'acide.

Tout cela ne fait qu'augmenter l'intérêt porté aux matrices thermoplastiques qui rencontrent un succès grandissant depuis deux décennies. Les domaines d'applications se diversifient. En effet, après avoir été développés principalement pour l'industrie automobile, on retrouve désormais des matériaux composites thermoplastiques dans le domaine de l'aéronautique et du sport. Une des caractéristiques principales des matrices thermoplastiques est que lorsqu'elles sont chauffées, la matrice perd de la viscosité et devient déformable. Une fois refroidie, elle retrouve toute sa rigidité. C'est donc un matériau ayant la capacité à être mis en forme à plusieurs reprises. Cette propriété permet d'assembler des pièces faites de composites thermoplastiques par soudage, ce qui serait impossible avec les composites thermodurcissables (Dubé et al., 2007). Cette même propriété permet aussi d'envisager le recyclage du polymère ou du composite, chose qui était jusque-là inenvisageable avec les matrices thermodurcissables. Une pratique déjà existante est de découper en petits morceaux

une pièce hors d'usage faite de composite thermoplastique à fibre continue et de former une nouvelle pièce pour des applications plus basse performance avec les fibres courtes ainsi obtenues. Enfin, les matrices thermoplastiques hautes performances sont très tenaces (McCool et al., 2012). C'est une caractéristique particulièrement intéressante pour les composants aéronautiques étant sujets à des impacts.

En revanche, il faut aussi prendre en considération que l'utilisation de ce type de matrice soulève plusieurs inconvénients. Tout d'abord, elles présentent des difficultés liées à l'imprégnation des fibres à cause de leur viscosité qui reste supérieure à celle des matrices thermodurcissables (Aucher, 2009). De plus, les coûts de mise en œuvre sont souvent importants au niveau des infrastructures et outillage nécessaires (Four, presse, moules, etc.) Cependant, comme les temps de mise en forme sont courts, de l'ordre de 45 à 60 minutes pour le moulage en compression ou de 4 à 5 minutes pour l'estampage, les coûts de fabrication unitaire restent très intéressants pour des grandes séries de pièces. C'est pourquoi ils sont surtout utilisés dans l'automobile et leur implantation dans l'aéronautique se fait grâce à la standardisation de certaines pièces telles que des renforts ou des équerres de fixation.

1.1.2 Les matrices thermoplastiques amorphes et semi-cristallines

Il existe deux grandes familles de matrices thermoplastiques ; les matrices amorphes et les semi-cristallines. Dans la famille des matrices amorphes (*Voir Figure 1-1*), on retrouve notamment le PES (PolyEtherSulfone) et le PEI (PolyEtherImide). Ces matrices se caractérisent notamment par leur température de transition vitreuse (Tg) qui change d'un polymère à un autre. Aussi, elles se distinguent généralement par leur couleur translucide.

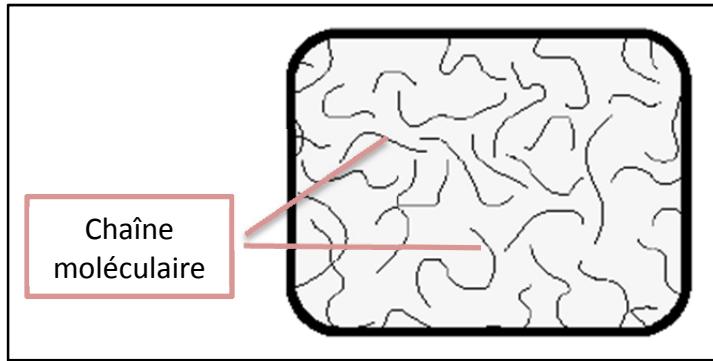


Figure 1-1 Structure d'une matrice thermoplastique amorphe

Dans la famille des matrices semi-cristallines (*Voir Figure 1-2*), on retrouve notamment le PP (Poly Propylène), le PEEK (Poly Ether Ether Ketone), le PPS (Poly Sulfure de Phénylène) et le PEKK (Poly Ether Ketone Ketone). Ces trois dernières sont des matrices dites hautes performances car elles disposent d'excellentes propriétés mécaniques. Le nom semi-cristallin s'explique par le fait que ces matrices possèdent des zones cristallines et des zones amorphes. Les zones cristallines regroupent des chaînes moléculaires alignées contrairement aux chaînes amorphes qui sont non organisées. On caractérise les matrices semi-cristallines par leur température de transition vitreuse (T_g), leur température de fusion (T_m) ainsi que leur taux de cristallinité. De surcroit, elles ont généralement une couleur opaque. Les polymères thermoplastiques semi-cristallins résistent généralement mieux aux solvants organiques que les polymères amorphes (Chang et Lees, 1988).

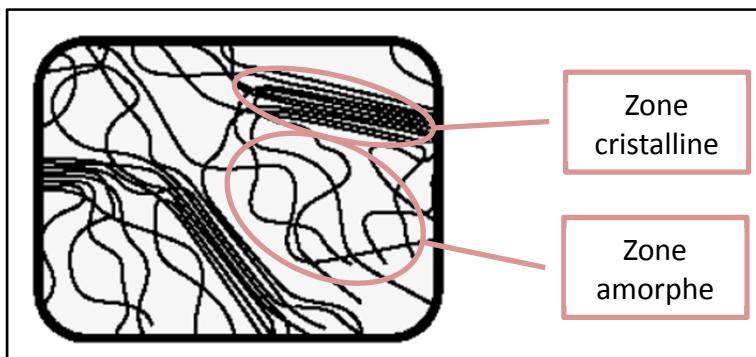


Figure 1-2 Structure d'une matrice thermoplastique semi-cristalline

1.2 Procédés de mise en forme des composites thermoplastiques

1.2.1 Moulage par compression

Le moulage par compression est un procédé courant pour la mise en forme des composites thermoplastiques. Usuellement un empilement de plis de composite est placé entre deux moules métalliques de forme plane ou quelconque (*Voir Figure 1-3*). Le moule, placé dans une presse chauffante, est fermé et chauffé au-delà de la température de transition vitreuse pour les matrices amorphes ou de fusion pour les semi-cristallins. Une fois la température de moulage atteinte une forte pression de moulage est appliquée durant tout le temps de maintien et jusqu'au refroidissement de l'ensemble. Une autre variante consiste à chauffer le stratifié dans un four et, lorsque la température désirée est atteinte, le stratifié est placé dans l'outillage lui aussi au-delà de la température de transition vitreuse ou de fusion selon la matrice utilisée (Hou, Ye et Mai, 1997a). Une forte pression est ensuite appliquée durant la consolidation et lors du refroidissement de la pièce.

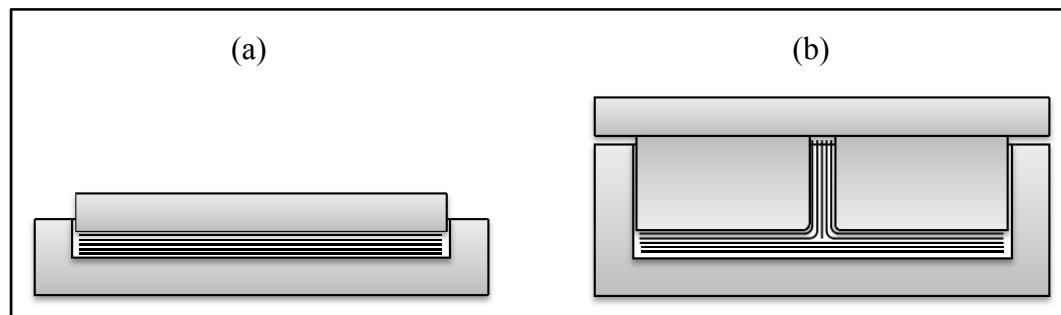


Figure 1-3 Moulage en compression d'une plaque (a) ou d'une géométrie quelconque (b)

L'intérêt de ce procédé réside dans sa simplicité et dans le fait qu'il fournit un bon contrôle des épaisseurs des pièces et un excellent fini de surface. Cependant, c'est un procédé lent qui peut durer près d'une heure, car la température atteinte par l'outillage est élevée et il doit ensuite être refroidi pour procéder au démoulage (Hou, Ye et Mai, 1997b).

1.2.2 Emboutissage sur caoutchouc

Ce procédé de mise en forme utilise de deux outils; un métallique et un en caoutchouc. Le moule métallique, qui est rigide, est usiné aux dimensions de la pièce tandis que le poinçon, qui lui est flexible, n'a pas forcément la forme exacte de celle-ci. En effet, la flexibilité du caoutchouc fera que le poinçon s'adaptera à la forme du moule métallique (*Voir Figure 1-4*). L'intérêt de ce procédé est qu'il fournit une distribution globalement homogène de la pression lors du moulage, car la pression appliquée par la presse est transférée dans toutes les directions par la nature incompressible du caoutchouc.

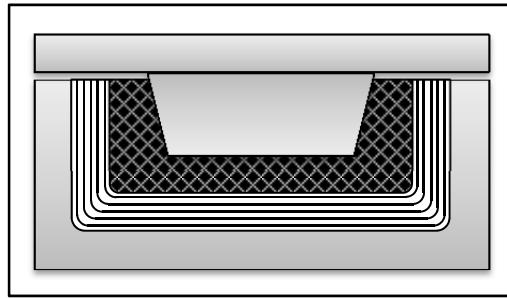


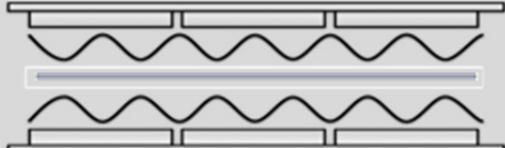
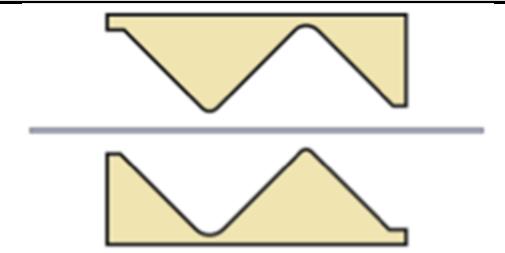
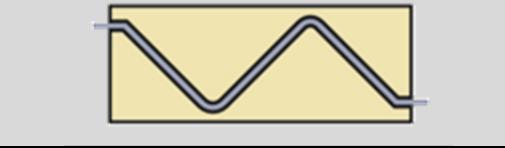
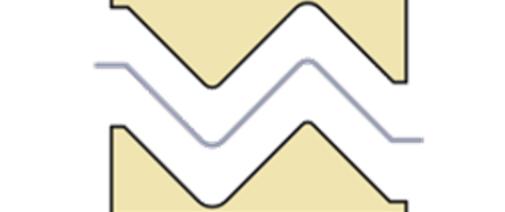
Figure 1-4 Schéma emboutissage
sur caoutchouc

Le mode opératoire est le suivant : Une plaque de composite thermoplastique pré-consolidée est préalablement chauffée dans un four au-delà de la température de transition vitreuse ou de fusion du polymère. La plaque est ensuite transférée sous la presse qui vient fermer les deux moules sous une pression d'emboutissage définie. Une fois la consolidation terminée et le refroidissement effectué, la pression est relâchée. Le choix de la matière de l'outil flexible (en polyuréthane ou en silicium) permet au montage de résister aux hautes températures nécessaires pour le polymère ainsi qu'un démoulage efficace.

1.2.3 Estampage

L'estampage est un procédé semblable à l'emboutissage sur caoutchouc mis à part que l'outillage est composé de deux moules rigides. Tel qu'illustré dans le Tableau 1-1 une plaque de composite pré-consolidée est placée dans un four et est portée à une température supérieure à la température de transition vitreuse ou de fusion du polymère. Une fois atteinte, la plaque est rapidement transférée (temps entre 3s et 5s) dans l'outillage préchauffé qui vient la mettre en forme grâce à la pression exercée par la presse. La température de l'outillage est choisie de sorte qu'il n'est pas nécessaire de le refroidir pour démouler la pièce. La Figure 1-5, montre un cycle thermique typique de l'estampage.

Tableau 1-1 Étapes clés du procédé d'estampage

Étape	Schéma
Chauffage du stratifié dans un four	
Transfert dans une presse et fermeture du moule	
Mise en pression et maintien	
Refroidissement et démoulage	

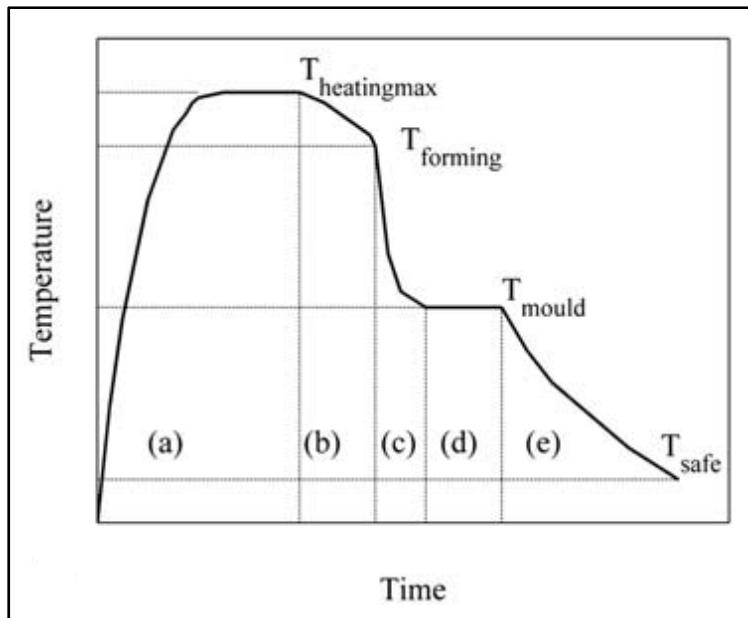


Figure 1-5 Évolution de la température du stratifié durant le procédé d'estampage ; (a) chauffage du stratifié, (b) transfert dans la presse, (c) fermeture du moule (d) maintien à la température du moule (e) démoulage et refroidissement à l'air ambiant (McCool et al., 2012)

L'intérêt de ce procédé est double. Tout d'abord, la capacité d'automatisation est importante. De plus, du fait que la température de l'outillage est constante durant tout le cycle, les temps de cycle peuvent être très courts. Malgré des coûts de mise en place du procédé et de l'outillage relativement élevés, c'est un procédé qui s'avère rapidement rentable lors de la réalisation de grands volumes de production.

1.2.4 Moulage en autoclave

Ce procédé permet la consolidation d'un empilement de plis pré-imprégnés en contrôlant la pression et la température au sein d'un autoclave qui consiste en un four pouvant être pressurisé (Fernández, Blas et Frövel, 2003). L'empilement des plis de composite se fait sur un moule rigide en métal ou en composite. Le tout est recouvert d'une membrane disposée de manière étanche sur le moule, à l'aide d'un joint d'étanchéité, dans le but de mettre le composite sous vide (*Voir Figure 1-6*).

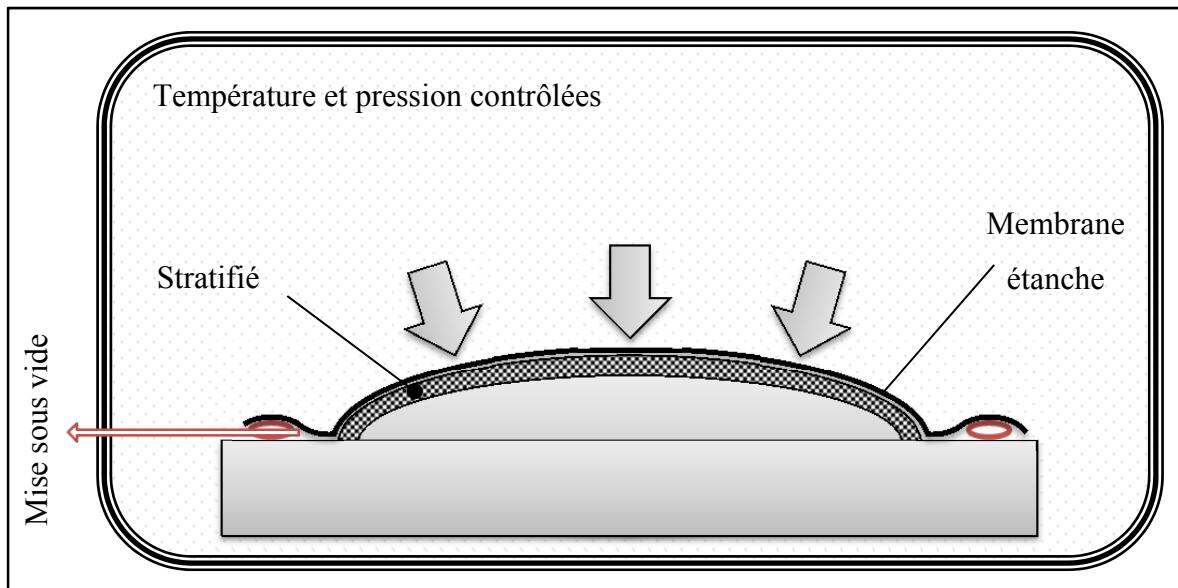


Figure 1-6 Moulage en autoclave

Les taux de chauffage et de refroidissement sont contrôlés afin de limiter les gradients de température et, si besoin, de contrôler la cristallinité de la pièce. Un palier de température permet la consolidation du composite, c.-à-d. l'imprégnation de la matrice sur la fibre et l'élimination des porosités. Ce procédé est propice pour les pièces ayant des géométries complexes. Cependant, il présente l'inconvénient d'avoir des cycles de réalisation longs et les installations coûtent cher à l'achat et à l'utilisation.

1.2.5 Hydroformage

L'hydroformage est un procédé utilisant une membrane flexible qui est disposée de manière étanche dans une enceinte fermée formant ainsi deux volumes. Un premier volume est occupé par un moule rigide contrôlé en température dont l'air emprisonné est évacué par un évent tandis que le deuxième se remplit d'huile sous pression venant appliquer une pression uniforme sur toute la surface du stratifié. La membrane doit être choisie de sorte qu'elle résiste à la température et à la pression de formage tout en restant déformable pour s'adapter à la forme complexe de la pièce (*Voir Figure 1-7*).

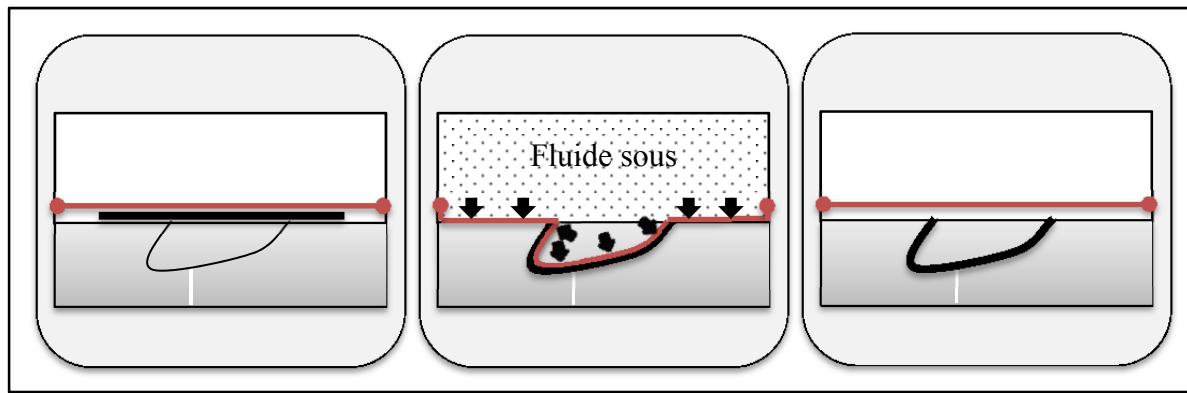


Figure 1-7 Hydroformage

L’application de ce procédé suit généralement le cycle suivant : un stratifié est chauffé dans un four externe à sa température de formage. Il est ensuite rapidement transféré dans l’enceinte entre le moule et la membrane. Un fluide hydraulique vient ensuite appliquer une forte pression sur la membrane qui vient former la pièce. Une fois le moule refroidi, la pression est retirée et la membrane retrouve sa forme originale. La pièce peut alors être extraite du moule.

1.2.6 Bilan des procédés

Il est possible de dresser un tableau récapitulatif des procédés présentés ici (*Voir Tableau 1-2*). Celui-ci se base sur les bilans proposés par Okine (1989) et Trudel-Boucher (2005).

Tableau 1-2 Bilan des procédés de thermoformage présentés

Procédés de thermoformage	Avantages	Inconvénients
Moulage en compression	<ul style="list-style-type: none"> Mise en forme et consolidation effectuée en une seule opération Pression élevée possible 	<ul style="list-style-type: none"> Temps de cycle long à cause du cycle thermique des moules
Emboutissage sur caoutchouc	<ul style="list-style-type: none"> Pression globalement uniforme Coût de l'outillage raisonnable (moins élevé que l'estampage) 	<ul style="list-style-type: none"> Faible durée de vie de l'outillage en caoutchouc Fini de surface médiocre du côté caoutchouc Risque de gradient de température à travers l'épaisseur
Estampage	<ul style="list-style-type: none"> Procédé rapide Pression élevée possible Bon fini de surface 	<ul style="list-style-type: none"> Risque de variation d'épaisseur si la fabrication des moules n'est pas rigoureuse Coût de l'outillage élevé
Moulage en autoclave	<ul style="list-style-type: none"> Mise en forme et consolidation effectuée en une seule opération Pièces de forme complexes Pièce unique ou petite série Pression uniforme 	<ul style="list-style-type: none"> Coût élevé de fonctionnement Temps de cycle long Risque de variation d'épaisseur
Hydroformage	<ul style="list-style-type: none"> Pièces de forme complexe Un seul moule à usiner Pression uniforme 	<ul style="list-style-type: none"> Risque de variation d'épaisseur si le choix de la membrane est incorrect Risque de déchirure de la membrane

1.3 L'estampage

Comme l'estampage est le procédé étudié dans ce mémoire, il convient de le définir plus en détails ici. La grande majorité des études récentes sur l'estampage de composites thermoplastiques s'attardent à développer des modèles numériques du procédé. Ces modèles permettent de prédire l'orientation de fibres de la pièce après le moulage, l'épaisseur de la pièce en tous points de même que, dans certains cas, le retour élastique du matériau après moulage. Étant donné que cet aspect numérique est pris en charge par un autre étudiant du projet CRIAQ COMP-512 / GARDN BA5, la présente revue de littérature ne fera pas mention de ces études numériques. Nous nous concentrerons plutôt ici sur les études expérimentales portant sur l'influence des paramètres de mise en forme et des mécanismes de déformation sur la qualité des pièces moulées.

Afin d'avoir une vue globale de ce qui a été étudié en estampage de composites thermoplastiques à fibres continues, un tableau récapitulatif a été dressé en ANNEXE I (p.117). On y retrouve la géométrie de moule utilisée, le matériau et les paramètres de l'étude. En complément, d'autres études de thermoformage sont incluses lorsqu'elles montraient des paramètres d'études pouvant aussi s'appliquer à l'estampage (Voir ANNEXE II, p.119).

1.3.1 Les mécanismes de déformation pendant l'estampage

Lors du thermoformage de composites, quatre mécanismes de déformation majeurs sont nécessaires pour conformer le matériau à la géométrie du moule tout en garantissant sa consolidation; la percolation, l'écoulement transversal, le glissement interlamininaire et le glissement et cisaillement intralamininaire.

1.3.1.1 La percolation

La percolation traduit l'écoulement de la matrice dans la direction perpendiculaire aux plis (*Voir Figure 1-8*). C'est le mécanisme qui permet de joindre entre eux les plis d'un stratifié (Barnes et Cogswell, 1989). Une zone riche en matrice est créée à l'interface entre les plis (Smiley et Pipes, 1988). Cet écoulement assure aussi l'évacuation de certains défauts tels que des porosités.

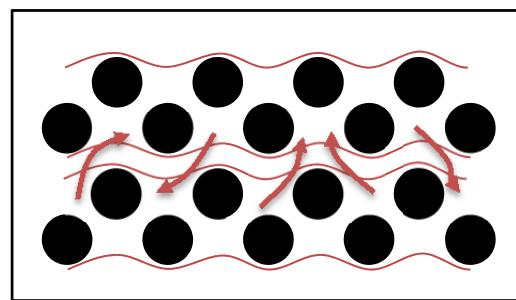


Figure 1-8 Percolation de la matrice entre deux plis de fibres imprégnées

1.3.1.2 Écoulement transversal

L'écoulement transversal intervient essentiellement lorsqu'une force normale est appliquée. Cela peut notamment se produire par l'intermédiaire d'une force entre deux moules. Il a été constaté que l'écoulement est plus facile dans la direction perpendiculaire aux fibres que dans la direction parallèle aux fibres (*Voir Figure 1-9*).

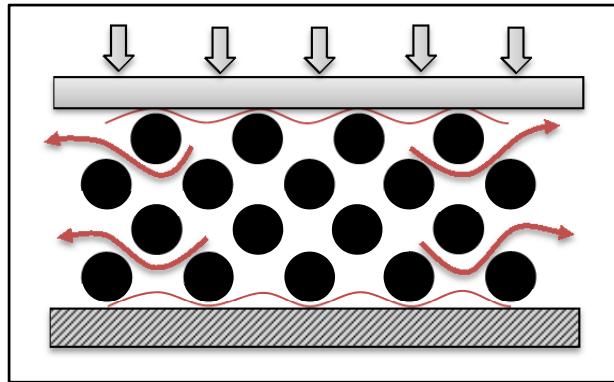


Figure 1-9 Écoulement transversal de la matrice à travers les fibres

Deux aspects majeurs sont à retenir concernant l'effet de l'écoulement transversal sur la qualité des pièces. D'un côté, il peut entraîner des variations d'épaisseur notamment lors de l'application d'une pression non-uniforme. D'un autre côté, il permet de faire disparaître certains défauts tels que les porosités ou les ondulations (Trudel-Boucher, 2005). Ces deux derniers points sont développés au paragraphe 1.4.5.

1.3.1.3 Glissement interlaminaire

Le glissement interlaminaire décrit les glissements entre les plis. On parle de glissement interlaminaire lorsqu'il y a translation d'un pli par rapport à un autre. S'il y a une rotation entre deux plis on parlera plus de rotation interlaminaire. Ces déplacements interviennent principalement lors de l'estampage de pièces à simple courbure. Il est possible de caractériser les efforts de glissement en réalisant des essais de friction (*Voir* Figure 1-10).

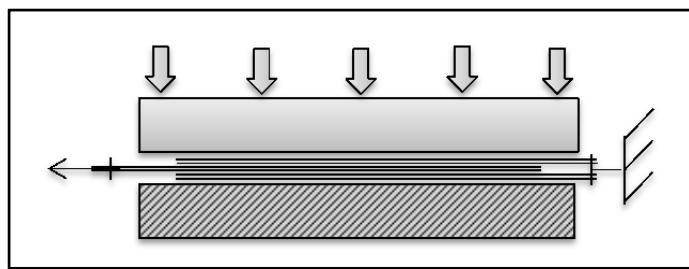


Figure 1-10 Essai de caractérisation du glissement interlaminaire

Lors de ce type de déformation, que l'on rencontre typiquement lors de la fabrication de pièces en S, en L ou bien encore en U, la friction entre les plis soumet les plis à de la compression à l'intérieur de la zone de courbure tandis que les plis extérieurs à la zone de courbure sont soumis à de la traction. Une étude de pliage d'une pièce chauffée localement de Marissen, Van Der Drift et Sterk (1997) permet de voir le résultat amplifié d'une telle déformation. En effet, dans le cas d'un pliage réalisé par chauffage local, les plis ne peuvent pas se déplacer les uns par rapport aux autres ce qui induit du flambement des fibres du côté en compression.

1.3.1.4 Cisaillement et glissement intralaminaire

Les fibres étant considérées, en principe, comme inextensibles font que la surface d'un pli de renfort tissé ne peut être augmentée. Pour se conformer à une géométrie de moule à double courbure, il est possible de diminuer leur surface par rotation des fibres autour des points d'entrelacement. Le cisaillement intralaminaire caractérise alors la réorientation angulaire de la trame par rapport à la chaîne (Prodromou et Chen, 1997). À noter que, par conservation du volume des fibres, l'épaisseur dans la zone de cisaillement augmente (Campbell et Cramer, 2008).

Par ailleurs, l'angle de blocage définit l'angle maximum de cisaillement du pli. Cet angle dépend du matériau utilisé; satin ou tissé, diamètre et espacement des fibres, etc., mais aussi de la friction entre les fibres. Si la déformation tend à dépasser l'angle de blocage alors

il y a flambage du pli. De plus, tel que décrit dans une étude de Hou (1997) dont la Figure 1-11 est extraite, lors de l'estampage de la plaque déconsolidée, les plis se retrouvent fortement soumis à de la traction due à la force appliquée par le moule pour mettre en forme la plaque tandis que la friction entre les fibres due au cisaillement intralaminaire crée de la compression dans la direction transverse. Si l'angle de blocage est atteint, alors il apparaît du foisonnement qui se traduit par une ondulation des plis.

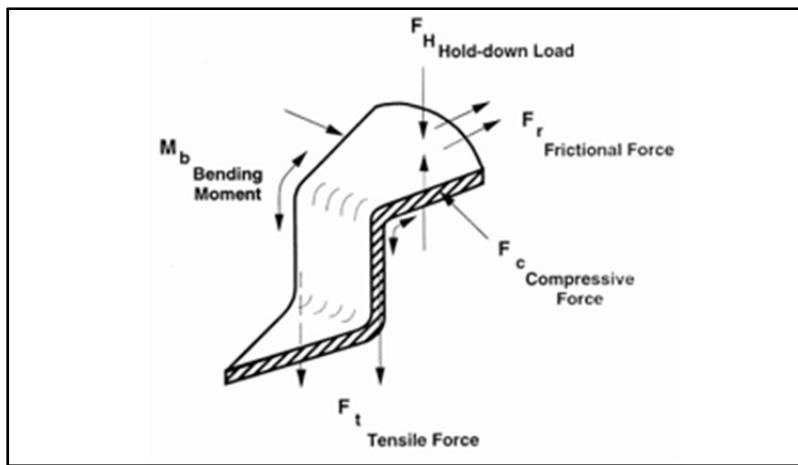


Figure 1-11 Effet de l'estampage d'une géométrie à double courbure sur la contrainte appliquée sur un pli (Hou, 1997).

Il est possible de caractériser le cisaillement intralaminaire et déterminer l'angle de blocage grâce à différents tests de cisaillement (*Voir Figure 1-12*). Ces tests peuvent être réalisés sur de la fibre sèche ou bien lorsque la matrice imprégnée dans les plis est à l'état visqueux. Le glissement intralaminaire traduit quant à lui le déplacement relatif des fibres dans un même pli.

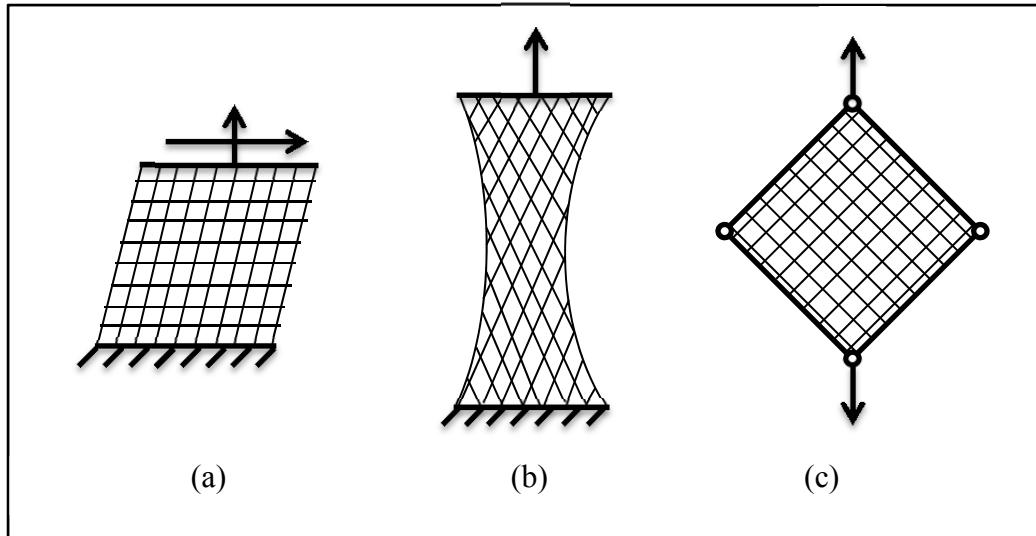


Figure 1-12 Test de caractérisation du cisaillement intralaminaire : (a) Rail Shear Stress, (b) Traction $\pm 45^\circ$ et (c) Cadre articulé

1.3.2 Influence des paramètres d'estampage

1.3.2.1 Température d'estampage

Une des caractéristiques des composites thermoplastiques est qu'une fois chauffée, la matrice se retrouve dans un état visqueux (*Voir Figure 1-13 Erreur ! Source du renvoi introuvable.*) rendant possible le déplacement des plis et des fibres. Le polymère joue alors le rôle de lubrifiant et limite la friction au sein du renfort fibreux (Robroek, 1993). Limiter la friction en augmentant la température d'estampage, c.-à-d. la température à laquelle la plaque sera chauffée avant d'être formée dans le moule, permet de réduire les contraintes de traction/compression liées au glissement inter et intralaminaire et au cisaillement intralaminaire ce qui tend notamment à augmenter les angles de blocage dans les limites du renfort (Robroek, 1993). La formabilité de la plaque à la géométrie désirée est alors accrue et on constate une diminution des contraintes résiduelles, du retour élastique et du flambement des fibres notamment au rayon intérieur des zones de courbure (Friedrich et Hou, 1998; Hou, Ye et Mai, 1997b; Hwang et Hwang, 2002; Salomi et al., 2008).

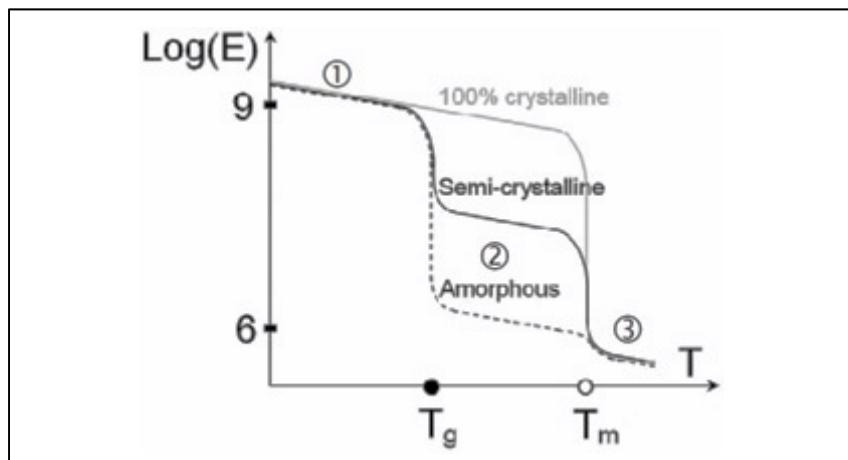


Figure 1-13 Influence de la température sur la rigidité d'une matrice amorphe et semi-cristalline : (1) État vitreux, (2) État caoutchouteux et (3) État visqueux (Aucher, 2009)

Néanmoins, si la température d'estampage est trop élevée, alors il y a des risques de régions dites « sèches ». Ces régions pauvres en résine sont la conséquence d'une viscosité trop faible qui favorise exagérément l'écoulement transversal. De plus, il a été observé que la viscosité de la matrice continue de diminuer au-delà de la température de transition vitreuse ou de fusion. Cependant, la température d'estampage ne doit pas dépasser la température de dégradation de la matrice indiquée par le fabricant au risque de dégrader ses propriétés mécaniques. À titre indicatif, voici quelques intervalles de valeurs de température d'estampage que l'on retrouve dans la littérature : 310-330°C pour le PPS, 380-400°C pour le PEEK et 170-200°C pour le PP (Dutta, Niemeyer et Cakmak, 1991; Harrison, Gomes et Curado-Correia, 2013; McCool et al., 2012; Trudel-Boucher et al., 2006). Ces valeurs sont à utiliser avec précaution car elles sont amenées à être adaptées en fonction de l'équipement, du renfort utilisé et de la géométrie de la pièce.

Inversement, si la température d'estampage utilisée est trop basse alors les glissements inter et intralaminaire deviennent difficiles et s'en suit un fort risque de rupture des fibres principalement dans les zones de courbure ou dans le plan (Friedrich et Hou, 1998; Hou et Friedrich, 1991b). La trop grande viscosité de la matrice peut aussi limiter la percolation ce qui augmente les risques de délamination entre les plis, limite l'élimination

des porosités et entraîne une baisse significative des propriétés mécaniques due à une mauvaise consolidation après mise en forme (Thomann et Ermanni, 2004; Wakeman, Blanchard et Månsen, 2005; Youssef et Denault, 1998).

Finalement, Trudel-Boucher et al. (2006) a mis en évidence l'existence d'un gradient de température à travers l'épaisseur du stratifié lors du chauffage. Il marque donc l'importance d'établir un temps de maintien dans le four suffisamment long pour assurer une température homogène à l'ensemble du stratifié et limiter les distorsions indésirables. Il est aussi possible de réduire ce gradient de température à l'aide de films disposés sur les faces extérieures du stratifié si le taux de chauffe est très grand (Dutta, Niemeyer et Cakmak, 1991).

1.3.2.2 Vitesse de fermeture

Précédemment il a été montré que la formabilité d'un stratifié dépend essentiellement de sa température. Or, lors d'un cycle d'estampage, le stratifié est transféré du four à la presse avant que celle-ci se ferme. Afin de limiter les pertes de chaleurs du stratifié, il est préférable de minimiser le temps de transfert et de fermeture du moule. Les temps de transfert étant généralement très court, de l'ordre de 2s, l'impact de la vitesse de fermeture est bien plus important sur la température du stratifié. En effet, avant qu'il y ait contact entre le stratifié et le moule, le refroidissement de celui-ci reste minime. Dès lors qu'un premier contact s'établit avec le stratifié, un second refroidissement beaucoup plus important opère. En effet, un fort gradient de température existe entre le stratifié qui est à la température d'estampage et l'outillage qui se trouve être bien en dessous de la température de transition vitreuse ou de fusion, selon qu'il s'agit respectivement une matrice amorphe ou semi-cristalline. C'est une des raisons pour laquelle le contrôle de la vitesse de fermeture est important car il permet de minimiser le temps de transfert de chaleur entre le stratifié et le moule ce qui permet de rester aux alentours de la température d'estampage durant toute la fermeture du moule (Trudel-Boucher et al., 2006). Aussi, une étude de Hou et Friedrich

(1991b) a permis de montrer qu'une relation entre la vitesse de fermeture du moule et la qualité des pièces existe.

Ainsi, si la vitesse de fermeture est trop lente, alors il y a un fort risque qu'autour des zones de contact entre le stratifié et l'outillage la température s'abaisse sous la température minimum de mise en forme du stratifié favorisant le glissement intra et interlamininaire. Conséquence de cela, la contrainte nécessaire au glissement devient supérieure à la contrainte de cisaillement interlamininaire et il y a risque de rupture des fibres (Hou et Friedrich, 1991b). De plus, dans cette même étude, il a été constaté que dans une zone de courbure, la contrainte de traction est maximale au rayon extérieur, or ce sont souvent les parties mâles de ces zones du moule qui entrent en premier en contact avec le stratifié. À l'inverse, à l'intérieur de la zone de courbure les fibres peuvent se trouver en compression avec un risque de flambement.

À contrario, si la vitesse de fermeture est trop élevée alors il est possible que la force de friction entre les plis et/ou entre les fibres soit trop importante. Dans ce cas, il y a un risque d'ondulation des fibres dans le plan car l'écoulement peut ne pas avoir eu le temps de s'effectuer correctement. Dans le même ordre d'idée, des contraintes résiduelles apparaissent pouvant causer des soucis de conformité géométrique de la pièce (Hou et Friedrich, 1991a). Il réside là aussi un fort risque d'endommagement des fibres qui se retrouvent soumises à des contraintes supérieures aux contraintes maximales admissibles par les fibres (Hou et Friedrich, 1991b). Pour finir, si la viscosité de la matrice se trouve insuffisante par rapport à la vitesse de fermeture alors l'angle de blocage augmente et des problèmes de détérioration des fibres ou de conformité géométrique apparaissent (Mohammed, Lekakou et Bader, 2000).

En fin de compte, une vitesse de fermeture lente réduira les forces visqueuses intra et interlaminaires tant que la zone déformée ne se retrouve pas en dessous de la température minimum de mise en forme. De plus, elle contribuera à une meilleure formabilité ainsi qu'à une restriction des effets de foisonnement (De Luca, Lefébure et Pickett, 1998).

1.3.2.3 Tension ou pression sur le stratifié

Le thermoformage de pièces à double courbure fait apparaître le risque qu'il y ait du foisonnement. Tel que défini dans la section 1.3.1.4, ce phénomène est la combinaison d'effets de traction et de compression appliqués dans les zones de cisaillement intralaminaire (*Voir* Figure 1-11). Malgré que de nombreuses études traitent du problème du foisonnement, « fiber wrinkle » en anglais, la prédiction de ce phénomène reste une science complexe car de nombreux paramètres sont à considérer : température d'estampage, pression d'estampage, vitesse de fermeture, etc. Une solution est d'appliquer une tension supplémentaire sur le stratifié afin de forcer le glissement des fibres entre elles. Un effort de traction et de cisaillement dans le plan est ainsi créé permettant de repousser l'angle de blocage et ainsi limiter les effets du foisonnement (De Luca, Lefébure et Pickett, 1998). Pour un fonctionnement optimum, les tensions doivent appliquées dans les directions à $\pm 45^\circ$ par rapport aux fibres (Breuer et Neitzel, 1996; Hou et Friedrich, 1994).

La tension peut être appliquée sur le stratifié à l'aide de multiples ressorts ou vérins fixés sur un cadre et venant exercer un effort de traction ponctuelle sur le stratifié (*Voir* Figure 1-14 (a)). Ce même cadre peut aussi servir au transfert du stratifié qui, généralement, est pincé dans des mors métalliques. Il peut aussi être pressé entre deux rouleaux (Breuer et al., 1996). La tension peut aussi être appliquée localement ou « par coin » ce qui a pour avantage d'avoir la possibilité d'appliquer différentes tensions à des endroits spécifiques de la plaque (*Voir* Figure 1-14 (b)). Cependant le réglage des tensions appliquées est complexe et l'outillage n'est pas toujours modulable car les attaches peuvent avoir leur propre système de guidage (Breuer et Neitzel, 1997; Burkhart et Cramer, 2005)

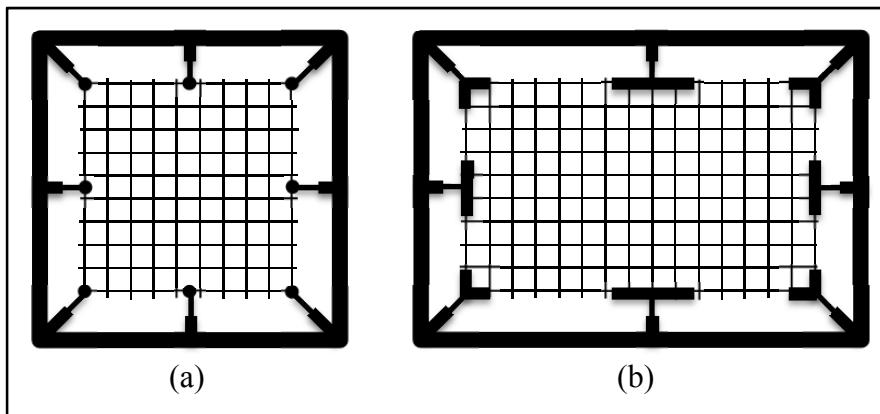


Figure 1-14 Mise en tension du stratifié par traction (a) autour d'un cadre (b) localement ou « par coin ».

Un autre moyen d'ajouter une tension dans le stratifié est d'exercer une pression directement sur le dispositif indépendant du moule (*Voir Figure 1-15*). Des systèmes de ressorts ou de vérins pneumatiques sont utilisés et sont dimensionnés de sorte que la fermeture de la presse les comprime avant qu'il y ait contact entre le piston et le stratifié. La pression peut être exercée « par segments » ou bien sur tout le périmètre du moule (Lee et al., 2007; Wakeman, Blanchard et Månsen, 2005). En revanche, ce système a l'inconvénient de refroidir le stratifié rapidement au contact du dispositif car celui-ci n'est généralement pas chauffé avec la plaque (Nowacki et Neitzel, 2000). De plus, la force appliquée ne doit pas être supérieure à la résistance des fibres pour ne pas risquer de les endommager.

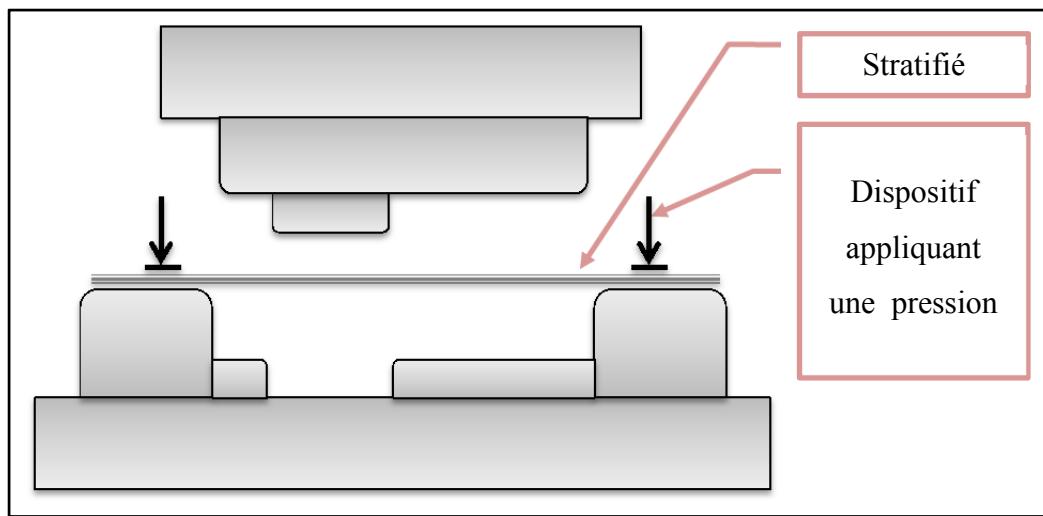


Figure 1-15 Mise en tension du stratifié par pression

1.3.2.4 Pression d'estampage

La pression imposée par le piston sur le moule joue un rôle important dans la consolidation du composite et la conformité de la pièce. Avant toute chose, il est important de préciser si la force d'estampage résulte du produit de la pression d'estampage par la surface projetée de la pièce ou du produit de la pression d'estampage par la surface de contact entre la pièce et l'outillage. Lors de la fabrication de pièces planes ou avec très peu de relief il est implicite que l'utilisation de la surface projetée pour déterminer la pression sur la pièce est une excellente approximation. En revanche, lorsque la pièce moulée comporte des plans inclinés ou des courbures importantes il est fondamental de préciser quelle surface est utilisée. L'utilisation de la surface projetée est un moyen très rapide d'exprimer la pression d'estampage mais pour autant deux géométries à surface projetée identique ne requerront pas forcément la même pression d'estampage pour obtenir la même qualité de pièce.

Ceci étant précisé, il a été constaté que plus la pression d'estampage est élevée, plus on favorise l'élimination des porosités au sein du stratifié (Wakeman, Blanchard et Månson, 2005). Cependant, si la pression est trop élevée on assiste à une migration de la résine vers

l'extérieur (Hou et Friedrich, 1991b; Hou, Friedrich et Scherer, 1994). Ceci s'explique en grande partie à cause d'un excès de l'écoulement transversal et d'une percolation excessive de la résine (Cabrera et al., 2008). De plus, une diminution d'angle des pièces est observable accompagnée d'ondulation des fibres dans la région d'angle à 90°. À ceci s'ajoute une diminution potentielle d'épaisseur due à l'écoulement de la matrice et au mouvement des fibres vers des régions de pression moins élevée (Hou, 1997; Hou et Friedrich, 1991a; 1991b; Monaghan et al., 1990). Il y a alors un fort risque de se retrouver localement en dessous de l'épaisseur nominale définie par l'outillage. Enfin, une pression trop importante va venir affecter l'angle de blocage car l'angle maximal de cisaillement se trouve diminué à cause de la friction plus importante (Robroek, 1993).

À l'inverse, si la pression d'estampage s'avère être trop faible alors la pièce a de fortes chances de se retrouver avec un taux de porosité élevé et des risques de délamination (Breuer et Neitzel, 1996). De plus, des variations d'épaisseur sont observables car l'épaisseur nominale définie par le moule n'est pas atteinte (Breuer et Neitzel, 1996).

1.3.2.5 Température de maintien

Tel que présenté dans la section 1.2, bon nombre de procédés de thermoformage, tel que le moulage en compression, nécessitent que le moule soit chauffé puis maintenu à température avant d'être refroidi à chaque cycle de fabrication. Afin de considérablement réduire les temps de cycle, le procédé d'estampage garde une température du moule constante pendant tout le cycle de production ; c'est la température dite de maintien. On parle alors de thermoformage « non-isotherme ». C'est-à-dire que la température du stratifié n'est pas égale à celle du moule à chaque instant et un gradient de température apparaît dans le stratifié lors de la phase de fermeture des moules.

Tout compte fait, la température de maintien va être choisie afin de réduire au maximum l'écart de température entre le stratifié et celui-ci. Ainsi, le taux de refroidissement diminue lors du contact entre le stratifié et le moule (Wakeman et al., 1998). Le gradient de

température sur l'épaisseur du stratifié est alors aussi réduit. Conséquence, plus la température de maintien est élevée, plus les contraintes résiduelles dans la pièce sont potentiellement réduites. De plus, cela permet d'augmenter le temps disponible pour la mise en forme du stratifié avant que la matrice soit trop visqueuse pour permettre le déplacement des fibres (Breuer et Neitzel, 1996; Hou et al., 1998). De surcroit, une étude de Dutta, Niemeyer et Cakmak (1991) a permis de montrer qu'une augmentation de la température de maintien réduit de manière significative le retour élastique sur des pièces à simple courbure. L'imprégnation des fibres est aussi améliorée car l'écoulement transversal et la percolation sont favorisés (Wakeman, Blanchard et Månsen, 2005). Enfin, la pression d'estampage peut être diminuée. On limite alors les contraintes interlaminaires (Wakeman, Blanchard et Månsen, 2005).

En fin de compte, il est important de comprendre et de contrôler la présence de ces contraintes résiduelles afin d'optimiser les performances structurelles du composite. (Youssef et Denault, 1998). De plus, il faut veiller à l'impact du refroidissement sur la conformité géométrique et la stabilité dimensionnelle de la pièce (Youssef et Denault, 1998).

1.3.2.6 Temps de maintien

Le temps de maintien est le temps pendant lequel la pression est appliquée avant démoulage ou avant le début du refroidissement du moule. En effet la pression doit être appliquée suffisamment longtemps pour permettre une bonne imprégnation des fibres, une réduction du taux de porosité ainsi qu'un transfert de chaleur total (Wakeman et al., 1998).

Lors de l'utilisation de composites thermoplastiques semi-cristallins en estampage, le temps de maintien va permettre de favoriser la cristallisation du matériau. En effet, la température du moule étant bien inférieure à celle d'estampage, la température du stratifié refroidit brutalement à la température de maintien lorsqu'il se ferme sans laisser le temps aux cristaux de se former. On utilise alors le temps de maintien afin de laisser le temps aux cristaux de se former. On parle alors de cristallisation isotherme. En effet, si la température

de maintien est choisie de sorte que le polymère est à l'intérieur de sa fenêtre de cristallisation, alors un long temps de maintien permettra d'augmenter le taux de cristallinité de celui-ci (Nohara et al., 2006).

1.3.3 Géométrie et nature de la plaque

Il a été montré que la forme et la dimension des plaques ont une influence sur la qualité des pièces estampées. Il en ressort qu'une diminution de la taille des plaques permet de réduire le foisonnement. En effet, les parties du stratifié qui se retrouvent à l'extérieur du moule sont néfastes pour la formabilité du stratifié une fois refroidies sous la température de transition vitreuse ou de fusion (Hou, 1996; Hou et Friedrich, 1994). Dans une introduction réalisée par des membres d'EADS sur le potentiel que représentent les thermoplastiques dans le domaine aéronautique, Díaz et Rubio (2003) y montrent des pièces de renfort, des nervures ou des bords d'attaque présentant des encoches. Ces encoches stratégiquement faites avant le formage des pièces, permettent de libérer des contraintes et ainsi supprimer les zones de foisonnement. Des coins à double courbure sont transformés en deux zones à simple courbure ou double courbure avec un très grand rayon. Cette solution a été approfondie dans une étude de Burkhart et Cramer (2005) qui vise à réduire le foisonnement et les pertes de matière en ajourant la plaque ou en faisant des entailles. Ils parlent de réduction des pertes matières de l'ordre de 50 à 60% pour la géométrie présentée Campbell et Cramer (2008).

L'amélioration de la qualité d'une pièce peut aussi passer par une adaptation de la séquence d'empilement qui s'avère avoir une influence très importante sur l'apparition du phénomène de foisonnement (De Luca, Lefébure et Pickett, 1998; Harrison, Gomes et Curado-Correia, 2013). Il a été constaté que la multiplication du nombre d'orientations de plis dans un stratifié, augmente ses chances de foisonner pour une même vitesse de déformation (Monaghan et al., 1990). En effet, lors de la déformation d'un stratifié de plis unidirectionnels, la rigidité de déformation d'une séquence d'empilement quasi-isotrope est deux fois et demie plus grande que celle d'une séquence unidirectionnel et un tiers plus grande pour une séquence orthotrope (Monaghan et al., 1990). En revanche, une étude de

Friedrich et Hou (1998) a permis de montrer qu'une séquence d'empilement favorisant les plis dans l'axe du cylindre entraîne plus de variation d'épaisseur à pression de formage constante qu'une séquence favorisant des plis dans la direction orthogonale à une courbure simple. Enfin, un stratifié avec un nombre de plis plus important va nécessiter un temps de chauffe plus long afin d'assurer une excellente homogénéité de température dans l'ensemble du stratifié et sur toute son épaisseur (Dutta, Niemeyer et Cakmak, 1991). Cependant, cela permet de réduire le phénomène de foisonnement car l'inertie thermique de ce dernier augmente avec l'épaisseur et le stratifié restera plus longtemps proche de la température d'estampage ce qui permet d'augmenter les angles de blocage (Wang et al., 2012). Du coup, un stratifié mince nécessitera une température d'estampage plus élevée qu'un stratifié épais car il va refroidir plus vite.

Pour finir, l'utilisation de plaques pré-consolidées ne permet pas uniquement d'obtenir des temps de cycles courts. Dans le but de réduire la dépense énergétique que représente la pré-consolidation de la plaque, Trudel-Boucher et al. (2006) ont mené une étude qualitative sur une pièce à double courbure estampée à partir d'un empilement de plis non consolidés par rapport à l'obtention de cette même pièce obtenue à partir d'une plaque pré-consolidée. Il en ressort que l'utilisation d'une plaque pré-consolidée permet de réduire significativement le taux de porosité au sein de la pièce et donc d'augmenter ses performances mécaniques. De fait, si le taux de porosité dans la plaque est très faible, alors cela favorise un faible taux de porosité dans la pièce après déformations du stratifié. Cela permet alors de focaliser les paramètres de fabrication sur l'obtention d'une pièce géométriquement correcte sans avoir à trop se soucier de la bonne consolidation de celle-ci.

1.4 Effet du rayon

- Ce qui a été fait avec les thermoplastiques :

La maîtrise du procédé d'estampage pour la fabrication de pièce en L ou en S est un atout pour le domaine aéronautique qui cherche à réduire les coûts de production de ses pièces. Les géométries en L se rapprochent par exemple de la géométrie d'un raidisseur et les

pièces en S servent de support dans les ailes ou les planchers. Il est donc important de connaître l'impact du rayon de courbure sur la qualité des pièces.

Une étude de Hou, Friedrich et Scherer (1994) a permis de montrer qu'une augmentation du rayon intérieur du moule à épaisseur de stratifié constante, permet de diminuer l'effet du retour élastique. De plus, une augmentation de l'épaisseur du stratifié à rayon intérieur d'outil constant permet aussi de réduire l'effet du retour élastique. Ces résultats ont été obtenus avec un stratifié de PEI renforcé de fibres de verre. D'autres tests réalisés avec des stratifiés de PP, PA12 et PEEK renforcés de fibres unidirectionnelles de carbone ont montré que l'utilisation d'une matrice haute performance, ici le PEEK, donnait des pièces avec de faibles retours élastiques et variations d'épaisseur.

La majorité des études traitant le sujet utilisent des pièces à angle droit. Cependant, une étude de Chih-Min et al. (2013) a montré que dans le cas de l'estampage d'une pièce à simple courbure, réaliser un angle de 120° ou 90° n'influençait pas la résistance mécanique des parties planes malgré le glissement interlaminair subit. Celles-ci ont été testées par un test de flexion Short-Beam. Il a en revanche été observé que la contrainte maximale de cisaillement dans la région plane dépend essentiellement de la température du moule et de la température du stratifié plutôt que de l'angle formé par la pièce.

Enfin, dans une étude de Burkhardt et Cramer (2005) portant sur une pièce à double courbure, il a été noté qu'en présence d'un large rayon de courbure, la résistance au cisaillement et la résistance à la traction du stratifié sont les mêmes sur la plaque avant formage et sur l'hémisphère ainsi formée.

Les conclusions précédentes semblent être valables quel que soit le procédé de thermoformage. C'est en tout cas ce qu'une étude de Salomi et al. (2008) tend à prouver en montrant que par moulage en autoclave, une augmentation du rayon de courbure tend à réduire le retour élastique subit par une pièce en U.

- Ce qui a été fait sur les thermodurcissables :

La faiblesse des raidisseurs se trouve dans le rayon car la contrainte à travers l'épaisseur peut s'avérer excessive et entraîner la délamination du composite. Tandis que les composites offrent généralement une très grande résistance et raideur dans le plan, ils ne s'avèrent pas toujours très performants lorsqu'ils sont soumis à des contraintes interlaminaires.

Deux études, résumées dans le tableau ci-dessous, ont été utilisées dans cette section (*Voir Tableau 1-3*). Ces deux études utilisent un composite Époxy/Carbone pour analyser l'effet du rayon intérieur du moule sur une géométrie en L. Les ratios entre le rayon intérieur de l'outil et l'épaisseur du stratifié utilisés sont représentés sur la Figure 1-16. Le procédé de fabrication commun aux deux études est le moulage sous vide en autoclave.

Tableau 1-3 Bilan des études sur l'effet du rayon utilisant des matrices thermodurcissables

Références / Matériaux	Paramètres étudiés
(Avalon et Donaldson, 2011) / Époxy/Carbone (5HS)	8 et 16 plis (Ép. = 2,85 et 5,69 mm) $R_{moule} = 3,175$ et 6,35 mm Avec ou sans nano fibres
(Hao et al., 2012) / Époxy/Carbone (UD)	20, 40 et 60 plis (resp. Ép. = 3,8, 7,6 et 11,4 mm) $R_{moule} = 3,04$, 3,8 et 5,7 mm pour le 20 plis $R_{moule} = 6,08$, 7,6 et 11,4 mm pour le 40 plis $R_{moule} = 9,12$, 11,4 et 17,1 mm pour le 60 plis

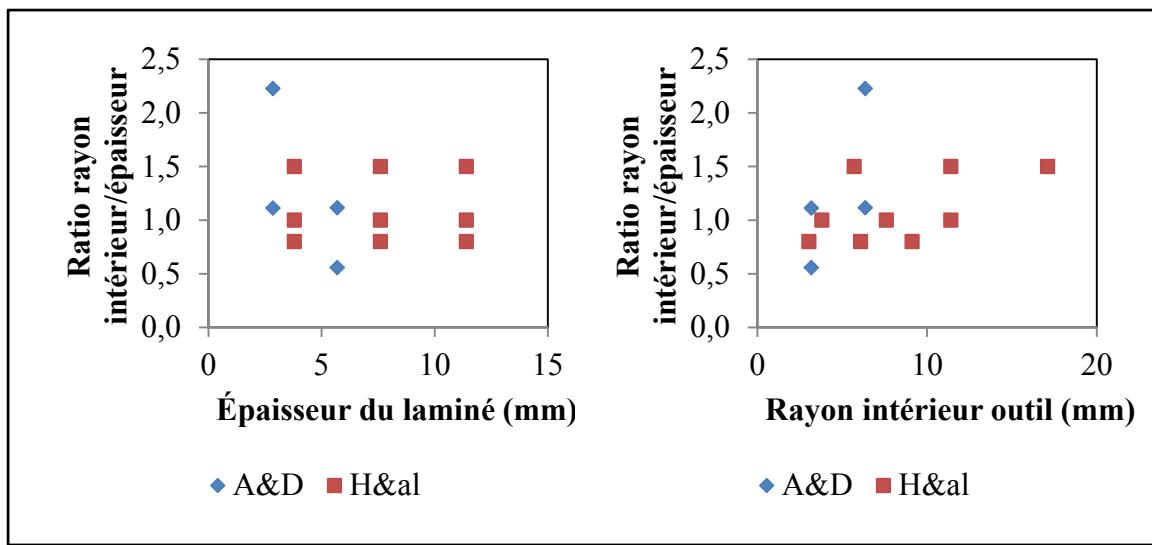


Figure 1-16 Ratio rayon intérieur moule/épaisseur du stratifié dans les études de Avalon et Donaldson (2011) (A&D) et Hao et al. (2012) (H&al)

Les échantillons ont été découpés à partir des pièces en L selon les dimensions données par la norme ASTM D6415 (American Society for Testing and Materials International, 1999). Cette norme d'essai de flexion 4-points permet de déterminer la force de rupture dans une poutre courbée, appelée CBS (Curved Beam Strength), qui permet de caractériser la résistance en flexion d'une pièce à 90° ayant un rayon de courbure en son coin.

Voici ce qui a été observé pour les deux études :

- Les deux études montrent qu'une augmentation du rayon intérieur à épaisseur de stratifié constante augmente le CBS. Cependant, dans l'étude d'Avalon et Donaldson (2011), le gain en résistance d'un rayon à l'autre à épaisseur constante et pour les deux épaisseurs de stratifiés est plus significatif que dans l'étude d'Hao et al. (2012). Dans la première étude il est question d'un gain de 65% et 80% pour respectivement le stratifié le plus mince et le stratifié le plus épais contre un gain de 27% dans la seconde étude pour les trois épaisseurs de stratifié.

- De même, les deux études montrent qu'une augmentation de l'épaisseur du stratifié à rayon intérieur constant augmente le CBS. L'étude d'Avalon et Donaldson (2011) affiche un gain de 95% et 130% pour respectivement les rayons de 3,2 mm et 6,4 mm et celle d'Hao et al. (2012) affiche un gain de 75% et 30% pour respectivement les rayons d'environ 6 mm et 11,4 mm. Seules deux paires de rayons sont comparables sur les neuf rayons utilisés dans l'étude.
- Pour les deux études, lorsque le ratio rayon sur épaisseur est constant, le CBS augmente à épaisseur croissante. Pour un ratio aux alentours de 1, le gain en performance est d'environ 250-270%. De plus, la pente du chargement augmente ce qui traduit une augmentation de la raideur lorsque l'épaisseur augmente. Cette augmentation est aussi visible lorsque le rayon de l'outil augmente à épaisseur constante. (Avalon et Donaldson, 2011; Hao et al., 2012)
- La contrainte maximale de décollement dans la zone de courbure pour le stratifié Carbone/Époxy (5-HS) est indépendante du rayon et de l'épaisseur. Sa valeur est d'en moyenne 30-32 MPa. Pour le stratifié Époxy/Carbone UD, quel que soit le ratio, la contrainte décroît linéairement pour des valeurs croissantes de l'épaisseur. Pour le ratio de 1,5, la contrainte passe de 8 MPa à 5 MPa contre 7 MPa à 4 MPa pour le ratio de 0,8.

Ainsi, ces deux travaux ont montré qu'il existe une relation entre le rayon de courbure, l'épaisseur du stratifié et la résistance à la flexion d'une pièce en L. Les valeurs des résultats restent cependant difficilement comparables car le renfort utilisé n'est pas le même et les ratios et épaisseurs sont, à l'échelle de ces études, trop éloignés tel qu'illustre sur la Figure 1-16. En effet, l'un utilise des plis unidirectionnels tandis que l'autre utilise un renfort tissé 5-HS (Harness Satin). Cependant, on peut retenir que l'épaisseur semble avoir une plus grande influence sur la résistance que le rayon intérieur. Mais aussi, qu'une augmentation du rayon intérieur du moule ou de l'épaisseur du stratifié augmente la raideur de la zone de courbure.

Concernant le faciès de rupture dans le rayon, de multiples fissures apparaissent aux environs de la zone de contrainte maximale à travers l'épaisseur. (Avalon et Donaldson, 2011; Hao et al., 2012). Plus l'épaisseur du stratifié augmente, plus le nombre de fissures diminue. On passe d'une multitude de fissures pour le stratifié mince contre une simple pour le plus épais. Lors de la rupture du stratifié mince les fissures apparaissent toutes ensembles tandis que sur les stratifiés plus épais, une première fissure apparaît avant que d'autres viennent à leur tour apparaître tel que cela est illustré sur la Figure 1-17 (Hao et al., 2012).

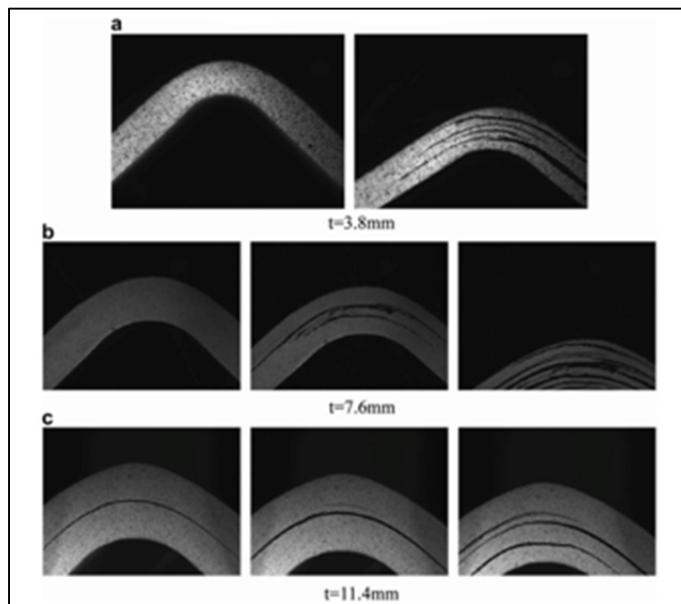


Figure 1-17 Effet de l'épaisseur dans le rayon
sur la rupture et la propagation des fissures
(Hao et al., 2012)

Deux mécanismes de délamination du stratifié dans la zone de courbure ont été identifiés :

- Fissuration transversale de la matrice à cause de la contrainte de cisaillement induit par le moment de flexion.
- Délamination du composite due à la contrainte normale à travers l'épaisseur dans la zone de courbure.

Comme illustré sur la Figure 1-17, la localisation de la contrainte maximale se déplace du rayon moyen vers le rayon intérieur à mesure que l'épaisseur du stratifié augmente pour un même rayon intérieur (Avalon et Donaldson, 2011).

Enfin, dans l'étude utilisant des plis unidirectionnels, il a été remarqué que toutes les fissures semblent apparaître surtout dans des plis à $(0^\circ, 0^\circ)$ (Hao et al., 2012). Une étude de Borg, Nilsson et Simonsson (2004) a montré que la ténacité d'une interface $(0^\circ, 90^\circ)$ est quatre fois plus grande que celle d'une interface $(0^\circ, 0^\circ)$ et la ténacité d'une interface $(45^\circ, 45^\circ)$ est deux fois plus grande que celle d'une interface $(0^\circ, 0^\circ)$. Les taux de restitution d'énergie critique pour une orientation locale des fibres $(0^\circ, 0^\circ)$ sont plus petits que pour les autres interfaces d'orientation, de sorte que le démarrage du délaminate et sa propagation se fait sur l'interface d'orientation $(0^\circ, 0^\circ)$.

1.4.1 Caractérisation du rayon

Dans les diverses études développées précédemment, la caractérisation des pièces présentant une ou plusieurs courbures a été réalisée à travers trois types d'essais.

La flexion trois points est un essai facile à mettre en place car c'est un essai qui requiert des échantillons de taille modérée, de petites et grandes épaisseurs. Dans l'étude de moulage par compression de Hou, Ye et Mai (1997a) utilisant une géométrie en U, cet essai permet de caractériser le fond et les bords du U. Cependant, aucun essai n'a été réalisé dans la zone de courbure. Il en est de même dans l'étude d'estampage de Trudel-Boucher et al. (2006) qui caractérise l'effet d'une partie oblique sur sa tenue mécanique par rapport au fond. Ces deux dernières montrent la difficulté de tester une pièce présentant une petite courbure à cause de l'instabilité du rouleau de chargement sur la zone courbée. Un solution de montage a été proposé dans une étude de Hwang et Hwang (2002). Le montage utilisé et illustré sur la Figure 1-18 a permis de caractériser une pièce en L avec un rayon de 5 mm pour une épaisseur de 0,6 mm. Un des défauts majeurs de la flexion trois points est qu'il induit un

effort tranchant, en plus du moment de flexion, dans la zone de rupture. Cet effort tranchant peut être à l'origine de la rupture ou bien favoriser une rupture précoce de l'échantillon.

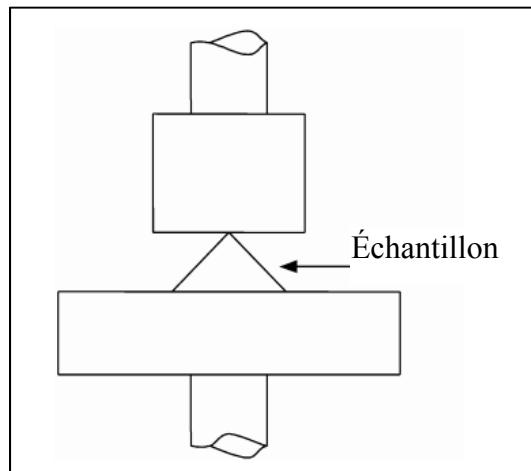


Figure 1-18 Montage de flexion trois points (Hwang et Hwang, 2002)

Afin de pallier à ce problème, un montage de flexion quatre-points peut être intéressant. En effet, celui-ci permet de tester en flexion pure la partie de l'échantillon se trouvant entre les rouleaux de chargement les moins écartés. Les essais peuvent être réalisés sur des sections planes mais ils s'avèrent tout aussi intéressants pour caractériser des pièces présentant un petit rayon de courbure (Avalon et Donaldson, 2011; Hao et al., 2012; Wakeman, Blanchard et Månsen, 2005). Lors de la réalisation de ces tests, la flexion excessive des bras peut être problématique. Outre le renfort des bras tel que suggéré dans la norme du test ASTM D6415 (American Society for Testing and Materials International, 1999), une variante a été proposée par Marissen, Van Der Drift et Sterk (1997) et permet grâce au montage illustré sur la Figure 1-19 de n'induire que de la flexion dans la zone de courbure avec très peu de déformation dans les bras. Un risque de concentration de contrainte peut néanmoins apparaître.

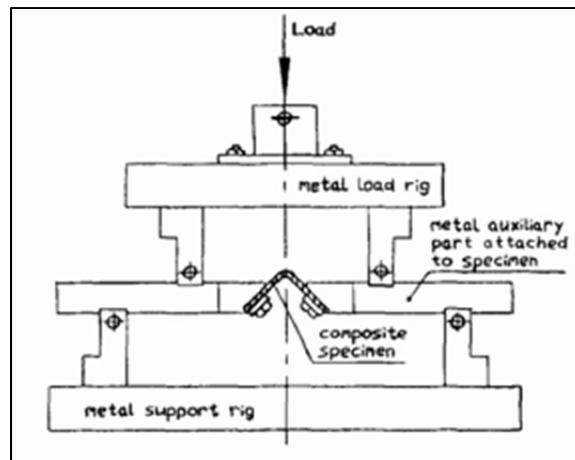


Figure 1-19 Montage de flexion quatre points (Marissen, Van Der Drift et Sterk, 1997)

La contrainte normale maximale dans le rayon peut être évaluée grâce à l'équation (1.1) mise en place par Kedward et al. (1989) pour un empilement unidirectionnel dans la direction de la courbure (Zahlan et O'Neill, 1989). Si l'on considère M comme le moment de flexion dans la zone de courbure, l la largeur de l'échantillon, t son épaisseur, R_i la valeur du rayon intérieur et R_e celle du rayon extérieur, alors :

$$\sigma_{r \max} = \frac{3.M}{2.l.t\sqrt{R_i.R_e}} \quad (1.1)$$

Si la taille des échantillons est limitée et si l'épaisseur le permet, la flexion Short-Beam peut s'avérer être un excellent choix pour des pièces présentant un ou deux rayons de courbure très grands par rapport à l'épaisseur du stratifié. Ce test a notamment été utilisé par Burkhardt et Cramer (2005) pour caractériser en de multiples points une pièce de forme hémisphérique. Ce choix se justifie pour des raisons économiques mais aussi car c'est un test rapide nécessitant de petits échantillons. C'est aussi un moyen de vérifier la tenue mécanique de zone plane selon différents paramètres de fabrication (Chih-Min et al., 2013).

1.5 Retour critique sur quelques études portant sur l'effet du rayon sur la qualité de pièces de composite thermoplastique à simple courbure

Jusqu'à présent, la majorité des travaux expérimentaux effectués sur le thermoformage se concentre sur l'effet des paramètres de fabrication, tels que la température d'estampage, la température de maintien, la pression d'estampage, etc., sur la qualité esthétique et/ou mécanique des pièces à simple ou double courbure. Quelques études sur les thermoplastiques mais aussi sur les thermodurcissables incluent néanmoins dans leur analyse l'effet de la géométrie du moule et plus particulièrement l'effet du rayon intérieur du moule.

- Dans l'étude de Dutta, Niemeyer et Cakmak (1991), il est montré par analyse microscopique que les rayons, de l'ordre de 1,5 à 6 mm pour des stratifiés de 1 à 2 mm d'épaisseur, peuvent être à l'origine de zones riches en matrice pouvant être sources de fractures lorsque la pièce est contrainte mécaniquement. Hormis des mesures d'épaisseur et des micrographies, aucun test mécanique de ces régions n'est réalisé afin de confirmer l'effet néfaste de ces zones riches en matrice. De plus, différents types de matrice et de renfort ont été utilisés avec des séquences d'empilement de 8 ou 16 plis ce qui rend difficile l'analyse de l'effet de l'épaisseur.
- Dans les travaux de Hou, Friedrich et Scherer (1994), des rayons de 2,5, 5 et 10 mm ont été utilisés avec des stratifiés de 2,5, 3,85 et 5 mm d'épaisseur afin de montrer qu'une augmentation du rayon intérieur permet de réduire le retour élastique et que l'augmentation de l'inertie thermique du stratifié causée par une augmentation de l'épaisseur, permettait aussi de réduire le retour élastique. Cependant aucune caractérisation mécanique n'est réalisée. Depuis, des études ont montré qu'il est possible d'utiliser un modèle pour corriger l'angle du moule donnant l'angle final désiré (Hou, Ye et Mai, 1997b; Salomi et al., 2008).
- L'étude de Salomi et al. (2008) tend à montrer qu'une augmentation du rayon extérieur de 16 à 32 mm pour un stratifié de 3 mm d'épaisseur permet de réduire le retour élastique lors du moulage par autoclave d'une pièce en U. Les analyses

mécaniques de la pièce ont été faites par des tests de flexion Short-Beam mais uniquement dans le fond et sur les côtés verticaux de la pièce. Or, augmenter le rayon de courbure diminue le glissement interlaminaire. Cette étude revient finalement à analyser l'effet du glissement interlaminaire sur la tenue mécanique en flexion d'une pièce tel qu'a pu le faire Chih-Min et al. (2013) et qui montre lui aussi que le glissement n'a pas d'effet notable sur la tenue mécanique des bras pour des moules ouverts à 90 et 120°. L'analyse des rayons se fait par microscopie qui permet de montrer que ces zones sont riches en matrice.

- Les travaux d'Avalon et Donaldson (2011) et d'Hao et al. (2012), malgré qu'ils aient été menés sur des composites Époxy/Carbone, peuvent laisser supposer que bon nombre des observations relevées dans la section 1.6.3 restent valables dans le cas d'une application de thermoformage de composites thermoplastiques. Il est cependant regrettable que ces deux études se limitent à des ratios du rayon sur l'épaisseur aux alentours de 1. En effet, on peut supposer que des ratios allant de 1 jusqu'à 4-5 pourraient s'avérer plus influençant sur la tenue mécanique au point de faire apparaître une saturation des performances.

L'originalité de cette étude se fera donc à travers les objectifs suivants :

- Utiliser l'estampage comme procédé de fabrication des pièces de composite thermoplastique et en mesurer l'impact sur la qualité d'une pièce à simple courbure après moulage de la plaque. L'effet de certains paramètres de fabrication tels que la pression d'estampage et le temps et la température de maintien seront aussi investigués.
- Évaluer la faisabilité de l'estampage d'une pièce à double courbure en utilisant les paramètres de moulage retenus avec la géométrie à simple courbure. L'effet de la séquence d'empilement et de la manière de tenir la plaque pendant le moulage sur les mécanismes de déformation et la qualité de pièce seront évalués.

- Caractériser le rayon mécaniquement et non uniquement par microscopie. L'impact de la courbure imposée sur la tenue mécanique et la qualité des pièces estampées pourra alors être observé.
- Utiliser une gamme de ratio de rayons de courbures / épaisseurs de stratifiés suffisamment large pour mettre en évidence l'existence d'un rayon minimum menant à une bonne qualité de pièces. Deux épaisseurs de plaque seront utilisées avec des séquences d'empilement différentes : orthotrope et quasi-isotrope. L'effet de l'épaisseur du stratifié et de sa séquence d'empilement pourra alors être évalué.

CHAPITRE 2

DÉMARCHE EXPÉRIMENTALE

2.1 Matériau

2.1.1 Le Carbone/PPS

La matrice thermoplastique utilisée pour cette étude est du PolySulfure de Phénylène (PPS, de l'anglais PolyPhenylene Sulfuide) renforcée par des plis de fibres de carbone (Carbone/PPS). Ce matériau qui propose de très bonnes propriétés physiques et mécaniques émerge du domaine aéronautique (*Voir* Tableau-A III- 2, p.121 et Tableau-A III- 3, p.121).

Le PPS possède une excellente stabilité dimensionnelle lors de son utilisation à haute température tant que la température de fusion n'est pas atteinte (*Voir* Tableau 2-1). Le PPS est reconnu pour son comportement dit « thermodurcissable-thermoplastique » (McCool et al., 2012; Reifsnider et Case, 1998). En effet, il a été montré que ses propriétés mécaniques évoluent peu lorsque la température augmente même si l'on dépasse T_g (*Voir* Figure 2-1).

Enfin, c'est un matériau qui reste économique au vu de ses caractéristiques par rapport au PEEK ou PEKK qui sont souvent jugés pas assez rentables pour remplacer les thermodurcissables (Díaz et Rubio, 2003). Il fait tout de même partie des matrices les plus onéreuses (*Voir* Tableau 2-1).

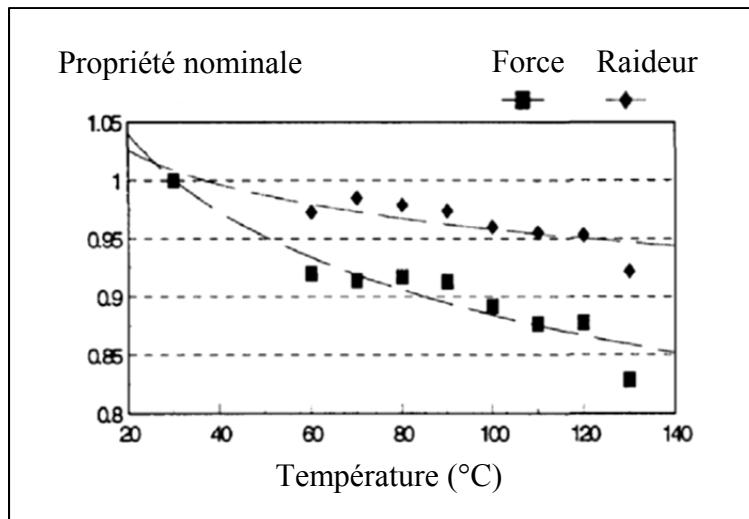


Figure 2-1 Évolution des propriétés mécanique d'un composite Carbone/PPS en fonction de la température
(Reifsnider et Case, 1998)

Tableau 2-1 Positionnement du PPS par rapport à la concurrence (Aucher, 2009)

Matrice	Température maximale d'utilisation continue (°C)	Contrainte à la rupture (Mpa)	Module d'élasticité (Gpa)	Densité	Indice de prix
PA8	90	80	2,6	1,13	10
PAI	200	190	4,5	1,45	200
PEEK	240	120	3,6	1,3	240
PEI	170	105	3	1,27	99
PES	180	97	2,4	1,37	45
PP	100	45	1	0,91	12
PPS	240	150	2,2	1,34	180

La température de fusion annoncée par Ten Cate Advanced Composites est de 280°C (Voir Tableau-A III- 1, p.121) mais l'expérience montre qu'une température d'estampage aux alentours de 320°C est nécessaire pour une meilleure mise en forme du composite

Carbone/PPS (McCool et al., 2012; Wang et al., 2012). Une Analyse Thermomécanique Dynamique (DMTA, de l'anglais Dynamic Mechanical Thermal Analysis) réalisée par McCool et al. (2012) montre qu'à 285°C, le module de stockage du Carbone/PPS est encore de 3,77 GPa (*Voir Figure 2-2*). Le matériau est donc encore trop rigide pour être formé et doit être chauffé au-delà de 300°C.

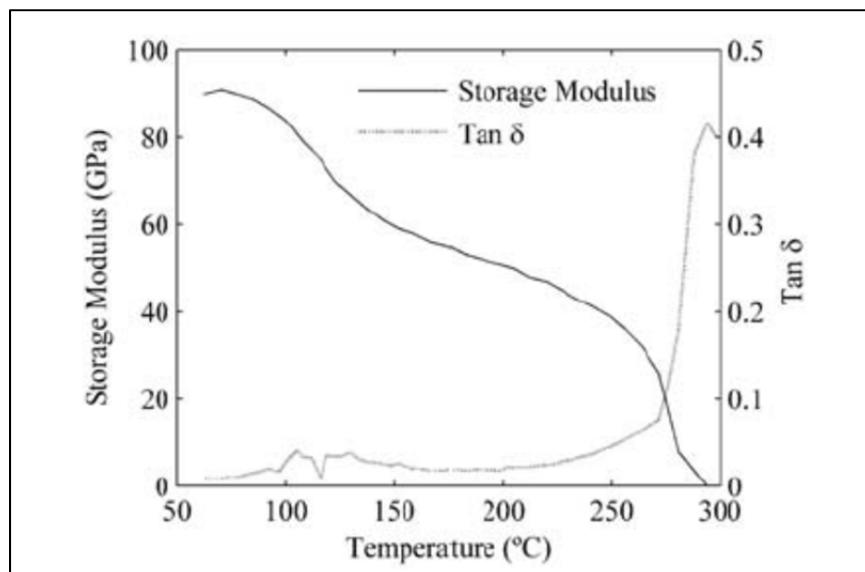


Figure 2-2 Module de stockage (G') et facteur d'amortissement $\tan \delta$ en fonction de la température du stratifié Carbone/PPS obtenue par DMTA (McCool et al., 2012)

2.1.2 Composition des plaques

Le matériau a été livré par Ten Cate Advanced Composites sous forme de plaques pré-consolidées de 4 par 12 pieds (*Voir Figure 2-3 (a)*). La fiche technique du matériau est disponible dans le Tableau-A III- 2 (p.121) Les plaques sont constituées de trois empilements différents à partir de plis d'armure satin A 1/4, aussi connue sous la désignation anglaise 5 Harness Satin (5HS). Cette armure 5HS, signifie que la fibre de trame passe sous un puis sur quatre fibres de chaîne en décalant d'une fibre à chaque passage. Le résultat donne un effet oblique tel qu'illustiqué sur la Figure 2-3 (b).

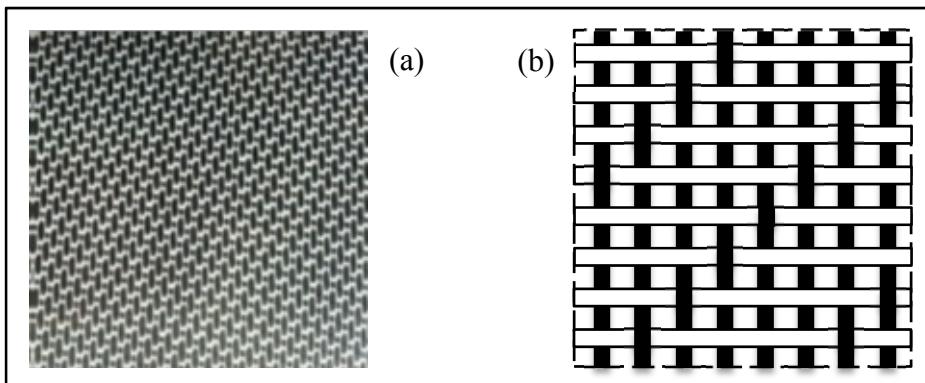


Figure 2-3 (a) Plaque (0,90)₄, (b) Empilement 5HS

Les avantages de cette armure sont doubles. En effet, du fait du faible nombre de points d'entrecroisement, la déformation des plis se fait plus facilement que pour une toile (plain weave) ce qui la rend particulièrement intéressante pour les surfaces bombées. De plus, les fils subissent moins d'ondulations ce qui diminue l'effet de ressort des fils et affecte moins la résistance des fils en traction et en compression.

2.1.3 Analyse des plaques fournies

Ten Cate Advanced Composites a utilisé le moulage par compression pour réaliser ces plaques. Les plis pré-imprégnés de Carbone/PPS sont placés dans une presse avant d'être chauffés à 320°C sous une pression de 3 MPa. Cette pression est appliquée pendant toute la durée du cycle. Une fois la température de chauffage atteinte, un temps de maintien de 20 min est observé. La plaque est ensuite refroidie à 20°C/min et est démoulée à 65°C. Deux tests préliminaires ont été réalisés afin de caractériser les plaques utilisées lors de cette recherche ; une analyse du taux de porosité et une analyse du taux de cristallinité.

Une analyse du taux de porosité de chaque plaque a été réalisée afin de vérifier la qualité de l'imprégnation de la matrice PPS dans les plis de carbone et la présence de défauts sur l'épaisseur des plaques. La méthodologie utilisée est décrite dans la section 2.5.1 de ce rapport. L'analyse quantitative a permis d'en déduire les taux de porosité très bas, de l'ordre de 0,3%.

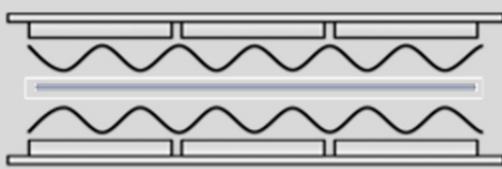
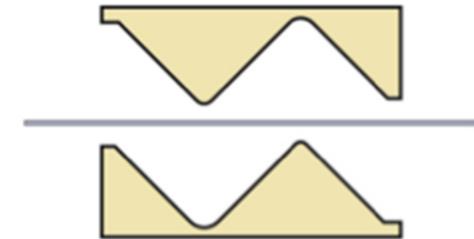
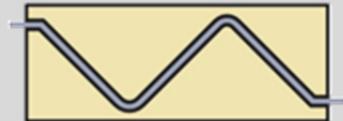
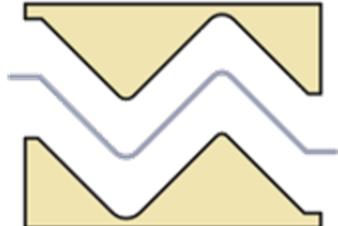
Une analyse du taux de cristallinité des plaques a aussi été préalablement faite. Celle-ci a été réalisée à titre indicatif afin de s'assurer que toutes les plaques ont suivi le même cycle de fabrication conformément aux indications laissées par le fabricant. La méthodologie utilisée est décrite dans la section 2.5.2 de ce rapport. Les analyses du taux de cristallinité ont montré un taux moyen de 30%.

2.2 Description du procédé d'estampage

Le processus d'estampage se déroule de la façon suivante. Une plaque pré-consolidée de Carbone/PPS est placée dans un four afin d'y être chauffée à 330°C, soit au-delà de sa température de fusion (285°C). Cette température est maintenue pendant 30 à 60 secondes selon l'épaisseur afin d'assurer une parfaite homogénéité de température sur l'épaisseur de la plaque (*Voir Tableau 2-2 (Étape 1)*). La pièce est ensuite transférée dans la presse en l'espace de 2 s puis le moule se ferme rapidement avant d'adopter sa vitesse lente 2 mm avant la fermeture complète du moule préchauffé aux alentours de 200°C. Le temps de fermeture est de l'ordre de 6 s (*Voir Tableau 2-2 (Étape 2)*). La pression de formage est alors appliquée pendant toute la durée du temps de maintien à la température de maintien (*Voir Tableau 2-2 (Étape 3)*). La pièce est ensuite démoulée à la température de maintien et est refroidie à l'air l'ambiant (*Voir Tableau 2-2 (Étape 4)*).

À la demande de nos partenaires, l'étape de mise en pression et maintien sera celle étudiée dans ce projet expérimental (*Voir Tableau 2-2*). Les paramètres en gras sont ceux qui seront étudiés.

Tableau 2-2 Description du procédé d'estampage en quatre étapes

Étape	Schéma	Paramètres
(1) Chauffage du stratifié		Température d'estampage (°C) Temps de maintien à la température d'estampage (min)
(2) Transfert et fermeture du moule		Temps de transfert (s) Vitesse de fermeture (mm/min) Pression - Tension sur la plaque (MPa - N)
(3) Mise en pression et maintien		Pression d'estampage (MPa) Température de maintien (°C) Temps de maintien (s)
(4) Refroidissement et démoulage		Taux de refroidissement (°C/min) Température de démoulage (°C)

La géométrie utilisée est une forme en S (*Voir Figure 2-4*) comportant deux congés de valeurs différentes. Les valeurs des rayons utilisés étant proches, il a été considéré que la différence de glissement interlaminaire induit par les deux courbures était négligeable. Ainsi, ce choix n'influencerait pas la géométrie finale de la pièce et n'affecterait pas les résultats associés à chaque rayon.

Cette géométrie permet de répondre à elle seule aux attentes expérimentales fixées. La largeur de la pièce estampée a été fixée à 6,5 pouces, après découpage des bords, et la longueur des bras à 3 pouces (*Voir Figure 2-5*).

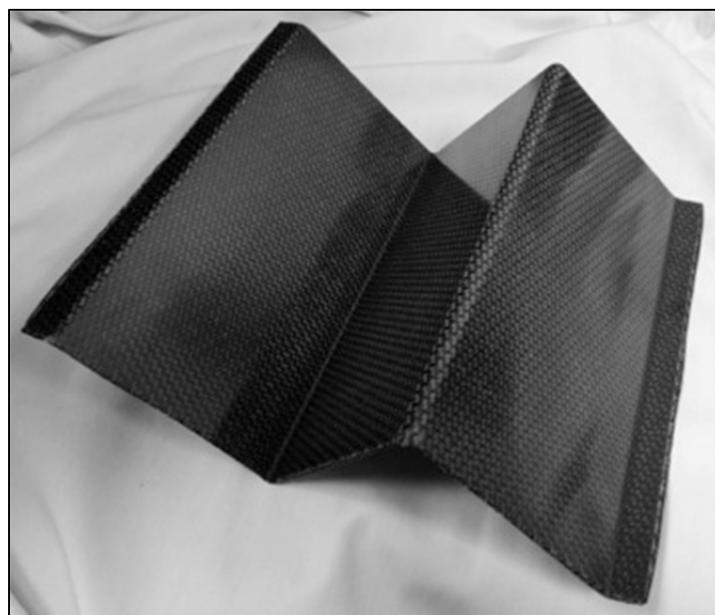


Figure 2-4 Exemple de pièce en S

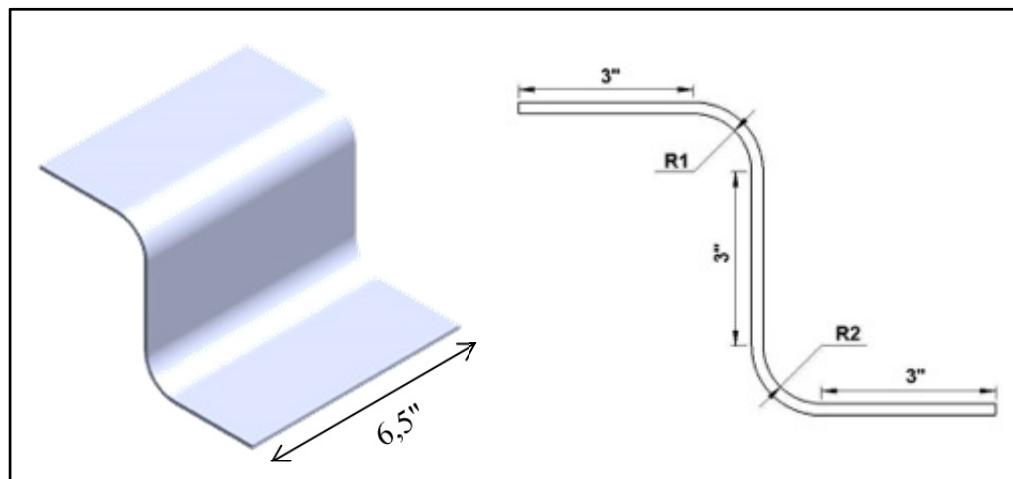


Figure 2-5 Géométrie de la pièce estampée après contournage

2.3 Équipement utilisé pour le procédé d'estampage

2.3.1 La presse

Les caractéristiques de la presse utilisée sont décrites dans le tableau ci-dessous (*Voir Tableau 2-3*). Cette presse peut être utilisée pour consolider et/ou former des composites thermoplastiques grâce à ses plateaux chauffants sur lesquels des moules peuvent être fixés (*Voir Figure 2-6*). Les valeurs de pression d'estampage ont dû être adaptées au tonnage minimal de la presse étant donné la taille du moule relativement petite par rapport à la capacité de la presse mise à disposition pour le projet par le Conseil National de Recherche du Canada (CNRC). Les plateaux sont aussi équipés d'un système de refroidissement par circulation d'un mélange eau/air afin d'accélérer le refroidissement de ceux-ci pour suivre un cycle thermique défini.

Tableau 2-3 Caractéristiques de la presse Wabash V150H-36-CX

Modèle	V150H-36-CX
Tonnage minimum/maximum	10/150 T (US)
Plateaux	Taille : 36 po x 36 po Chauffés électriquement/Refroidis par air et eau Taux de chauffage : 5,5°C/min (à vide) Température max : 426°C
Vitesses	Fermeture (rapide) : 75 po/min Fermeture (lente) : 5 po/min
Course des pistons	12 po



Figure 2-6 Presse hydraulique du CNRC

2.3.2 Les plaques

Des plaques de 7,5 pouces de large et 11 pouces de long ont été nécessaires pour cette étude. Trois empilements différents ont été utilisés (*Voir* Tableau 2-4). Deux épaisseurs ont été retenues. Ces empilements et épaisseurs sont utilisés par notre partenaire et nous ont donc été soumis pour cette étude.

Tableau 2-4 Empilements et épaisseurs des plaques

Plaques	4L_Ortho	4L_Q-Iso	10L_Q-Iso
Empilement	$(0,90)_4$	$[(0,90)/(\pm 45)]_s$	$[(0,90)/(\pm 45) / (0,90)/(\pm 45)/(0,90)]_s$
Épaisseur nominale (mm)	1,24	1,24	3,1

La plaque 4L_Q-Iso permet une comparaison avec la plaque 4L_Ortho sur l'influence de l'empilement, ces deux plaques ayant la même épaisseur. La plaque 4L_Q-Iso permet aussi une comparaison avec la plaque 10L_Q-Iso sur l'impact de l'épaisseur, les plaques 4L_Q-Iso et 10L_Q-Iso ayant toutes les deux une construction quasi-isotrope en plus d'être symétriques et équilibrées.

2.3.3 L'outillage

L'outillage a été fabriqué par Delastek Inc.. Il est constitué de deux moules d'aluminium, de deux plaques de support en aluminium et de deux plaques de montage en acier. Les moules ont été usinés à partir d'un bloc d'aluminium sur une fraise à commande numérique. La conception des moules permet un montage/démontage de ceux-ci sur les plaques support sans altérer leur positionnement grâce à l'utilisation de 2 pions de positionnement par élément. Le même type de conception a été utilisé pour positionner les plaques de support sur les plaques de montage. Cependant, le positionnement relatif des plaques de montage sur les plateaux de la presse n'est pas assuré (*Voir Figure 2-7*). L'ensemble moule et plaques de montage a donc été assemblé puis glissé dans la presse. Le serrage des vis de fixation s'est fait sous la pression de fermeture minimale de cette dernière.

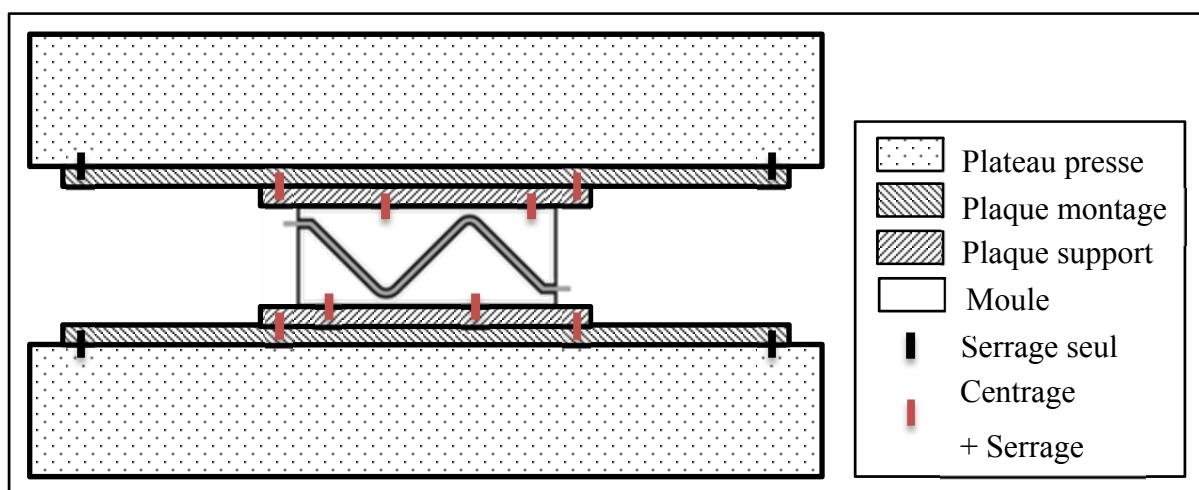


Figure 2-7 Positionnement des éléments de l'outillage

L'absence de butée et de centreur entre les deux moules impose d'utiliser des cales pour fermer le moule sans risquer d'endommager les surfaces de moulage. Les 3 cales utilisées font 1,5 mm d'épaisseur et ont été réalisées en aluminium afin de ne pas endommager les surfaces de moulage. Ceci n'aurait pas été le cas si elles avaient été faites à partir d'un métal plus dur.

Les spécifications des trois moules utilisés pour la Phase 1 du projet sont résumées dans le tableau ci-dessous (*Voir Tableau 2-5*). On notera que les moules 1 et 2 sont pour les deux stratifiés de 4 plis tandis que le moule 3 est réservé au stratifié de 10 plis. Un moule peut être utilisé uniquement pour une épaisseur donnée. Ainsi, le jeu entre les deux moules tient compte de l'épaisseur du stratifié ainsi que de l'épaisseur de deux films de polyimide décrits dans la section 2.3.7.

Tableau 2-5 Spécifications géométriques des rayons des moules en S

Moule	Nombre de plis dans le stratifié / Épaisseur (mm)	Premier rayon (in - mm)	Deuxième rayon (in - mm)
M1	4 / 1.24	1/10 – 2.5	3/20 – 3.75
M2	4 / 1.24	1/5 – 5.0	1/4 – 6.25
M3	10 / 3.2	1/4 – 6.2	1/2 – 12.4

Les deux premiers moules fabriqués par Delastek, les moules 1 et 2, ont été reçus bruts d'usinage. Il a donc fallu polir ces derniers afin d'obtenir un état de surface adéquat au procédé (*Voir Figure 2-8*). Le polissage a été réalisé manuellement en utilisant du papier abrasif à eau en allant progressivement du 400 au 1200 (Norme ISO). Ce travail étant relativement laborieux et relativement approximatif par rapport à la précision géométrique attendue pour ce procédé, le moule 3 a été réalisé avec une passe d'usinage supplémentaire suivi d'un léger polissage manuel. Cette dernière technique semble être la plus adaptée surtout si la géométrie se complexifie.

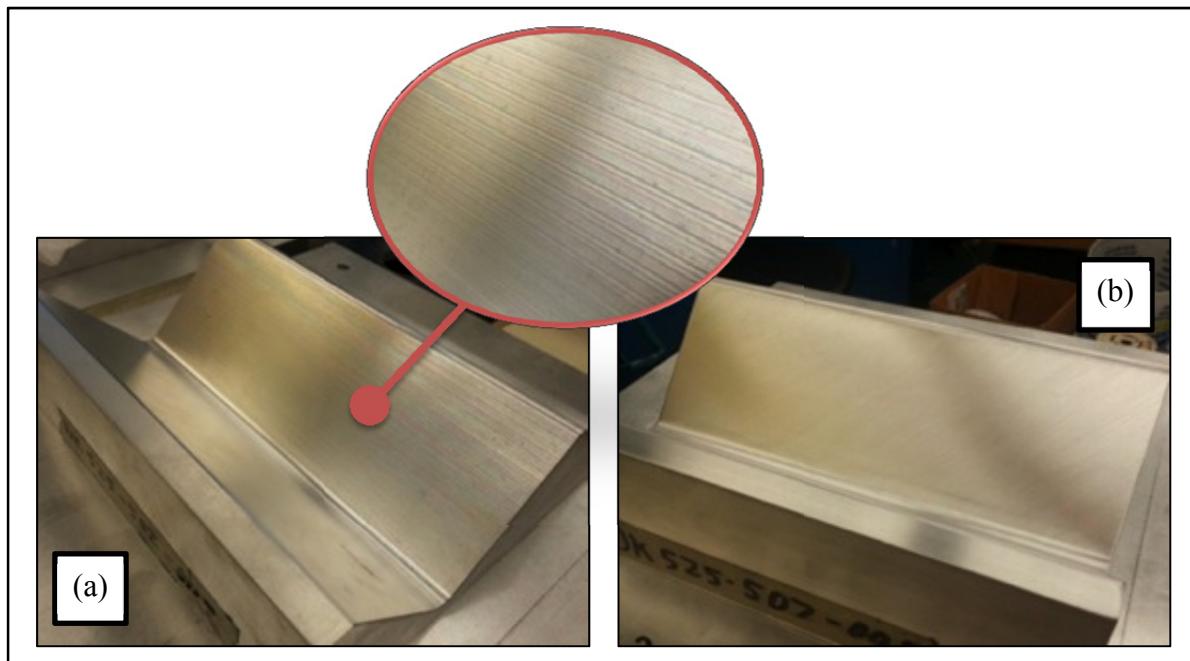


Figure 2-8 État de surface du moule M2 à la réception (a) et après polissage (b)

2.3.4 Le four

Le four utilisé pour ce projet est un four à infrarouge constitué de 8 éléments chauffants. Chaque élément est contrôlé individuellement afin d'assurer une meilleure homogénéité de chauffage du matériau placé à l'intérieur. En effet, le four n'étant pas parfaitement étanche et les parois n'étant pas toutes isolées, telle que la porte par exemple, le contrôle de chaque élément permet de compenser les pertes locales de chaleur. Un capteur infrarouge placé dans le four vient directement mesurer la température, en un point, du stratifié. Un programme LabView sert d'interface entre l'utilisateur et le contrôleur du four à l'aide d'un PID.

Étant donné que la température des éléments dépasse largement la température de fusion du stratifié lors du chauffage, il est impensable de poser celui-ci directement dans le four. Le stratifié repose donc sur un film résistant à de hautes températures maintenu en tension à l'aide d'un cadre en acier mobile dans une direction. La tension constante est

assurée par un ressort et un système de câbles et poulies permettant un déplacement symétrique des deux bords mobiles.

Une des particularités de l'estampage est que le stratifié est chauffé dans le four avant d'être transféré dans la presse. Un système de transfert a donc été mis en place afin de permettre le déplacement du cadre du four à la presse. Deux charriots montés sur les rails et l'un deux entraînés par un câble en acier formant une boucle fermée, assurent la translation. Un motoréducteur électrique assure la vitesse et l'accélération souhaitées. Le contrôle de la position se fait par comptage des tours de l'arbre moteur.

2.3.5 Les thermocouples

Afin de suivre le cycle complet de température du stratifié, un thermocouple a été placé sur le bord de la plaque lors de son positionnement dans le four (*Voir Figure 2-9*). La mesure de température en ce point permet alors de connaître le taux de chauffe dans le four mais aussi le taux de refroidissement durant le transfert, pendant la fermeture, après la fermeture complète du moule et après le démoulage.

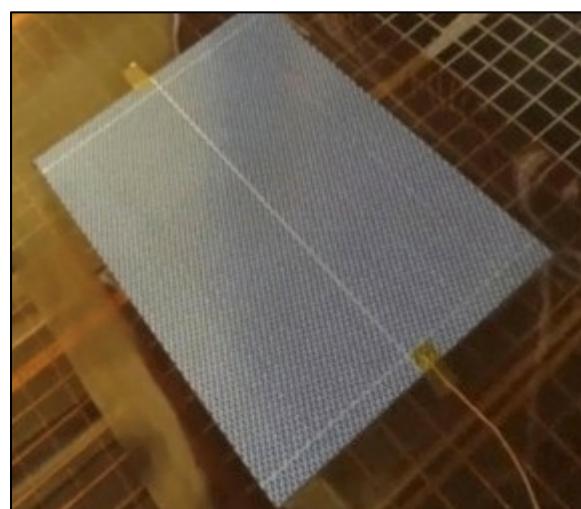


Figure 2-9 Emplacement du thermocouple sur la plaque

Lors du thermoformage des premières pièces, il est toujours intéressant de connaître la température du stratifié en plusieurs points. En effet, cela permet de vérifier l'homogénéité de la température lorsque le moule est fermé et le comportement thermique du stratifié au cours de la fermeture du moule principalement. L'utilisation de fils de thermocouple est la solution qui a été retenue pour obtenir ces informations. Comme les plaques ont été livrées pré-consolidées, il n'était alors pas possible de placer les thermocouples à l'intérieur du stratifié. De plus, la plaque est transférée du four à la presse sur une distance de l'ordre de 1,5 m, ce qui impose de prévoir un système de récupération des fils afin d'éviter qu'ils s'accrochent dans un quelconque élément. Étant donné la multitude des prises de température, les thermocouples ont finalement été positionnés sur le moule (*Voir Figure 2-10*). Le thermocouple, dit « pièce », a quant à lui été équipé d'un système de poulies et contre poids afin d'assurer une tension constante et permanente du fil.

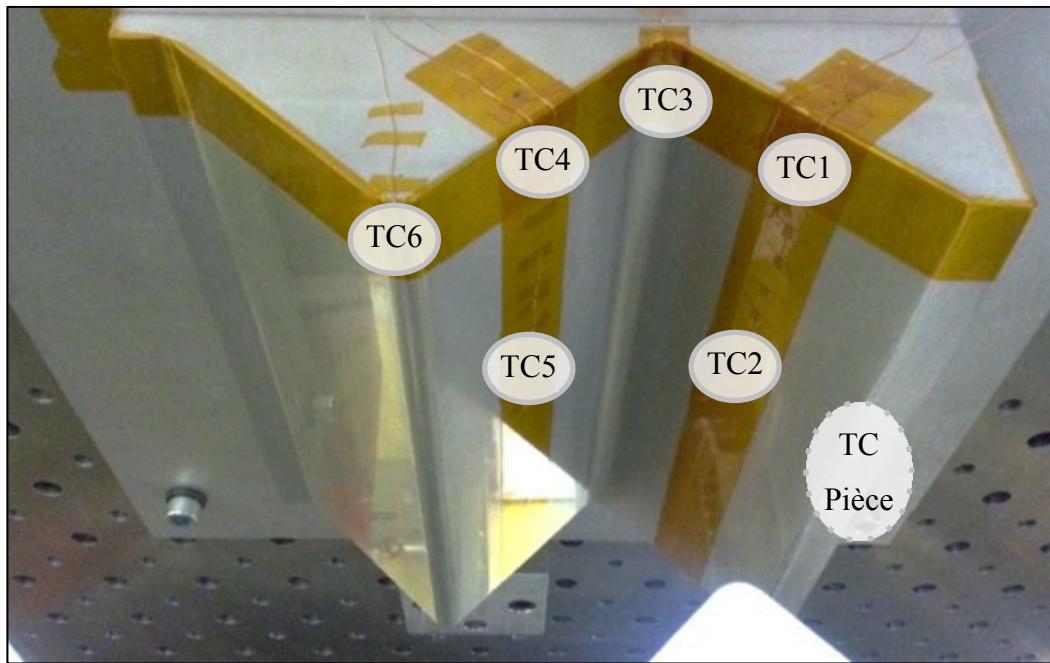


Figure 2-10 Mise en place des six thermocouples sur le moule M2 et position finale du thermocouple pièce

L'utilisation d'un GraphTec® a permis la lecture instantanée des valeurs et leur acquisition grâce à la connexion USB dont dispose l'appareil. Les fichiers sortant au format .csv, il est possible de les ouvrir directement à l'aide du logiciel Microsoft Excel.

Sur la Figure 2-11 est représenté le profil de température des six thermocouples utilisés lors de l'estampage des premières pièces (TC 1 à 6) ainsi que la courbe de température du thermocouple pièce (TC Pièce). On note tout d'abord que la température du moule avant et après fermeture est bien de 180°C qui est la température de maintien ciblé dans le cas ici présent. Aussi, il est très net que l'emplacement du TC 6 correspond au point de premier contact, soit un rayon interne du moule, entre le stratifié avoisinant les 320°C et le moule à 180°C. Cela se traduit par une augmentation de la température du moule. De même, TC 3 est le dernier point de fermeture ce qui était prévisible étant donné qu'il correspond à un rayon externe. Les autres thermocouples 1, 2, 4 et 5 révèlent globalement le même comportement en température du moule. On notera que dès le début de la fermeture du moule, qui correspond à $t = 0$ sur la Figure 2-11, la pièce se refroidit à l'air avant de chuter brutalement lors du contact avec le moule. Connaissant le comportement thermique des pièces durant le procédé, les thermocouples implantés sur le moule ont pu être retirés pour ne pas déformer la pièce en leur emplacement.

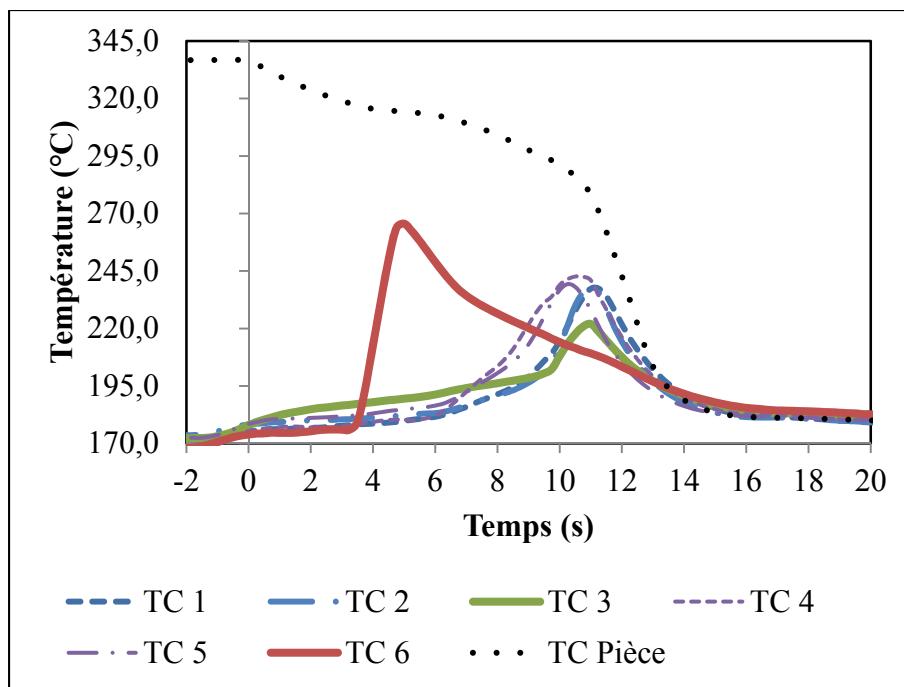


Figure 2-11 Mesure de la température avec sept thermocouples

2.3.6 Préparation de l'outillage

Les moules ont été usinés et ont donc été en contact avec des huiles de lubrification. Par la suite ils ont été polis et des microparticules de métal sont restées collées à la surface. Il est donc nécessaire de nettoyer ces derniers en vue de l'application d'un agent démouleur. Les produits utilisés pour nettoyer, sceller et rendre la surface démolante ont été pris parmi la gamme Frekote® :

- Nettoyant : Frekote® PMCTM Mould Cleaner;
- Scellant : Frekote® B-15TM Mould Sealer;
- Agent démouleur : Frekote® 44-NCTM Realease Agent.

Une fois le moule parfaitement propre et scellé, un agent démouleur est appliqué sur toutes les surfaces en contact avec le stratifié, i.e. les surfaces moulantes des moules et le film de polyimide. La température de fusion du PPS étant relativement élevée l'utilisation d'un agent démouleur haute température était nécessaire. C'est pourquoi notre choix s'est

arrêté sur le Frekote 44-NC. Cet agent démoullant a notamment l'avantage de s'appliquer à température ambiante. De plus, les temps de traitement entre 2 couches et avant utilisation sont relativement courts (de l'ordre de 15 minutes).

2.3.7 Le film de polyimide

Tel que présenté précédemment, le stratifié est suspendu dans le four à l'aide d'un film de polyimide autrement connu sous le nom de Kapton® (*Voir Figure 2-12*). Ce film, qui est aussi présent lors du thermoformage, a l'avantage de rester stable à haute température, i.e. 400°C environ.

L'épaisseur du film utilisé est de 50 µm pour des épaisseurs de stratifié comprises entre 1.24 et 3.1 mm. Étant donné le coût relativement élevé de ce type de film, ils ont été manipulés avec le plus grand soin, traités régulièrement avec de l'agent démoullant et réutilisés plusieurs fois. Même si ce type de film ne paraît pas parfaitement adapté au moulage de pièce à double courbure, cette technique est celle utilisée par notre partenaire et c'est donc celle qui nous a été imposé.

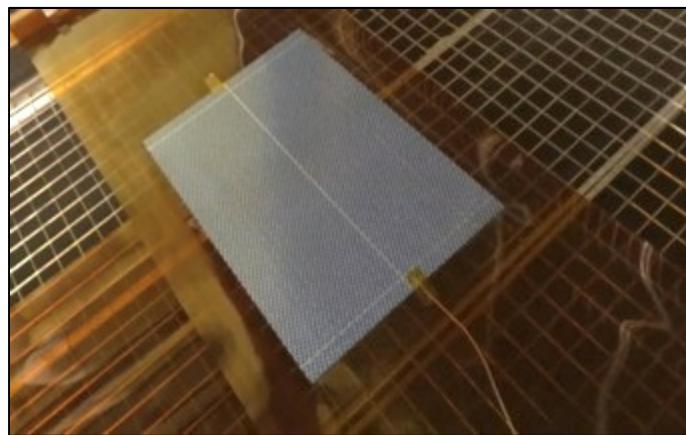


Figure 2-12 Film installé dans le four avec une plaque en place

2.4 Conditions de moulage

Les conditions de moulage sont basées sur les intervalles d'utilisation des paramètres utilisés par nos partenaires et qui ont dû être respectés (Tableau 2-6). Pour limiter le nombre de pièces de la Phase 1, des paramètres de référence ont été choisis pour tester l'impact des autres paramètres. Ceux-ci ont fait l'objet de tests préliminaires concluants. Les conditions de référence sont une pièce moulée avec une pression de 4,4 MPa, dans un moule à 200°C et avec un temps de maintien de 5 min. Les autres conditions s'articulent autour de cela.

Tableau 2-6 Table des conditions de moulage pratiquées

Condition	Séquence d'empilement	Moule	Température de maintien (°C)	Temps de maintien (min)	Pression de maintien (MPa)	
1	(0,90) ₄	M1	200	5	2,2	
2					3,3	
3					4,4	
4					5,5	
5			180		4,4	
6			220			
7			200	2		
8				10		
9		M2	200	5	2,2	
10					3,3	
11					4,4	
12			180		5,5	
13					4,4	
14			220			
15			200	2		
16				10		

Tableau 2-6 Table des conditions de moulage pratiquées (suite)

Condition	Séquence d'empilement	Moule	Température de maintien (°C)	Temps de maintien (min)	Pression de maintien (MPa)		
17	[(0,90)/(±45)]s	M1	200	5	2,2		
18					3,3		
19					4,4		
20					5,5		
21		M2			2,2		
22					3,3		
23					4,4		
24					5,5		
25	[(0,90)/(±45)]s / (0,90)/(±45)/(0,90)]s	M3	200	5	2,2		
26					3,3		
27					4,4		
28					5,5		
29			180		4,4		
30			220				
31			200	2			
32					10		

La force appliquée par l'ensemble des 4 pistons de la presse hydraulique sur le stratifié est exprimée en Tonne US sur le contrôleur de la machine. Afin d'exprimer la pression équivalente, la surface projetée de la pièce a été utilisée. Sachant que la pièce fait 7,5 po de large et le moule 8-3/8 po de long, cela donne une surface projetée de 76,5 po². Cette surface projetée reste la même pour les trois moules.

Toutes les pièces minces ont été moulées en même temps avant de mouler les pièces épaisses. Les paramètres sont restés les mêmes d'une épaisseur à l'autre.

2.5 Méthodes de caractérisation des pièces

2.5.1 Analyse des porosités

La mesure du taux de porosité a été faite par analyse microscopique d'images. Faute de matériel, la mesure par pyrolyse ou digestion acide n'ont pu être pratiqués. Cinq échantillons par condition ont été polis afin de s'assurer de la représentativité des mesures effectuées sur trois échantillons qui ont été utilisés pour les calculs. L'hypothèse que le taux de porosité surfacique est représentatif du taux de porosité volumique est donc faite ici. La section complète des échantillons a été capturée à l'aide de 30 images. Un logiciel photo a ensuite permis de reconstruire séparément les trois zones des échantillons, c'est-à-dire, les deux bras et le rayon. La détermination de la surface occupée par les porosités par rapport à la surface globale de la zone étudiée a permis d'en déduire le taux de porosité de la section. Une moyenne des trois valeurs a ensuite été faite. Les échantillons ont été observés à l'aide d'un microscope optique muni d'une caméra numérique.

2.5.2 Analyse de cristallinité

Les analyses de cristallinité sont réalisées afin de connaitre la proportion en masse de la phase cristalline dans le polymère. Le taux de cristallinité d'un polymère dépend essentiellement du polymère utilisé et du cycle thermique qu'il subit. Ces analyses sont réalisées par calorimétrie différentielle à balayage, plus connue sous le nom anglais Differential Scanning Calorimetry (DSC). Cette technique d'analyse mesure la différence de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence (l'air dans le cas présent).

Des échantillons de 12 à 14 mg ont été découpés dans les bras des pièces moulées. Ils ont ensuite été chauffés de 25 à 340°C à la vitesse de 20°C/min. Le degré de cristallinité a été calculé, à partir de l'équation (2.1), comme :

$$\chi_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^0 \cdot (1 - W_f)} \quad (2.1)$$

où, ΔH_f (J/g) est la chaleur de fusion du matériau mesurée, W_f est la fraction massique de fibre dans le composite (43% selon la fiche de données pour le stratifié de Carbone/PPS utilisé dans ce projet) et ΔH_f^0 est la chaleur massique théorique de fusion si le matériau atteignait 100% de cristallinité. Une valeur de $\Delta H_f^0 = 150$ J/g a été utilisée selon les informations de Ten Cate Advanced Composites.

2.5.3 Analyse de la variation d'épaisseur

L'épaisseur des échantillons a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse Mitutoyo Absolute Digimatic (No : CD-6"CSX) offrant une précision au 1/100 de millimètre. L'utilisation d'un cylindre de 3,00 mm de diamètre et 20,0 mm de long a été nécessaire pour la mesure des épaisseurs dans les rayons. Trois zones de mesure distinctes ont été mises en place (*Voir Figure 2-13*). T_Ext désigne les bras externes, T_Int les bras internes et T_R les rayons. Cinq mesures par zone ont permis de donner la valeur moyenne de l'épaisseur de la zone concernée.

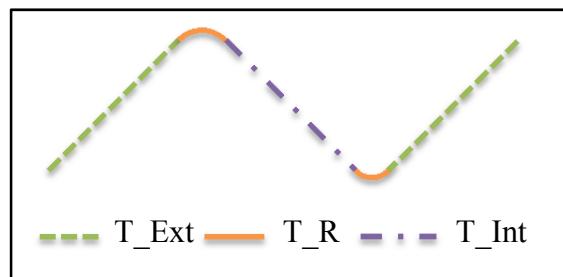


Figure 2-13 Emplacement des trois zones de mesure d'épaisseur et de porosités

2.5.4 Essai de flexion 4 points

Les tests de flexion ont été réalisés à température ambiante (21°C) à l'aide d'un montage de flexion 4 points tel que décrit dans la norme ASTM D6415 (American Society for Testing and Materials International, 1999) (*Voir Figure 2-14 (a)*). Cet essai permet de déterminer la résistance à la flexion d'une poutre de composite renforcé de fibres continues incurvée à 90° . Un effort de traction hors-plan est produit dans la région incurvée de l'éprouvette lorsque la force est appliquée. Les tests ont été réalisés à la vitesse de 1 mm/min sur une machine d'essai statique Alliance RF/200. Les tests sont contrôlés grâce au logiciel Test Works 4. Des rouleaux de 10 mm de diamètre ont été utilisés pour appliquer le chargement sur les échantillons.

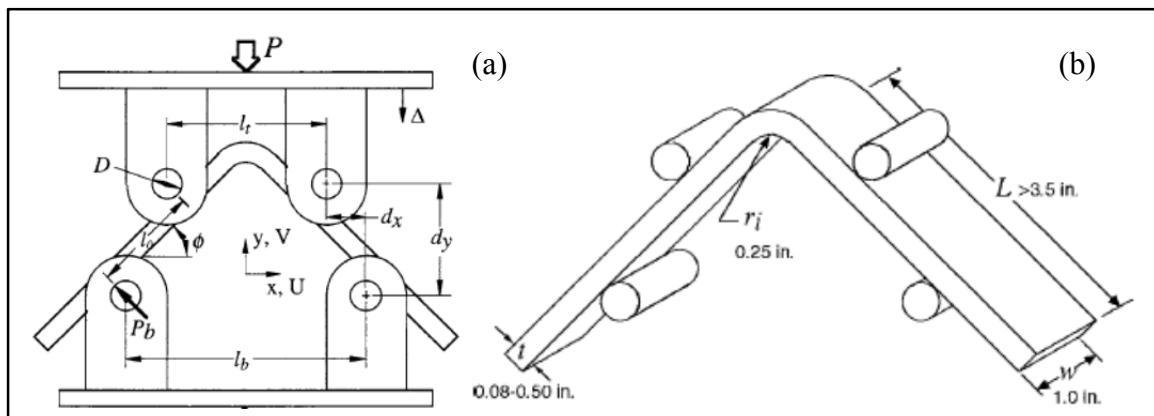


Figure 2-14 Montage de flexion quatre points (a) dimensions des échantillons (b) donné par la norme ASTM D6415 (American Society for Testing and Materials International, 1999)

La norme donne les dimensions des échantillons qui doivent être utilisés tel qu'indiqué sur la Figure 2-14 (b). Cependant, les contraintes géométriques imposées par les pièces et les épaisseurs des stratifiés utilisés ne permettent pas d'effectuer les tests dans le strict respect de la norme. Tout d'abord, les stratifiés de 4 plis font 1,24 mm d'épaisseur tandis que la norme préconise une épaisseur minimum de 2,5 mm. De plus, les rayons varient de 2,5 mm à 6,25 mm alors qu'ils devraient être gardés constants à 6,4 mm. De même, pour le stratifié de 3,1 mm d'épaisseur, le rayon varie de 6,2 à 12,4 mm.

Les dimensions des échantillons ont donc été révisées. Leurs dimensions et la manière dont ils ont été obtenus à partir des pièces sont détaillées sur la Figure 2-15 et la Figure 2-16 pour, respectivement, les stratifiés minces et épais. Pour les pièces utilisant les stratifiés minces, 6 échantillons de même rayon ont pu être extraits par pièce, pour un total de 12 échantillons par pièce (*Voir Figure 2-15*). Ce choix permet de multiplier le nombre de tests physiques et mécaniques, fiabilisant ainsi les résultats obtenus. Il permet aussi de limiter les rebus et donc d'optimiser les coûts de matière. Pour les pièces utilisant le stratifié épais, 3 échantillons de même rayon ont été extraits par pièce, pour un total de six échantillons par pièce (*Voir Figure 2-16*). La Figure 2-17 montre les deux dimensions d'échantillons utilisées pour les essais de flexion 4 points.

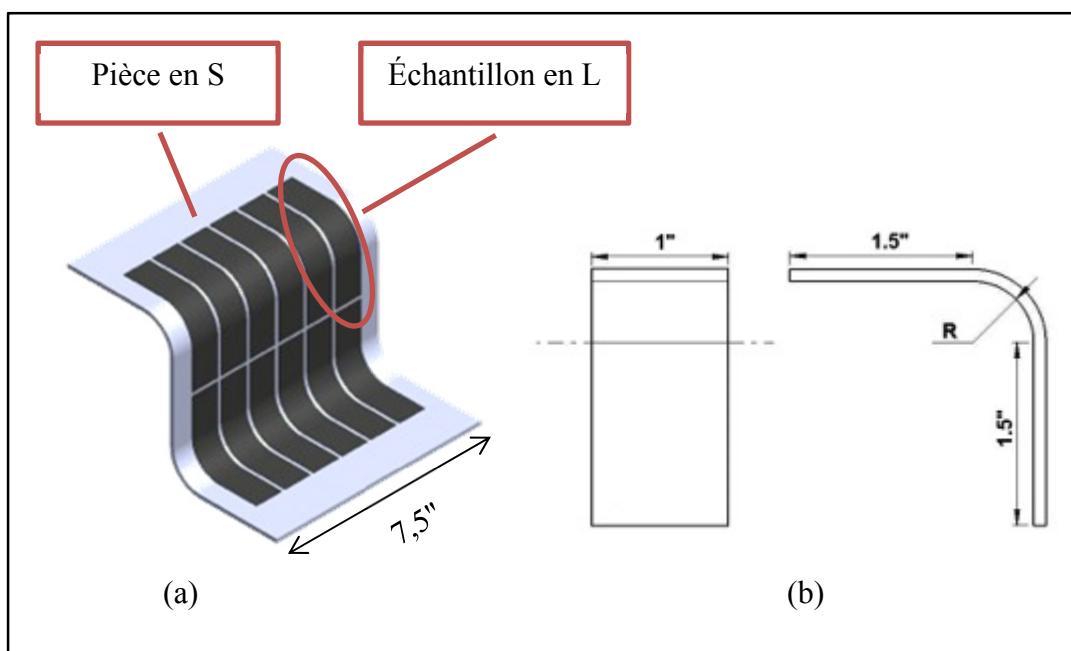


Figure 2-15 Emplacement (a) et dimensions (b) des échantillons extraits des pièces estampées avec les moules M1 et M2

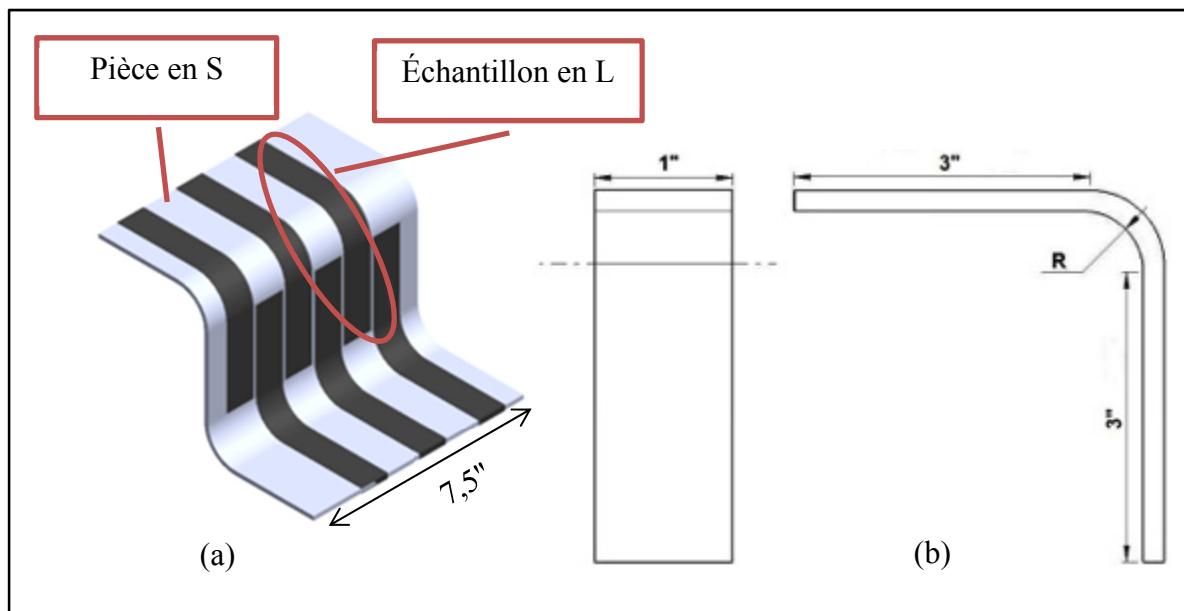


Figure 2-16 Emplacement (a) et dimensions (b) des échantillons extraits des pièces estampées avec le moule M3

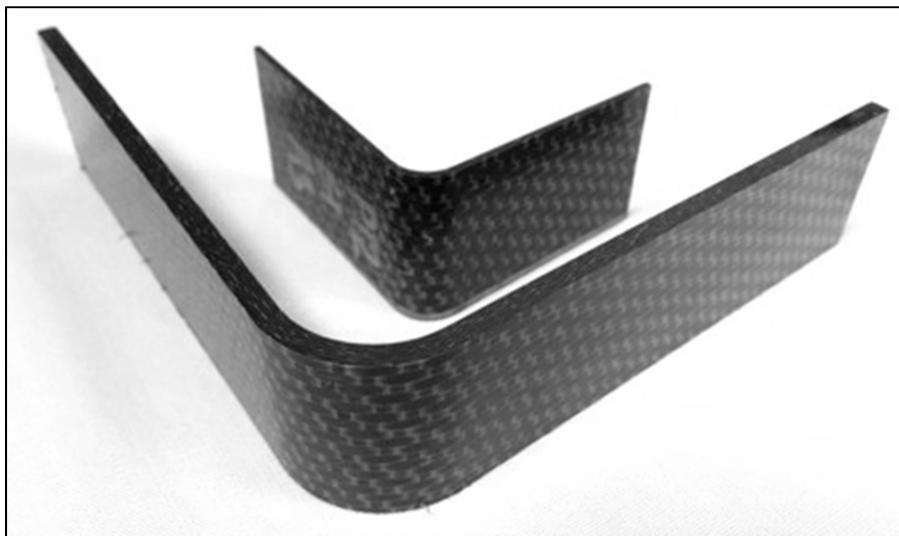


Figure 2-17 Échantillons en L de rayon R4; stratifié de quatre plis (dessus) et stratifié de dix plis (dessous)

Par conséquent, il a été nécessaire d'adapter l'écartement des rouleaux de chargement afin de les tester dans les mêmes conditions que celles données par la norme (*Voir Tableau 2-7*).

Tableau 2-7 Écartement des rouleaux de chargement du montage de flexion quatre points en fonction de l'épaisseur et du rayon

Épaisseur du stratifié (mm)	Rayon intérieur (mm)	Écartement supérieur des rouleaux de chargement (mm)	Écartement inférieur des rouleaux de chargement (mm)
1,24	R2 : 2,50	24,0	44,5
	R3 : 3,75	25,9	46,4
	R4 : 5,00	27,7	48,2
	R5 : 6,25	29,5	50,0
3,10	R2 : 6,20	62,5	98,8
	R4 : 12,40	68,7	105

Les essais préliminaires ont montré une importante flexion des bras et une rupture dans le bras extérieur de l'échantillon. Tel que le préconise la norme, les bras ont été renforcés à l'aide d'une deuxième épaisseur du stratifié qui est collé à l'extérieur de l'échantillon à l'aide d'un adhésif double face. Pour chaque renfort, une des extrémités est placée à la jonction entre le rayon et les bras (*Voir Figure 2-18*). Des tests ont été réalisés avec différentes positions du renfort mais n'ont pas montré de variations dans les résultats. Enfin, l'ajout du renfort limite grandement la flexion du bras et permet de considérer les bras comme droit dans le calcul de l'angle φ .

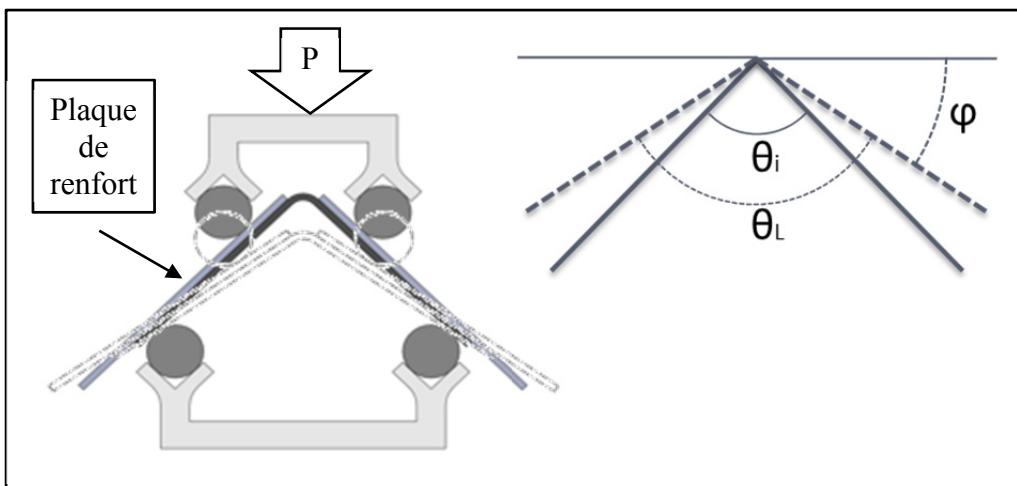


Figure 2-18 Schéma paramétrique du montage de flexion quatre points

À partir des données recueillies par l’intermédiaire du logiciel associé à la machine de test statique, la courbe de chargement de l’échantillon en fonction du déplacement peut être tracée (*Voir Figure 2-19*). Cette courbe n’est pas linéaire car la position des appuis de chargement sur les bras et la direction des forces appliquées changent au cours du test.

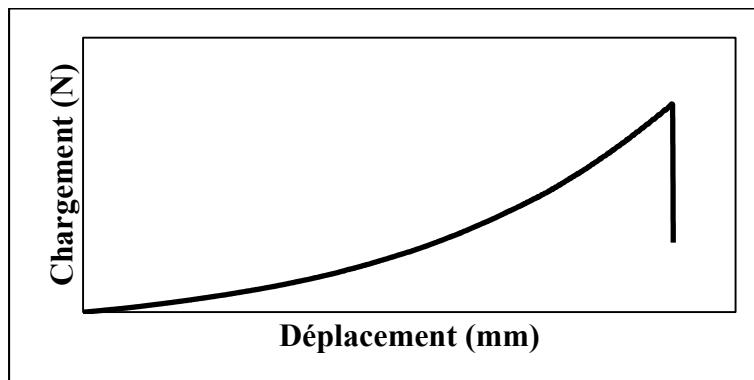


Figure 2-19 Courbe typique de chargement d'un échantillon en fonction du déplacement lors du test de flexion quatre points

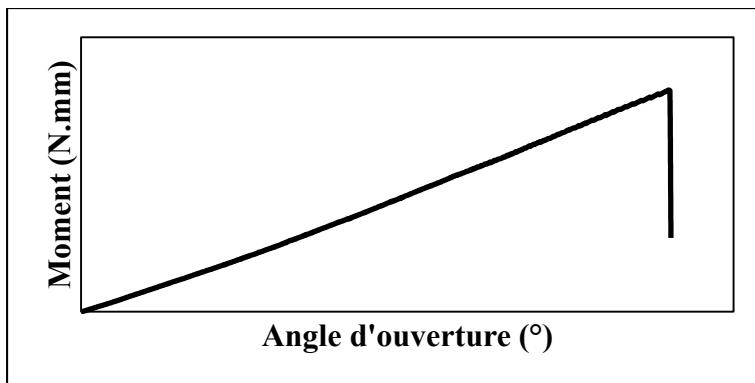


Figure 2-20 Courbe typique de moment dans la zone de courbure d'un échantillon en fonction de l'angle d'ouverture lors du test de flexion quatre points

Il est alors plus représentatif de calculer le moment dans la zone de courbure en fonction de l'angle d'ouverture de la pièce (*Voir Figure 2-20*). Ce dernier est défini comme étant la différence angulaire entre l'angle entre les bras à tout instant et l'angle initial entre les bras mesuré avant le début du test. Si l'on considère P comme étant le chargement, φ l'angle entre les bras et l'horizontale, d_x la différence entre les demi-entraxes supérieur et inférieur, D le diamètre des rouleaux et t l'épaisseur moyenne du stratifié, alors le moment peut s'exprimer à l'aide de l'équation (2.2) :

$$M = \left(\frac{P}{2 \cdot \cos \varphi} \right) \cdot \left(\frac{d_x}{\cos \varphi} + (D + t) \cdot \tan \varphi \right) \quad (2.2)$$

La rigidité des échantillons, qui sera utilisée dans l'analyse des résultats expérimentaux dans le CHAPITRE 3, est en fait la pente de la courbe linéaire du moment en fonction de l'angle d'ouverture. Elle est exprimée en N.mm/deg. Une autre donnée qui sera utilisée est la résistance à la courbure d'une poutre courbée (CBS, de l'anglais Curved Beam Strength) qui se calcule en considérant P_{max} comme étant le chargement maximal, M_{max} le moment maximal et w la largeur de l'échantillon (2.3) :

$$CBS = \frac{M_{\max}}{w} = \left(\frac{P_{\max}}{2 \cdot w \cdot \cos \varphi} \right) \cdot \left(\frac{d_x}{\cos \varphi} + (D + t) \cdot \tan \varphi \right) \quad (2.3)$$

2.5.5 Flexion Short-Beam

Les essais de flexion Short-Beam ont été réalisés selon la norme ASTM D2344 (American Society for Testing and Materials International, 1987). La vitesse de déplacement utilisée était de 1 mm/min et le montage utilisé est détaillé sur la Figure 2-21. Les tests ont été réalisés à température ambiante. Le mode de fracture des échantillons est par cisaillement interlaminaire. 4 échantillons par pièce ont été prélevés tel que l'illustre la Figure 2-21. La contrainte de cisaillement interlaminaire (ILSS, de l'anglais Interlaminar Shear Stress), est calculée à partir de l'équation (2.4) donnée par la norme de l'essai :

$$ILSS = 0,75 \times \frac{P_{\max}}{b \times h} \quad (2.4)$$

avec, P_{\max} la charge maximale et b et h , respectivement, la largeur et la hauteur de l'échantillon.

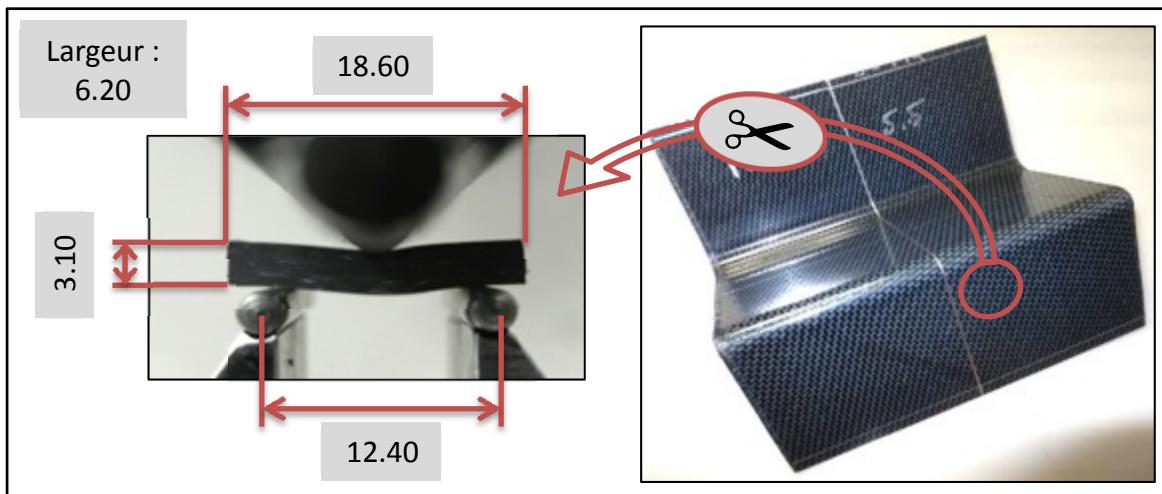


Figure 2-21 Schéma paramétrique du montage de flexion Short-Beam et position des échantillons des parties planes de la pièce en S

CHAPITRE 3

RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX ET DISCUSSION SUR LES PIÈCES EN S

Ce chapitre rassemble les résultats expérimentaux obtenus avec les pièces de géométrie en S. Les conditions de moulage sont résumées dans le Tableau 2-6. Le chapitre est organisé de la manière suivante. Une première section présente les résultats de la caractérisation des pièces fabriquées avec les deux stratifiés minces. L'objectif est de comparer l'effet de la séquence d'empilement sur les propriétés mécaniques des pièces. Une deuxième section compare les résultats obtenus lors de la caractérisation des pièces fabriquées avec les deux stratifiés quasi-isotropes. L'objectif est de définir l'effet de l'épaisseur sur les propriétés mécaniques des pièces. Une troisième section présente les résultats expérimentaux obtenus avec le stratifié mince orthotrope et le stratifié épais quasi-isotope pour différentes conditions de maintien. Enfin, une quatrième section est dédiée à une analyse critique des moules utilisés pour la fabrication des pièces en S. Les conditions de montage et les tolérances géométriques des moules y sont principalement abordées. À noter que des résultats présentés dans ce chapitre ont fait l'objet d'un article pour la conférence ECCM 16 et dont le papier est joint en ANNEXE IV (p.123).

3.1 Résultats de la caractérisation des pièces fabriquées à partir des plaques minces 4L_Ortho et 4L_Q-Iso

Dans cette section, l'objectif est d'étudier l'effet du rayon sur la tenue mécanique en flexion des deux stratifiés minces en plus de certains paramètres de fabrication. Des mesures d'épaisseur, de porosité et de cristallinité ont aussi été réalisées. Les stratifiés 4L_Ortho et 4L_Q-Iso ayant des séquences d'empilement différentes, cela a aussi été l'opportunité d'observer l'effet de la séquence d'empilement sur notamment la résistance à la flexion des échantillons en L.

3.1.1 Effet de la pression d'estampage

Dans la littérature, la pression d'estampage est souvent présentée comme un des paramètres clés du thermoformage. Ce projet expérimental étant en lien direct avec un projet industriel, le choix des pressions d'estampage se limite donc à des valeurs comprises entre 2,2 et 5,5 MPa tel que préconisé par nos partenaires. Un temps de maintien de 5 min et une température de maintien de 200°C sont utilisés dans cette section (*Voir Tableau 2-6*).

L'effet de la pression d'estampage sur les variations d'épaisseur des stratifiés 4L_Ortho et 4L_Q-Iso est illustré respectivement sur les Figure 3-1 et Figure 3-2. Pour rappel, T_Ext correspond au bras extérieur et T_Int au bras intérieur. Le numéro qui suit donne le numéro du moule. Pour les deux types de stratifié ainsi que pour les deux moules M1 et M2, les variations d'épaisseur sont similaires et n'excèdent pas 5% de l'épaisseur initiale des plaques. Les variations d'épaisseur restent globalement constantes à mesure que la pression d'estampage augmente. Elle ne semble donc pas affecter l'épaisseur de la pièce dans l'intervalle de pression utilisé dans cette étude. Cependant, les bras internes du S sont plus minces de 1 à 2% par rapport à l'épaisseur nominale des stratifiés de 4 plis. Inversement, les bras externes du S sont plus épais de 3 à 5% par rapport à l'épaisseur nominale des stratifiés de 4 plis. Ces écarts entre les bras internes et externes ont deux origines potentielles cumulatives. Tout d'abord, les moules ne sont pas équipés de système de guidage lors de leur utilisation ou bien même lors de leur installation dans la presse. Ce manquement se traduit par un potentiel défaut d'alignement lors de l'installation, qui se fait sous la pression minimale de 2,2 MPa, étant donné la non-symétrie du S et son placement non-équilibré. En effet, le S a été placé à l'horizontale faisant apparaître deux plans inclinés à 45° et un plan à -45°. Ce dernier se retrouve alors potentiellement soumis à une plus forte pression que les deux premiers plans. Enfin, les moules ont nécessité d'être polis à la main ce qui a pu induire des défauts de forme. Tout ceci fait que des variations d'épaisseur apparaissent sans que la pression d'estampage en soit directement responsable.

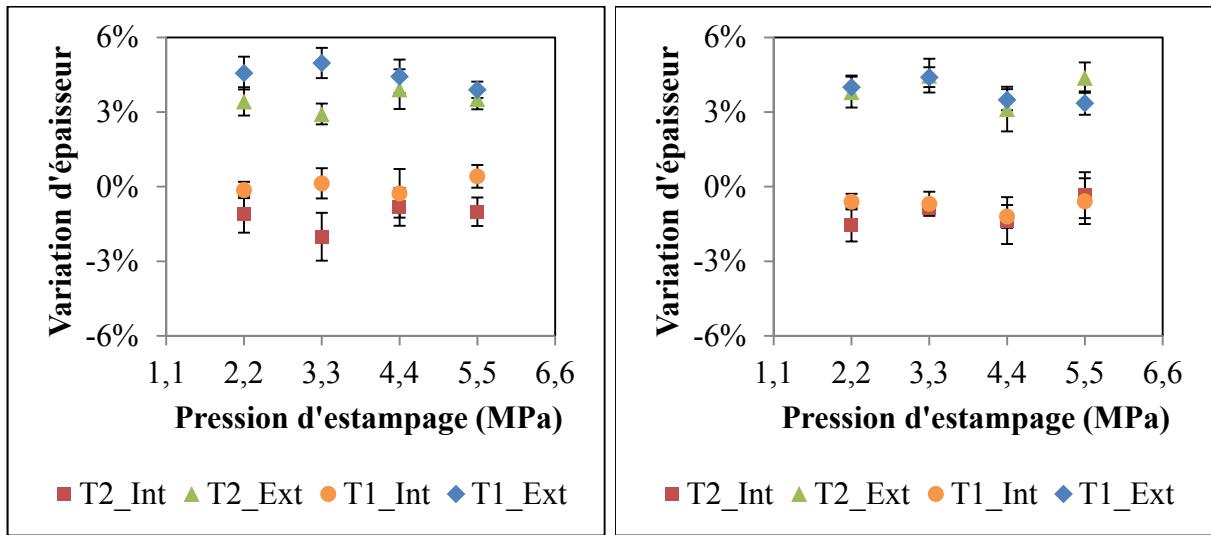


Figure 3-1 [4L_Ortho] Effet de la pression sur les variations d'épaisseur

Figure 3-2 [4L_Q-Iso] Effet de la pression sur les variations d'épaisseur

Les Tableau 3-1 et Tableau 3-2 présentent respectivement les taux de porosité des stratifiés 4L_Ortho et 4L_Q-Iso mesurés par analyse microscopique d'images pour des pressions d'estampage allant de 2,2 à 5,5 MPa. Pour les deux matériaux les taux mesurés sont relativement bas. En effet, pour le 4L_Ortho il n'excède pas 1% et pour le 4L_Q-Iso il ne dépasse pas les 2,1%. Cependant, les porosités observées sont majoritairement dans les bras externes tandis qu'elles sont très faibles dans les zones de courbure et absentes dans les bras internes (*Voir* Figure 3-3). Les porosités sont entourées sur les fractions d'échantillon observées sur la figure mentionnée précédemment. La porosité étant initialement très faible dans les plaques fournies par Ten Cate Advanced Composites, on pouvait s'attendre à de tels résultats. De plus, les résultats sont cohérents avec les mesures d'épaisseur. De fait, les taux de porosité sont les plus forts dans les zones où il y a eu un épaississement du stratifié et, à l'inverse, un amincissement du stratifié est accompagné d'un taux nul ou très bas.

Tableau 3-1 [4L_Ortho] Effet de la pression sur le taux de porosité

Pression d'estampage (MPa)	Bras extérieur	Zone de courbure	Bras intérieur
2,2	0,6%	0,3%	0,0%
3,3	0,8%	0,1%	0,0%
4,4	0,7%	0,0%	0,0%
5,5	0,4%	0,0%	0,0%

Tableau 3-2 [4L_Q-Iso] Effet de la pression sur le taux de porosité

Pression d'estampage (MPa)	Bras extérieur	Zone de courbure	Bras intérieur
2,2	2,0%	0,5%	0,0%
3,3	1,6%	0,3%	0,0%
4,4	2,1%	0,5%	0,0%
5,5	1,2%	0,3%	0,0%

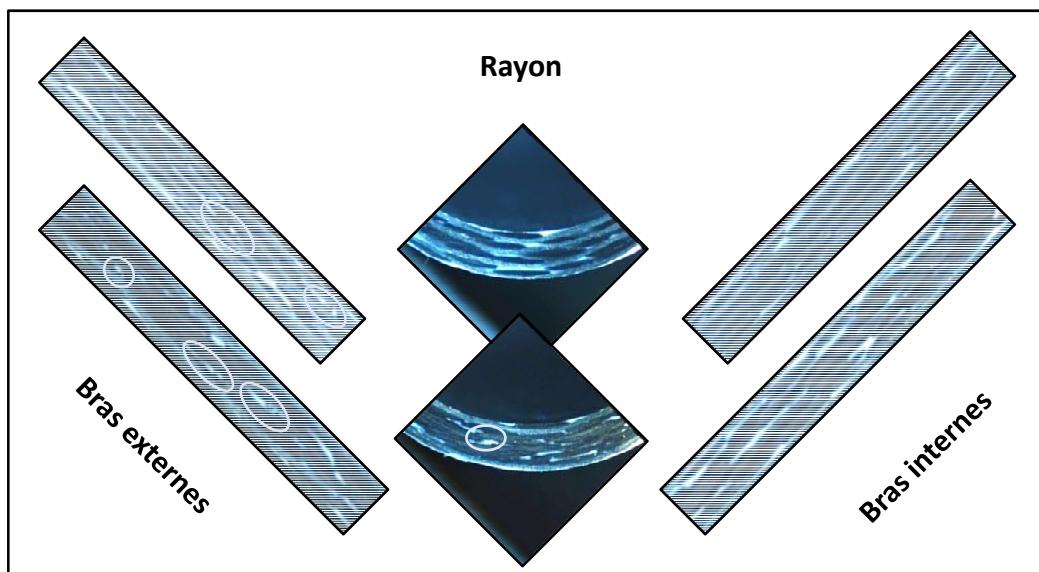


Figure 3-3 [4L_Ortho et 4L_Q-Iso] Analyse microscopique des échantillons

L'effet de la pression d'estampage sur le CBS est illustré sur la Figure 3-4 pour le stratifié 4L_Ortho et sur la Figure 3-5 pour le stratifié 4L_Q-Iso. Tout d'abord, le 4L_Ortho produit un plus grand CBS que le 4L_Q-Iso. En effet, ce premier affiche un maximum de 292 N.mm/mm à 5,5 MPa avec le rayon R5 contre 256 N.mm/mm à 4,4 MPa avec le rayon R5 pour le quasi-isotrope. Cela représente un écart de performance de l'ordre de 12%. Une étude de Borg, Nilsson et Simonsson (2004) a montré que la cohésion entre deux plis unidirectionnels successivement orientés à 0° est deux fois plus petite qu'entre deux plis successifs orientés à $\pm 45^\circ$ et quatre fois plus petite qu'entre deux plis successifs orientés à 0° et 90° . Dans le cas présent, une hypothèse pourrait alors être que ces observations sont aussi valables lors de l'utilisation de plis 5HS. Un plus grand nombre de plis orientés à 0° dans le 4L_Ortho par rapport au 4L_Q-Iso expliquerait alors cet écart de performance.

Pour les deux stratifiés, les petits rayons sont plus affectés par les variations de pression d'estampage que les grands rayons. Une pression minimale de 3,3 MPa se distingue pour les deux stratifiés. En effet, à partir de cette pression le CBS tend à se stabiliser.

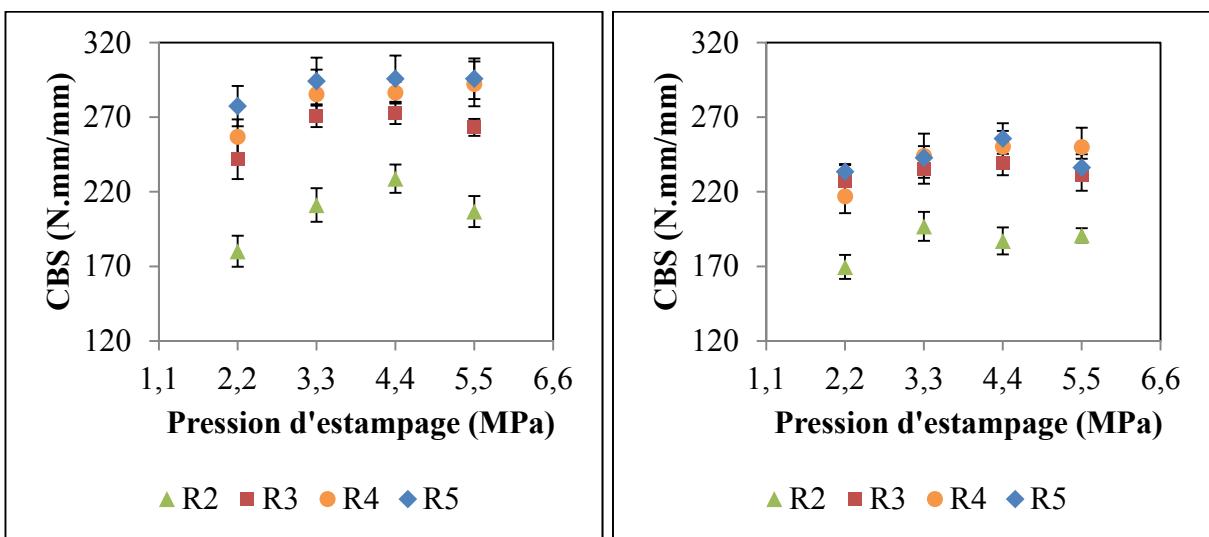


Figure 3-4 [4L_Ortho] Effet de la pression sur le CBS

Figure 3-5 [4L_Q-Iso] Effet de la pression sur le CBS

3.1.2 Effet du rayon de l'outillage

L'effet du rayon sur le comportement en flexion des échantillons en L est un des objectifs principaux de cette recherche. Les valeurs des rayons ont été prises entre 2 fois et 5 fois l'épaisseur du stratifié. Un temps de maintien de 5 min et une température de maintien de 200°C sont utilisés dans cette section (*Voir Tableau 2-6*).

Les Figure 3-6 et Figure 3-7 montrent l'évolution du CBS en fonction du rayon interne de la pièce à pression constante pour respectivement les stratifiés 4L_Ortho et 4L_Q-Iso. Malgré l'écart de performance mécanique en flexion entre les deux stratifiés déjà observé précédemment, tous deux montrent qu'à partir de d'un rayon égal à trois fois l'épaisseur, le CBS tend à se stabiliser aux alentours de 285 N.mm/mm pour le 4L_Ortho et 250 N.mm/mm pour le 4L_Q-Iso pour des pressions d'estampage supérieures à 3,3 MPa.

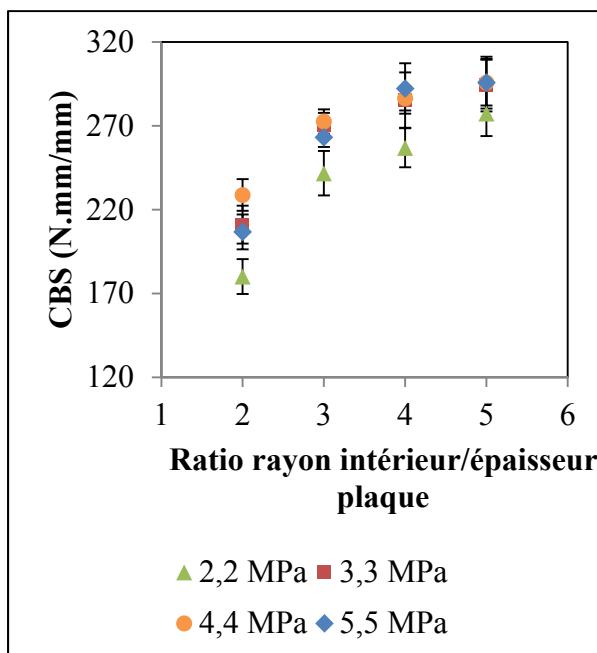


Figure 3-6 [4L_Ortho] Effet du rayon de l'outil sur le CBS

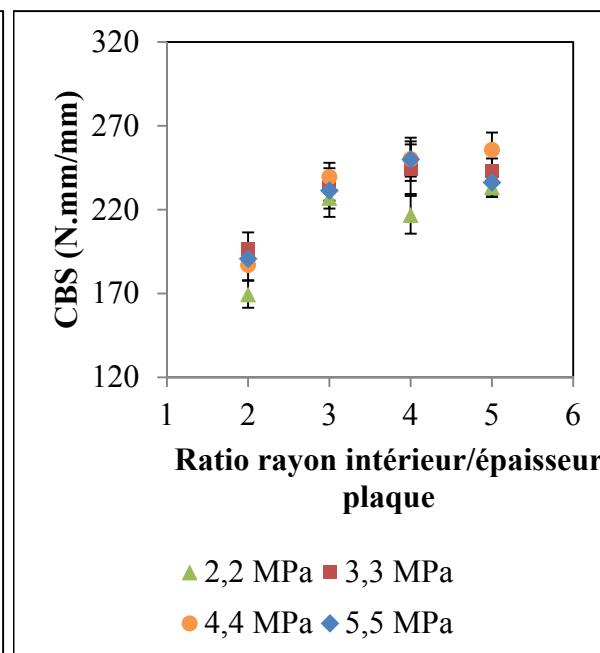


Figure 3-7 [4L_Q-Iso] Effet du rayon de l'outil sur le CBS

Parallèlement, les Figure 3-8 et Figure 3-9 représentent l'évolution de la rigidité des échantillons en fonction du rayon utilisé. Les figures correspondent respectivement aux stratifiés 4L_Ortho et 4L_Q-Iso. Pour les deux stratifiés, la rigidité décroît linéairement pour des valeurs croissantes du rayon. Ces résultats, bien qu'attendus, montrent à quel point il est possible de modifier le comportement en flexion d'une pièce en changeant uniquement son rayon de courbure quel que soit le stratifié. De plus, le 4L_Ortho garantit une plus grande rigidité que le 4L_Q-Iso. De fait, pour le rayon R5, à la pression d'estampage de 4,4 MPa, le 4L_Ortho affiche une rigidité de 155 N.mm/deg contre 140 N.mm/deg pour le 4L_Q-Iso soit une différence de performance de 10%. Pour R2, à la même pression, le 4L_Ortho affiche 181 N.mm/deg et le 4L_Q-Iso 159 N.mm/deg soit un écart de performance de 12%.

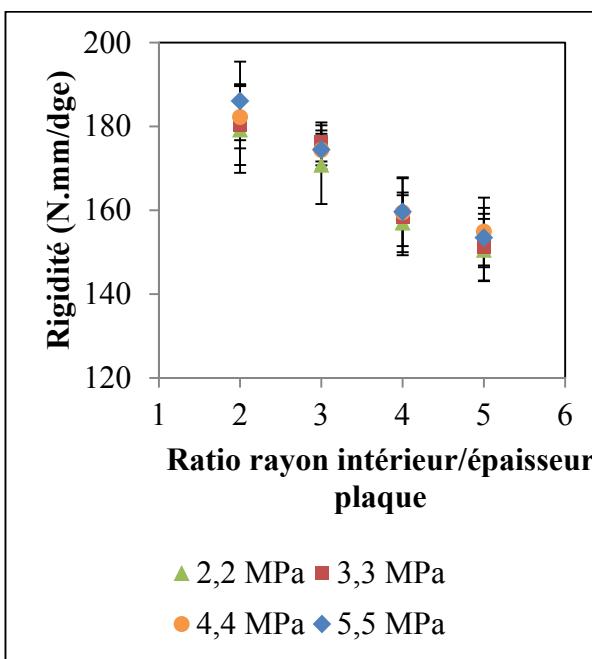


Figure 3-8 [4L_Ortho] Effet du rayon outil sur la rigidité

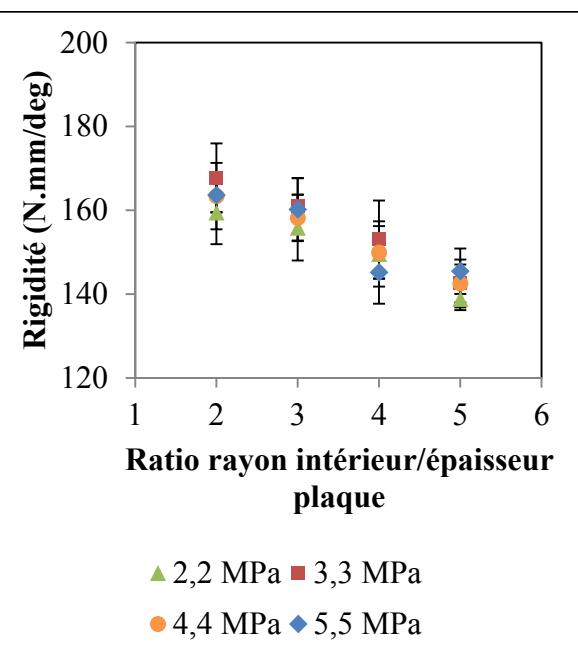


Figure 3-9 [4L_Q-Iso] Effet du rayon outil sur la rigidité

3.1.3 Discussion sur l'effet de la séquence d'empilement, du rayon et des paramètres de fabrication

De cette première séquence de tests utilisant les stratifiés 4L_Ortho et 4L_Q-Iso avec quatre rayons intérieurs différents allant de 2 à 5 fois l'épaisseur du stratifié, on observe que pour les deux stratifiés minces, un rayon minimum de 3 fois l'épaisseur semble nécessaire avant d'avoir une stabilisation des résultats mécaniques en flexion de la zone de courbure.

De plus, une pression minimale d'estampage de 3,3 MPa est nécessaire avant d'obtenir des résultats en flexion acceptables. Cependant, celle-ci n'a pas eu d'impact direct sur la porosité des pièces ayant un taux inférieur à 2% dès la pression minimale de 2,2 MPa. La porosité est présente majoritairement dans les bras externes, très faiblement dans les zones de courbure et absente dans les bras internes.

Malgré tout, quelque soit les rayons utilisés, et plus particulièrement les plus petits, il est possible d'estamper une pièce présentant une bonne consolidation et un très faible taux de porosité dans la zone de courbure.

Enfin, les variations d'épaisseur n'excèdent pas les 5% qui est une valeur qui a été donnée comme acceptable par nos partenaires. Cependant, un écart d'épaisseur existe entre les bras intérieurs et les bras extérieurs. L'utilisation d'un système de guidage et l'amélioration de l'état de surface du moule à la sortie de la machine d'usinage permettrait de corriger cet écart.

3.2 Résultats de la caractérisation des pièces fabriquées avec les plaques quasi-isotropes 10L_Q-Iso et comparaison avec ceux du 4L_Q-Iso.

Dans cette section, l'objectif est d'étudier l'effet du rayon sur la tenue mécanique en flexion du stratifié 10L_Q-Iso en plus de certains paramètres de fabrication. Des mesures d'épaisseur, de porosité et de cristallinité ont aussi été réalisées. Les résultats du stratifié 4L_Q-Iso seront aussi utilisés afin de les comparer à ceux obtenus pour le 10L_Q-Iso. Cela sera l'occasion d'observer l'effet de l'épaisseur sur la résistance à la flexion des échantillons en L.

3.2.1 Effet de la pression d'estampage

Comme pour la première partie de l'expérimentation, le choix des pressions d'estampage se limite à des valeurs comprises entre 2,2 et 5,5 MPa tel que préconisé par nos partenaires. Un temps de maintien de 5 min et une température de maintien de 200°C sont utilisés dans cette section (*Voir Tableau 2-6*).

L'effet de la pression d'estampage sur les variations d'épaisseur du stratifié 10L_Q-Iso est illustré sur la Figure 3-10. Comme pour les deux stratifiés minces utilisés précédemment, les variations d'épaisseur n'excèdent pas les 5%. Les variations d'épaisseur restent globalement constantes à mesure que la pression d'estampage augmente sauf aux alentours de 5,5 MPa où elles se trouvent proches de 0. L'épaisseur de la pièce semble peu affectée dans l'intervalle de pression utilisé dans cette étude. Cependant, contrairement aux deux premiers moules utilisés, celui-ci a subi une passe d'usinage supplémentaire pour une meilleure finition. Le polissage final a tout de même été fait manuellement mais de manière légère. Il semblerait que les écarts d'épaisseur entre les bras internes et externes aient disparu suite à cette modification.

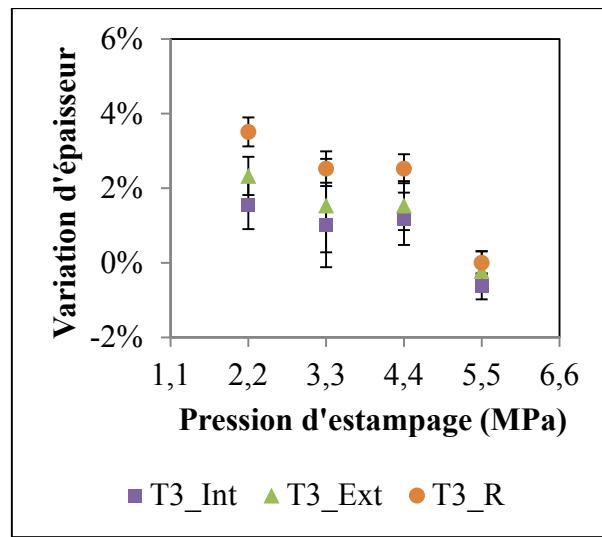


Figure 3-10 [10L_Q-Iso] Effet de la pression sur les variations d'épaisseur (Figure 2-13)

La porosité dans les pièces fabriquées avec le stratifié de 10 plis est pour ainsi dire inexisteante (*Voir* Figure 3-11). Que ce soit dans les bras ou dans la zone de courbure, les taux sont inférieurs à 0,1%. Ces observations sont cohérente avec les mesures d'épaisseur réalisées dans la section précédente. De plus, pour le stratifié 4L_Q-Iso, les taux de porosité étaient aussi nuls lorsque les variations d'épaisseur étaient inférieures à 2% comme c'est le cas ici aussi.

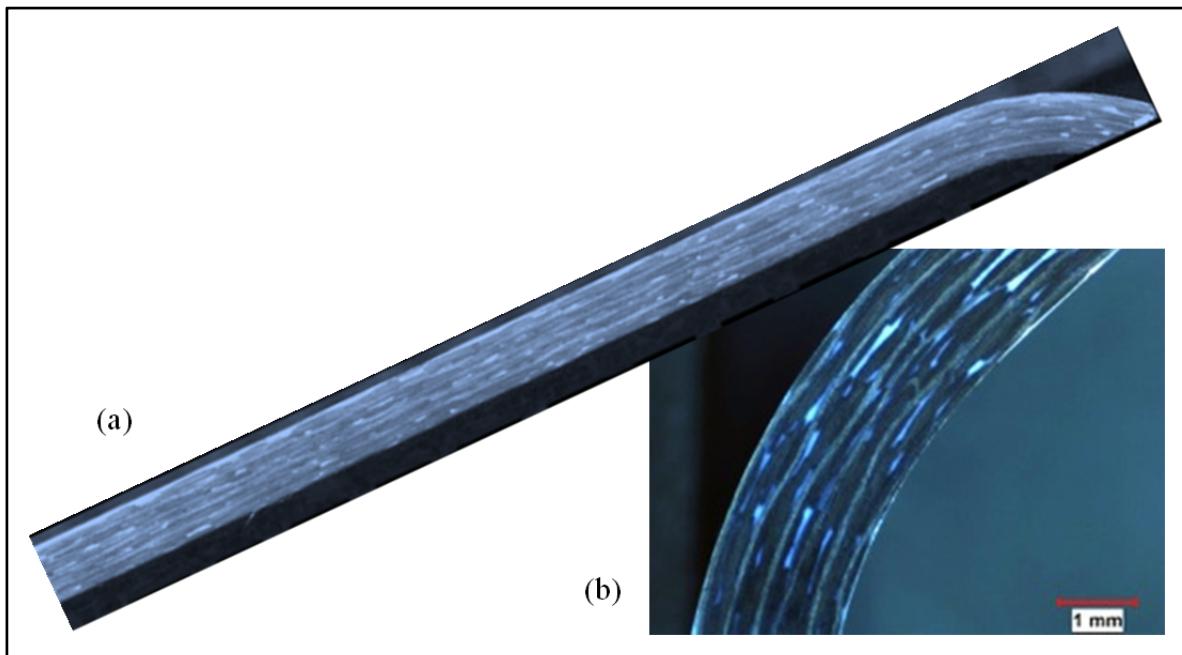


Figure 3-11 [10L_Q-Iso] Exemple de microscopies d'un bras (a) et d'un rayon (b)

Les valeurs du CBS pour le stratifié 10L_Q-Iso sont présentées à la Figure 3-12. Pour ce stratifié, dit épais dans cette étude, la pression ne semble pas avoir eu autant d'effet sur le CBS comme cela a pu être le cas sur le 4L_Q-Iso dont les résultats sont rappelés sur la Figure 3-13. En effet, les deux rayons R2 et R4 qui ont pu être testés avec ce stratifié de 10 plis affichent globalement le même CBS à 2,2 et 5,5 MPa. En passant d'un stratifié 4 plis à un stratifié 10 plis la valeur maximale du CBS, toutes pressions confondues, du rayon R4 est passé de 250 N.mm/mm à 1431 N.mm/mm et du rayon R2 de 197 N.mm/mm à 1352 N.mm/mm soit une augmentation respective près de 6 et 7 fois la valeur pour le 4L_Q-Iso. Ce résultat est bien cohérent avec une épaisseur qui a été multipliée par 2,5 si l'on réfère au moment d'inertie d'une poutre en flexion.

Afin de vérifier si les différentes pressions utilisées ont eu un impact sur les parties planes de la pièce, des tests de flexions Short-Beam ont été réalisés. Les résultats sont présentés sur la Figure 3-14. Comme les tests de flexion 4 points l'ont déjà montré, la pression n'a pas eu d'effet sur la tenue mécanique des bras. Les mesures d'épaisseur et les microscopies pouvaient laisser présager cela. À noter que les valeurs du ILSS sont basées sur

l'expression de la norme ASTM associée au test et sont valables pour un laminé de plis unidirectionnels.

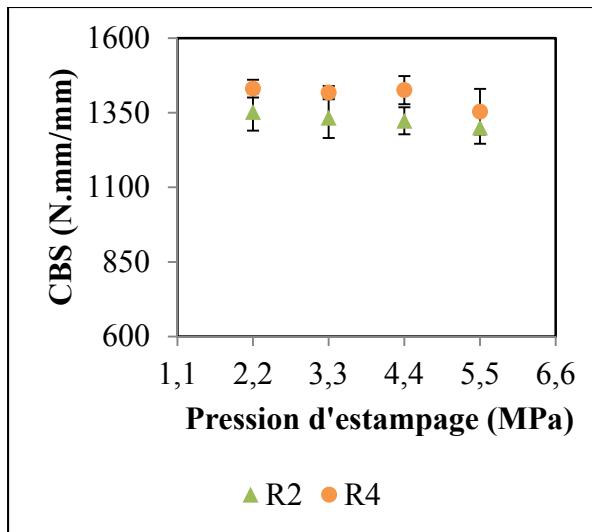


Figure 3-12 [10L_Q-Iso] Effet de la pression sur le CBS

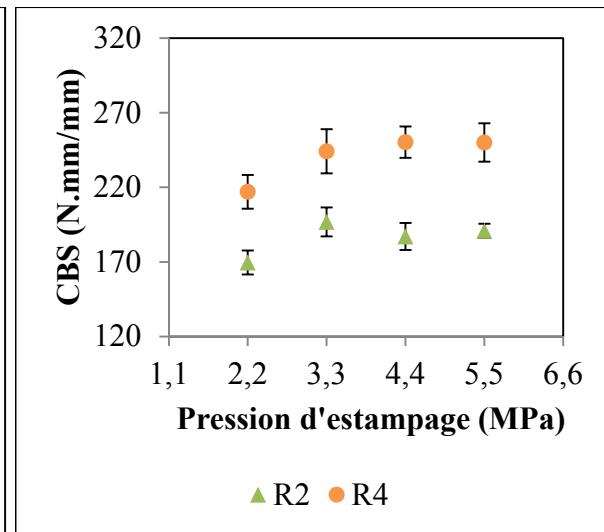


Figure 3-13 [4L_Q-Iso] Effet de la pression sur le CBS

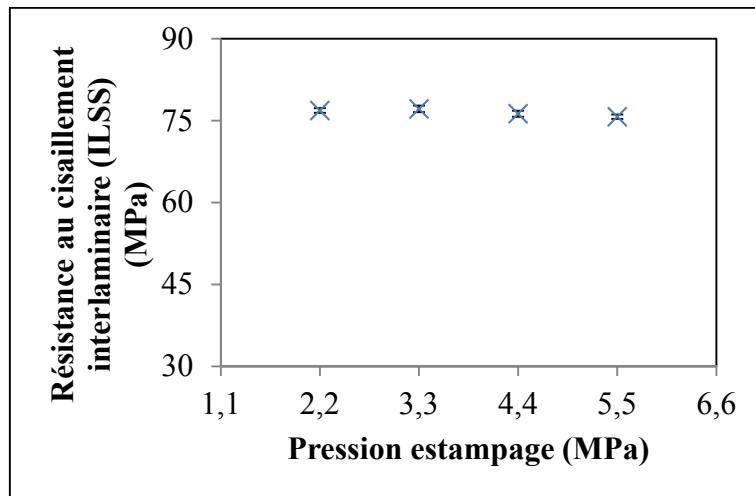


Figure 3-14 [10L_Q-Iso] Effet de la pression sur la résistance au cisaillement interlaminaire des parties planes

3.2.2 Effet du rayon de l'outillage

Les valeurs des rayons pour les stratifiés épais ont été prises entre 2 fois et 5 fois l'épaisseur du stratifié. Un temps de maintien de 5 min et une température de maintien de 200°C sont utilisés dans cette section (*Voir Tableau 2-6*).

Comme pour le 4L_Q-Iso, la raideur des pièces réalisées avec le stratifié 10L_Q-Iso diminue pour des valeurs croissantes du rayon (*Voir Figure 3-15 et Figure 3-16*). Seuls deux rayons ont pu être étudiés avec le stratifié épais, mais on peut supposer que le comportement est linéaire comme avec le stratifié mince.

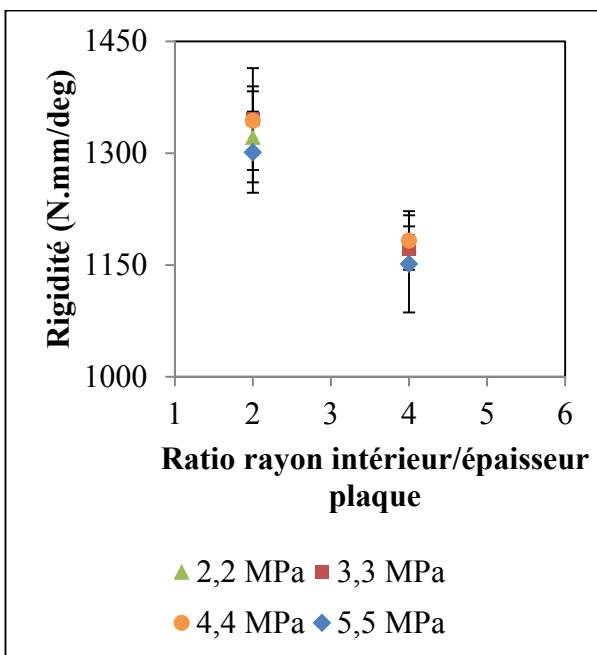


Figure 3-15 [10L_Q-Iso] Effet du rayon outil sur la raideur

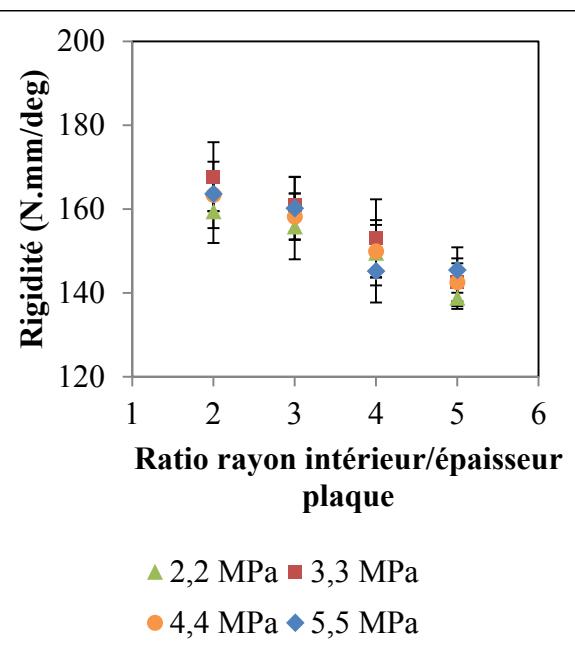


Figure 3-16 [4L_Q-Iso] Effet du rayon outil sur la raideur

3.2.3 Discussion sur l'effet de l'épaisseur, du rayon et des paramètres de fabrication

Comme seulement deux rayons étaient à l'étude pour le stratifié 10L_Q-Iso, il n'a pas été possible de mettre en avant l'utilisation d'un rayon minimum. Cependant, l'écart de performance entre le rayon R4 et R2 est de l'ordre de 5%. Avec le stratifié le stratifié 4L_Q-Iso, l'écart de performance est de plus de 20%. Tout laisse donc croire que l'effet du rayon est moins important à mesure que l'épaisseur du stratifié augmente. Cette observation semble cohérente car les stratifiés 10L_Q-Iso et 4L_Q-Iso ont été comparés avec des ratios du rayon sur l'épaisseur constants. Ainsi, pour un même ratio, les fibres du stratifié 4L_Q-Iso sont bien plus courbées que celles dans le stratifié 10L-Q-Iso. De plus, le rayon le plus grand utilisé avec le stratifié mince correspond au rayon le plus petit du stratifié épais ce qui tend à confirmer cette hypothèse.

Néanmoins, il semble ne pas exister de pression minimale d'estampage pour le stratifié épais contrairement à ce qui a pu être vu sur le stratifié mince, dans la plage de pressions étudiée. Cependant, les surfaces de moulage du troisième moule étaient meilleure que celles des deux premiers moules comme les mesures d'épaisseur ont pu le montrer ainsi que les mesures du taux de porosité. Il est donc possible qu'avec des meilleurs moules, la pression ait moins d'impact sur le comportement des stratifiés minces.

3.3 Effet des paramètres de maintien

Le plan d'expérience prévoit d'utiliser trois températures de maintien et trois temps de maintien (*Voir Tableau 2-6*). La Figure 3-17 représente les cycles thermiques suivis par les plaques minces (4L) et épaisses (10L) pour les différentes températures de maintien avec un temps de maintien de 5 min. Le choix des paramètres de maintien a une grande influence sur la température du stratifié. Comme le montre la Figure 3-18, dès lors que le transfert débute, soit à $t = 0$ s, la température du stratifié commence à baisser. C'est finalement lors du contact entre le stratifié et le moule que le taux de refroidissement est le plus grand, soit pour

$t > 6$ s. Seulement 12 s après être sortis du four, les stratifiés minces sont à leur température de maintien. Il faut près de 35 s pour que les stratifiés épais fassent de même.

Une étude de Cao et Chen (2005) a montré que le taux de cristallinité du PPS influence grandement son module d'élasticité (*Voir Figure 1-13*). Il est donc important d'étudier l'effet des paramètres de maintien sur la cristallinité dont les propriétés mécaniques semblent en dépendre.

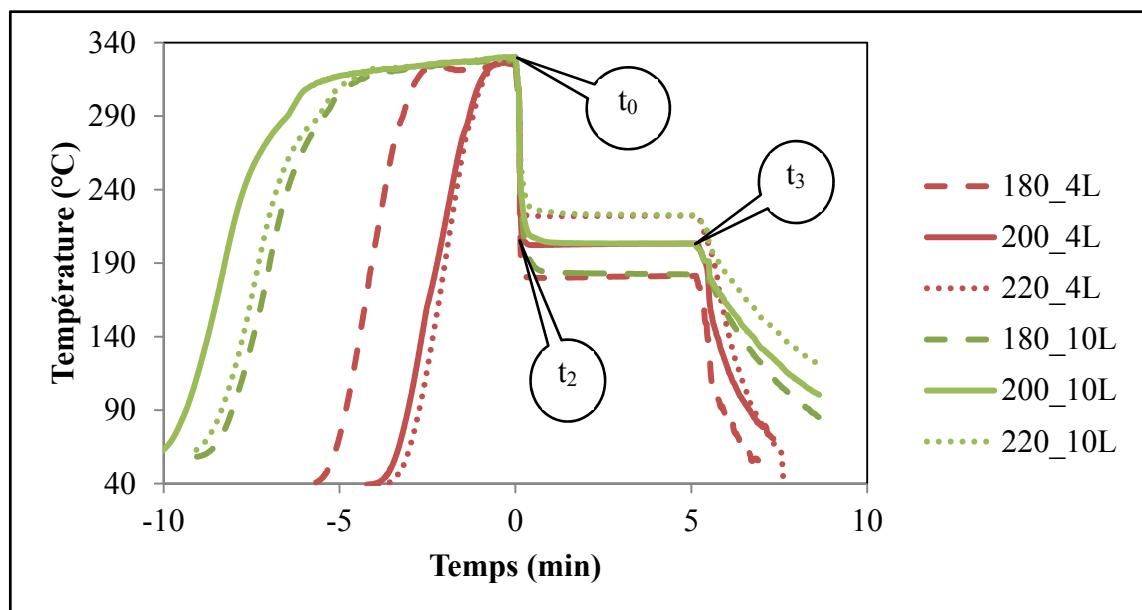


Figure 3-17 Cycles thermiques des plaques 4L_Ortho et 10L_Q-Iso pour différentes températures de maintien avec 5 min de temps de maintien (t_0 : Plaque à température d'estampage et début du transfert puis fermeture du moule, t_2 : Moule fermé et début du temps de maintien, t_3 : Fin du temps de maintien, démoulage et refroidissement à air ambiant)

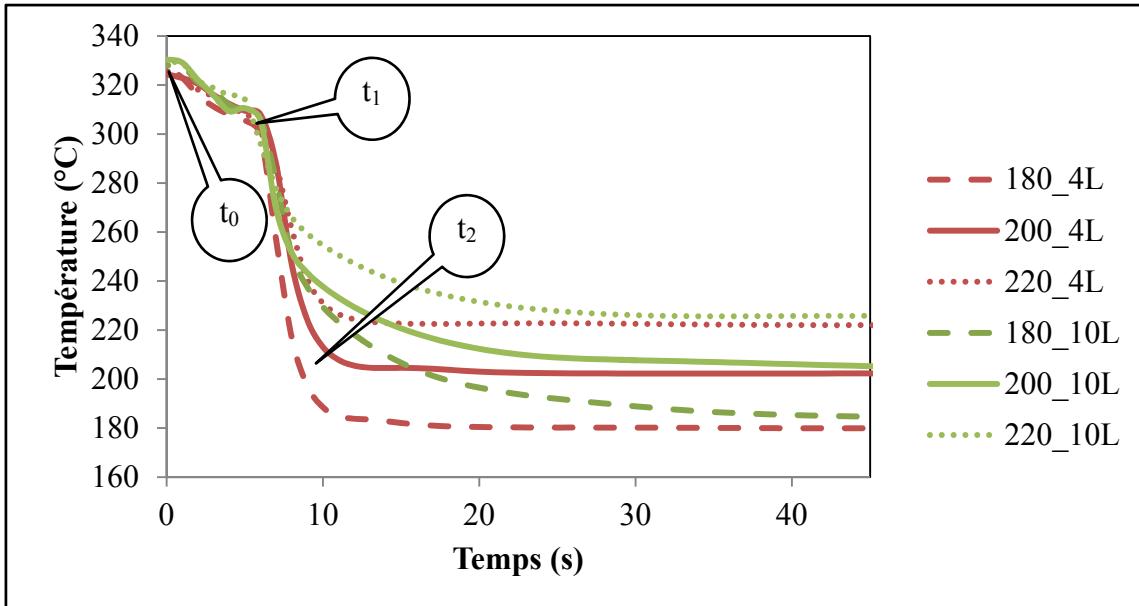


Figure 3-18 Effet du contact entre le stratifié et le moule sur la température des stratifiés (t_0 : Plaque à température d'estampage et début du transfert puis fermeture du moule, t_1 : Contact entre le stratifié et le moule, t_2 : Moule fermé et début du temps de maintien)

Enfin, tel qu'attendu et illustré sur la Figure 3-17, le temps de chauffe des plaques épaisses fût bien plus long que pour les plaques minces; deux fois plus en réalité. À noter que le temps de chauffe pour une même épaisseur de plaque peut varier en fonction du comportement du contrôleur PID du four, l'objectif étant de ne pas dépasser la température consigne. Aucun effet sur la qualité des pièces n'a été relevé. On remarque aussi que le taux de refroidissement des pièces épaisses à l'air ambiant est deux fois plus petit que pour les pièces minces.

3.3.1 Effet du temps de maintien

Le temps de maintien débute à partir du moment où la pression d'estampage est appliquée sur le stratifié et s'arrête lorsque celle-ci est relâchée. Si l'on ne tient pas compte du temps de chauffage du stratifié qui dépend du four et de l'épaisseur de la plaque, le temps de maintien est l'étape la plus longue dans le processus d'estampage d'une pièce de composite thermoplastique. Cette étape a deux objectifs principaux. Premièrement, le temps

de maintien doit être suffisamment long pour garantir le formage complet de la pièce. Deuxièmement, c'est durant cette étape que la cristallinité du composite se crée après avoir été dissoute lors du chauffage au-delà de la température de fusion du stratifié. Il a été jugé que la différence de séquence d'empilement entre les stratifiés 4L_Ortho et 4L_Q-Iso n'aurait pas d'impact sur l'effet du temps de maintien. Afin de réduire le matériau utilisé pour la fabrication des pièces, seuls les stratifiés 4L_Ortho et 10L_Q-Iso seront étudiés dans cette section. Tel que préconisé par nos partenaires, trois temps de maintien ont été utilisés : 30 s, 2 min et 5 min. Une pression d'estampage de 4,4 MPa et une température maintien de 200°C ont été conservées pour toute cette section (*Voir Tableau 2-6*).

Comme pour la pression, l'effet du temps de maintien sur les variations d'épaisseur de la pièce a été étudié tel que le montrent la Figure 3-19 et la Figure 3-20. Le résultat pour le stratifié 4L_Ortho est que quel que soit le temps durant lequel le stratifié est maintenu dans le moule, les variations d'épaisseur sont de l'ordre de 3 à 5% dans les bras externes et de 1 à 3% dans les bras internes. En ce qui concerne le stratifié 10_Q-Iso, les variations d'épaisseur dans les deux bras sont comprises entre 0 et 2%. Ces mesures montrent que l'état visqueux de la matrice PPS est le même après 30 s de temps de maintien qu'il l'est après 5 min. L'épaisseur du stratifié est alors inchangée.

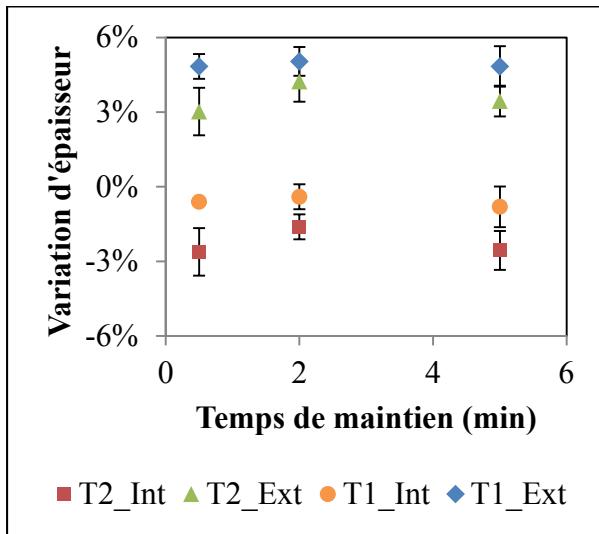


Figure 3-19 [4L-Ortho] Effet du temps de maintien sur les variations d'épaisseur

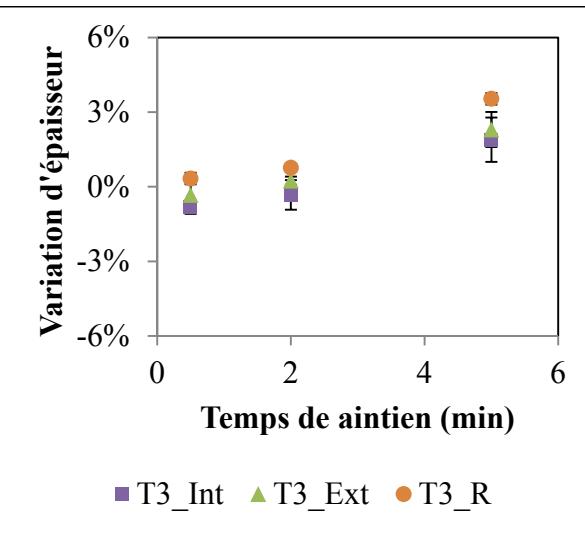


Figure 3-20 [10L_Q-Iso] Effet du temps de maintien sur les variations d'épaisseur

La cristallisation d'un composite thermoplastique semi-cristallin se fait durant le refroidissement de celui-ci entre sa température de fusion et sa température de transition vitreuse, c.-à-d., respectivement entre 285 et 85°C pour la matrice PPS utilisée dans ce projet. Il est alors nécessaire de contrôler le taux de refroidissement surtout aux alentours du pic de cristallisation qui se produit à des températures variant en fonction du taux de refroidissement. Les valeurs du pic oscillent entre 180 et 220°C. Si un plateau de température est marqué à l'intérieur du pic de cristallisation, on parle alors de cristallisation isotherme. C'est le cas dans ce projet la température du moule est maintenue constante tout au long du cycle.

Les taux de cristallinité des pièces en fonction des trois temps de maintien sont résumés dans le Tableau 3-3. Compte tenu que le taux de cristallinité initial des plaques fournies par Ten Cate Advanced Composites était de l'ordre de 30%, le cycle thermique subi par le stratifié ne semble pas avoir affecté la cristallinité des pièces. Les fibres de carbone présentes à 50% en volume dans le composite, peuvent agir comme des sites de nucléation favorisant ainsi la croissance cristalline. Ce phénomène est appelé transcristallinité (Giraud, 2011). Le taux de fibre restant constant, le taux de cristallinité semble rapidement tendre vers

les 28-30% quels que soit les temps de maintien pratiqués dans l'intervalle de temps choisi pour cette étude.

Tableau 3-3 Effet du temps de maintien sur la cristallinité des pièces 4L_Ortho et 10L_Q-Iso

Temps de maintien (min)	Taux de cristallinité des pièces 4L_Ortho	Taux de cristallinité des pièces 10L_Q-Iso
0,5	28 ± 0,3%	28 ± 0,3%
2	28 ± 0,9%	30 ± 0,2%
5	27 ± 0,2%	31 ± 0,3%

L'effet du temps de maintien sur le CBS a aussi été mesuré. Au regard des résultats illustrés sur la Figure 3-21 et la Figure 3-22, il semblerait que le CBS n'ait pas été affecté par ce paramètre pour une température de maintien de 200°C. La constance de la cristallinité face à ce paramètre pouvait laisser présager cette dernière constatation. La hiérarchie entre les rayons reste cependant respectée comme on pouvait s'y attendre.

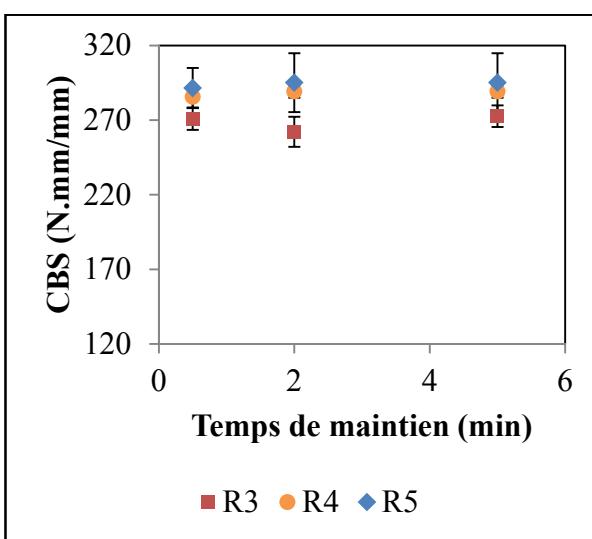


Figure 3-21 [4L-Ortho] Effet du temps de maintien sur le CBS

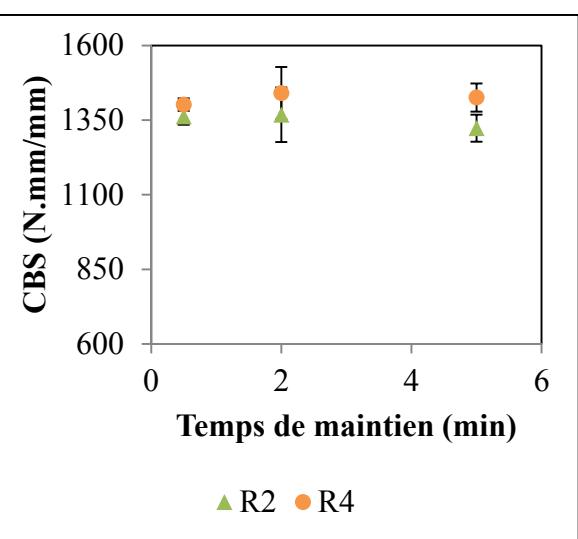


Figure 3-22 [10L_Q-Iso] Effet du temps de maintien sur le CBS

3.3.2 Effet de la température de maintien

Lors de l'application du procédé d'estampage on parle d'une température de maintien car la température du moule est un paramètre qui est maintenu constant durant toute la durée de la fabrication. En effet, afin d'obtenir des cadences de fabrication les plus grandes possible, le moule n'est jamais refroidi. Il est donc primordial de trouver la température qui donnera le meilleur compromis entre le fromage et la capacité à être démoulé qui nécessitent respectivement une température au plus proche de la température de fusion et à l'inverse une température suffisamment basse pour que la pièce soit structurellement stable. Dans la lignée de ce qui a été présenté dans la section précédente, une troisième contrainte vient s'ajouter qu'est la cristallinité. Si l'on veut prétendre faire de la cristallisation isotherme, alors, la température de maintien doit être comprise dans l'intervalle du pic de cristallisation. Les valeurs de 180, 200 et 220°C ont été utilisées dans cette section tels que suggéré par nos partenaires et sont aussi données dans la littérature (Spruiell, 2005). Les pièces ont été moulées sous la pression de 4,4 MPa et maintenues 5 min à la température de maintien (*Voir Tableau 2-6*).

L'effet de la température de maintien sur les variations d'épaisseur a été étudié et les résultats sont montrés sur la Figure 3-23 et la Figure 3-24. Tel que mentionné précédemment on pouvait s'attendre à ce que dans l'intervalle de température pratiqué, la formabilité de la pièce ait été affectée et donc que son épaisseur le soit aussi. En réalité, les résultats montrent que la température de maintien n'a pas eu d'effet notable sur l'épaisseur de la pièce.

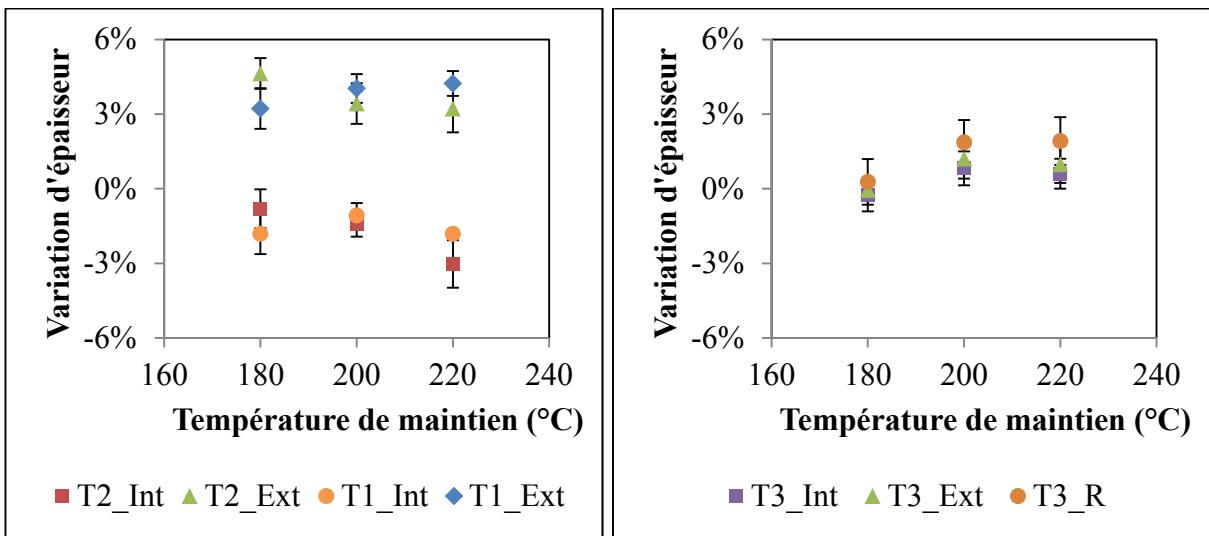


Figure 3-23 [4L-Ortho] Effet de la température de maintien sur les variations d'épaisseur

Figure 3-24 [10L_Q-Iso] Effet de la température de maintien sur les variations d'épaisseur

Les taux de cristallinité des pièces en fonction des trois températures de maintien sont résumés dans le Tableau 3-4. Compte tenu que le taux de cristallinité initial des plaques fournies par Ten Cate Advanced Composites était de l'ordre de 30%, le cycle thermique subi par le stratifié semble avoir que légèrement affecté la cristallinité des pièces qui reste aux alentour de 30%.

Tableau 3-4 Effet de la température de maintien sur la cristallinité des pièces 4L_Ortho et 10L_Q-Iso

Température de maintien (°C)	Taux de cristallinité des pièces 4L_Ortho	Taux de cristallinité des pièces 10L_Q-Iso
180	28 ± 0,6%	29 ± 0,5%
200	28 ± 0,2%	31 ± 0,3%
220	27 ± 0,5%	29 ± 0,4%

Les résultats de l'effet de la température de maintien sur le CBS sont présentés sur la Figure 3-25 et la Figure 3-26. Les pièces moulées à 180°C avec le 4L_Ortho donnent un CBS

légèrement plus grand que celle moulées à 220°C. Pour le rayon R4 qui affiche la plus importante variation, l'écart de performance entre les pièces moulées à 180°C et celles moulées à 220°C est de l'ordre de 11%. Cependant, les écarts types de ces données avoisinent les 4% et sont très proches de s'entrecroiser. Pour ce qui est du 10L_Q-Iso, le CBS est globalement constant pour les trois températures de maintien. Il est donc difficile de conclure quant à l'effet de la température de maintien sur le CBS d'autant plus que les taux de cristallinité mesurés ne semblent pas avoir été affectés par ce paramètre. Idéalement, il aurait pu être intéressant de mouler une pièce avec une température de maintien hors du pic de cristallisation pour pouvoir affirmer les bienfaits réels des valeurs choisies ici.

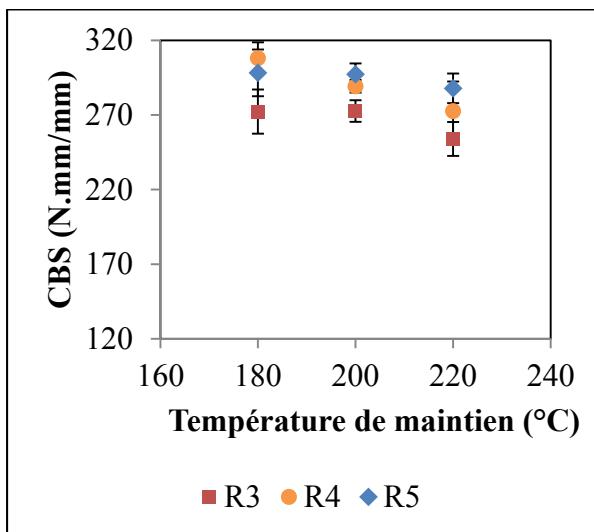


Figure 3-25 [4L-Ortho] Effet de la température de maintien sur le CBS

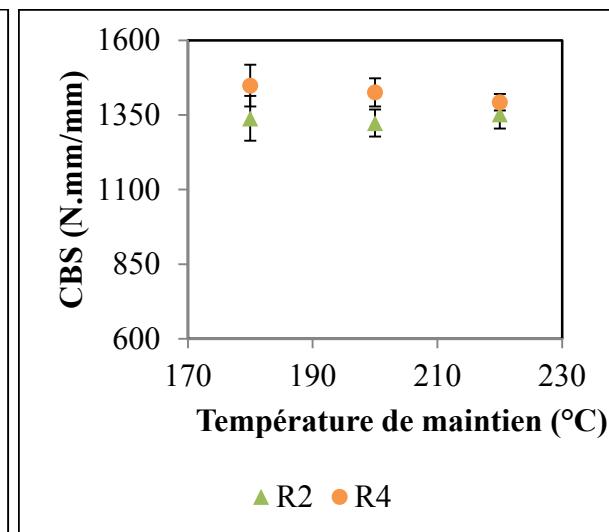


Figure 3-26 [10L_Q-Iso] Effet de la température de maintien sur le CBS

En fin de compte, le temps et la température de maintien n'ont pas eu d'effet sur les deux stratifiés. On aurait pu s'attendre au contraire vu que l'inertie thermique du stratifié épais est plus grande que celle du stratifié mince. Il aurait été intéressant d'utiliser une température de maintien plus basse, hors du pic de cristallisation, afin de valider que des valeurs de température de maintien comprises dans le pic suffisent à obtenir les performances mécaniques optimales du stratifié.

Étant donné qu'il n'y a pas eu d'effet notable des paramètres de maintien sur la cristallinité et la résistance à la flexion de la pièce, tout comme la pression d'estampage n'a pas eu d'effet sur les variations d'épaisseur, tout cela laisse à croire que l'estampage de plaques de Carbone/PPS est un procédé robuste dans la fenêtre d'utilisation pratiquée ici. On retiendra cependant que la pression d'estampage a un effet sur la résistance à la flexion des stratifiés minces et qu'une pression de re-consolidation de 3,3 MPa a pu être identifiée. De plus, une augmentation de l'épaisseur a permis d'augmenter significativement la résistance à la flexion pour des ratios constants. Néanmoins, il n'a pas été possible de mettre en évidence un rayon minimum pour les stratifiés épais comme il a été possible de le faire avec le rayon R3 utilisé avec les stratifiés minces. De plus, comme attendu, maximiser le nombre de pli dans la direction de la courbure donne une plus grande rigidité ainsi qu'une plus grande résistance à la flexion pour un ratio donné. Cependant, quelque soit le rayon, et plus particulièrement les petits rayons, la qualité de la re-consolidation dans la zone de courbure est la même et donne des taux de porosité très faible. Ainsi, un rayon minimum de résistance mécanique a été mis en évidence mais pas un rayon minimum d'estampage d'un point de vu qualité de moulage.

3.4 Problèmes rencontrés avec les moules de la Phase 1

3.4.1 État de surface

Suite au polissage manuel des moules 1 et 2, il fallait s'attendre à ce que les tolérances géométriques visées après usinage ne soient plus parfaitement respectées. Le moulage des premières pièces a été réalisé dans les conditions initialement prévues, c.-à-d. avec un film de polyimide qui sert de support pour la plaque durant le chauffage et le transfert. Le résultat qui est présenté sur la Figure 3-27 montre que la partie inférieure du moule n'est pas venue en contact avec le rayon R4. Des picots de matrice PPS sont présents sur le rayon extérieur du rayon R4. L'utilisation d'un deuxième film sur la face supérieure de la plaque a permis d'améliorer le fini de surface sans pour autant garantir une imprégnation parfaite de la fibre (*Voir Figure 3-27 (b)*).

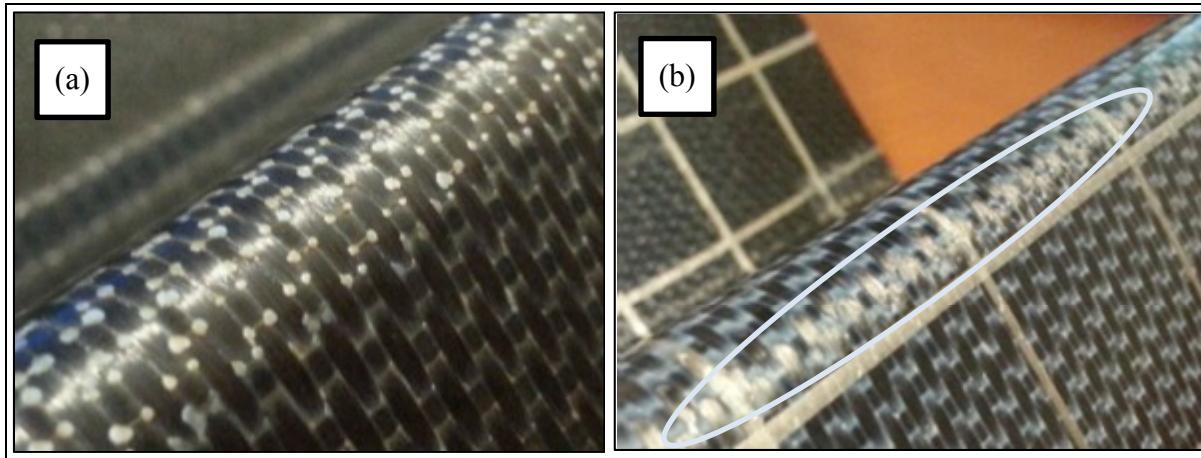


Figure 3-27 Fini de surface du rayon R4 avec un film (a) et avec deux films (b)

3.4.2 Pression de montage du moule dans la presse

La section 2.3.3 détaille la conception de l'outillage. Ne disposant pas de système de centrage, le positionnement relatif des deux moules en S se fait directement à l'aide des surfaces moulantes. Lors de la fermeture de la presse, la pression minimale applicable par la presse est de 2,2 MPa. Cependant, pour pouvoir ouvrir la porte de sécurité de celle-ci (*Voir Figure 2-6*), une pression supérieure à la pression minimale doit être appliquée afin que le moule reste fermé tandis que la pression hydraulique est coupée. N'ayant pas réellement pensé aux conséquences que cela pouvait avoir, une pression d'environ 9 MPa était appliquée avant de pouvoir ouvrir la porte de sécurité et les vis de fixation des moules étaient ensuite serrées (*Voir Figure 2-7*). Seulement voilà, les mesures d'épaisseur sur une première série de moulage avec le moule 2 sur le stratifié 4L_Ortho ont montré une forte variation d'une pression à l'autre (*Voir Figure 3-28*). Les vis de fixation des moules ont alors été desserrées avant d'être resserrées sous la pression minimale de 2,2 MPa mais cette fois-ci sans ouvrir la porte de sécurité. Les variations d'épaisseur sont alors devenues plus constantes (*Voir Figure 3-29*).

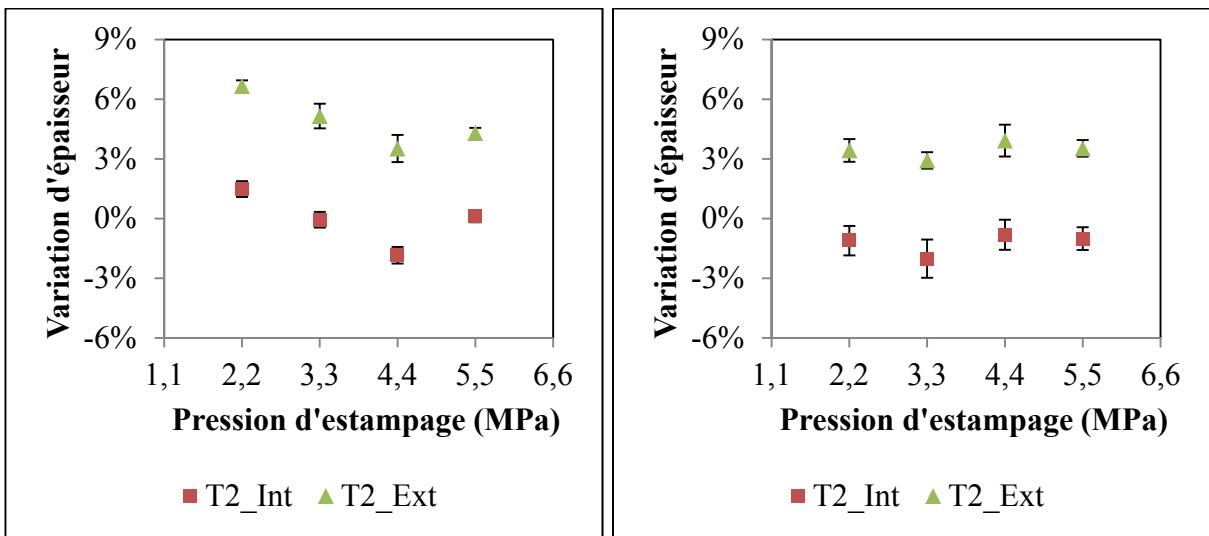


Figure 3-28 Effet de la pression d'installation du moule M2 dans la presse de 9 MPa sur les variations d'épaisseur

Figure 3-29 Effet de la pression d'installation du moule M2 dans la presse de 2,2 MPa sur les variations d'épaisseur

Au-delà des mesures d'épaisseur, les tests de flexion permettant le calcul du CBS ont montré un net impact de la pression d'installation du moule. En effet, comme le montre la Figure 3-30, le décalage des deux moules constaté sur les mesures d'épaisseur a rendu les résultats de flexion incohérents. Après ajustement de la pression d'installation, les résultats sont bien plus homogènes et il était alors possible de tirer des conclusions plus franches sur l'impact de la pression et du rayon sur le CBS (*Voir Figure 3-31*). Les résultats de la première série n'ont donc pas été utilisés.

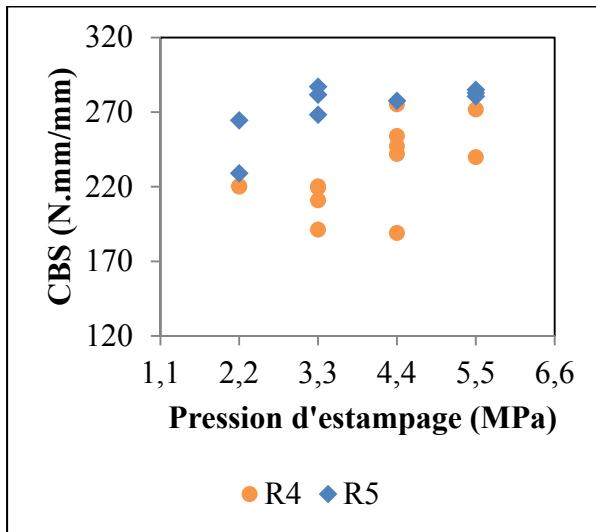


Figure 3-30 Effet de la pression d'installation du moule M2 dans la presse de 9 MPa sur le CBS

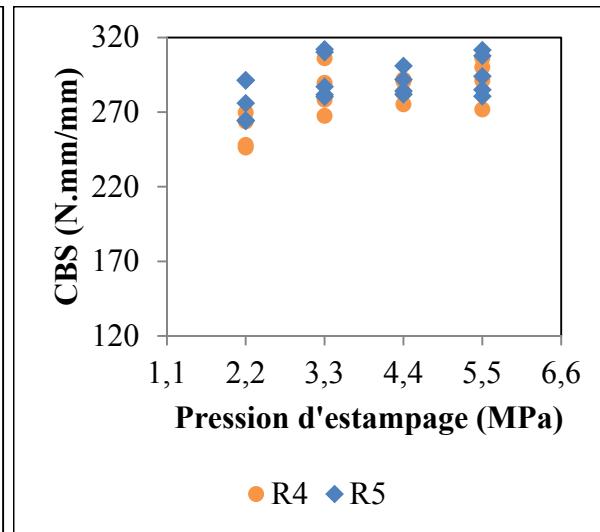


Figure 3-31 Effet de la pression d'installation du moule M2 dans la presse de 2,2 MPa sur le CBS

3.4.3 Localisation de la contrainte maximale

Il est difficile de donner le mode de rupture des échantillons tant la vitesse de propagation des fissures est rapide. De fait, toute l'énergie emmagasinée dans les bras qui tendent à fléchir se trouve libérer dès l'apparition d'une fissure. Une observation de la rupture des échantillons à l'aide d'une caméra numérique haute définition filmant à 60 images par seconde a tout de même permis d'observer ceci sur 3 images consécutives (*Voir Figure 3-32*). (Pour cette analyse d'image, deux renforts de bras ont été utilisé pour limiter au maximum la déformation des bras et ainsi limiter le déplacement de la zone de courbure lors de sa rupture).

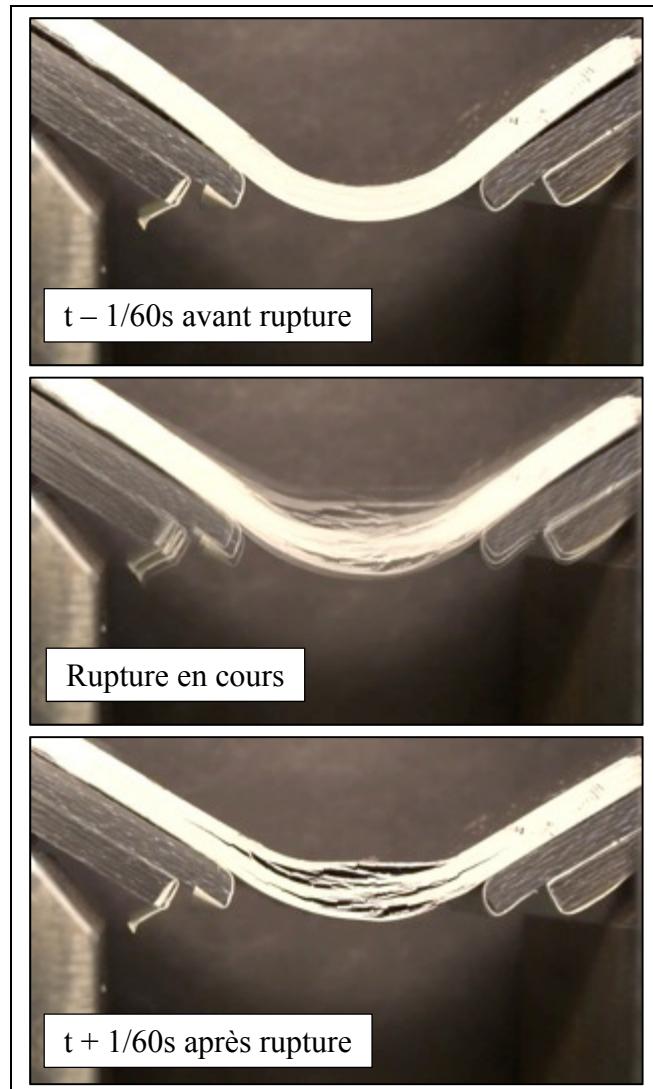


Figure 3-32 Analyse de la rupture dans la zone de courbure lors des tests de flexion quatre points avec le stratifié de dix plis et le rayon R4

CHAPITRE 4

MOULAGE D'UNE PIÈCE À DOUBLE COURBURE

4.1 Présentation de la géométrie (mise en contexte, objectif, etc.)

Tel qu'indiqué dans l'introduction, le projet CRIAQ COMP-512 / GARDN BA5 dont cette recherche fait partie a été mis en place afin d'étudier la faisabilité de fabriquer un encadrement de porte d'avion en composite thermoplastique par le procédé d'estampage. Face au défi technique que représente la réalisation d'une telle pièce à double courbure jusqu'à présent usinée dans un bloc d'aluminium réduit à 95% en copeaux, ce projet a été divisé en 3 phases. L'encadrement aura une section en S dont les parties droites sont étudiées dans la Phase 1 (voir chapitres 2 et 3). L'étude de faisabilité des coins est l'objet de la Phase 2 (*Voir Figure 4-1*). Enfin, la Phase 3 consiste en la fabrication d'un quart de l'encadrement aux bonnes cotes. Ce travail de maîtrise est l'objet avant tout de la Phase 1 du projet. Il a tout de même été possible de mouler quelques pièces préliminaires de la Phase 2 qui sont donc présentées ici.

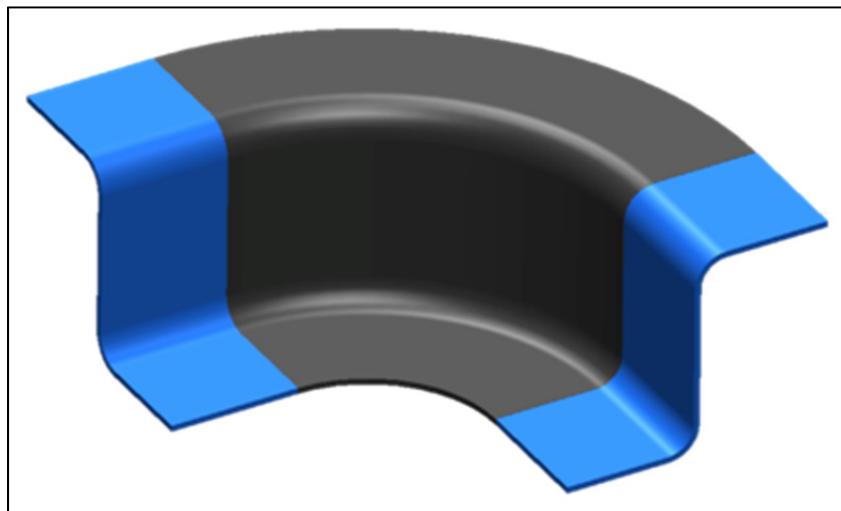


Figure 4-1 Géométrie cible de la Phase 2 à partir de la géométrie de la Phase 1

4.2 Points d'amélioration sur la conception des moules de la Phase 2

Bon nombre d'enseignements ont pu être tirés de la Phase 1 quant à la conception d'un moule d'estampage. Un travail en collaboration avec l'ensemble de nos partenaires a permis d'adapter au mieux l'intégration du design des pièces de la Phase 2 dans la conception du moule.

Tout d'abord, les résultats des mesures d'épaisseur obtenus avec les moules 1 et 2 comparés aux résultats obtenus avec le moule 3, montrent à quel point il est fondamental d'avoir un excellent fini de surface du moule à la sortie du centre d'usinage. Les opérations manuelles de polissage doivent être réduites au strict minimum afin de garantir la meilleure conformité géométrique possible. Les moules 1 et 2 (ayant servi au moulage des pièces minces de la Phase 1) ont subi un polissage manuel trop important pour pouvoir garantir cela et des variations importantes d'épaisseur sont apparues le long de la pièce. Les moules de la Phase 2 auront un fini de surface obtenu dans les mêmes conditions que le moule 3 de la Phase 1.

Le deuxième point qui aurait pu limiter l'effet des défauts de tolérance des moules 1 et 2 aurait été de disposer d'un système de centrage couplé à l'utilisation de butées. De fait, pour la Phase 1, les moules devaient être montés fermés avec des cales afin qu'il n'y ait pas de contact direct entre les surfaces de moulage. L'utilisation de butées aurait évité de s'appuyer sur les surfaces de moulage pour centrer les deux moules. La pression d'installation n'aurait alors plus aucun effet sur la qualité du centrage puisqu'il serait assuré par des pions de positionnement. De plus, pour la Phase 2 la géométrie des pièces ne permet pas de fabriquer de simples cales planes. Il aurait fallu disposer d'une pièce usinée en aluminium spécifique à chaque moule.

Enfin, à cause de l'utilisation du film pour tenir la plaque, nous ne pouvions avoir la garantie qu'il serait possible de mouler les pièces en présence des pions de positionnement. Ceux-ci sont donc amovibles. Le guidage relatif des moules se fait alors exclusivement par

les colonnes de la presse lors de la fabrication. Afin de limiter les efforts transversaux et longitudinaux sur les plateaux de la presse, le moule a été placé dans une position cherchant à équilibrer les angles des surfaces de moulage. Le S se trouve alors incliné de 15° par rapport à l'horizontale alors qu'il était à l'horizontale pour la Phase 1 (Figure 4-2).

Pour finir, les moules de la Phase 1 n'étaient pas parfaitement centrés par rapport au piston de la presse. Les mesures nécessaires ont été prises pour qu'il n'en soit plus ainsi. Même si le parallélisme des plateaux est vérifié avant chaque installation de l'outillage, le centrage du moule dans la presse est recommandé (Figure 4-2).

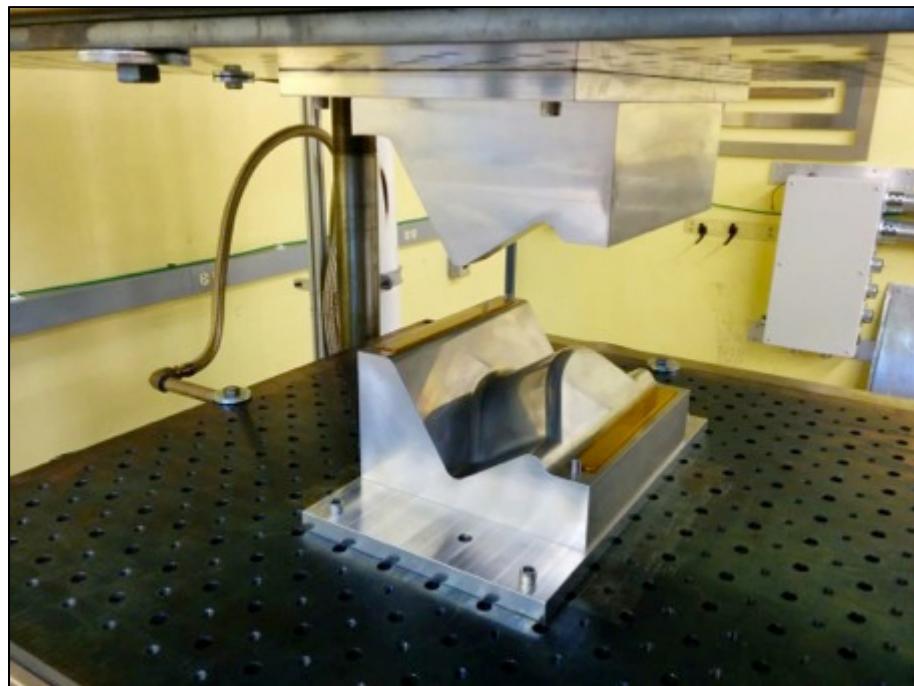


Figure 4-2 Positionnement du moule T6 dans la presse hydraulique

4.3 Introduction de la démarche expérimentale de la Phase 2

Six moules ont été fabriqués pour arriver progressivement à la géométrie finale du coin à angle droit (*Voir Figure 4-1*). La Figure 4-3 montre l'évolution de la géométrie de la pièce qui va d'un design relativement conservateur vers un design très agressif. Pour des raisons de clarté, seul trois des six moules ont été représenté sur la figure. Le Tableau 4-1 donne les caractéristiques des six moules tandis que le schéma paramétrique est donné sur la Figure 4-4.

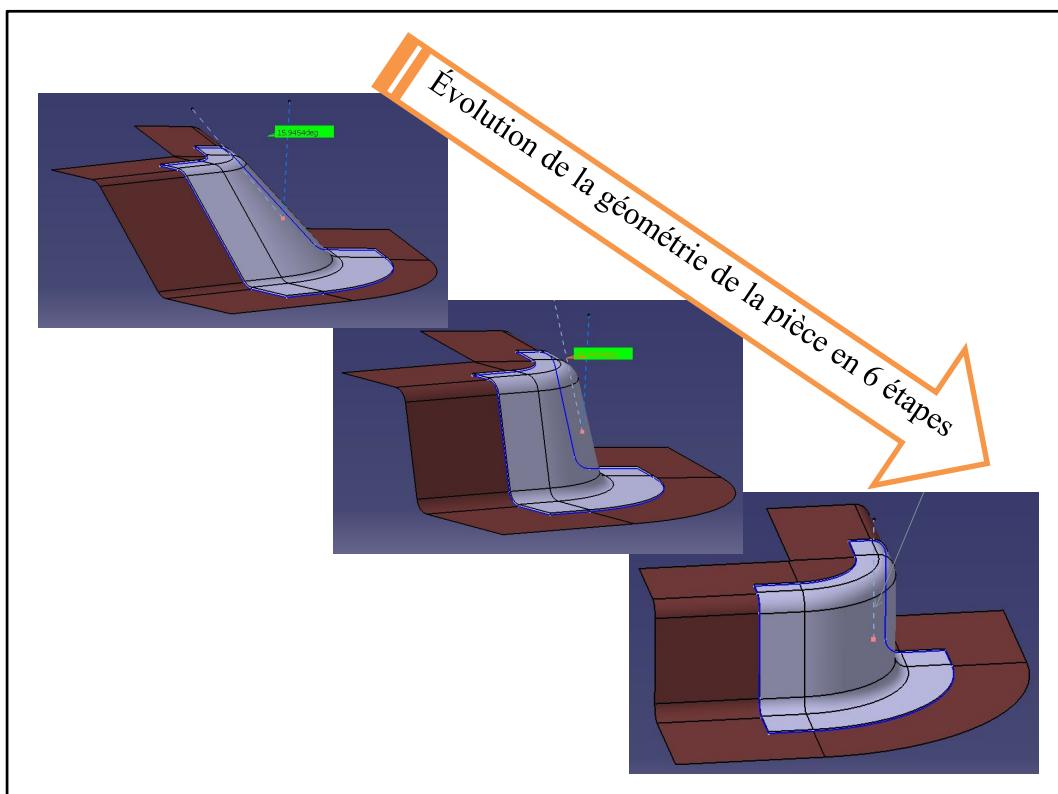


Figure 4-3 Évolution de la géométrie de la pièce pour les moules T1, T3 et T6
(de gauche à droite)

Tableau 4-1 Caractéristiques des moules T1 à T6 utilisés pour la Phase 2 avec des stratifiés quatre plis.

Moule	Angle d'ouverture (A_o) fermeture du S (A_f) ($^{\circ}$)	Rayon face supérieure (R_s) inférieure (R_l) (in)	Hauteur du coin (H) (in)
T1	60 - 135	2 - 5	3
T2	70 - 124	3 - 5	3
T3	70 - 106	3 - 4	3,5
T4	80 - 98	3,5 - 5	3,5
T5	90 - 104	2,5 - 3,5	4
T6	90 - 90	3,5 - 3,5	4

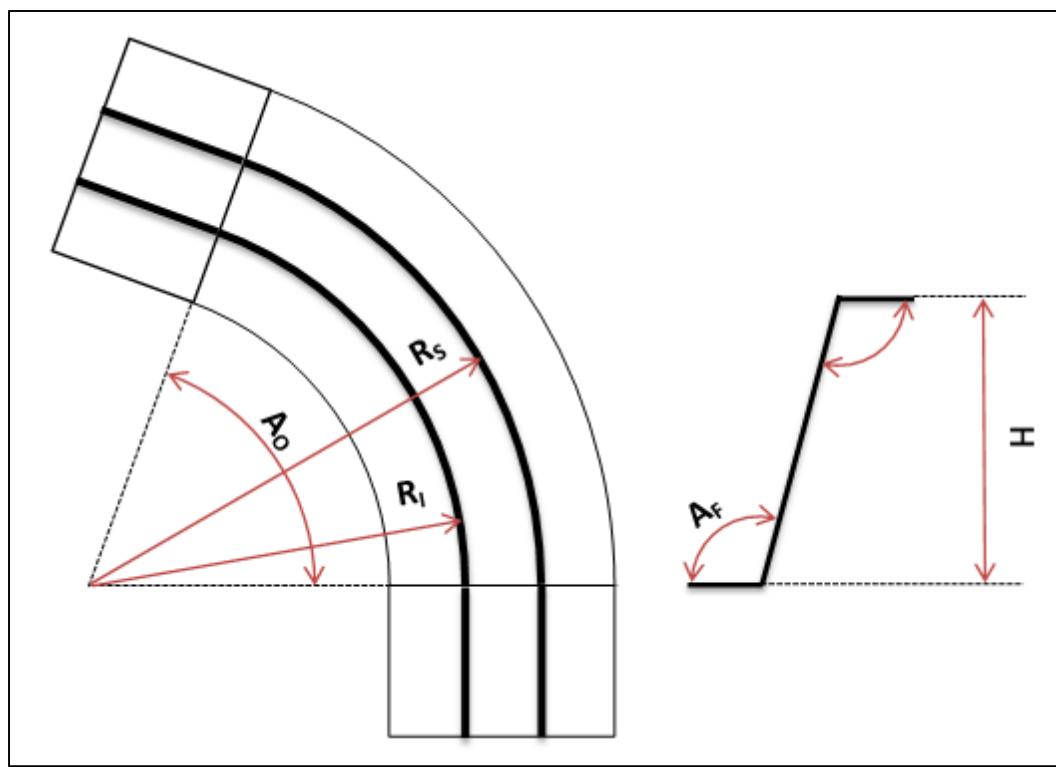


Figure 4-4 Schéma paramétrique du coin en S

Dans un premier temps, deux pièces ont été moulées avec le moule numéro 6 qui est le premier à avoir été fabriqué. Il a permis de tester l’outillage et de vérifier les paramètres de fabrication issus de la Phase 1. C’était aussi un excellent moyen de se rendre compte du défi que représente la fabrication d’une telle géométrie. Les valeurs des paramètres d’estampage sont données dans le Tableau 4-2.

Tableau 4-2. Le film utilisé ne présente pas de modification par rapport à la Phase 1. Deux séquences d’empilement ont été utilisées, $(0,90)_4$ et $(\pm 45)_4s$, soit une pour chaque pièce. L’utilisation de deux séquences d’empilement différentes permet de voir l’impact de celles-ci sur la position des zones de foisonnement. Après investigation des deux premières pièces, le film sera ajouré afin d’améliorer la qualité de la pièce.

Tableau 4-2 Paramètres de fabrication constants

Température d'estampage (°C)	Vitesse rapide/lente de fermeture (in/min)	Temps de maintien (min)	Pression d'estampage (MPa)	Température de maintien (°C)
330	75/5	2	4,4	200

4.4 Fabrication des premières pièces d’initialisation de la Phase 2

Le cycle de fabrication est resté le même par rapport à la Phase 1. Comme pour la première phase, le moule est fermé avant la mise en forme des pièces afin d’assurer une excellente homogénéité de température sur les deux surfaces moulantes du moule. La présence des butées sur le moule de la Phase 2 a permis d’éviter d’avoir à recourir à des cales qui étaient placées dans les moules de la Phase 1. En plus d’être un gain de temps dans le processus de fabrication, c’est un moyen plus sûr car il n’y a pas de risques d’endommager les surfaces moulantes. Cependant les butées rendent le placement plus délicat car une fois que le moule est complètement fermé, le stratifié doit être au plus proche de celles-ci pour

former l'ensemble de la pièce sans rentrer en collision avec les butées. Le placement de la plaque sur le film est alors très important.

4.4.1 **Estampage des premières pièces**

Les deux premières pièces moulées ont donné un bon fini de surface sur le côté de la pièce en contact direct avec le moule (*Voir* Figure 4-5 (a) et Figure 4-6 (a)). Cependant, le caractère inextensible du film pose problème à plusieurs endroits car il se froisse pour se conformer à la géométrie du moule ce qui induit des plissemens sur la pièce comme c'est visible au centre et sur la face inférieure des pièces illustrées sur les Figure 4-5 (b) et Figure 4-6 (b). Il semblerait que le film accentue et introduit de nouveaux défauts. Les froissements ont notamment deux effets néfastes. Premièrement ils génèrent des défauts visuels comme il en a été question précédemment. Deuxièmement, le froissement entraîne la superposition de plusieurs plis de film ce qui augmente localement l'épaisseur du film. Cette augmentation d'épaisseur additionnée à celle du stratifié due au foisonnement fait que la pression est plus appliquée sur cette zone qu'ailleurs dans la pièce (*Voir* Figure 4-7 (b)). Le manque de pression appliquée sur le reste de la pièce laisse apparaître des picots de matrice et des plis tels qu'illustré sur la Figure 4-7. Enfin, ces deux premières pièces ont permis de voir qu'il était possible de réduire légèrement la taille des plaques afin de limiter l'excédent de matière sur les faces supérieures et inférieures dans le sens de la profondeur.

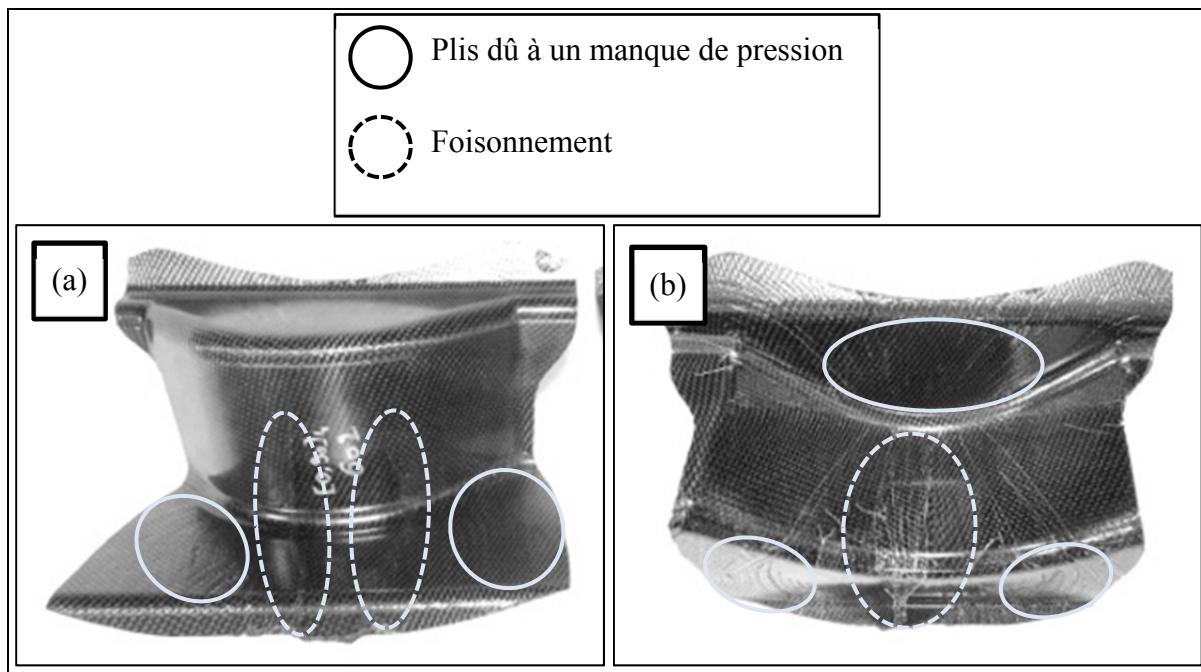


Figure 4-5 Face avant (a) et arrière (b) de la pièce moulée à partir de la plaque de séquence d'empilement $(0,90)_4$ sans modification du film

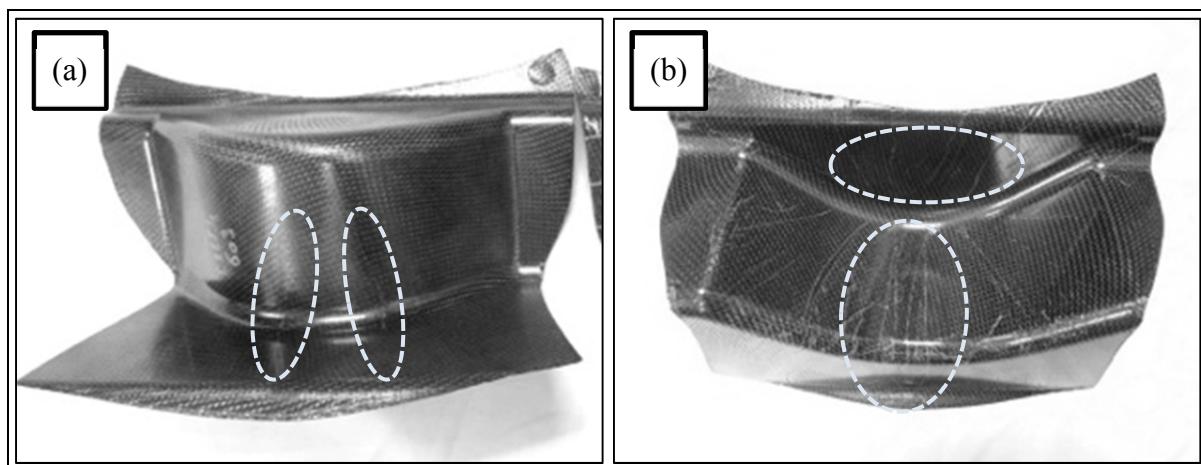


Figure 4-6 Face avant (a) et arrière (b) de la pièce moulée à partir de la plaque de séquence d'empilement $(\pm 45)_4$ sans modification du film

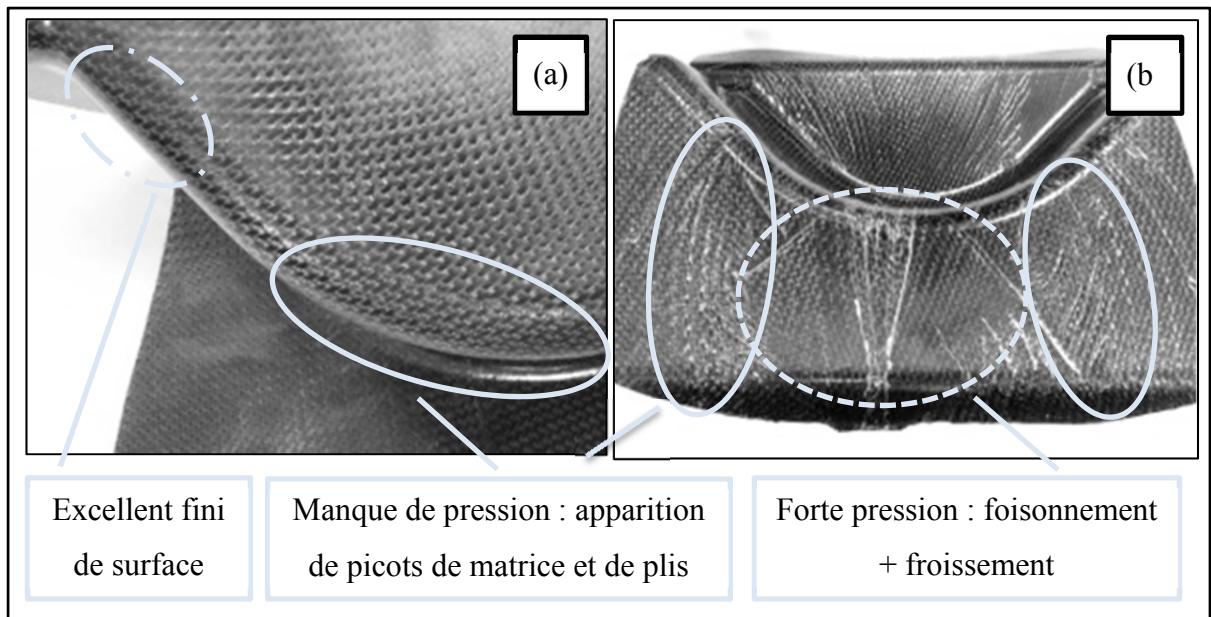


Figure 4-7 Défauts de moulage dus à la fermeture incomplète du moule (a) dus au foisonnement du stratifié et au plissement du film (b)

4.4.2 Estampage de deux nouvelles pièces

Le moulage des deux premières pièces ayant montré des défauts importants de foisonnement, le procédé d'estampage a été modifié pour les deux pièces suivantes. Les modifications apportées au procédé ne sont pas divulguées à la demande des partenaires industriels. Cependant, comme il est possible de le voir sur les Figure 4-8 et Figure 4-9, le résultat est à la hauteur des espérances. On peut notamment voir que le surplus de matrice dû au plissement du film (*Voir Figure 4-8 (a)*) a disparu (*Voir Figure 4-8(b)*). Les tracés effectués sur la pièce de cette dernière figure permettent de comprendre les déplacements des fibres qui ont eu lieu pendant le formage. Ces mêmes tracés ont été faits sur la deuxième pièce de $(\pm 45)_4$ dont la face avant est visible sur la Figure 4-9 (b). Aussi, au centre de la pièce, les fibres se resserrent ce qui entraîne probablement une augmentation de l'épaisseur. En comparaison avec la première pièce de $(\pm 45)_4$, illustrée sur la Figure 4-9 (a), le fini de surface de la seconde est plus homogène sur l'ensemble de la pièce et notamment dans le rayon (*Voir Figure 4-9 (b)*). Cela se retrouve sur les variations d'épaisseur qui varient entre 5% et 10% sur l'ensemble de la pièce (Figure 4-10).

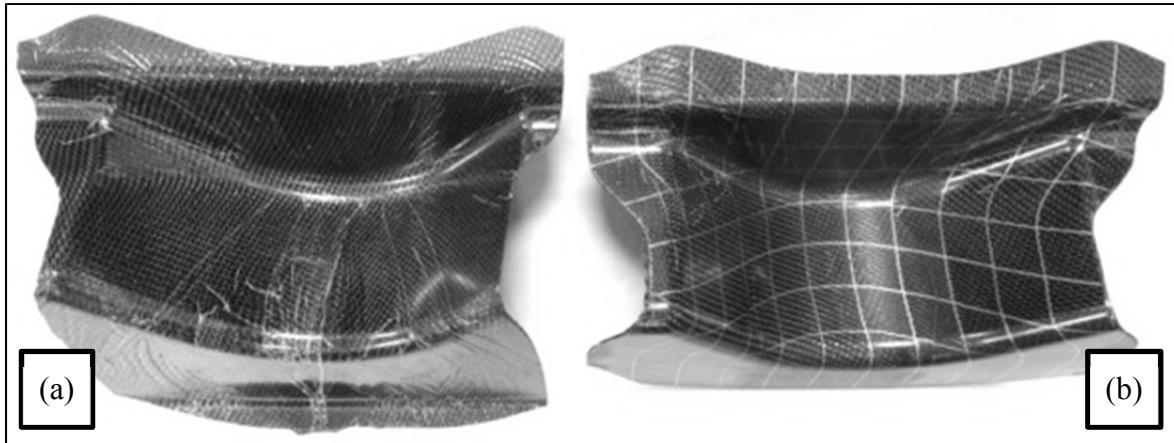


Figure 4-8 Faces arrières des premières pièces de $(0,90)_4$ sans modification au procédé (a) et avec modification (b)

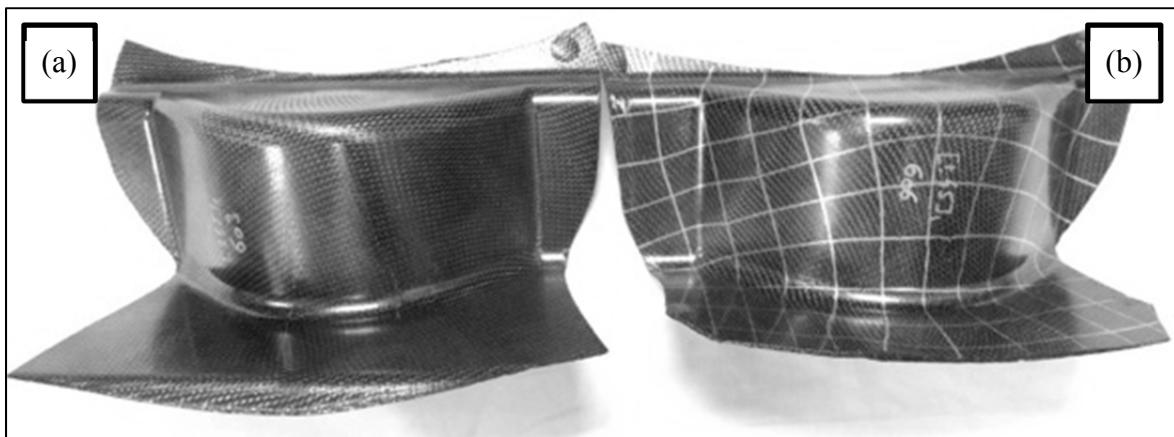


Figure 4-9 Faces avant des pièces de $(\pm 45)_4$ sans modification au procédé (a) et avec modification (b)

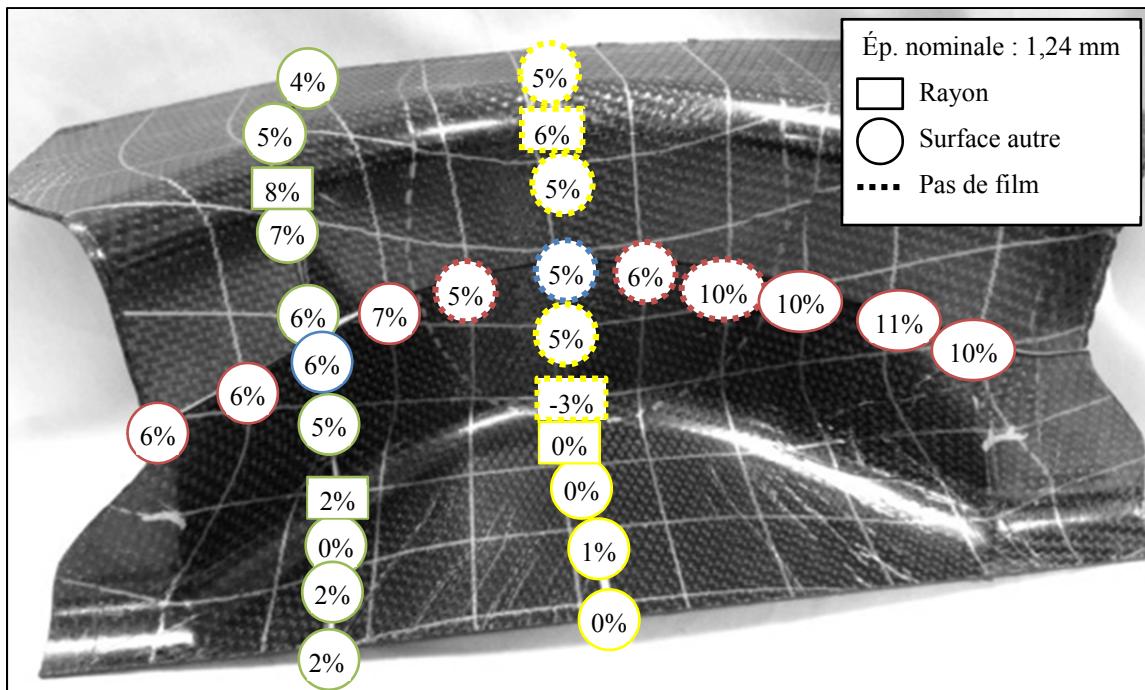


Figure 4-10 Mesure des variations d'épaisseur sur la pièce fabriquée avec la plaque de $(0,90)_4$ avec modification du procédé

Suite au moulage de ces 4 premières pièces, il a été observé que l'orientation de la pièce dans le moule ne joue pas en la faveur du film et de la qualité de la pièce. Premièrement, tel que l'illustre la Figure 4-11, lorsque la presse se ferme, le moule inférieur monte entraînant avec lui le film. Cependant la partie gauche du film hors du moule est bien plus inclinée que la partie droite. La conséquence de cela est que le film rentre uniquement par la droite. Des marques de référence ont été faites sur le film par rapport au moule avant et après fermeture et celles de gauche ne bougent pas. Deuxièmement, cette position augmente considérablement le temps de fermeture car la conception de la presse fait que le film, après transfert, se trouve en dessous du point le plus bas du moule supérieur. Par conséquent, la pièce faisant 3,5 po de haut et avec la marge de sécurité qui est nécessaire entre les deux moules et le cadre, la course de fermeture est de l'ordre de 9 pouces contre 4 po avec les moules de la Phase 1. Le stratifié a donc bien plus le temps de refroidir dès lors qu'il touche le moule.

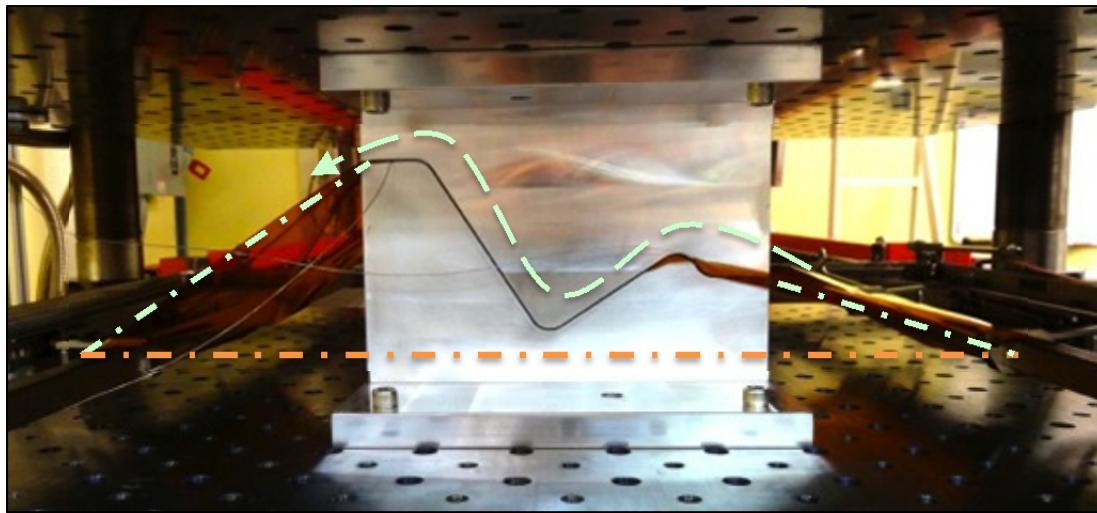


Figure 4-11 Déplacement du film dans le moule pendant la fermeture

4.4.3 Estampage de la dernière pièce

En prenant en considération ces dernières observations, une nouvelle série de modifications ont été faites avant de mouler une dernière pièce à partir d'une plaque de (0,90)₄. L'objectif était de limiter au maximum l'effet du film sur la qualité du moulage autant sur le contact du film avec le moule qu'avec le stratifié. Il en résulte une pièce parfaitement centrée avec un excellent fini de surface des deux côtés (*Voir* Figure 4-12 et Figure 4-15). Seule une portion d'un des rayons extérieurs montre encore un manque de pression (*Voir* Figure 4-14). Ceci provient à la fois de l'augmentation d'épaisseur du stratifié dans les zones de cisaillement (*Voir* Figure 4-13) et à la fois du manque de percolation dans le rayon qui est la zone de premier contact. Néanmoins, le tracé des lignes de marquage sur la pièce montre clairement que les angles de cisaillement sont symétriques ce qui n'était pas le cas avant. Enfin, ces mêmes lignes montrent aussi que la pièce est parfaitement positionnée angulairement (*Voir* Figure 4-15).

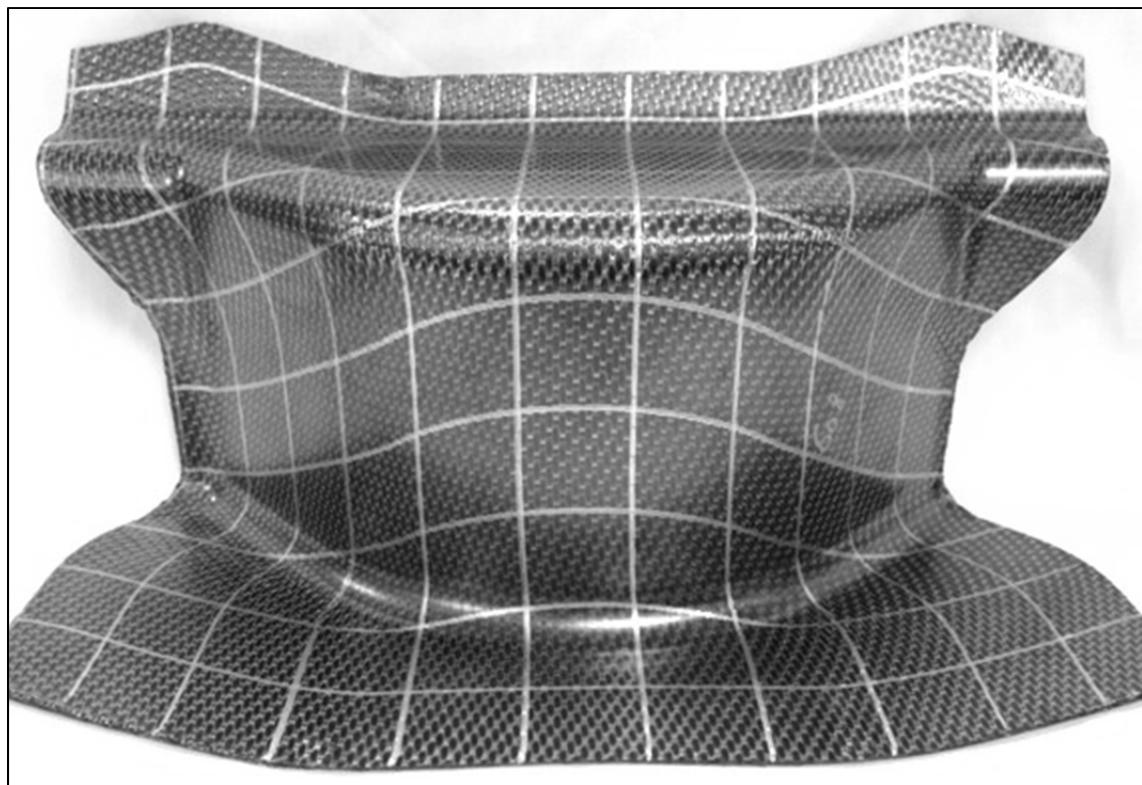


Figure 4-12 Face extérieur de la dernière pièce

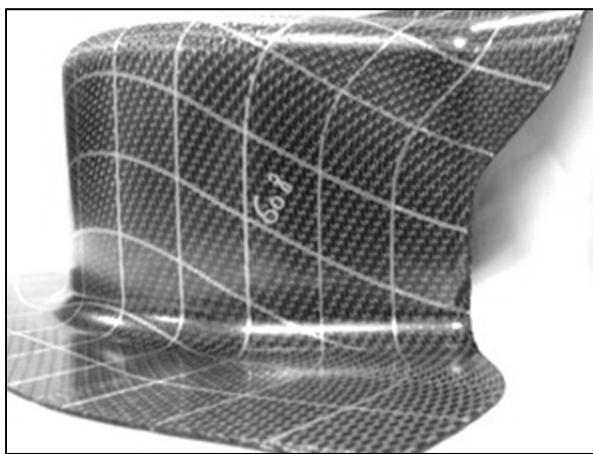


Figure 4-13 Vue de côté de la dernière
pièce

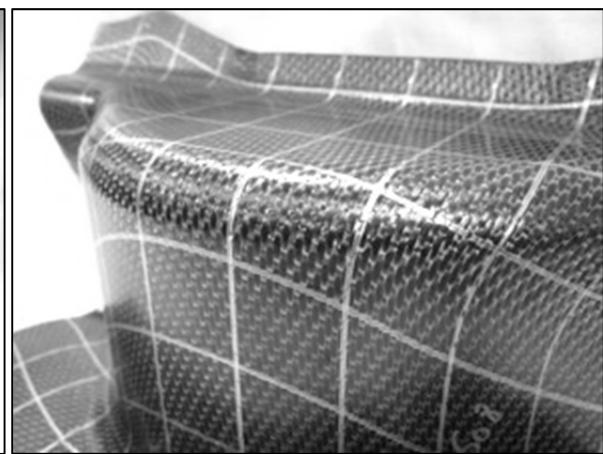


Figure 4-14 Vue sur un rayon extérieur
de la dernière pièce

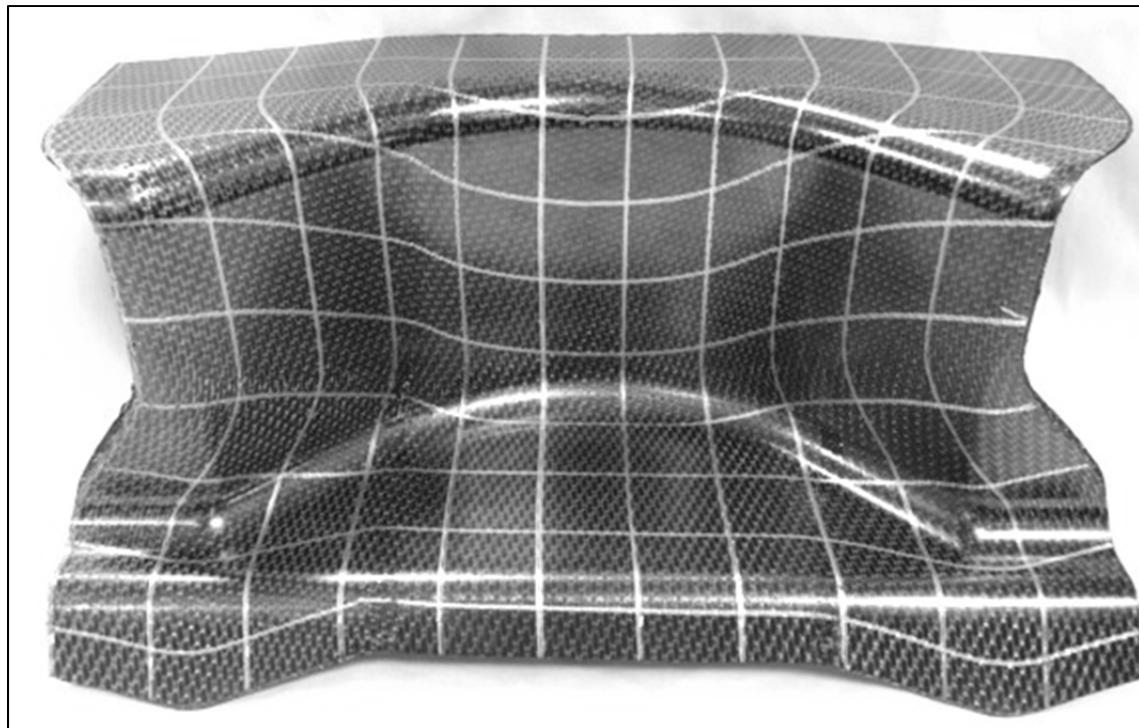


Figure 4-15 Face intérieur de la dernière pièce

4.5 Bilan de l'initialisation et suite de la Phase 2

Les cinq premières pièces moulées aux prémices de cette deuxième phase du projet CRIAQ COMP-512 / GARDN BA5 ont montré des résultats très encourageants. Elles ont notamment permis de voir que certaines modifications au procédé peuvent avoir un impact considérable sur la qualité visuelle des pièces.

La suite de la Phase 2 permettra de confirmer ces améliorations visuelles avec des mesures d'épaisseur et de porosité dans la pièce. Les angles finaux des fibres seront mesurés afin de déterminer les angles de blocage à l'origine du foisonnement. Le plan d'expérience prévu pour la suite du projet sera axé sur la forme des plaques. Les six moules seront testés afin de déterminer les géométries les plus critiques. Quatre séquences d'empilement sur des stratifiés de quatre plis seront utilisées; deux séquences orthotropes et deux séquences quasi-isotropes.

CONCLUSION

En résumé, les objectifs définis au début de ce projet de recherche ont été atteints. Tout d'abord, les tests mécaniques réalisés sur les stratifiés minces ont permis de mettre en évidence l'existence d'un rayon minimum de trois fois l'épaisseur du stratifié, soit un rayon de 3,75 mm pour un stratifié de 1,24 mm, avant que les performances mécaniques en flexion ne soient réellement affectées. Cependant la qualité du moulage reste excellente même pour les plus petits rayons utilisés ici. Concernant les paramètres de fabrication, une pression minimum d'estampage des stratifiés minces de 3,3 MPa est nécessaire pour permettre de s'approcher les propriétés optimums en flexion de la pièce pour un rayon donné. Cependant, sur l'intervalle de pression utilisé, aucun effet sur l'épaisseur ou la porosité des pièces n'a été observé. De plus, dans l'intervalle d'application des paramètres de maintien, c.-à-d. le temps et la température de maintien, aucun effet n'a été mesuré sur la cristallinité ou la résistance mécanique à la flexion. Enfin, la séquence d'empilement et l'épaisseur des plaques ont eu un impact sur la tenue mécanique en flexion mais pas sur les variations d'épaisseur. Pour finir, les premiers résultats de la Phase 2 ont montré des signes très encourageant pour la suite du projet.

L'objectif principal de ce projet qui était de déterminer l'impact, sur une pièce estampée de Carbone/PPS, du rapport entre le rayon de courbure de la pièce et son épaisseur sur sa tenue mécanique en flexion en plus de l'influence de certains paramètres de fabrication sur la tenue mécanique et la conformité géométrique des pièces fabriquées est donc majoritairement atteint. Il a été confirmé que la raideur d'une pièce en S peut être modifiée en changeant son rayon intérieur ou en faisant varier la séquence d'empilement et/ou l'épaisseur de la plaque estampée. De plus, les résultats obtenus avec les paramètres de maintien montrent que le procédé d'estampage est un procédé robuste dans l'intervalle d'utilisation de nos paramètres. C'est un point très intéressant pour des applications industrielles de ce procédé avec du Carbone/PPS car cela donne une marge de manœuvre pour le fabricant. De plus, cela donne une certaine liberté au niveau de ces deux paramètres

pour améliorer le formage d'une pièce plus complexe sans pour autant modifier la cristallinité de la matrice.

Il faut néanmoins souligner que les résultats obtenus pour les tests de flexion ont été obtenus à partir d'une géométrie simple ne faisant intervenir uniquement du glissement interlaminaire. L'orientation du pli à 0° était donc parfaitement alignée avec la courbure. Le fait que la séquence d'empilement ait une influence sur la tenue mécanique des pièces montre que si l'orientation des fibres change par rapport à celle de la courbure des pièces testées la tenue en flexion sera altérée. Cependant, pour la valeur du rayon minimum on ne peut que supposer qu'elle sera inchangée étant donné que celle-ci était valable pour les deux séquences d'empilement utilisées ici. On notera cependant qu'il n'a pas été possible de mettre en avant l'existence d'un rayon minimum avec le stratifié épais. Alors qu'il existe un réel écart de performance entre les ratios deux et quatre pour les stratifiés minces, il n'en est pas autant avec le stratifié épais. Il aurait pu être intéressant d'avoir les moules adéquats pour pouvoir mouler une pièce avec le stratifié épais mais avec les deux plus petits rayons intérieurs du stratifié mince. Ainsi, il aurait été possible de voir si une augmentation de l'épaisseur aux alentours du rayon minimum avait une influence sur la tenue mécanique de la pièce. S'il s'avère que ce n'est pas le cas, on peut supposer que c'est la courbure des fibres dans la pièce qui est à l'origine des pertes de performances et non le ratio entre le rayon intérieur et l'épaisseur de la plaque. Enfin, les tests effectués en faisant varier les paramètres de maintien n'ont pas montré l'impact auquel on pouvait s'attendre. On peut donc supposer que l'étude se place dans la fenêtre de fonctionnement optimum du procédé, c.-à-d. une température de maintien comprise entre 180°C et 220°C avec un temps de maintien supérieur à 30 s. Néanmoins, il serait intéressant d'élargir quelque peu l'intervalle de température afin de confirmer cette dernière hypothèse. Raccourcir le temps de maintien est difficilement faisable avec le matériel de formage dont on dispose notamment parce que le « déchargement » de la pièce se fait après l'avoir ramenée dans le four qui se doit de refroidir un minimum après l'avoir ouvert.

Maintenant que la Phase 1 a été complétée expérimentalement et que la Phase 2 a pu être initialisée, le projet CRIAQ COMP-512 / GARDN BA5 va poursuivre le développement de la Phase 2 en travaillant sur six géométries de moule avec des plaques minces afin de mieux cibler les limites géométriques du fromage par estampage. La possibilité d'utiliser un montage sans film à l'aide de petites pinces directement attachées sur la plaque et liées au cadre de transfert par des ressorts pourrait être à envisager. Beaucoup d'expériences sur la fabrication des moules et des pièces ont pu être tirés depuis les débuts du projet. Des progrès considérables ont notamment pu être observés sur le fini des moules et leur méthode d'installation et de guidage. Le développement des prochains moules doit continuer d'aller dans ce sens afin de pouvoir aborder la Phase 3 du projet, soit la fabrication finale de l'encadrement de porte, dans les meilleures conditions et ainsi assurer la qualité des pièces attendue par nos partenaires. Aussi, des travaux de simulation du procédé sont aussi en cours et les résultats expérimentaux obtenus dans les Phase 1 et 2 permettront de calibrer la simulation et tester des solutions d'optimisation de la forme de la plaque.

ANNEXE I

BILAN DES ÉTUDES DE MISE EN FORME DE COMPOSITES THERMOPLASTIQUES PAR ESTAMPAGE

Courbure/ Géométrie	Références / Matériaux	Paramètres étudiés
Simple/ Pièce respective- ment, en V, W, U et L	(Chih-Min et al., 2013) / PA6/Carbone	$T(^{\circ}\text{C})_{\text{estampage}}$ et $T(^{\circ}\text{C})_{\text{maintien}}$ Angle moule : 90° et 120°
	(Dutta, Niemeyer et Cakmak, 1991) / PEEK/Carbone (UD et tissé)	$T(^{\circ}\text{C})_{\text{estampage}}$ et $T(^{\circ}\text{C})_{\text{maintien}}$ $R_{\text{moule}} = 1,5, 5$ et $6,25$ mm 8 et 16 plis (Ép. = 1 et 2 mm)
	(Friedrich et Hou, 1998) / PP/Verre (UD)	Séquence empilement (6 plis) (Ép. = 3 mm, $R_{\text{moule}} = 28$ mm) Moule à surface flexible
	(Hou, Friedrich et Scherer, 1994) / PP, PA12, PEEK/Carbone (UD) et PEI/Verre (8-HS)	Ép. plaque fibre de verre : 2,5, 3,85 et 5 mm (Ép. des autres plaques : 2,8-3 mm) $R_{\text{moule}} = 2,5, 5$ et 10 mm
Double/ Plateau à bord oblique	(Sachs et al., 2013) / PEEK/Carbone (UD), PPS/8-HS-Verre, PEEK/Carbone (5-HS), PPS/Verre (UD)	Comparatif UD et tissé (8 plis, Ép. = 1-1,2 mm)
	(Trudel-Boucher et al., 2006) / PP/Verre (tissé)	2 densités de Plain Weave (6 et 3 plis, 3 mm) Plaque consolidée ou non Bords oblique (tenue mécanique) $T(^{\circ}\text{C})_{\text{estampage}}$, $P(\text{MPa})_{\text{estampage}}$ et $T(^{\circ}\text{C})_{\text{maintien}}$

Courbure/ Géométrie	Références / Matériau	Paramètres étudiés
Double/ Hémisphère	(Burkhart et Cramer, 2005; Campbell et Cramer, 2008) / PA/Carbone (UD) et PPS/Carbone (UD)	Plis et plaque optimisés (ajourés et entailleés)
	(Chen et al., 2000) / PP/Verre (UD et Sergé)	Unidirectionnel/Sergé ($D_{\text{hémisphère}} = 150 \text{ mm}$)
	(Hou, 1996; Hou et Friedrich, 1994) / PEI/8-HS Verre	$T(\text{°C})_{\text{estampage}}$ et $V(\text{mm/min})_{\text{fermeture}}$ Dimension de la plaque $P(\text{MPa})_{\text{dispositif de tension}}$ Angle d'ouverture hémisphère (Ép. = 3 mm, $D_{\text{hémisphère}} = 60 \text{ mm}$)
Double/ Demi-cylindre à extrémité sphérique	(De Luca, Lefébure et Pickett, 1998) / PEEK/Carbone (UD) et PEI/Carbone (tissé)	Dispositif de tension sur la plaque par pression UD Vs. Plain weave Séquence empilement
	(Harrison, Gomes et Curado- Correia, 2013) / PP/Verre (UD)	Dispositif de tension sur la plaque par pression Forme de la plaque Séquence empilement
	(Wakeman, Blanchard et Månson, 2005) / PA6/Verre, PA66/Carbone et PA66/Hybride Carbone-Verre	Renfort Verre, Carbone ou hybride Carbone/Verre
Double/ Cone	(Garnich et Klymyshyn, 2013) / PA6/Carbone (Sergé)	Dispositif de tension sur la plaque par pression

ANNEXE II

BILAN DES ÉTUDES DE MISE EN FORME DE COMPOSITES THERMOPLASTIQUES AUTRE QUE PAR ESTAMPAGE

Courbure/ Géométrie/ Procédé	Références / Matériaux	Paramètres étudiés
Simple/ Pièce en U/ Moulage en compression et autoclave (respectivement)	(Hou, Ye et Mai, 1997a; Hou, Ye et Mai, 1997b) / PEI/Carbone	$T(^{\circ}\text{C})_{\text{chauffe}}$ Correction angle moule Effet d'un bord oblique (tenue mécanique) ($R_{\text{moule}} = 3 \text{ mm}$, $\text{Ép.} = 2,1 \text{ mm}$)
	(Salomi et al., 2008) / PP/Verre	Correction angle moule $R_{\text{moule}} = 16 \text{ et } 32 \text{ mm}$ ($\text{Ép.} = 1,5 \text{ mm}$)
Simple/ Pièce en L/ Thermopliage	(Hwang et Hwang, 2002) / PA6/Carbone (UD)	Zone de chauffe $T(^{\circ}\text{C})_{\text{chauffe}}$ et $t(s)_{\text{maintien}}$ ($R_{\text{moule}} = 5 \text{ mm}$, $\text{Ép.} = 0,6 \text{ mm}$)
	(Marissen, Van Der Drift et Sterk, 1997) / PETP/Verre	Zone de chauffe Flambement « radial »/« tangentiel » ($R_{\text{moule}} = 6 \text{ mm}$, $\text{Ép.} = 2 \text{ mm}$)
Double/ Hémisphère/ Hydroformage	(Monaghan et al., 1990) / PEKK/Carbone (UD)	Séquence empilement Raideur du diaphragme $V(\text{mm/min})_{\text{formage}}$ et $P(\text{MPa})_{\text{formage}}$ ($\text{Ép.} = 1 \text{ mm}$ et $D_{\text{hémisphère}} = 99 \text{ mm}$)
Double simplifiée/ Pièces aéronautiques/ Moulage en compression	(Díaz et Rubio, 2003) / PEI et PPS/Verre et Carbone	Encoches dans le stratifié

ANNEXE III

PROPRIÉTÉ DU CARBONE/PPS FOURRNIT PAR TEN CATE ADVANCED COMPOSITE

Tableau-A III- 1 Propriétés de la matrice PPS

TYPICAL NEAT RESIN PROPERTIES	
Specific Gravity	1.35
Tg	194°F (90°C)
Melt temp	536°F (280°C)
Dielectric constant	3.20 at 1MHZ
Loss tangent	0.0013 at 1MHZ
Moisture absorption	0.02%
Flammability	V-0
Tensile strength	13.1ksi (90.3MPa)
Tensile modulus	0.551Msi (3,800MPa)
Elongation at yield	3%
Poisson's ratio	0.36
Compression strength	21.5ksi (148MPa)

Tableau-A III- 2 Propriétés d'un pli de Carbone/PPS

MECHANICAL PROPERTIES				
Physical/Thermal (nominal values)	Carbon T300 3K 5HS with double sided PPS film			
Mass of fabric	8.26	oz/yd ²	280	g/m ²
Mass of fabric + resin	14.33	oz/yd ²	486	g/m ²
Resin content by volume	50	%	50	%
Resin content by weight	43	%	43	%
Moisture pick up	0.1	%	0.1	%
Ply thickness	0.0122	in	0.31	mm
Specific gravity	96.7	lb/ft ³	1.55	g/cm ²
Tg (DSC) (amorphous)	194	°F	280	°C
Tg (DSC) (crystalline)	248	°F	120	°C
Tm	538	°F	280	°C

Tableau-A III- 3 Propriétés mécanique d'un pli de Carbone/PPS

Mechanical properties 80°C Dry	Carbon T300 3K 5HS with double sided PPS film			
Tensile strength warp	105.9	ksi	730	MPa
Tensile strength weft	93.6	ksi	646	MPa
Tensile modulus warp	8.2	Msi	57	GPa
Tensile modulus weft	7.6	Msi	53	GPa
Compression strength warp	80.9	ksi	558	MPa
Compression strength weft	76.3	ksi	526	MPa
Compression modulus warp	7.5	Msi	51	GPa
Compression modulus weft	7.4	Msi	51	GPa
Flexual strength warp	138.4	ksi	955	MPa
Flexual strength weft	115.1	ksi	794	MPa
Flexual modulus warp	8.4	Msi	58	GPa
Flexual modulus weft	6.5	Msi	45	GPa
In plane shear strength	15.7	ksi	108	MPa
In plane shear modulus	384.4	ksi	2651	MPa

ANNEXE IV

ARTICLE DE CONFÉRENCE ECCM16

ECCM16 - 16th EUROPEAN CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS, Seville, Spain, 22-26 June 2014

STAMP FORMING OF THERMOPLASTIC COMPOSITES: EFFECT OF RADIUS AND THICKNESS ON PART QUALITY

T. Jamin^a, M. Dubé^{a*}, L. Laberge Lebel^b

^aÉcole de technologie supérieure, 1100 Notre-Dame West, Montréal, QC, H3C 1K3

^bÉcole Polytechnique de Montréal, C.P. 6079, succ. Centre-ville, Montréal, QC, H3C 3A7

*martine.dube@etsmtl.ca

Keywords: Thermoplastic composites, stamp forming, thermoforming, CF/PPS, processing

Abstract

An experimental study on stamp forming of thermoplastic composites is presented. The stamp forming process is used to shape high performance thermoplastic composites made of carbon fibre-reinforced Polyphenylene Sulphide (CF/PPS). The target geometry in this study is a S-shape. The effects of various blank and tool parameters, e.g., blank stacking sequence, blank thickness and tool radius, on part quality are investigated. In addition, effects of processing parameters such as consolidating pressure, holding time and tool temperature on part quality are also investigated. Four tool radii are used in addition to a few stamping pressures and holding times. Part quality is evaluated through thickness variation measurements throughout a part and degree of crystallinity. Microscopy and Differential Scanning Calorimetry (DSC) are used to this end. Finally, the mechanical performance of the moulded parts is evaluated under four-point bending testing. Recommendations are made in order to achieve good part quality and limits of the process in terms of minimum tool radius of curvature are discussed.

1. Introduction

New environmental and economic requirements have led the aerospace and automotive industries to acquire expertise in the manufacturing of parts made of high performance thermoplastic composites. The advantages of thermoplastic composites over thermosetting composites, such as improved environmental resistance, fracture toughness and damage tolerance make these materials ideal candidates in several applications [1]. Moreover, the manufacturing processes of thermoplastic composites may be cost effective with short processing cycles and possibility of automation.

Among the various processes available for manufacturing thermoplastic composite parts, stamp forming was shown to be promising for its high production rates. In this process, a pre-consolidated thermoplastic composite laminate, called blank, is heated in an oven above the polymer melting (semi-crystalline polymers) or glass transition (amorphous polymers) temperature. The blank is then quickly transferred in a press where it is pressed between two dies of a pre-heated tool (Figure 1). The blank then cools down to the tool temperature after which, the dies are opened for demoulding. The important processing parameters affecting the part quality and mechanical performance are the processing temperature (temperature reached by the blank inside the oven), tool temperature, tool closing velocity, stamping pressure and holding time of the blank inside the tool. It was shown that a high stamping pressure reduces

the void content while improving the geometrical accuracy [2, 3]. In turn, a low void content leads to better mechanical properties [2, 3]. Effects of processing and tool temperatures were shown to control the inter-laminar and the intra-laminar slippage of the composite plies [4-6]. These parameters also affect the final part crystallinity in the case where semi-crystalline thermoplastic polymers are used. Indeed the cooling rate of the composite material is controlled by the tool temperature. If the tool temperature is in the range of the polymer crystallization temperature, then isothermal crystallization will occur and the holding time will be an important parameter to be controlled. A long holding time should lead to higher crystallinity degree than a short holding time [7]. The overall processing parameters must be chosen so as to optimize part quality and strength while reducing residual stresses and thickness variations throughout the part.

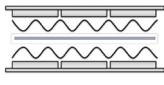
Steps	Heating of the blank	Transfer in the press and closing of the tool	Forming and Holding	Demoulding and Cooling
Sketch				
Key parameters	Processing Temperature (°C)	Transferring Time (s) Tool Closing Velocity (mm/min)	Stamping Pressure (MPa) Tool Temperature (°C) Holding Time (min)	Demoulding Temperature (°C) Cooling Rate (°C/min)

Figure 1: Stamp forming process

Some studies showed the effects of the processing parameters on the part mechanical performance. The mechanical performance is usually assessed in a flat region of the moulded part [4, 8] or in a curved zone where the radius of curvature is much larger than the part thickness. The part quality in the radius of curvature is generally assessed through microscopic observations.

This paper presents an experimental investigation of stamp forming of high performance thermoplastic composites. The effects of processing parameters such as the processing temperature, stamping pressure, tool temperature and holding time is investigated. In addition, the limits of the process in terms of minimum possible tool radius to achieve good part quality are discussed.

2. Experimental

2.1. Laminates (blanks)

Laminates made of carbon fibre-reinforced polyphenylene sulphide (CF/PPS) (CETEX® from Ten Cate Advanced Composites) were used as blanks for the stamp forming process. The laminates consisted in four layers of 5 harness satin (5HS) weave fabric [0,90]₄ and had a nominal thickness of 1.27 mm. 5 HS sating weave fabrics are suitable for the stamp forming process as the low number of interlacing points facilitates the deformation of the plies, compared to a plain weave fabric [9]. The fibre weight fraction was 43%. PPS is a semi-crystalline polymer with a melting temperature of 280°C and glass transition temperature of 90°C. The plates were manufactured directly by Ten Cate to dimensions 1200 mm X 3650 mm. Blanks were cut off from the laminates to dimensions 190 mm X 280 mm.

2.2. Stamp forming process

An infrared oven from the National Research Council Canada (NRC) was used to heat the blanks to a pre-determined processing temperature of 330°C. The oven is made of eight heating elements that are individually controlled to ensure temperature uniformity. The blank was installed between two polyimide films during heating and kept at the processing temperature for 30 s. The films were held in tension by a stainless steel frame which was also used to transfer the films and blank to a 150 tons hydraulic Wabash V150H-36-CX press. A pre-heated tool made of two aluminium matching dies was then closed on the blank to form the part (Table 1 and Figure 2). The part was kept inside the tool for various holding times and stamping pressures after which the part was demoulded and allowed to cool down to room temperature. The stamp forming cycle is described in Figure 1.

Tool	T1	T2
Upper radius (designation : in - mm)	R2: 1/10 – 2.5	R4: 1/5 – 5.0
Bottom radius (designation : in - mm)	R3: 3/20 – 3.75	R5: 1/4 - 6.25

Table 1: Tools specifications

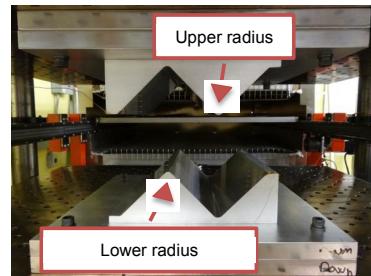


Figure 2: Tool installed in the press, infrared oven in the background

Two sets of tools were used. Both sets consisted in an S-shape (Figure 2) with various radii of curvature (Table 1). In Table 1, Radius R2 means that the radius is twice the laminate thickness, R3 is three times the laminate thickness and so on. As shown in Table 2, several moulding conditions were used for each tool.

Tool	T1 & T2					
Stamping Pressure (MPa)	2.2	3.3	4.4	5.5	4.4	
Tool Temperature (°C)	200			180	220	200
Holding Time (min)	5				2	0.5

Table 2: Processing parameters

2.3. Characterization methods

2.3.1. Four-point bending test

Specimens were cut-off from the manufactured parts and tested under four-point bending. The crosshead speed of the testing machine was 0.5 mm/min and the span length was adapted for each radius in order to keep the same moment arm between the specimens' legs and radius.

Three specimens were tested for each moulding conditions. The Curved Beam Strength (CBS) was calculated based on the ASTM D6415 standard (Eq. 1) [10]:

$$= \frac{N}{t} = \left(\frac{N}{b} \right) \cdot \left(1 + \left(\frac{L}{d} \right)^2 \right) \quad (1)$$

It represents the maximum moment applied during the test by specimen unit of width. In this equation, N (N) is the maximum force applied during the test, b (mm) is the width of the specimen, ϕ (°) is the angle between the specimen legs and horizontal, L (mm) is the span length between the top and bottom loading bars, d (mm) is the diameter of the cylindrical loading bars and t (mm) is the specimen thickness (Figure 3).

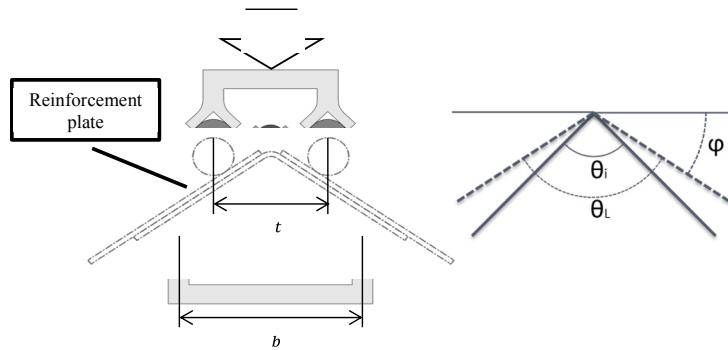


Figure 3: Schematic of the four-point bending setup

In order to have failure in the radius of curvature and not in the legs, the legs needed to be supported (see reinforcement plates on Fig. 3).

2.3.2. Part characterization

The thickness of the part was measured at several locations using a micrometre. The thickness in the radius of curvature was determined by optical microscopy. Five measures were taken for each radius of curvature.

A Differential Scanning Calorimetry (DSC) instrument was used to determine the degree of crystallinity (DOC (%)) of the PPS after the moulding operations. The DOC is calculated based on Eq. 2 where Δ_f (J/g) is the heat of fusion of the material, w_f is the fibre weight content in the composite and Δ_{100} is the heat of fusion for a DOC of 100%. A value of $\Delta_{100} = 150$ J/g was selected in this study, based on the recommendations of the material supplier [11].

$$\text{DOC} = \frac{\Delta_f}{\Delta_{100}} \cdot \left(\frac{w_f}{1-w_f} \right) \quad (2)$$

3. Results

3.1. Effect of tool radius of curvature

The effect of the tool radius of curvature on the CBS is shown in Figure 4. For a constant stamping pressure, a larger tool radius leads to an increase of the CBS. For instance, R3 leads to a CBS 17% higher than R2. No further increase in the CBS was observed from R3 to R5.

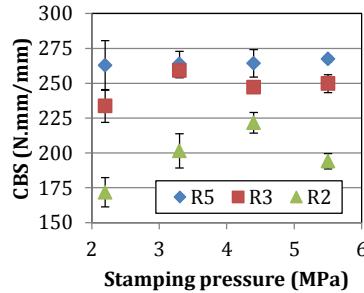


Figure 4: Effect of stamping pressure on CBS

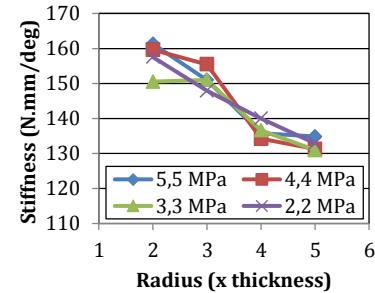


Figure 5: Effect of radius on specimen's stiffness

Figure 5 depicts the stiffness of the specimens as a function of the radius of curvature. The stiffness is defined here as the moment applied to the specimen during the test divided by the legs opening angle ($\theta_L - \theta_I$) (Figure 3). Figure 5 shows that, for constant moulding conditions (tool temperature of 200°C and holding time of 5 min.) and for all pressures, a larger radius of curvature leads to a reduced specimen stiffness.

3.2. Effect of stamping pressure

As described in Table 2, the influence of the stamping pressure was determined for values varying from 2.2 to 5.5 MPa which is the usual range of values used for CF/PPS. The effect of the pressure on CBS is shown in Figure 4. It is shown that the stamping pressure affects the CBS mostly for small radius of curvature such as R2. In effect, for this small radius, it is seen that a pressure of 4.4 MPa leads to the best CBS. For all radii, a low pressure of 2.2 MPa decreases the CBS. It seems that the minimum acceptable pressure in the investigated range is 3.3 MPa.

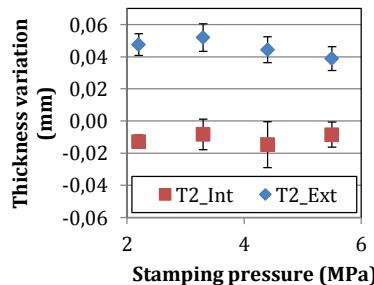


Figure 6: Effect of stamping pressure on laminate thickness (Tool 2)

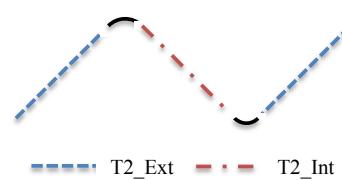


Figure 7: Internal and external legs

For all stamping pressures, the thickness of the moulded parts is about 1.28 ± 0.03 mm (Figure 6). The variations of the part thickness with stamping pressure do not exceed 0.02 mm. Therefore, no link was established between the variation of the part thickness and stamping pressure. The use of consolidated plates with 5HS plies and with no void content may explain this observation. Moreover, no matrix was squeezed out of the laminate during forming. The gap of thickness between the internal and the external legs (Figure 6) may be explained by the geometry of the dies and the absence of a guidance system between the upper and lower dies.

3.3. Effect of tool temperature and holding time

As shown in Table 2, three tool temperatures, all selected so that they are close to the PPS crystallisation temperature, were used. As shown in Figures 8.a and 8.b, neither the CBS nor the degree of crystallinity (DOC) are affected by the tool temperature, in the range investigated. The degree of crystallinity of the material, as measured from the blanks received by the material supplier, was around 30%. Following the stamp forming cycle, the degree of crystallinity is reduced to a value of around 27%, which represents only a small change in the degree of crystallinity.

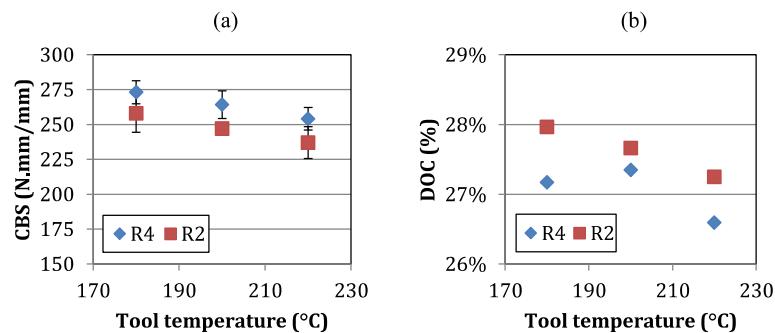


Figure 8: Effect of tool temperature on CBS (a) and crystallinity (b)

Holding times between 30 s and 5 min were selected, as shown in Table 2. Measurements of CBS and degree of crystallinity, as illustrated in Figures 9.a and 9.b, also show that this parameter has little, if any, effect on the CBS and degree of crystallinity. Here again, the degree of crystallinity is slightly lower than that measured on the plates as received by the supplier. These results are interesting as they show the robustness of the stamp forming process for the CF/PPS material. Indeed, deviations of the process in terms of tool temperature and holding time do not affect significantly the mechanical performance of the moulded parts, which is a clear advantage for industrial applications.

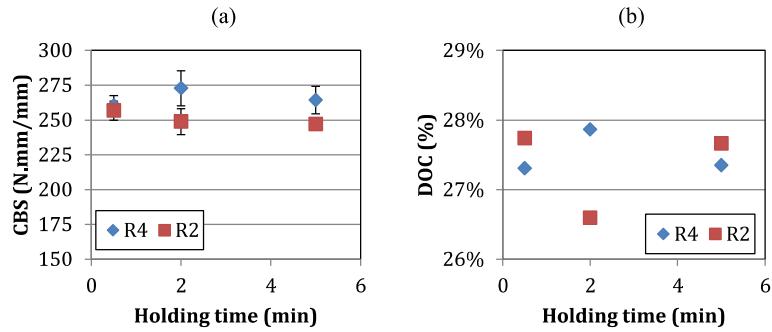


Figure 9: Effect of holding time on CBS (a) and crystallinity (b)

4. Conclusion

In this study, stamp forming of CF/PPS material was investigated experimentally using a S-shape tool geometry. In particular, the effects of the tool radius of curvature and some stamp forming parameters, such as the stamping pressure, tool temperature and holding time on the part mechanical performance were investigated. The influence of the tool radius of curvature on the part CBS was shown. It is concluded that a larger radius of curvature leads to higher CBS. The minimum radius of curvature leading to acceptable CBS in the investigated range was three times the blank thickness. The radius of curvature also affects the stiffness of the part with a smaller radius leading to higher stiffness. The study showed the effect of the stamping pressure on the CBS. A minimum pressure of 3.3 MPa was identified. The effect of the stamping pressure was more important for small radii of curvature than for large ones. Finally, the study showed that parameters such as tool temperature and holding times do not affect significantly the mechanical performance of the moulded parts, in the range investigated.

This investigation focused on a simple tool geometry. Future work will be conducted on a more complex geometry involving a double curvature which will change the material deformation mechanisms.

Acknowledgement

This study was funded by the GARDN (Green Aviation Research & Development Network), CRIAQ (Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec), CIP (Consortium Innovation Polymères), Bombardier Aerospace and Delastek Inc. through the CRIAQ COMP-512/GARDN BA5/CIP "Stamp Forming" project.

References

- [1] M. Hou, "Stamp forming of continuous glass fibre reinforced polypropylene," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 28 A, pp. 695-702, 1997.
- [2] D. Trudel-Boucher, B. Fisa, J. Denault, and P. Gagnon, "Experimental investigation of stamp forming of unconsolidated commingled E-glass/polypropylene fabrics," *Composites Science and Technology*, vol. 66, pp. 555-570, 3// 2006.

ECCM16 - 16TH EUROPEAN CONFERENCE ON COMPOSITE MATERIALS, Seville, Spain, 22-26 June 2014

- [3] M. Wakeman, P. Blanchard, and J. Månsen, "Void evolution during stamp-forming of thermoplastic composites," in *15th International Conference on Composite Materials (ICCM-15)*, Durban, South Africa, 2005, p. 15.
- [4] M. Hou, L. Ye, H. Lee, and Y. Mai, "Manufacture of a carbon-fabric-reinforced polyetherimide (CF/PEI) composite material," *Composites Science and Technology*, vol. 58, pp. 181-190, 1998.
- [5] U. Breuer and M. Neitzel, "High speed stamp forming of thermoplastic composite sheets," *Polymers and Polymer Composites*, vol. 4, pp. 117-123, 1996.
- [6] M. Hou and K. Friedrich, "Thermoforming of high performance composites with thermoplastic matrices," *Engineering Plastics(UK)*, vol. 5, pp. 86-100, 1991.
- [7] L. B. Nohara, E. L. Nohara, A. Moura, J. M. Gonçalves, M. L. Costa, and M. C. Rezende, "Study of crystallization behavior of poly (phenylene sulfide)," *Polímeros*, vol. 16, pp. 104-110, 2006.
- [8] M. Chih-Min, W. Tao-Hsing, Y. Cheng-Tao, and C. Bor-Wen, "Two-dimensional Stamp Forming Analysis for Thermoplastic Composites," *Journal of Applied Sciences*, vol. 13, pp. 1461-1466, 2013.
- [9] L. Khoun, K. Challagulla, and P. Hubert, "Thermo-mechanical properties of 5-harness satin fabric composites," *Journal of Composite Materials*, vol. 46, pp. 3121-3136, 2012.
- [10] ASTM Standard D6415, "Standard test method for measuring the curved beam strength of a fiber-reinforced polymer-matrix composite," ed. West Conshohocken: American Society for Testing and Materials International, 1999, p. 13.
- [11] J. 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," ORNL2005.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- American Society for Testing and Materials International. 1987. *Standard Test Method for Short-Beam Strength of Polymer Matrix Composite Materials and Their Laminates*. ASTM D2344 /D2344M. West Conshohocken: American Society for Testing and Materials International, 8 p.
- American Society for Testing and Materials International. 1999. *Standard test method for measuring the curved beam strength of a fiber-reinforced polymer-matrix composite*. ASTM D6415 / D6415M. West Conshohocken: American Society for Testing and Materials International, 13 p.
- Aucher, Jérémie. 2009. « Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable ». INSA de Rouen.
- Avalon, Stephanie C, et Steven L Donaldson. 2011. « Strength of composite angle brackets with multiple geometries and nanofiber-enhanced resins ». *Journal of Composite Materials*, vol. 45, n° 9, p. 1017-1030.
- Barnes, J. A., et F. N. Cogswell. 1989. « Transverse flow processes in continuous fibre-reinforced thermoplastic composites ». *Composites*, vol. 20, n° 1, p. 38-42.
- Borg, Rikard, Lars Gunnar Nilsson et Kjell Simonsson. 2004. « Simulation of low velocity impact on fiber laminates using a cohesive zone based delamination model ». *Composites Science and Technology*, vol. 64, n° 2, p. 279-288.
- Breuer, U, et M Neitzel. 1997. « The challenge of stamp forming high-strength thermoplastic composites for transportation ». *Society for the Advancement of Material and Process Engineering(USA)*, p. 1508-1519.
- Breuer, U., et M. Neitzel. 1996. « High speed stamp forming of thermoplastic composite sheets ». *Polymers and Polymer Composites*, vol. 4, n° 2, p. 117-123.
- Breuer, U., M. Neitzel, V. Ketzer et R. Reinicke. 1996. « Deep drawing of fabric reinforced thermoplastics: Wrinkle formation and their reduction ». *Polymer Composites*, vol. 17, n° 4, p. 643-647.
- Burkhart, A, et D Cramer. 2005. « Feasibility of continuous-fiber reinforced thermoplastic tailored blanks for automotive applications ». In *Proceedings of the 2005 Society of Plastics Engineers Automotive Composites Conference and Exposition*.
- Cabrera, N. O., C. T. Reynolds, B. Alcock et T. Peijs. 2008. « Non-isothermal stamp forming of continuous tape reinforced all-polypropylene composite sheet ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, n° 9, p. 1455-1466.

- Campbell, D. Thomas, et David R. Cramer. 2008. « Hybrid thermoplastic composite ballistic helmet fabrication study ». In *SAMPE 2008 - 52nd International SAMPE Symposium - Material and Process Innovations: Changing our World, May 18, 2008 - May 22, 2008.* (Long Beach, CA, United states) Vol. 52, p. Utah and Japan Chapters of SAMPE. Coll. « International SAMPE Symposium and Exhibition (Proceedings) »: Soc. for the Advancement of Material and Process Engineering.
- Cao, Jingyao, et Leishan Chen. 2005. « Effect of thermal cycling on carbon fiber-reinforced PPS composites ». *Polymer Composites*, vol. 26, n° 5, p. 713-716.
- Chang, IY, et JK Lees. 1988. « Recent development in thermoplastic composites: a review of matrix systems and processing methods ». *Journal of thermoplastic composite materials*, vol. 1, n° 3, p. 277-296.
- Chen, Julie, James A. Sherwood, Patricia Buso, Samuel Chow et Darin Lussier. 2000. « Stamping of continuous fiber thermoplastic composites ». *Polymer Composites*, vol. 21, n° 4, p. 539-547.
- Chih-Min, Ma, Wang Tao-Hsing, Yu Cheng-Tao et Cheng Bor-Wen. 2013. « Two-dimensional Stamp Forming Analysis for Thermoplastic Composites ». *Journal of Applied Sciences*, vol. 13, n° 9, p. 1461-1466.
- De Luca, P, P Lefébure et AK Pickett. 1998. « Numerical and experimental investigation of some press forming parameters of two fibre reinforced thermoplastics: APC2-AS4 and PEI-CETEX ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, n° 1, p. 101-110.
- Díaz, Jorge, et Luis Rubio. 2003. « Developments to manufacture structural aeronautical parts in carbon fibre reinforced thermoplastic materials ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 143–144, n° 0, p. 342-346.
- Dubé, M., P. Hubert, A. Yousefpour et J. Denault. 2007. « Resistance welding of thermoplastic composites skin/stringer joints ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, n° 12, p. 2541-2552.
- Dutta, A., M. Niemeyer et M. Cakmak. 1991. « Thermoforming of advanced thermoplastic composites. I: Single curvature parts ». *Polymer Composites*, vol. 12, n° 4, p. 257-272.
- Fernández, I., F. Blas et M. Frövel. 2003. « Autoclave forming of thermoplastic composite parts ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 143–144, n° 0, p. 266-269.
- Friedrich, K, et M Hou. 1998. « On stamp forming of curved and flexible geometry components from continuous glass fiber/polypropylene composites ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, n° 3, p. 217-226.

- Garnich, Mark R, et Nicholas A Klymyshyn. 2013. « Multiscale analysis of stamp forming of a woven composite ». *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 26, n° 5, p. 640-662.
- Giraud, Isabelle. 2011. « Elaboration d'ensimages thermoplastiques thermostables: influence sur le comportement mécanique des composites PEEK/fibres de carbone ». Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- Hao, Wenfeng, Dongyun Ge, Yinji Ma, Xuefeng Yao et Yue Shi. 2012. « Experimental investigation on deformation and strength of carbon/epoxy laminated curved beams ». *Polymer Testing*, vol. 31, n° 4, p. 520-526.
- Harrison, P., R. Gomes et N. Curado-Correia. 2013. « Press forming a 0/90 cross-ply advanced thermoplastic composite using the double-dome benchmark geometry ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 54, n° 0, p. 56-69.
- Hou, M. 1996. « Stamp forming of fabric-reinforced thermoplastic composites ». *Polymer Composites*, vol. 17, n° 4, p. 596-603.
- Hou, M. 1997. « Stamp forming of continuous glass fibre reinforced polypropylene ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 28 A, n° 8, p. 695-702.
- Hou, M., et K. Friedrich. 1991a. « Stamp forming of continuous carbon fibre/polypropylene composites ». *Composites Manufacturing*, vol. 2, n° 1, p. 3-9.
- Hou, M., et K. Friedrich. 1991b. « Thermoforming of high performance composites with thermoplastic matrices ». *Engineering Plastics(UK)*, vol. 5, n° 2, p. 86-100.
- Hou, M., et K. Friedrich. 1994. « 3-D stamp forming of thermoplastic matrix composites ». *Applied Composite Materials*, vol. 1, n° 2, p. 135-153.
- Hou, M., K. Friedrich et R. Scherer. 1994. « Optimization of stamp forming of thermoplastic composite bends ». *Composite Structures*, vol. 27, n° 1-2, p. 157-167.
- Hou, M., L. Ye, H. J. Lee et Y. W. Mai. 1998. « Manufacture of a carbon-fabric-reinforced polyetherimide (CF/PEI) composite material ». *Composites Science and Technology*, vol. 58, n° 2, p. 181-190.
- Hou, M., L. Ye et Y. W. Mai. 1997a. « Manufacturing process and mechanical properties of thermoplastic composite components ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 63, n° 1, p. 334-338.
- Hou, Meng, Lin Ye et Yiu-Wing Mai. 1997b. « Manufacturing of an Aileron Rib with Advanced Thermoplastic Composites ». *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 10, n° 2, p. 185-195.

- Hwang, Shun-Fa, et Kun-Ji Hwang. 2002. « Stamp forming of locally heated thermoplastic composites ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, n° 5, p. 669-676.
- Kedward, K. T., R. S. Kedward, S. K. Wilson et McLean. 1989. « Flexure of simply curved composite shapes ». *Composites*, vol. 20, n° 6, p. 527-536.
- Lee, Ji Seok, Seok Jin Hong, Woong-Ryeol Yu et Tae Jin Kang. 2007. « The effect of blank holder force on the stamp forming behavior of non-crimp fabric with a chain stitch ». *Composites Science and Technology*, vol. 67, n° 3-4, p. 357-366.
- Marissen, R., L. Th Van Der Drift et J. C. Sterk. 1997. « Folding of continuous fibre thermoplastic composites ». *Applied Composite Materials*, vol. 4, n° 5, p. 273-282.
- McCool, R, A Murphy, R Wilson, Z Jiang, M Price, J Butterfield et P Hornsby. 2012. « Thermoforming carbon fibre-reinforced thermoplastic composites ». *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials Design and Applications*, vol. 226, n° 2, p. 91-102.
- Mohammed, U, C Lekakou et MG Bader. 2000. « Experimental studies and analysis of the draping of woven fabrics ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, n° 12, p. 1409-1420.
- Monaghan, MR, PJ Mallon, CM O'Bradaigh et RB Pipes. 1990. « The effect of diaphragm stiffness on the quality of diaphragm formed thermoplastic composite components ». *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 3, n° 3, p. 202-215.
- Nohara, Liliana B, Evandro L Nohara, Andreza Moura, Joseane MRP Gonçalves, Michelle L Costa et Mirabel C Rezende. 2006. « Study of crystallization behavior of poly (phenylene sulfide) ». *Polímeros*, vol. 16, n° 2, p. 104-110.
- Nowacki, J., et M. Neitzel. 2000. « Thermoforming of reinforced thermoplastic stiffened structure ». *Polymer Composites*, vol. 21, n° 4, p. 531-538.
- Okine, Richard K. 1989. « Analysis of forming parts from advanced thermoplastic composite sheet materials ». *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 2, n° 1, p. 50-76.
- Prodromou, A. G., et J. Chen. 1997. « On the relationship between shear angle and wrinkling of textile composite preforms ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 28, n° 5, p. 491-503.
- Reifsnider, Ken, et Scott Case. 1998. « Strength-based predictive methods for large-scale combined degradation effects ». In *Structures, structural dynamics, and materials conference and exhibit, 39th, Long Beach, CA*.

- Robroek, Lucien Marinus Johannes. 1993. « Development of the Rubber Forming Technique to Realize Fabric Reinforced Thermoplastic Products ». *Advanced Materials: Performance Through Technology Insertion.*, vol. 38, p. 2032-2044.
- Sachs, U., S. P. Haanappel, B. Rietman, R. Ten Thije et R. Akkerman. 2013. « Formability of fiber-reinforced thermoplastics in hot press forming process based on friction properties ». In *16th ESAFORM Conference on Material Forming, ESAFORM 2013, April 22, 2013 - April 24, 2013*. (Aveiro, Portugal) Vol. 554-557, p. 501-506. Coll. « Key Engineering Materials »: Trans Tech Publications Ltd.
- Salomi, A., T. Garstka, K. Potter, A. Greco et A. Maffezzoli. 2008. « Spring-in angle as molding distortion for thermoplastic matrix composite ». *Composites Science and Technology*, vol. 68, n° 14, p. 3047-3054.
- Smiley, AJ, et RB Pipes. 1988. « Analysis of the diaphragm forming of continuous fiber reinforced thermoplastics ». *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 1, n° 4, p. 298-321.
- Spruiell, JE. 2005. *A review of the measurement and development of crystallinity and its relation to properties in neat poly (phenylene sulfide) and its fiber reinforced composites*. ORNL.
- Thomann, Urs I., et Paolo Ermanni. 2004. « The influence of yarn structure and processing conditions on the laminate quality of stamp-formed carbon and thermoplastic polymer fiber commingled yarns ». *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 17, n° 3, p. 259-283.
- Trudel-Boucher, D., B. Fisa, J. Denault et P. Gagnon. 2006. « Experimental investigation of stamp forming of unconsolidated commingled E-glass/polypropylene fabrics ». *Composites Science and Technology*, vol. 66, n° 3–4, p. 555-570.
- Trudel-Boucher, David. 2005. « Thermoformage d'un composite à fibres continues polypropylène/fibres de verre ». NR03935. Canada, Ecole Polytechnique, Montreal (Canada), 256-256 p. p. In ProQuest Dissertations & Theses (PQDT); ProQuest Dissertations & Theses A&I.
- Wakeman, M. D., T. A. Cain, C. D. Rudd, R. Brooks et A. C. Long. 1998. « Compression moulding of glass and polypropylene composites for optimised macro- and micro-mechanical properties—1 commingled glass and polypropylene ». *Composites Science and Technology*, vol. 58, n° 12, p. 1879-1898.
- Wakeman, MD, P Blanchard et JAE Månsen. 2005. « Void evolution during stamp-forming of thermoplastic composites ». In *15th International Conference on Composite Materials (ICCM-15)*. (Durban, South Africa), 15th, p. 15. Coll. « International Conference on Composite Materials ».

Wang, Peng, Nahiène Hamila, Pierre Pineau et Philippe Boisse. 2012. « Thermomechanical analysis of thermoplastic composite prepregs using bias-extension test ». *Journal of Thermoplastic Composite Materials*.

Youssef, Younes, et J Denault. 1998. « Thermoformed glass fiber reinforced polypropylene: microstructure, mechanical properties and residual stresses ». *Polymer Composites*, vol. 19, n° 3, p. 301-309.

Zahlan, N., et J. M. O'Neill. 1989. « Design and fabrication of composite components; the spring-forward phenomenon ». *Composites*, vol. 20, n° 1, p. 77-81.

